

# Modélisation et élaboration des métrologies de microscopie thermique à sonde locale résistive

Stéphane Lefèvre

Directeurs : S. Volz, J.-B. Saulnier

Laboratoire d'Études Thermiques - ENSMA - Université de Poitiers





# INTRODUCTION



# Objectif principal

## INTRODUCTION

### ● Objectif principal

- Motivations industrielles
- Motivations scientifiques
- Limites actuelles
- Objectifs intermédiaires

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

## ■ Métrologie de **conductivité thermique** à une échelle **submicrométrique**

Utilisation - d'un microscope à **force atomique**  
muni - d'une **sonde locale thermique**

- Modéliser le fonctionnement de base en **régime continu**
- Élaborer une métrologie en **régime alternatif**
- Analyser les transferts au contact pointe-échantillon



# Motivations industrielles

## INTRODUCTION

- Objectif principal
- Motivations industrielles
- Motivations scientifiques
- Limites actuelles
- Objectifs intermédiaires

Dispositif expérimental

---

Simulation DC

---

Modélisation DC

---

Régime AC

---

Analyse des transferts

---

CONCLUSIONS

---

## ■ Micro-électronique

# Motivations industrielles

## INTRODUCTION

- Objectif principal
- Motivations industrielles
- Motivations scientifiques
- Limites actuelles
- Objectifs intermédiaires

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

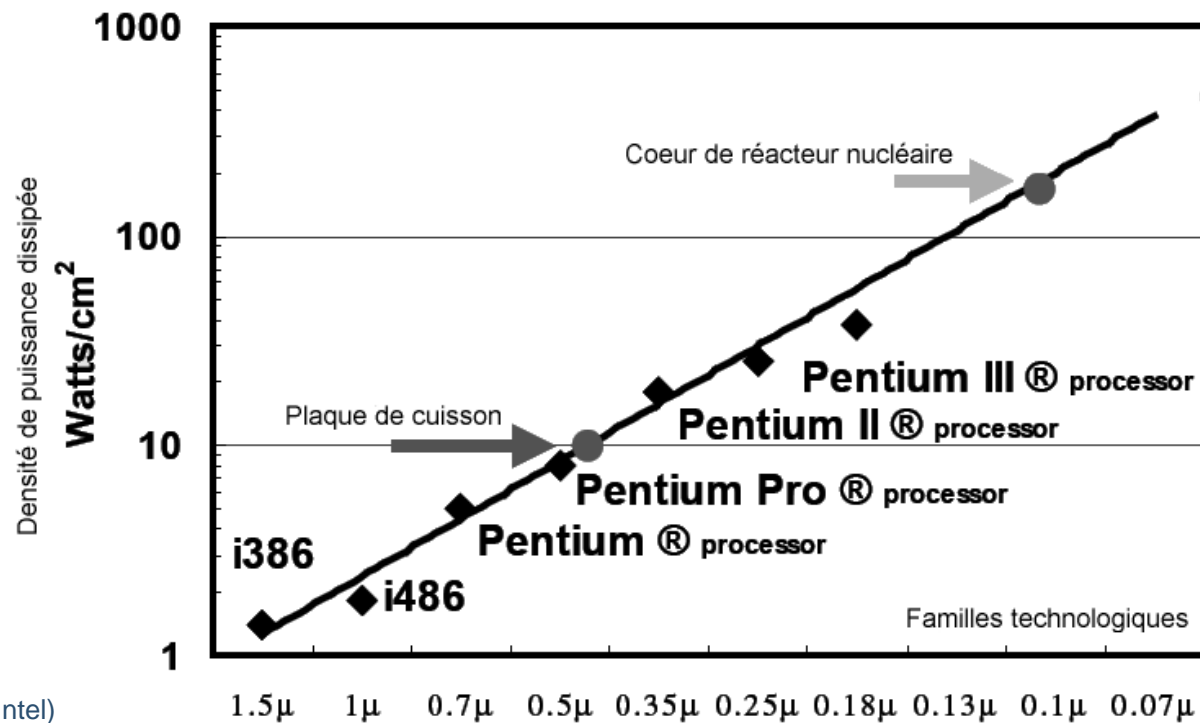
Régime AC

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

## ■ Micro-électronique

- ◆ Densité de puissance de + en + élevée



Source : Pollack(Intel)

Pb de **durée de vie / Fiabilité** ⇒ Mesure de  $T$  et  $\overrightarrow{\text{grad}} T$

Gestion des flux thermiques ⇒ Mesure de  $\lambda$

# Motivations industrielles

## INTRODUCTION

- Objectif principal
- Motivations industrielles
- Motivations scientifiques
- Limites actuelles
- Objectifs intermédiaires

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

Régime AC

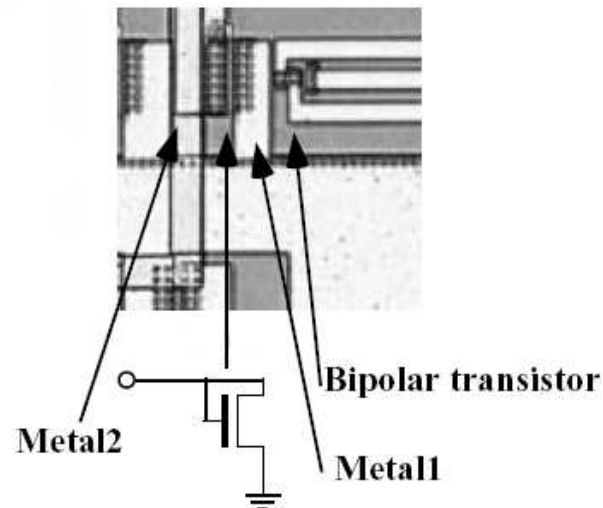
Analyse des transferts

CONCLUSIONS

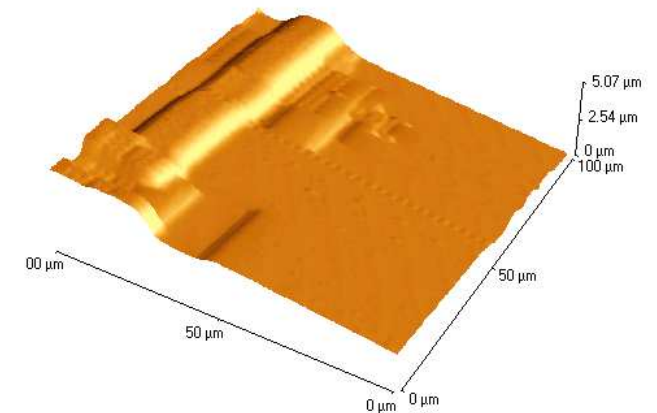
## ■ Micro-électronique

- ◆ Densité de puissance de + en + élevée
- ◆ Détection de «points chauds»

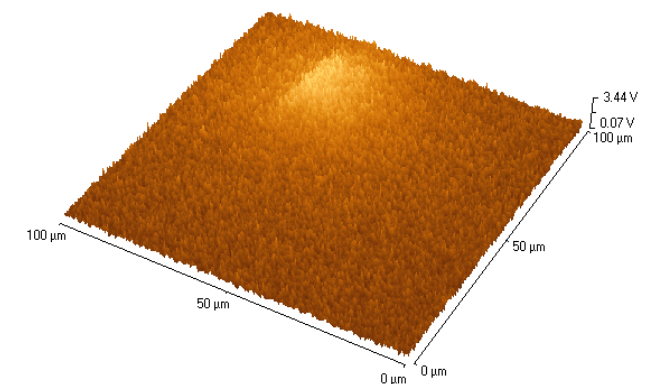
Altet et al., *Microelectronics Journal*, **33**, 2002



Schématisation du montage



Topographie



Module de température

Détection de **défaut** = Surchauffe ⇒ Mesure de température locale

# Motivations industrielles

## INTRODUCTION

- Objectif principal
- Motivations industrielles
- Motivations scientifiques
- Limites actuelles
- Objectifs intermédiaires

Dispositif expérimental

Simulation DC

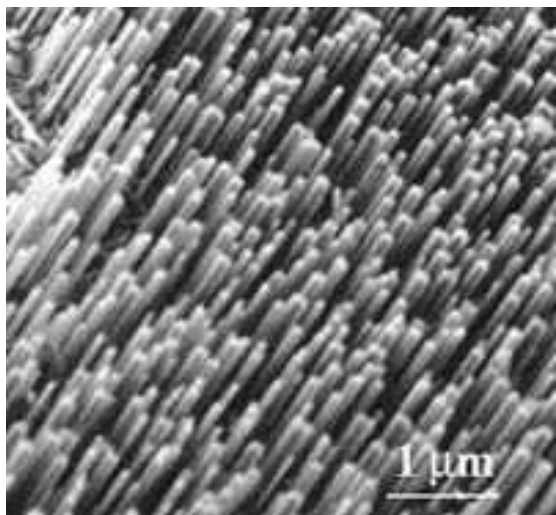
Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

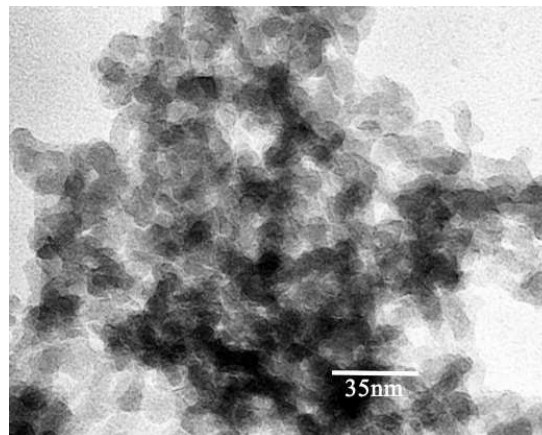
CONCLUSIONS

- Micro-électronique
- Caractérisation locale des matériaux nanostructurés



Nano-fils

[www.nano.me.berkeley.edu](http://www.nano.me.berkeley.edu)



Aérogel  
de Triéthoxysilane

[www.mtsc.unt.edu](http://www.mtsc.unt.edu)



Super-réseaux  
de Silicium /  
Silicium-Germanium

- ◆ Optimisation des propriétés thermiques
- ◆ Caractérisation pour modélisation

# Motivations scientifiques

## INTRODUCTION

- Objectif principal
- Motivations industrielles
- Motivations scientifiques
- Limites actuelles
- Objectifs intermédiaires

Dispositif expérimental

Simulation DC

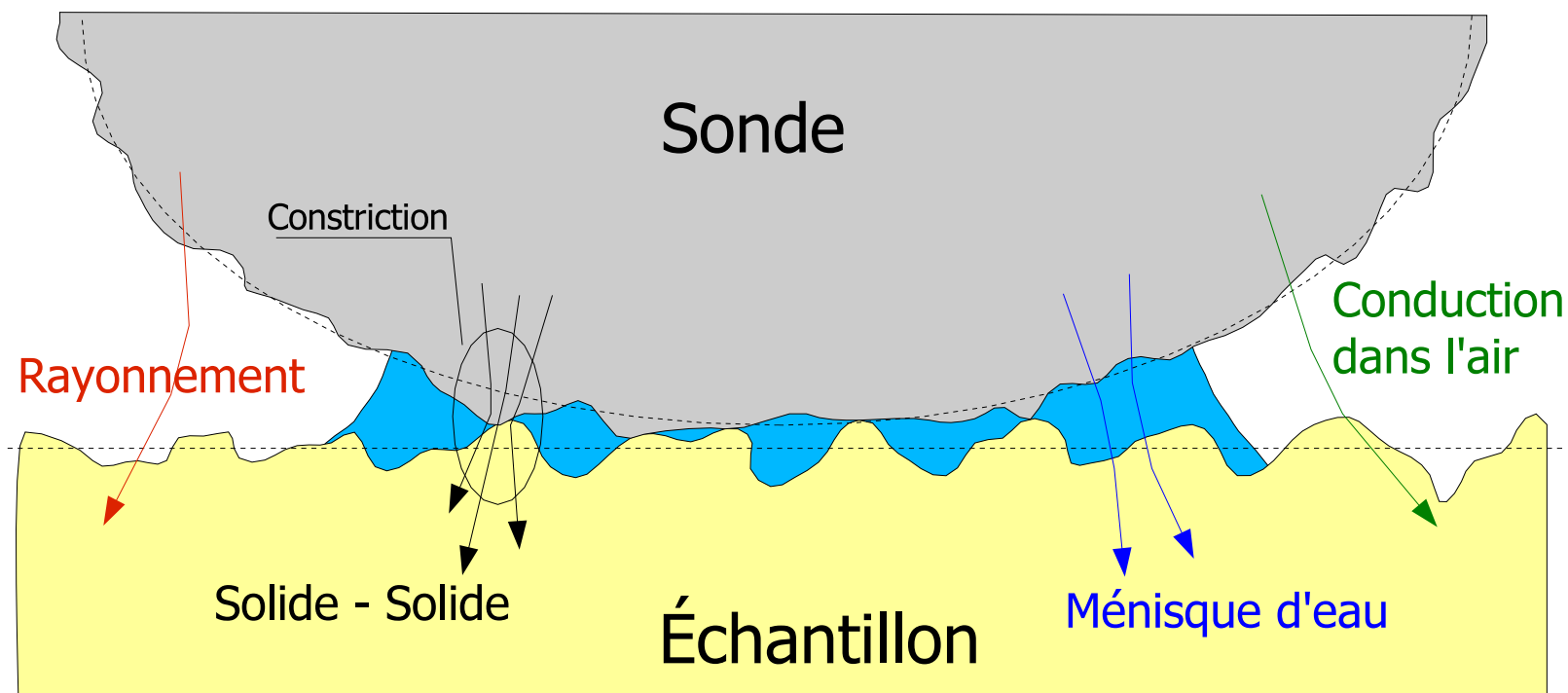
Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

- Quantifier les transferts aux «petites» échelles entre une pointe et un échantillon





# Motivations scientifiques

## INTRODUCTION

- Objectif principal
- Motivations industrielles
- Motivations scientifiques
- Limites actuelles
- Objectifs intermédiaires

Dispositif expérimental

Simulation DC

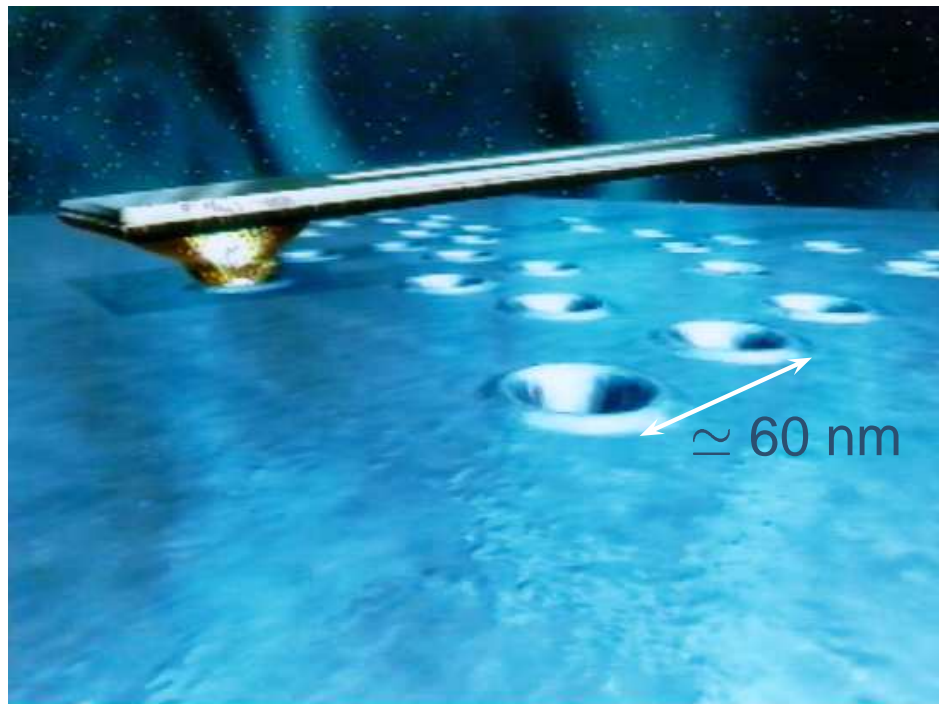
Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

- Quantifier les transferts aux « petites » échelles entre une pointe et un échantillon
- Stockage de données sur support polymère : ↗ la température de transition vitreuse (Ex : Millipède d'IBM)



# Limites des moyens de mesure actuels

## INTRODUCTION

- Objectif principal
- Motivations industrielles
- Motivations scientifiques
- Limites actuelles
- Objectifs intermédiaires

Dispositif expérimental

Simulation DC

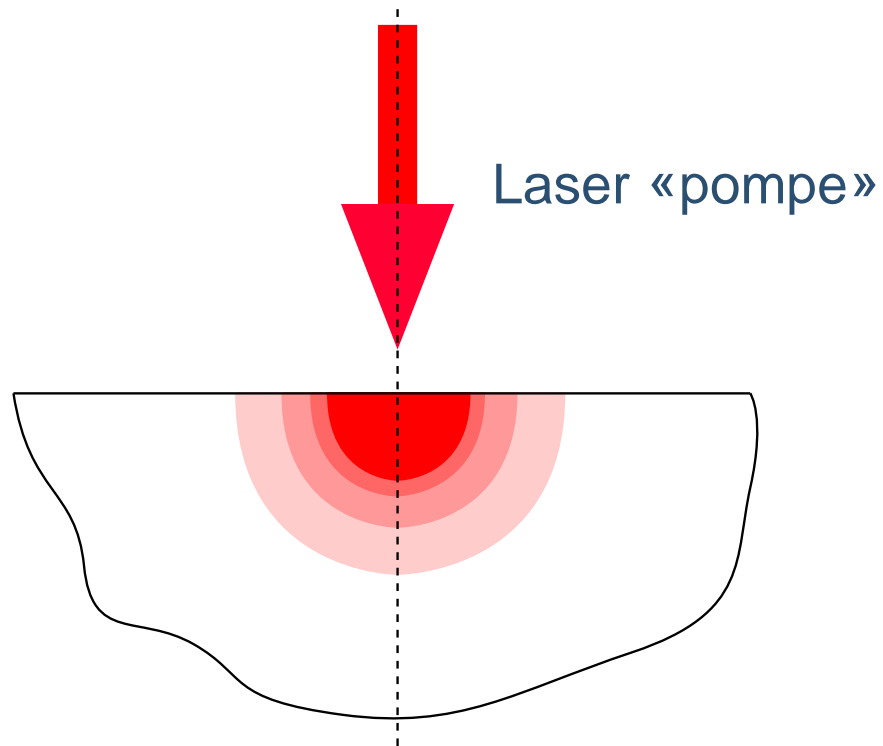
Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

## ■ Les méthodes photothermiques



# Limites des moyens de mesure actuels

## INTRODUCTION

- Objectif principal
- Motivations industrielles
- Motivations scientifiques
- Limites actuelles
- Objectifs intermédiaires

Dispositif expérimental

Simulation DC

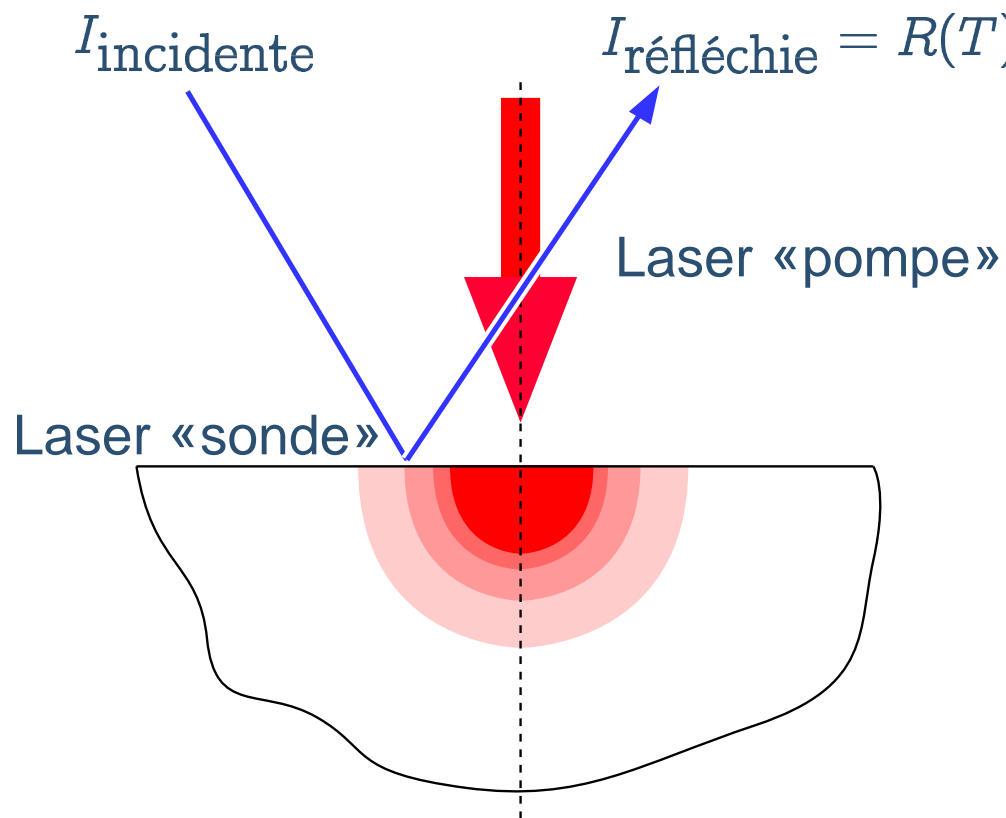
Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

## ■ Les méthodes photothermiques : Photorélectométrie



### Limites :

- laser  $\Rightarrow$  diffraction  
résolution  $\simeq 500$  nm
- surface absorbante (pompe)
- surface réfléchissante (sonde)
- mesure de  $T$   
relative  $\Rightarrow$  diffusivité thermique



# Limites des moyens de mesure actuels

## INTRODUCTION

- Objectif principal
- Motivations industrielles
- Motivations scientifiques
- Limites actuelles
- Objectifs intermédiaires

Dispositif expérimental

---

Simulation DC

---

Modélisation DC

---

Régime AC

---

Analyse des transferts

---

CONCLUSIONS

---

- Les méthodes photothermiques
- Les sondes locales : mesures de «contact»

# Limites des moyens de mesure actuels

## INTRODUCTION

- Objectif principal
- Motivations industrielles
- Motivations scientifiques
- Limites actuelles
- Objectifs intermédiaires

Dispositif expérimental

Simulation DC

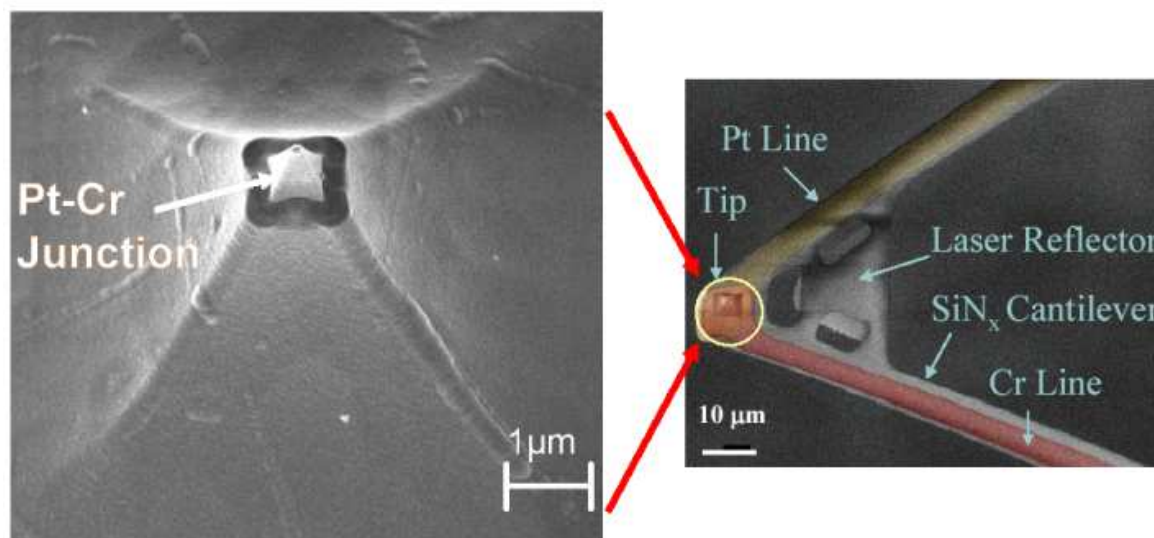
Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

- Les méthodes photothermiques
- Les sondes locales : mesures de « contact »
  - ◆ micro-thermocouples



# Limites des moyens de mesure actuels

## INTRODUCTION

- Objectif principal
- Motivations industrielles
- Motivations scientifiques
- Limites actuelles
- Objectifs intermédiaires

Dispositif expérimental

Simulation DC

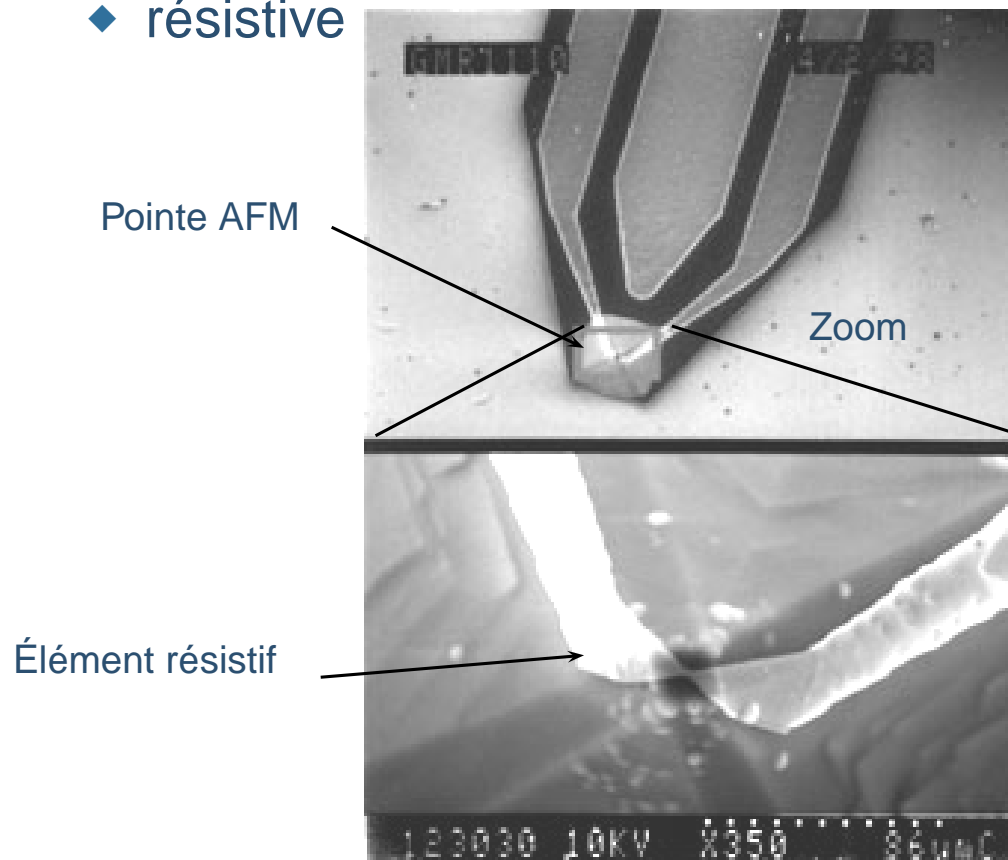
Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

- Les méthodes photothermiques
- Les sondes locales : mesures de « contact »
  - ◆ micro-thermocouples
  - ◆ résistive



## Limites :

- ◆ gestion problématique du contact
- ◆ mesure qualitative
- ◆ nécessite une source de chaleur supplémentaire
- ◆ peu reproductible
- ◆ fragile



# Objectifs intermédiaires

Aller vers une métrologie de **conductivité thermique** quantitative la plus universelle :

- résolution de  $\simeq 100 \text{ nm}$
- adaptée à tout type de matériaux : isolant / conducteur
- non destructive
- sensible

## Stratégie :

- Identifier les limites de la microscopie en **régime continu** par simulation / modélisation
- Développer la métrologie en **mode alternatif**
  - ◆ Caractérisation de la géométrie exacte de la sonde
  - ◆ Mesure quantitative de conductance contact + échantillon
- **Quantifier** les flux thermiques entre la sonde et l'échantillon

### INTRODUCTION

- Objectif principal
- Motivations industrielles
- Motivations scientifiques
- Limites actuelles
- Objectifs intermédiaires

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

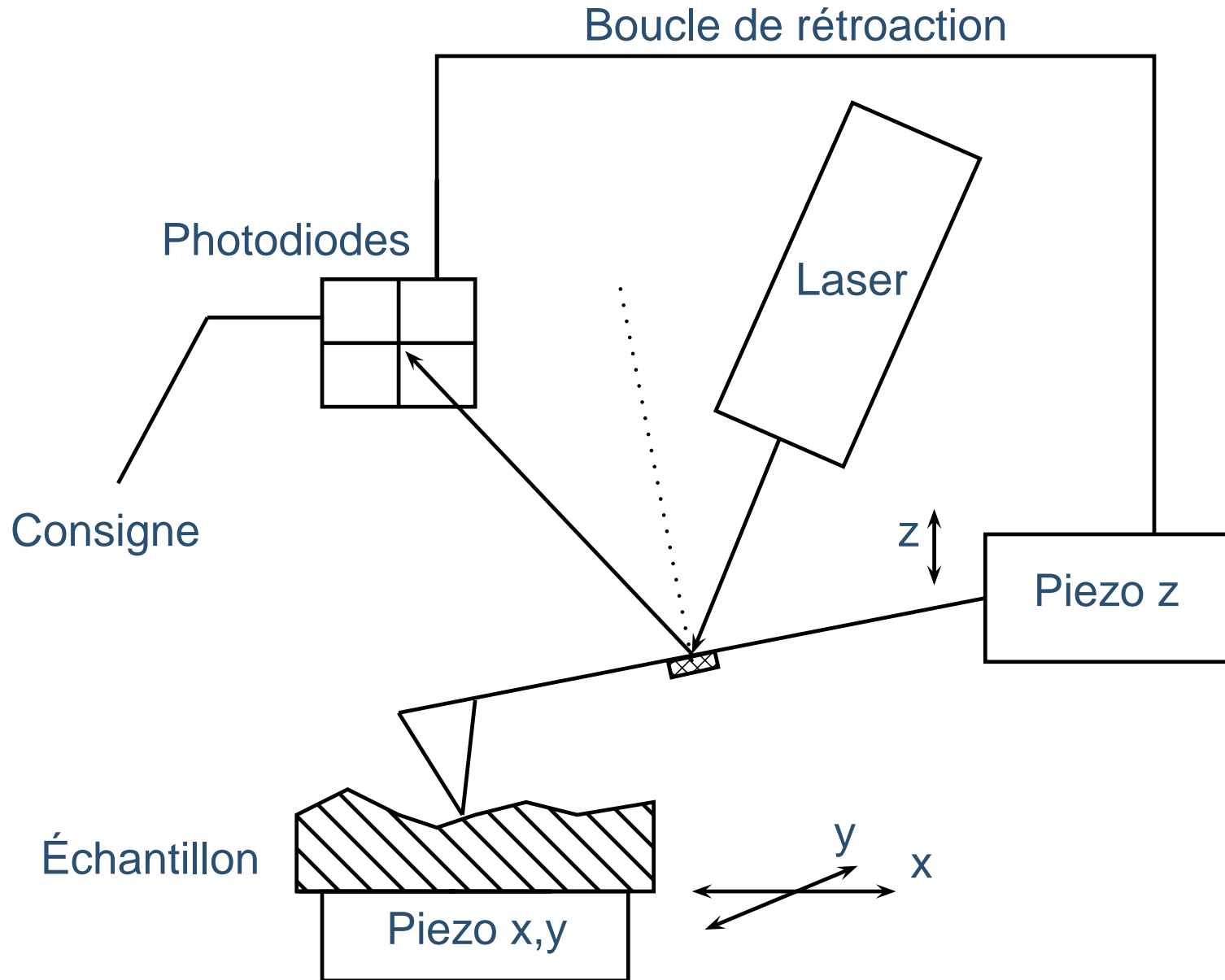
CONCLUSIONS



# Dispositif expérimental



# Fonctionnement sur le principe d'un AFM



INTRODUCTION

Dispositif expérimental

● l'AFM

● Description

● Sonde thermique

● Fonctionnement SThM

Simulation DC

Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

# Description de l'Explorer™

## INTRODUCTION

### Dispositif expérimental

- l'AFM
- Description
- Sonde thermique
- Fonctionnement SThM

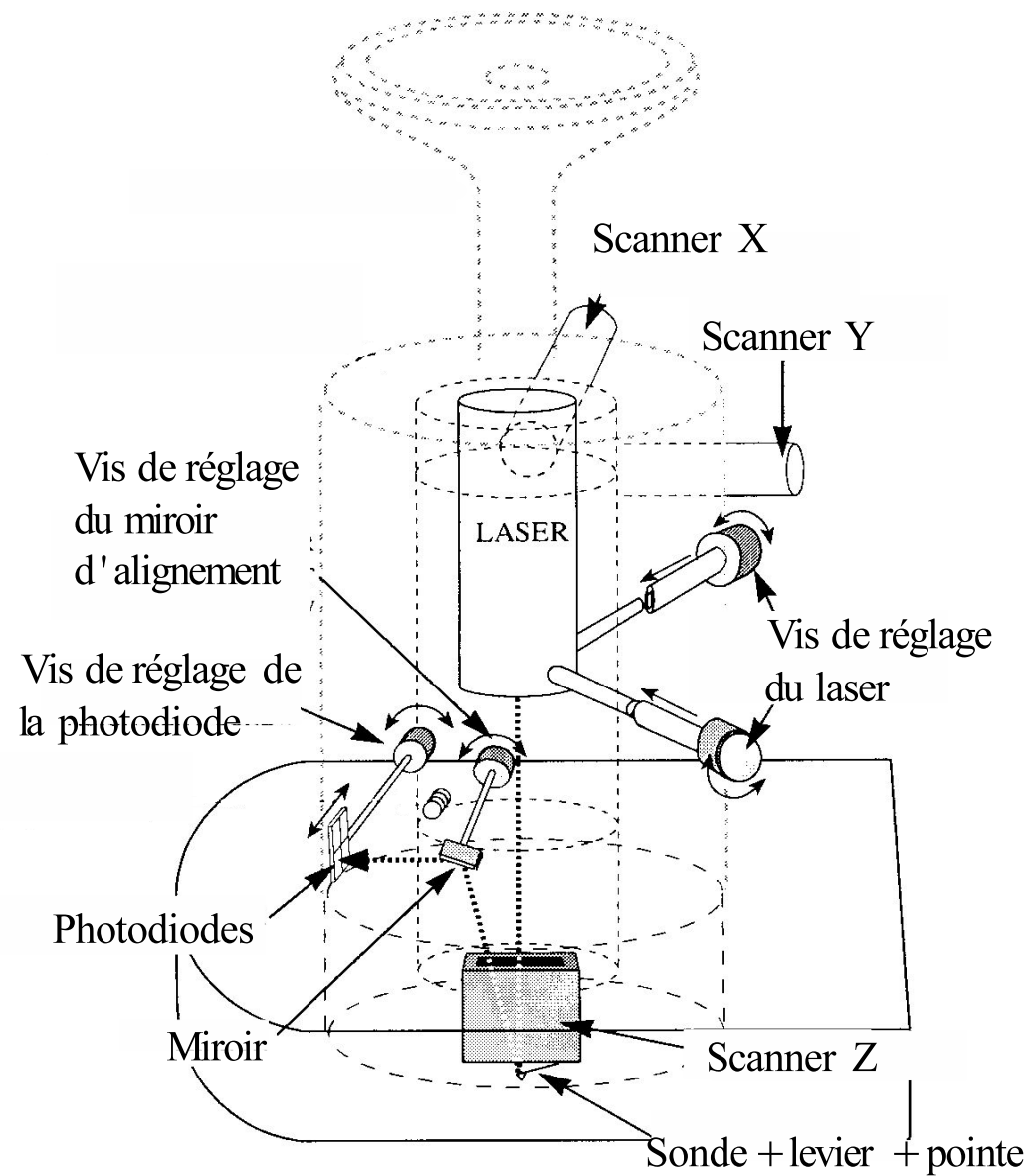
### Simulation DC

### Modélisation DC

### Régime AC

### Analyse des transferts

## CONCLUSIONS



# Description de l'Explorer™

## INTRODUCTION

### Dispositif expérimental

- l'AFM
- Description
- Sonde thermique
- Fonctionnement SThM

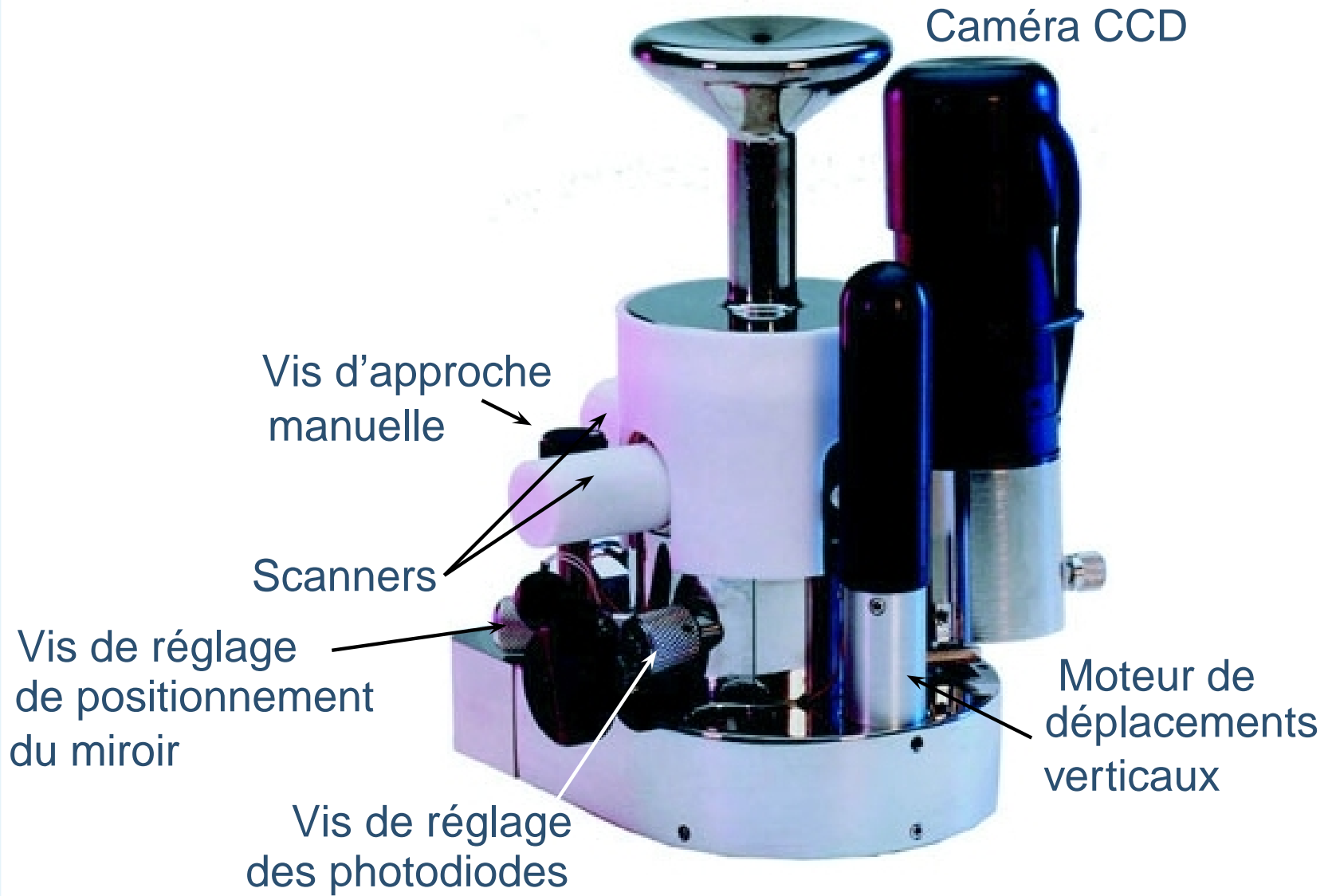
### Simulation DC

### Modélisation DC

### Régime AC

### Analyse des transferts

## CONCLUSIONS



# Description de la sonde thermique

## INTRODUCTION

### Dispositif expérimental

- l'AFM
- Description
- Sonde thermique
- Fonctionnement SThM

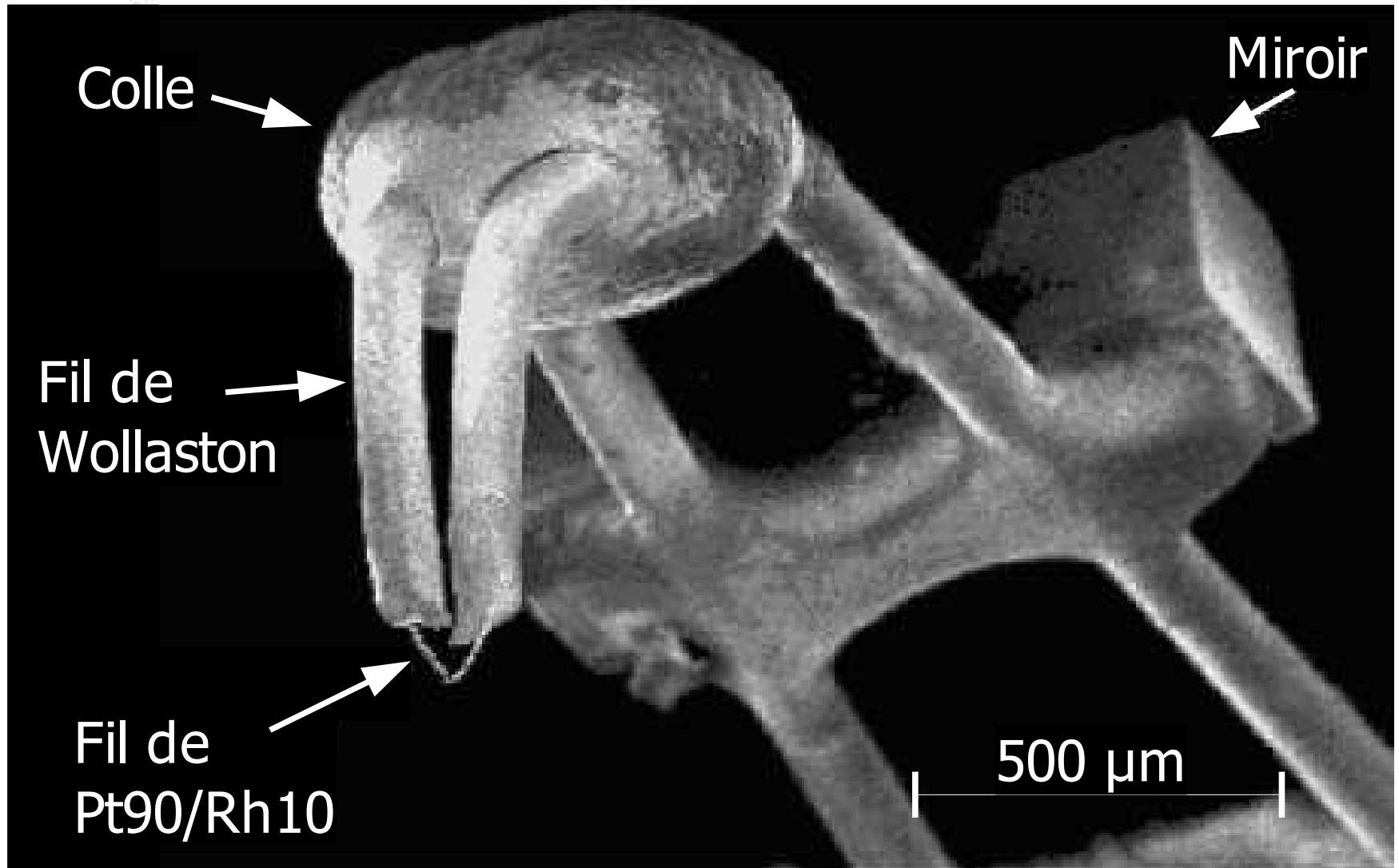
### Simulation DC

### Modélisation DC

### Régime AC

### Analyse des transferts

## CONCLUSIONS



Source : H. M. Pollock et A. Hammiche, *Journal of Physics D : Applied Physics*, **34**, 2001

# Description de la sonde thermique

## INTRODUCTION

### Dispositif expérimental

- l'AFM
- Description
- Sonde thermique
- Fonctionnement SThM

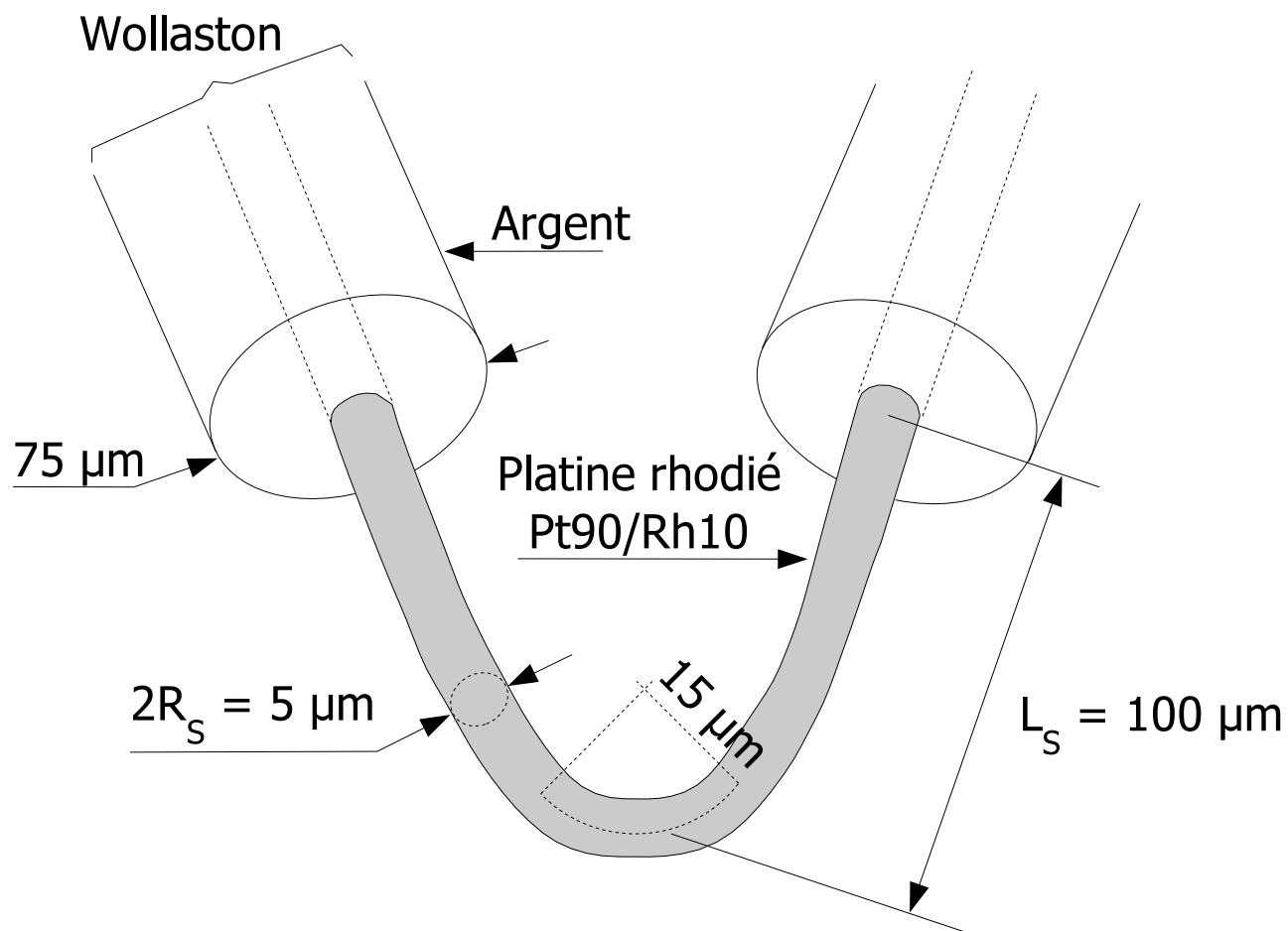
### Simulation DC

### Modélisation DC

### Régime AC

### Analyse des transferts

## CONCLUSIONS

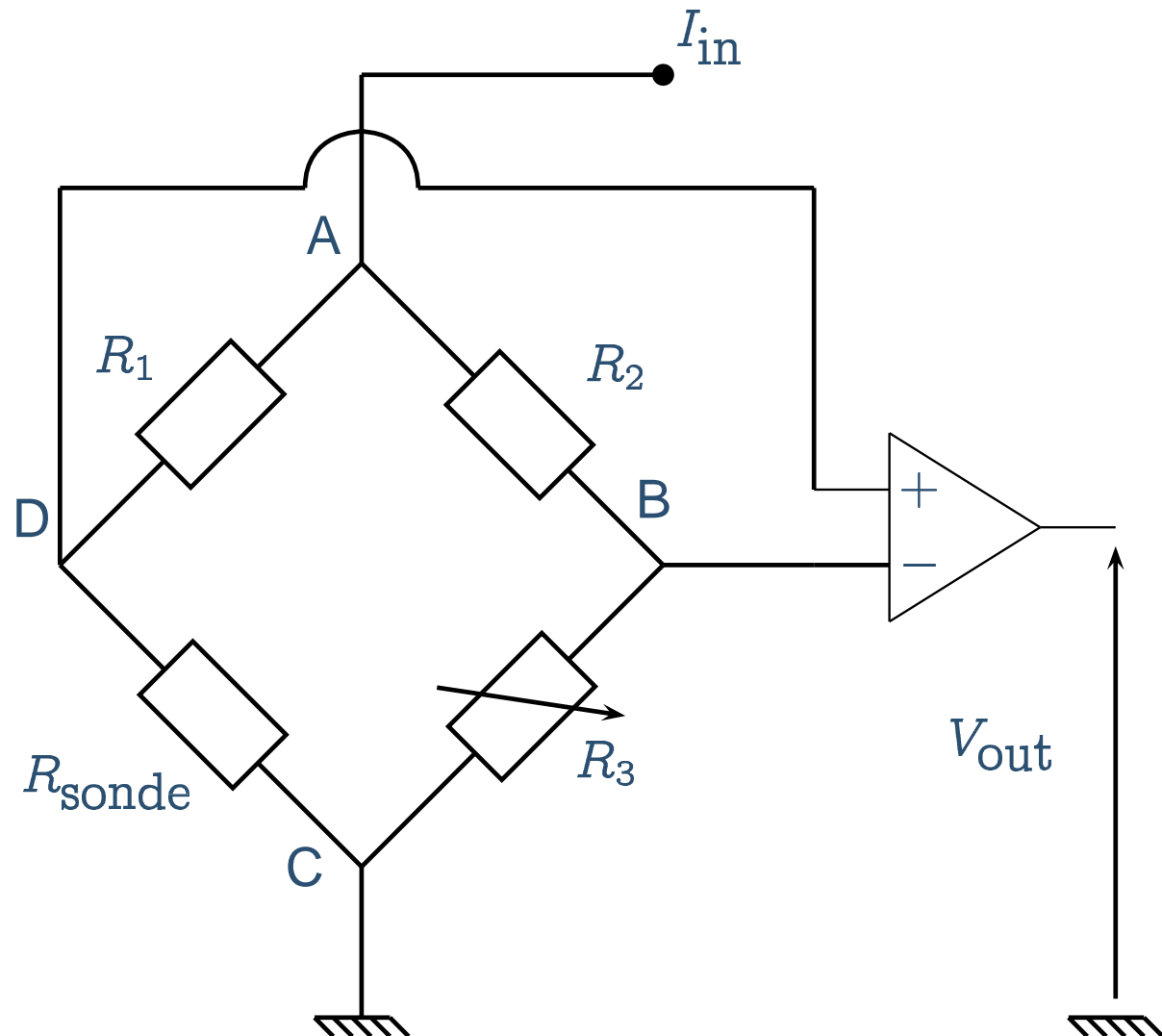


Principe de la mesure :  $R_{\text{Pt90/Rh10}} = R_0(1 + \alpha\Delta T)$

# Modes de fonctionnement original d'un SThM

SThM = Microscope Thermique à Balayage

**Fil froid** = Intensité constante = Contraste de température



## INTRODUCTION

### Dispositif expérimental

- I'AFM
- Description
- Sonde thermique
- Fonctionnement SThM

### Simulation DC

### Modélisation DC

### Régime AC

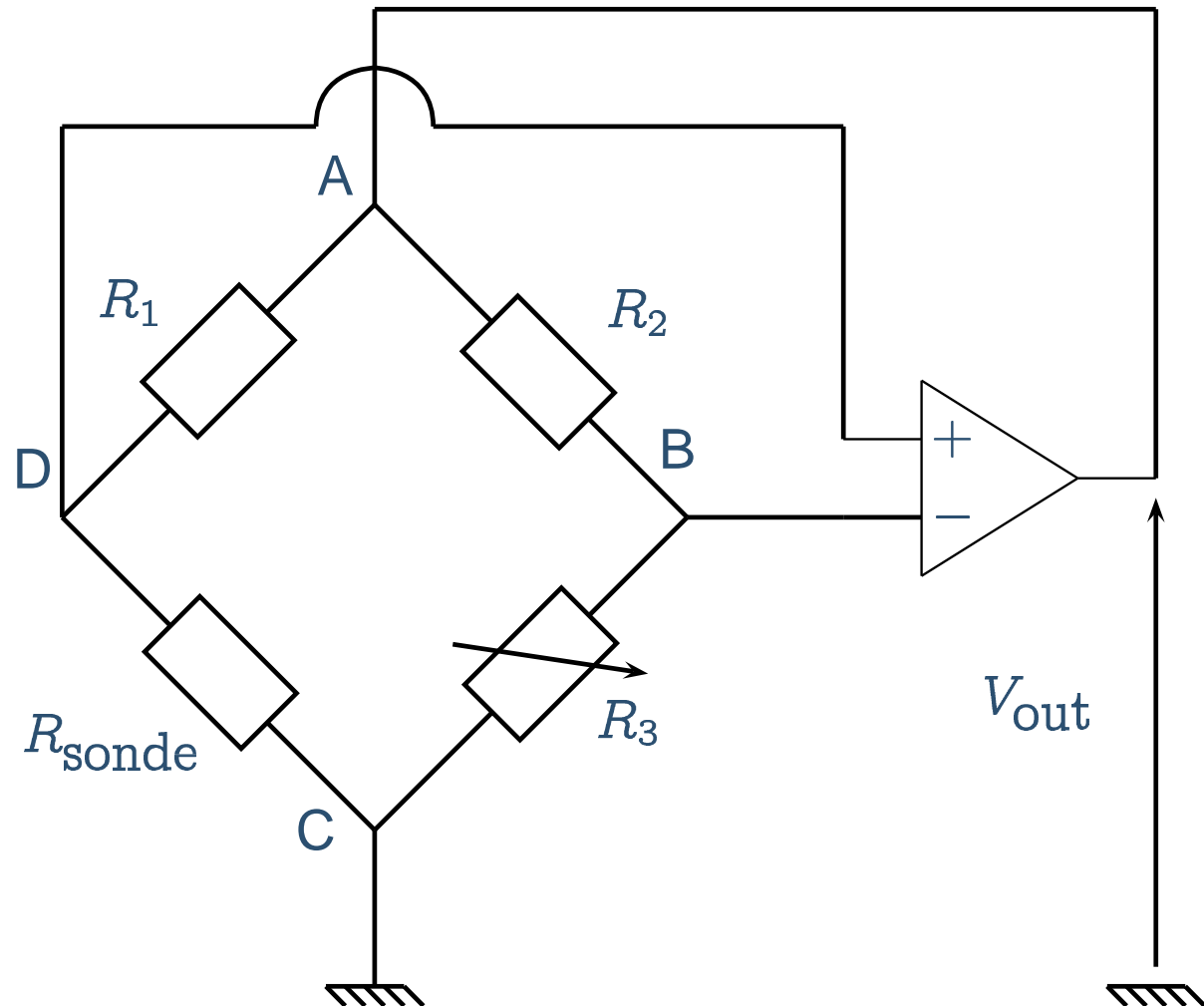
### Analyse des transferts

## CONCLUSIONS

# Modes de fonctionnement original d'un SThM

SThM = Microscope Thermique à Balayage

**Fil chaud** = Température constante = Contraste de conductivité



## INTRODUCTION

### Dispositif expérimental

- I'AFM
- Description
- Sonde thermique
- Fonctionnement SThM

### Simulation DC

### Modélisation DC

### Régime AC

### Analyse des transferts

## CONCLUSIONS



# Régime continu : Simulation numérique



# Simulation en régime DC : Objectifs

Analyse complexe de la mesure

⇒ Réduction du modèle

⇒ Description analytique simple

INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

● Objectifs

● Calibrations et Modèles

● Symétries

● Hypothèses

● Champ de T

● Bilan de Flux

Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

# Calibrations contradictoires et Modélisations



INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

● Objectifs

● Calibrations et Modèles

● Symétries

● Hypothèses

● Champ de T

● Bilan de Flux

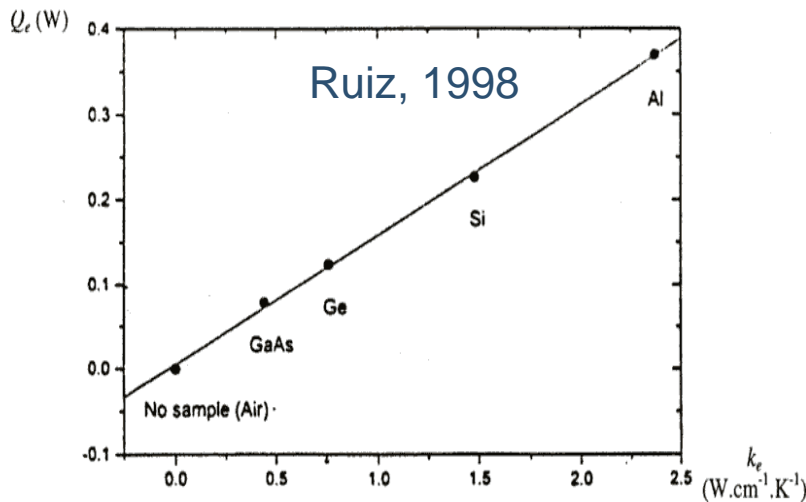
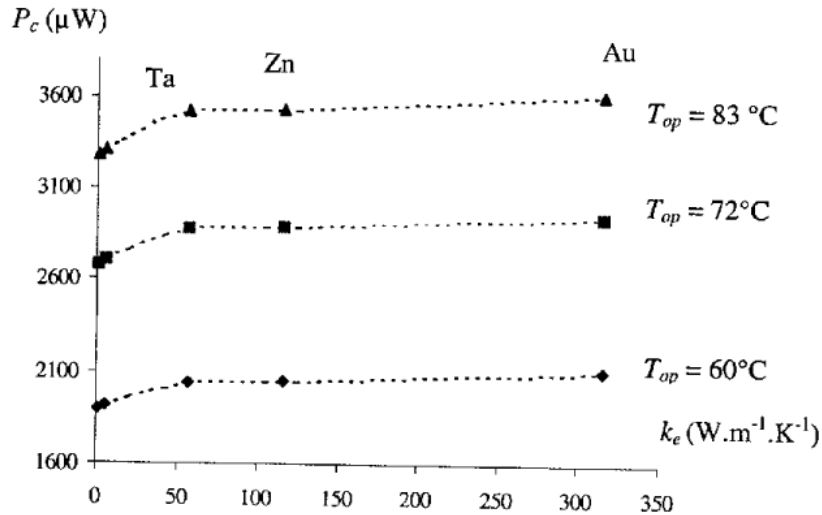
Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

Gomes, 1999



## ■ L'échantillon

- ◆ Conductance thermique

$$G_e \propto \lambda_e$$

## ■ Le contact

- ◆ résistance de contact  $G_c$

$$G_{\text{equ}} = \frac{G_c G_e}{G_c + G_e}$$

- ◆ parfait !  $G_{\text{equ}} \propto \lambda_e$

## ■ La sonde

- ◆ généralement isotherme
- ◆ sauf dans les travaux de Callard et al. - 1999 (simulation numérique)  
Gomes - 2000 (démonstration expérimentale)

# Calibrations contradictoires et Modélisations



INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

● Objectifs

● Calibrations et Modèles

● Symétries

● Hypothèses

● Champ de T

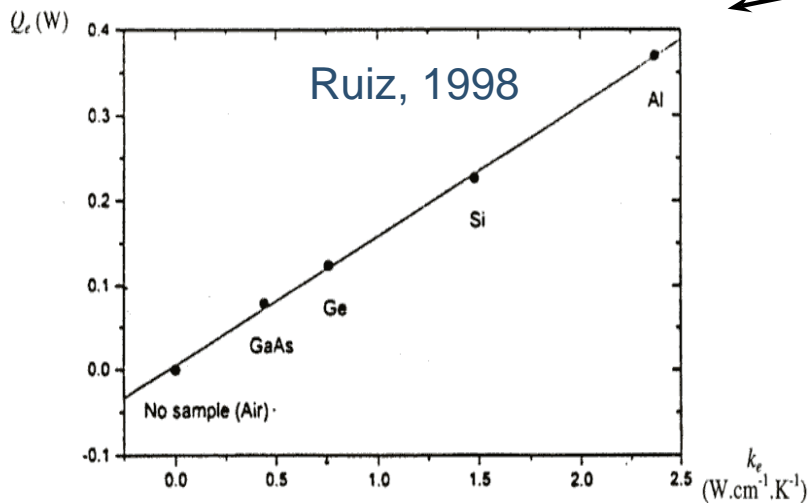
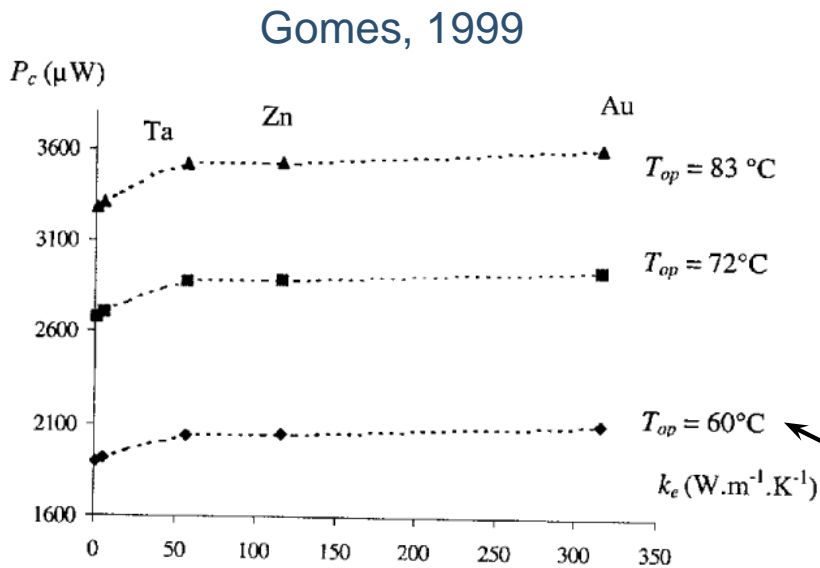
● Bilan de Flux

Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

CONCLUSIONS



## ■ L'échantillon

- ◆ Conductance thermique

$$G_e \propto \lambda_e$$

## ■ Le contact

- ◆ résistance de contact  $G_c$

$$G_{equ} = \frac{G_c G_e}{G_c + G_e}$$

- ◆ parfait !  $G_{equ} \propto \lambda_e$

## ■ La sonde

- ◆ généralement isotherme
- ◆ sauf dans les travaux de Callard et al. - 1999 (simulation numérique)  
Gomes - 2000 (démonstration expérimentale)

# Calibrations contradictoires et Modélisations



INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

● Objectifs

● Calibrations et Modèles

● Symétries

● Hypothèses

● Champ de T

● Bilan de Flux

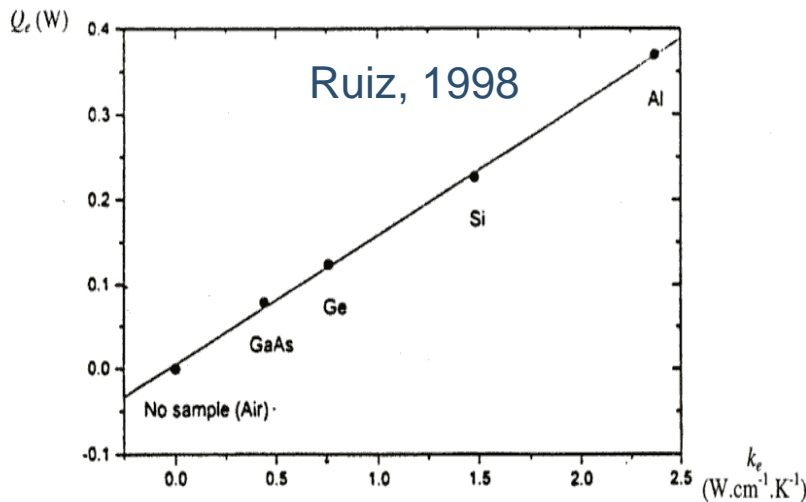
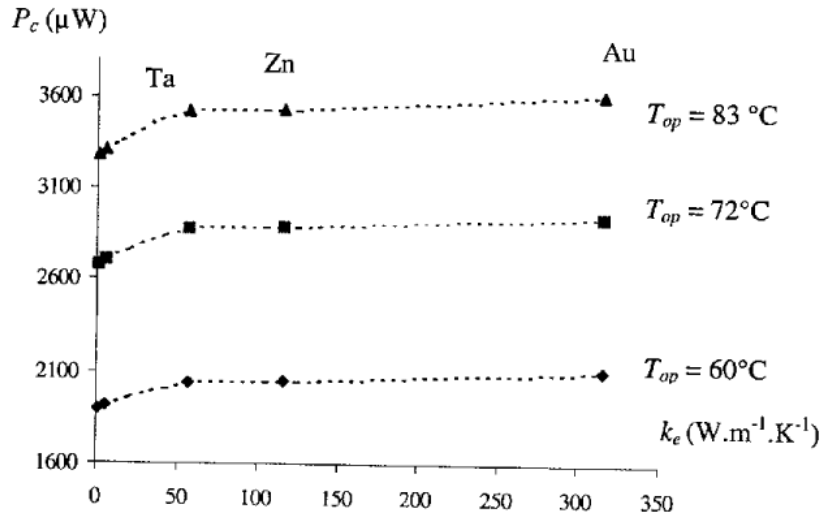
Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

Gomes, 1999



## ■ L'échantillon

- ◆ Conductance thermique

$$G_e \propto \lambda_e$$

## ■ Le contact

- ◆ résistance de contact  $G_c$

$$G_{equ} = \frac{G_c G_e}{G_c + G_e}$$

- ◆ parfait !  $G_{equ} \propto \lambda_e$

## ■ La sonde

- ◆ généralement isotherme
- ◆ sauf dans les travaux de Callard et al. - 1999 (simulation numérique)  
Gomes - 2000 (démonstration expérimentale)



# Étude des symétries

## INTRODUCTION

### Dispositif expérimental

### Simulation DC

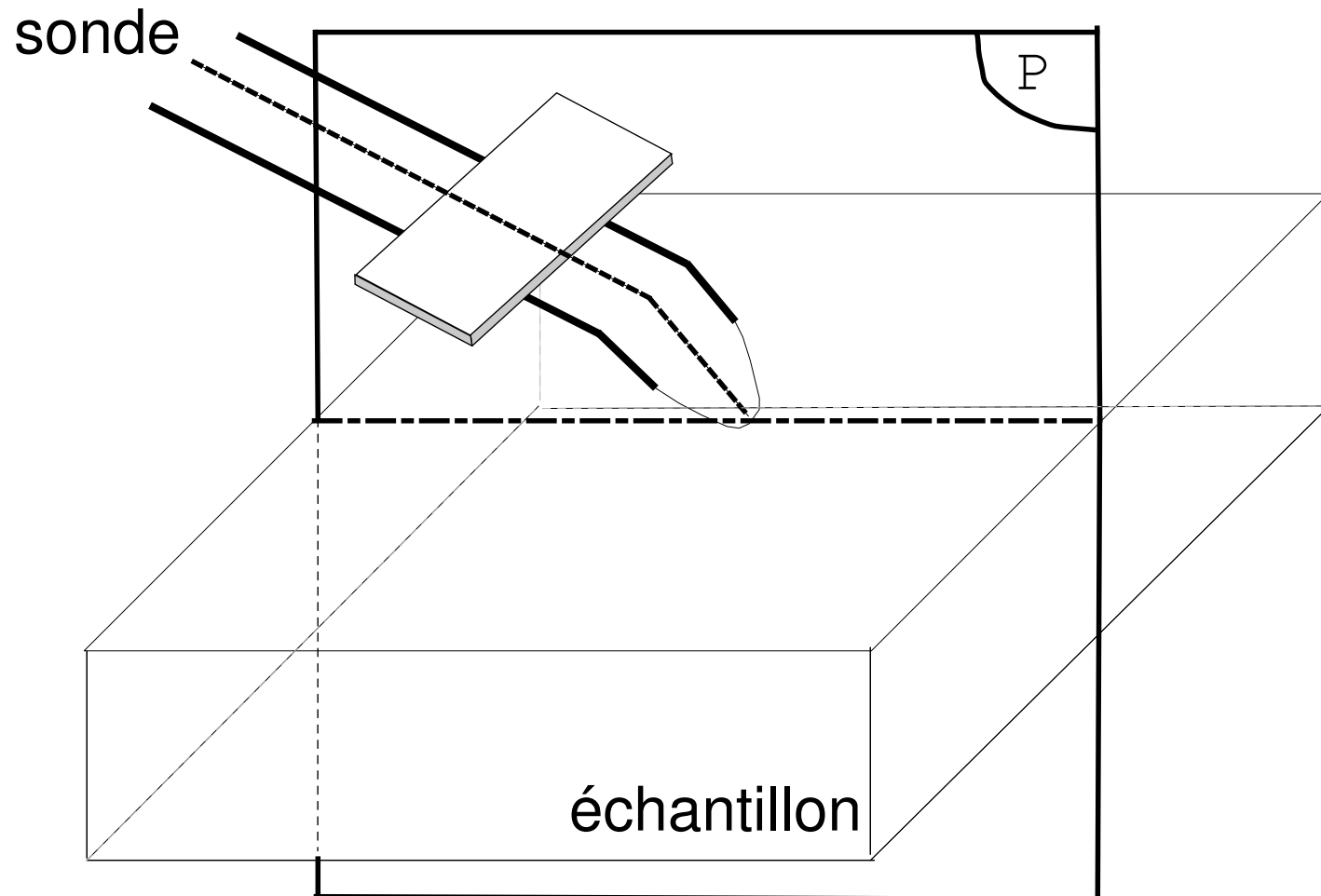
- Objectifs
- Calibrations et Modèles
- Symétries
- Hypothèses
- Champ de T
- Bilan de Flux

### Modélisation DC

### Régime AC

### Analyse des transferts

## CONCLUSIONS





# Étude des symétries

## INTRODUCTION

### Dispositif expérimental

### Simulation DC

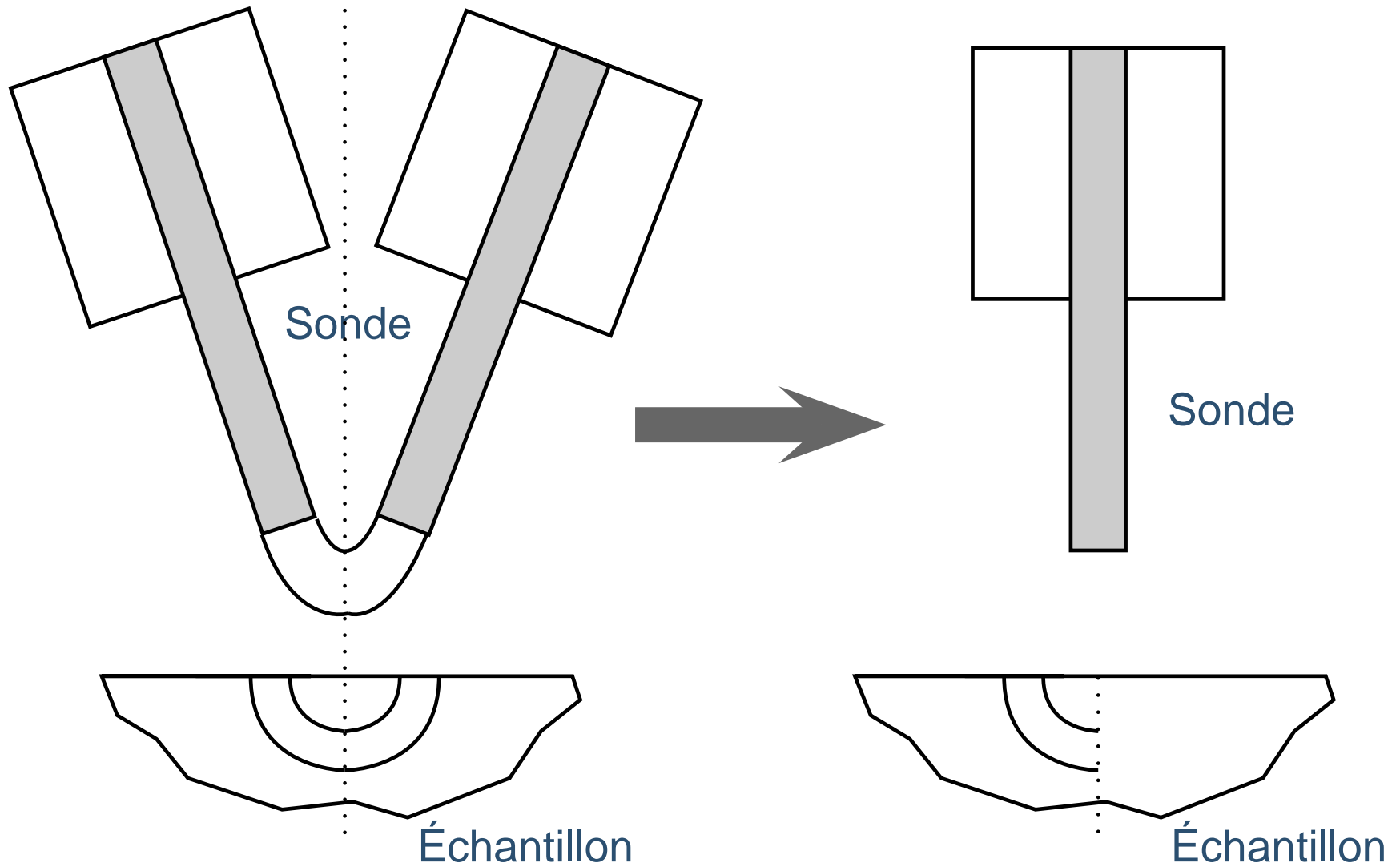
- Objectifs
- Calibrations et Modèles
- Symétries
- Hypothèses
- Champ de T
- Bilan de Flux

### Modélisation DC

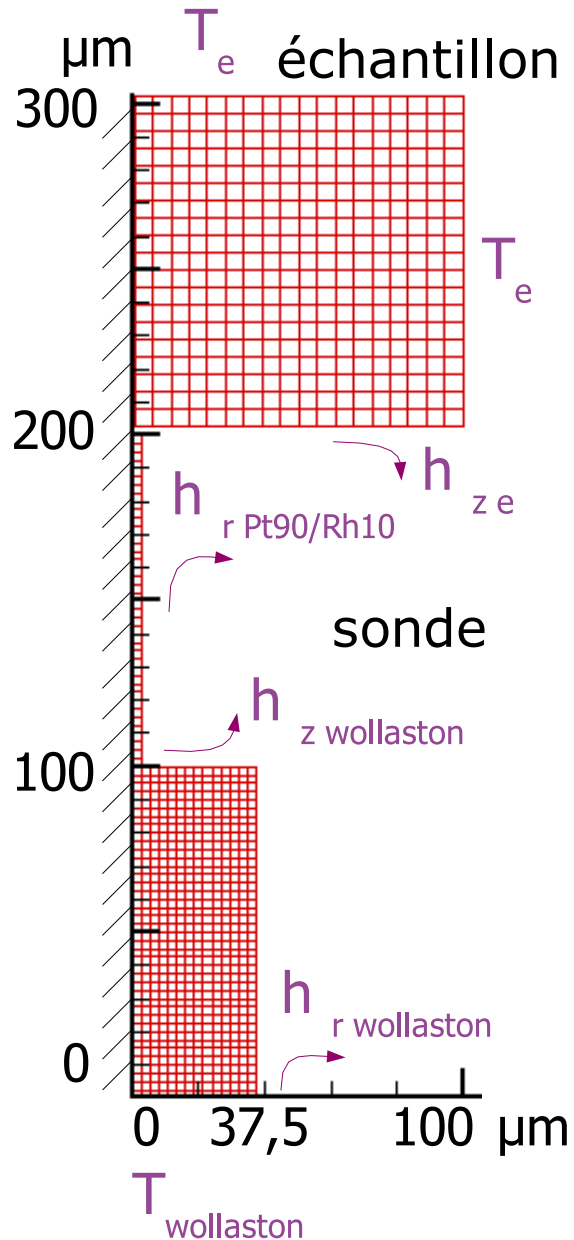
### Régime AC

### Analyse des transferts

## CONCLUSIONS



# Hypothèses



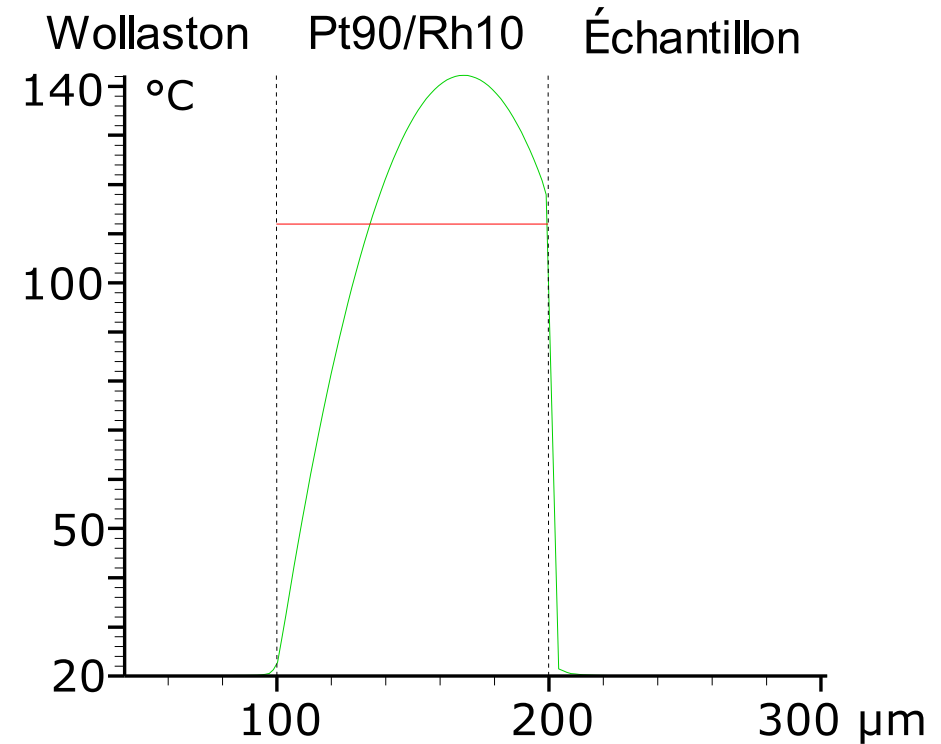
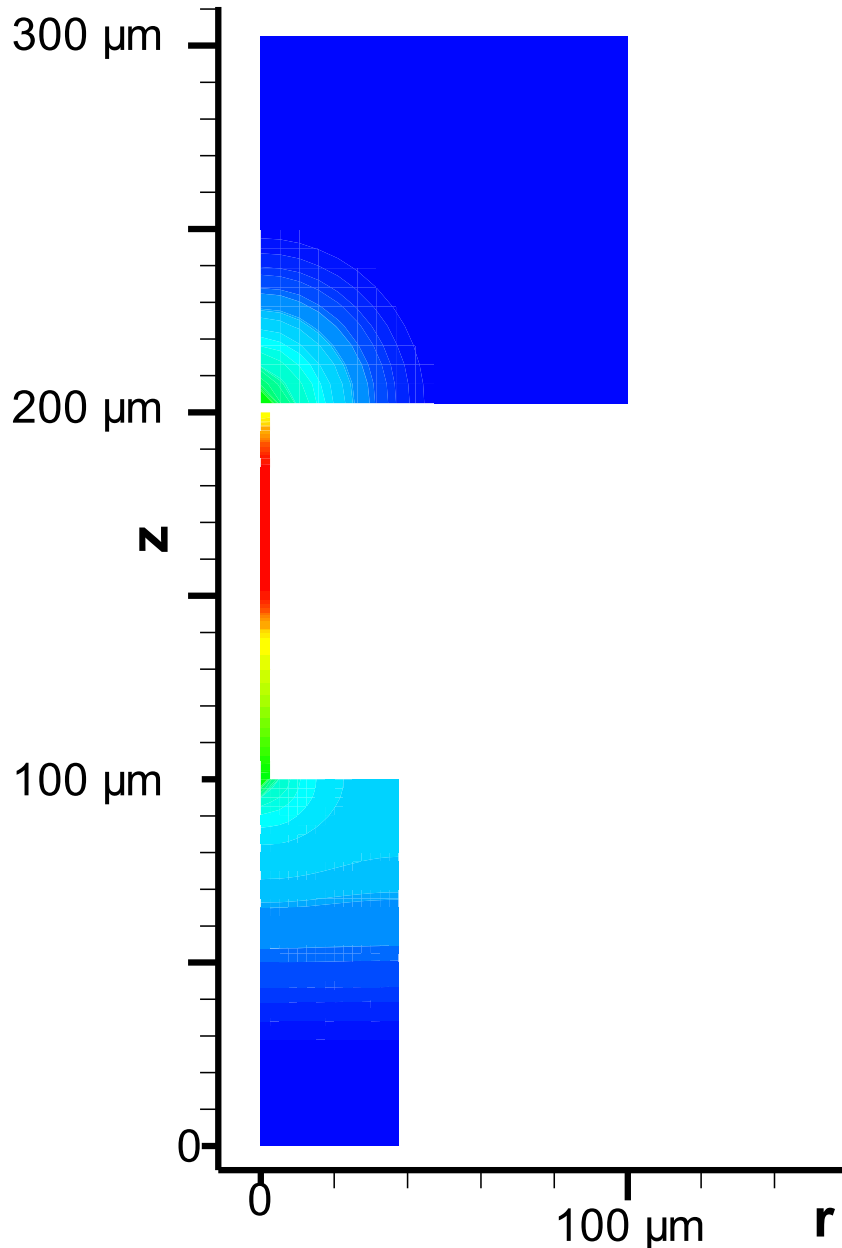
## Hypothèses :

- Sonde et échantillon = milieux continus
- Air autour de la sonde = milieu continu
- $h$  issus de corrélations ( $1000 \text{ W/m}^2\text{K}$ )
- Système stationnaire (qq  $10^{-2} \text{ s}$ )
- Contact = conductance  $G_c$  + surface circulaire de rayon  $b$

- Simulation aux volumes finis
- Schéma implicite  $A \cdot \vec{T} = \vec{B}$

# Champ de température

Profil de température pour  $r = 0$



- Sonde non-isotherme
- Modèle sphérique dans l'échantillon
- Température à la base de la sonde  $\simeq$  Température ambiante

INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

- Objectifs
- Calibrations et Modèles
- Symétries
- Hypothèses
- Champ de T
- Bilan de Flux

Modélisation DC

Régime AC

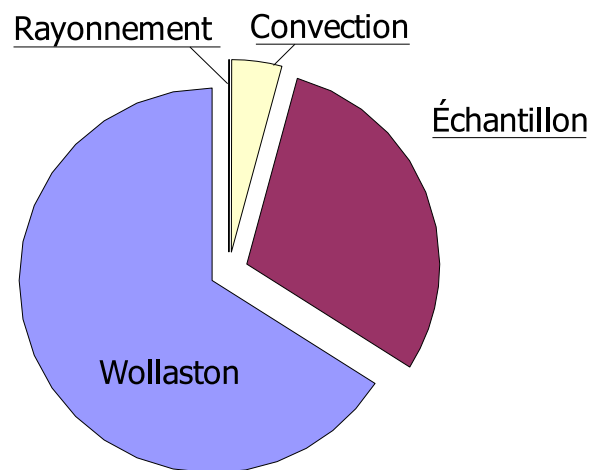
Analyse des transferts

CONCLUSIONS



# Bilan de Flux

Flux	valeur en $\mu\text{W}$	% / Effet Joule
Effet Joule	3,18	100
⇒ <b>le fil de Wollaston</b>	2,10	66
⇒ l'échantillon	0,95	30
Convecté	0,13	4
Rayonné	$2,18 \cdot 10^{-4}$	-
Bilan de flux	$1,74 \cdot 10^{-4}$	-



$$\lambda_e = 60 \text{ W/mK}$$

$$G_c = 10 \mu\text{m}$$



# Régime continu : Modélisation analytique

# Objectifs d'une modélisation en régime DC

## Relation de calibration analytique

⇒ simple et compacte

⇒ reliant **la mesure** à la **conductivité thermique** de l'échantillon

⇒ fournissant les sensibilités aux paramètres

INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

● Objectifs

● Hypothèses

● Résultats

● Calibration

● Sensibilités

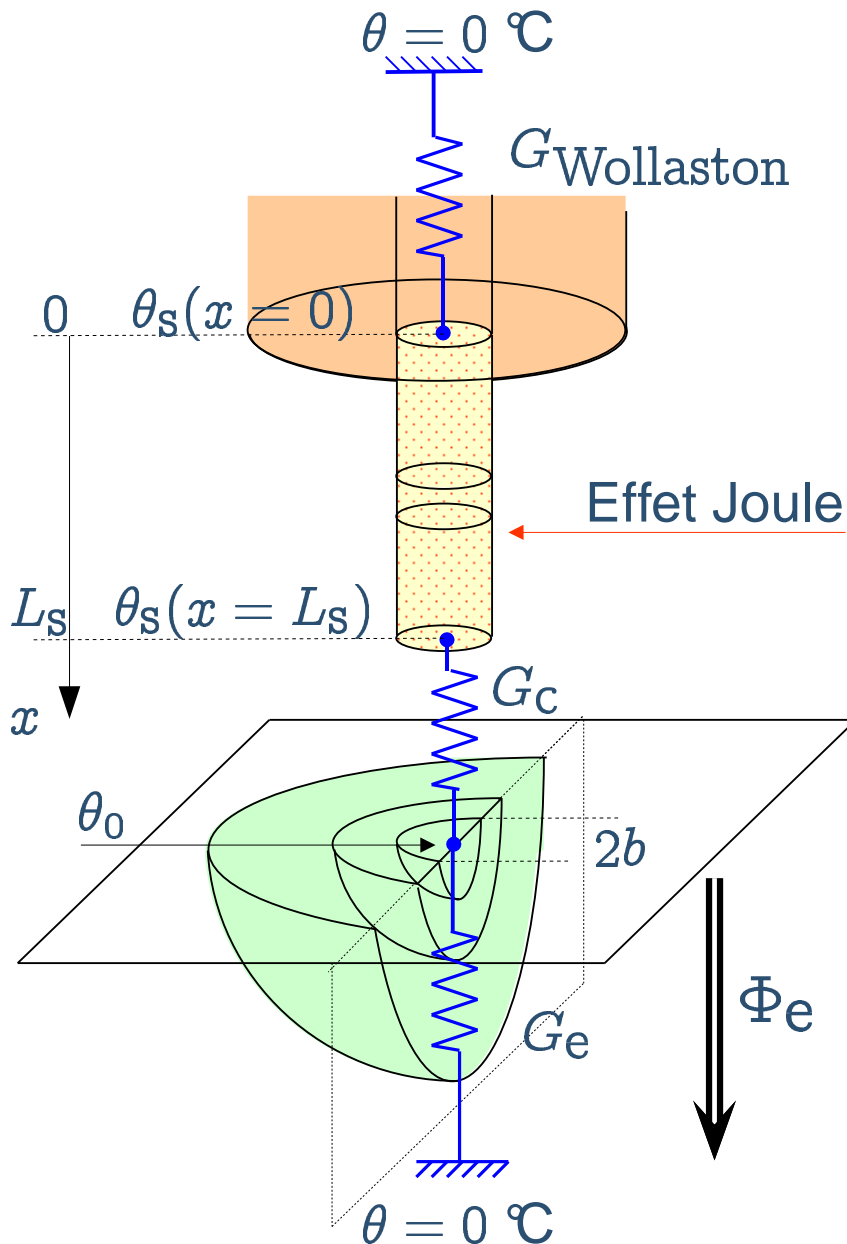
● Conclusions

Régime AC

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

# Hypothèses supplémentaires

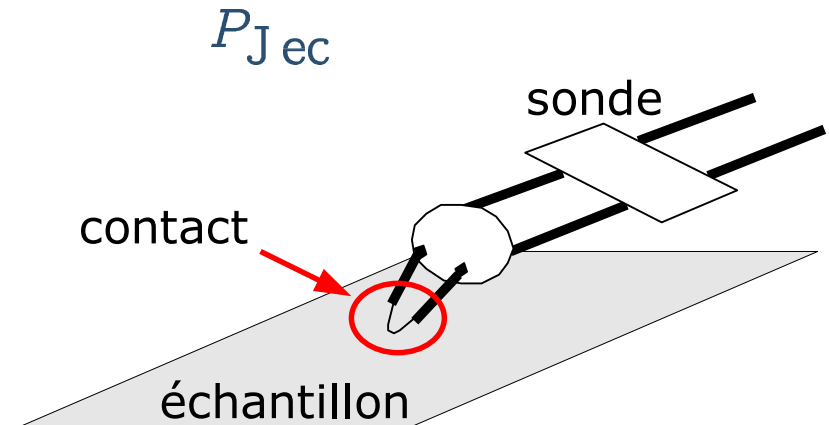
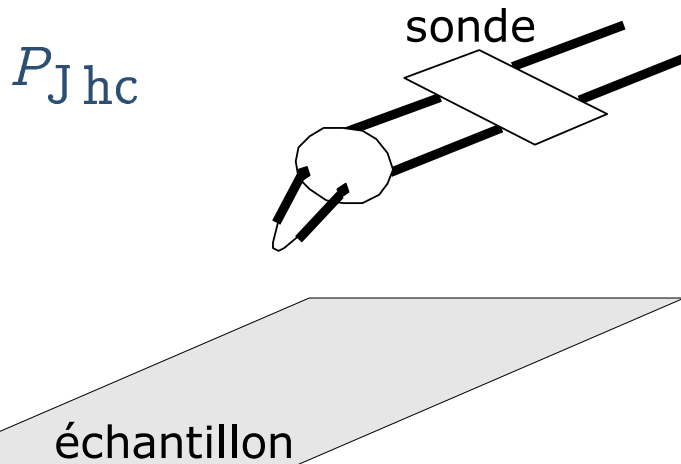


## Hypothèses:

- Wollaston homogène semi-infini borné
- $G_{Wollaston} \gg G_s$
- $Bi \simeq 10^{-4} \Rightarrow$  Section isotherme
- Sonde = Ailette + Effet Joule
- Profil parabolique de température dans la sonde
- Échantillon homogène semi-infini

# Résultats

Mesure de conductivité :  $\bar{T}_{\text{sonde}} = Cte$



La mesure s'effectue sur  $\Delta P = P_{Jec} - P_{Jhc}$

# Résultats

INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

- Objectifs
- Hypothèses
- Résultats
- Calibration
- Sensibilités
- Conclusions

Régime AC

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

## ■ Expressions synthétiques

$$\Phi_e = \frac{2}{3} \cdot (P_{J_{ec}} - P_{J_{hc}})$$

$$\frac{P_{J_{ec}} - P_{J_{hc}}}{P_{J_{ec}}} = \frac{3}{4} \cdot \frac{\pi b \lambda_e G_c}{\pi b \lambda_e G_c + \pi b \lambda_e G_s + G_s G_c}$$

# Résultats

INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

- Objectifs
- Hypothèses
- Résultats
- Calibration
- Sensibilités
- Conclusions

Régime AC

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

## ■ Expressions synthétiques

$$\Phi_e = \frac{2}{3} \cdot (P_{J_{ec}} - P_{J_{hc}})$$

$$\frac{P_{J_{ec}} - P_{J_{hc}}}{P_{J_{ec}}} = \frac{3}{4} \cdot \frac{\pi b \lambda_e G_c}{\pi b \lambda_e G_c + \pi b \lambda_e G_s + G_s G_c}$$

## ■ Comparaison - Simulation / Modèle analytique

$$\Phi_e = \frac{C_1 \lambda_e}{C_2 + \lambda_e} \text{ où } C_1 = \frac{P_J G_c}{2(G_c + G_s)} \text{ et } C_2 = \frac{G_c G_s}{G_c \pi b + G_s \pi b}$$

Modèle	analytique	numérique	Écart en %
$P_J/2$ ( $\mu\text{W}$ )	1,59	1,56	2
$G_s$ ( $\mu\text{W.K}^{-1}$ )	5,89	6,33	8
$G_s/\pi b$	0,375	0,35	7

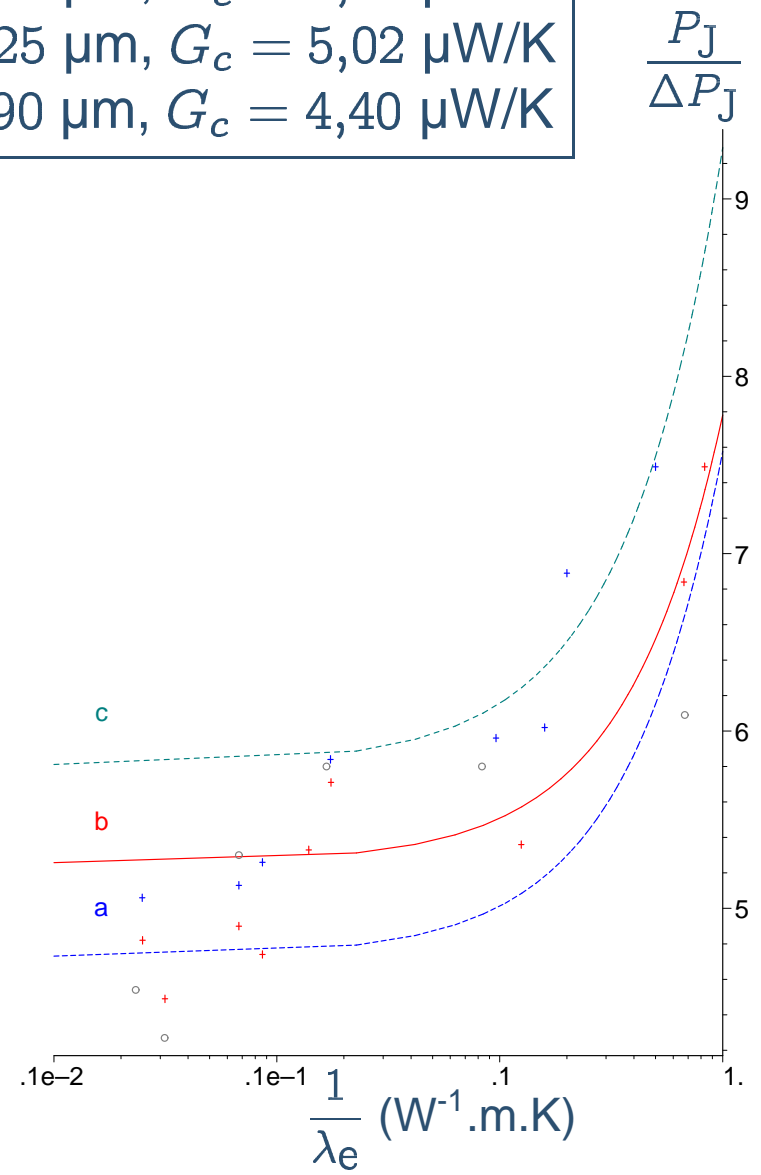
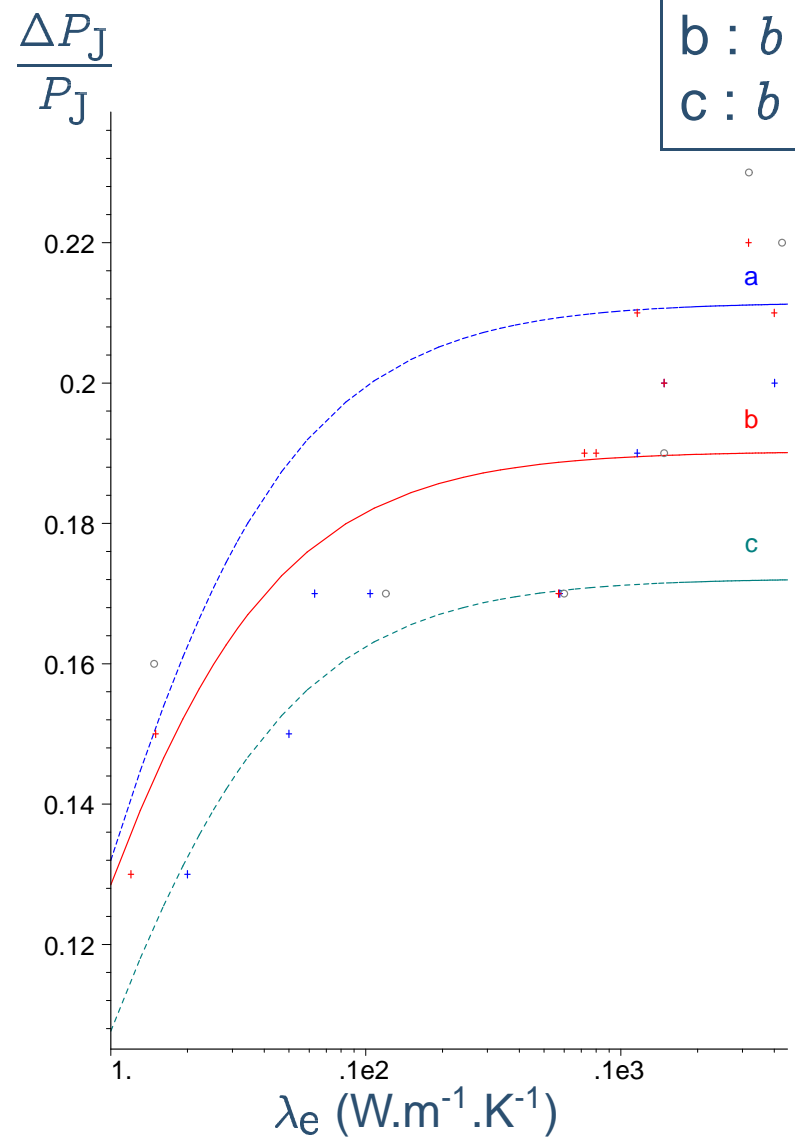
BON ACCORD entre Numérique et Analytique

# Calibration

$$\bar{T}_{\text{sonde}} \simeq 120 \text{ } ^\circ\text{C}$$

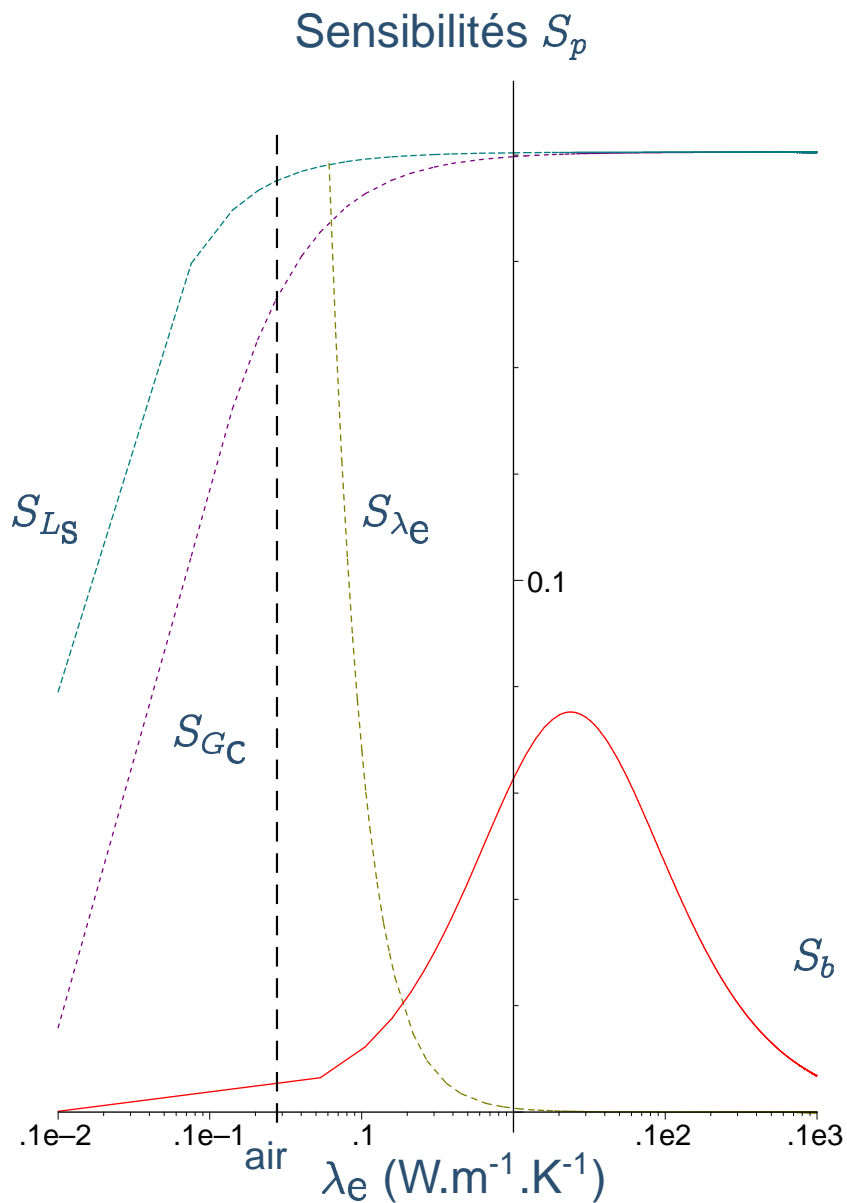
a :  $b = 1,10 \text{ } \mu\text{m}$ ,  $G_c = 5,80 \text{ } \mu\text{W/K}$   
 b :  $b = 1,25 \text{ } \mu\text{m}$ ,  $G_c = 5,02 \text{ } \mu\text{W/K}$   
 c :  $b = 0,90 \text{ } \mu\text{m}$ ,  $G_c = 4,40 \text{ } \mu\text{W/K}$

- INTRODUCTION
- Dispositif expérimental
- Simulation DC
- Modélisation DC**
  - Objectifs
  - Hypothèses
  - Résultats
  - Calibration
  - Sensibilités
  - Conclusions
- Régime AC
- Analyse des transferts
- CONCLUSIONS





# Étude de sensibilités



$$S_{p_i}(\lambda_e) = p_0 \frac{\partial \left( \frac{\Delta P_J}{P_J} \right)}{\partial p_i}$$

Sensibilités de la mesure

- pour les isolants
- au contact
- à la géométrie de la sonde

# Conclusions

- sonde non isotherme
- quantification des différents flux thermiques
- $\Delta P = P_{J_{ec}} - P_{J_{hc}} \neq \Phi_e$
- $G_c \simeq 5 \mu\text{W/K}$ ,  $b \simeq 1 \mu\text{m}$

## MAIS

- dispersion des mesures
  - ⇒ contact
  - ⇒ échantillon imparfait
  - ⇒ sonde



# Régime alternatif

# Objectifs

INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

Régime AC

● Objectifs

- la méthode  $3\omega$
- Montage
- Modèle hors contact
- Calibration dans l'air
- Modèle en contact
- Échantillons
- Calibration
- Conclusions

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

- spécifier les paramètres géométriques de la sonde
- mesure quantitative de conductance

$$G_{\text{equ}} = \frac{G_c G_e}{G_c + G_e}$$

⇒ mettre en œuvre le dispositif expérimental

⇒ développer le modèle associé au régime AC

# La méthode $3\omega$

$$I = I_o \cos(\omega t)$$



$$P_J = R(T) \frac{I_o^2}{2} (1 + \cos(2\omega t))$$

$$\Rightarrow \overline{\theta_{\text{sonde}}} = \overline{\theta_{\text{DC}}} + \overline{\theta_{2\omega}} \cos(2\omega t + \phi)$$

$$\begin{aligned} V_{\text{sonde}} &= R(T) \cdot I_o \cos(\omega t) \\ &= R_0 (1 + \alpha(\overline{\theta_{\text{DC}}} + \overline{\theta_{2\omega}} \cos(2\omega t + \phi))) I_o \cos(\omega t) \\ &= R_0 (1 + \alpha \overline{\theta_{\text{DC}}}) I_o \cos(\omega t) + \frac{R_0 \alpha I_o \overline{\theta_{2\omega}}}{2} \cos(\omega t + \phi) + \frac{R_0 \alpha I_o \overline{\theta_{2\omega}}}{2} \cos(3\omega t + \phi) \end{aligned}$$

$$\Rightarrow V_{3\omega} = \frac{R_0 \alpha I_o \overline{\theta_{2\omega}}}{2} \simeq 10^{-3} V_{1\omega}$$

INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

Régime AC

● Objectifs

● la méthode  $3\omega$

● Montage

● Modèle hors contact

● Calibration dans l'air

● Modèle en contact

● Échantillons

● Calibration

● Conclusions

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

# Montage utilisé en mode AC

## INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

## Régime AC

● Objectifs

● la méthode  $3\omega$

● Montage

● Modèle hors contact

● Calibration dans l'air

● Modèle en contact

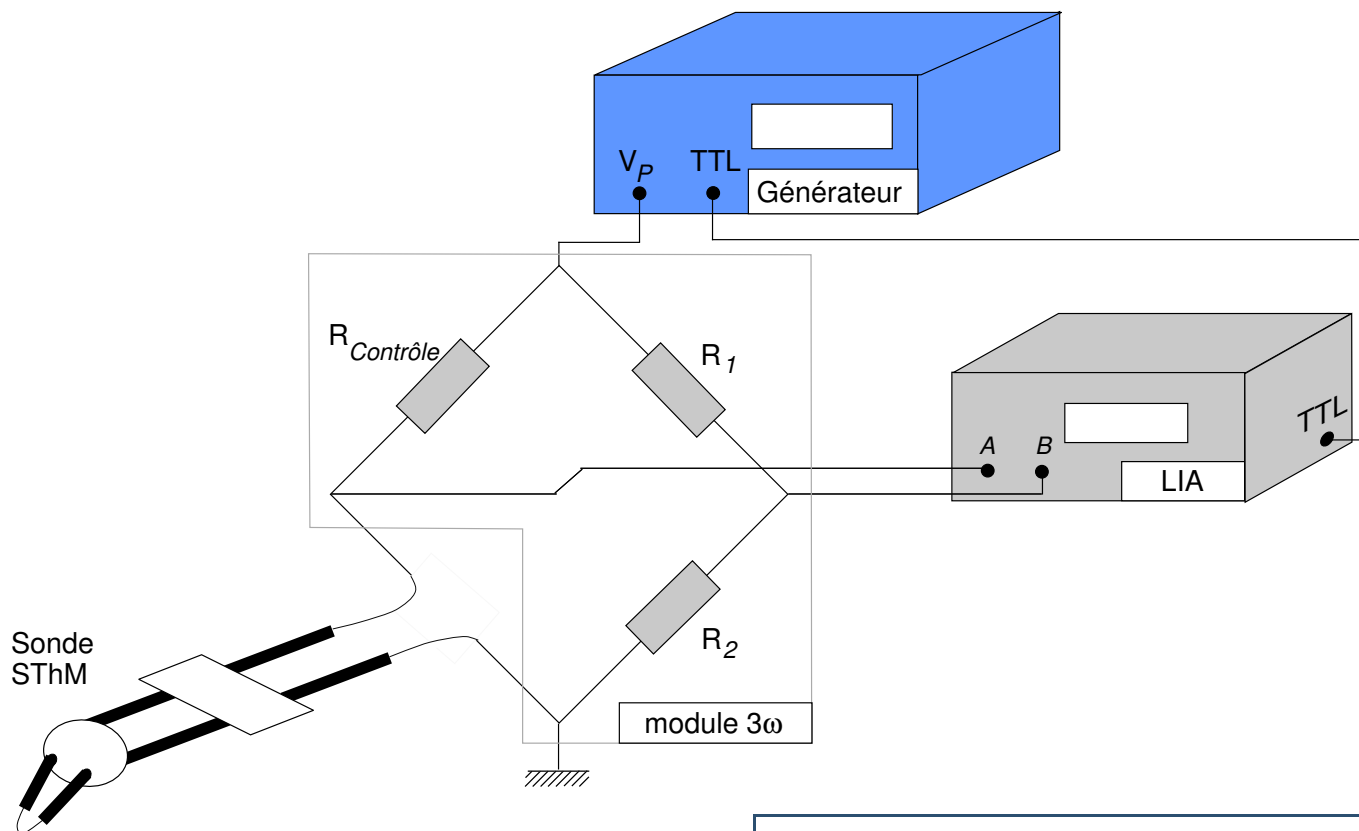
● Échantillons

● Calibration

● Conclusions

Analyse des transferts

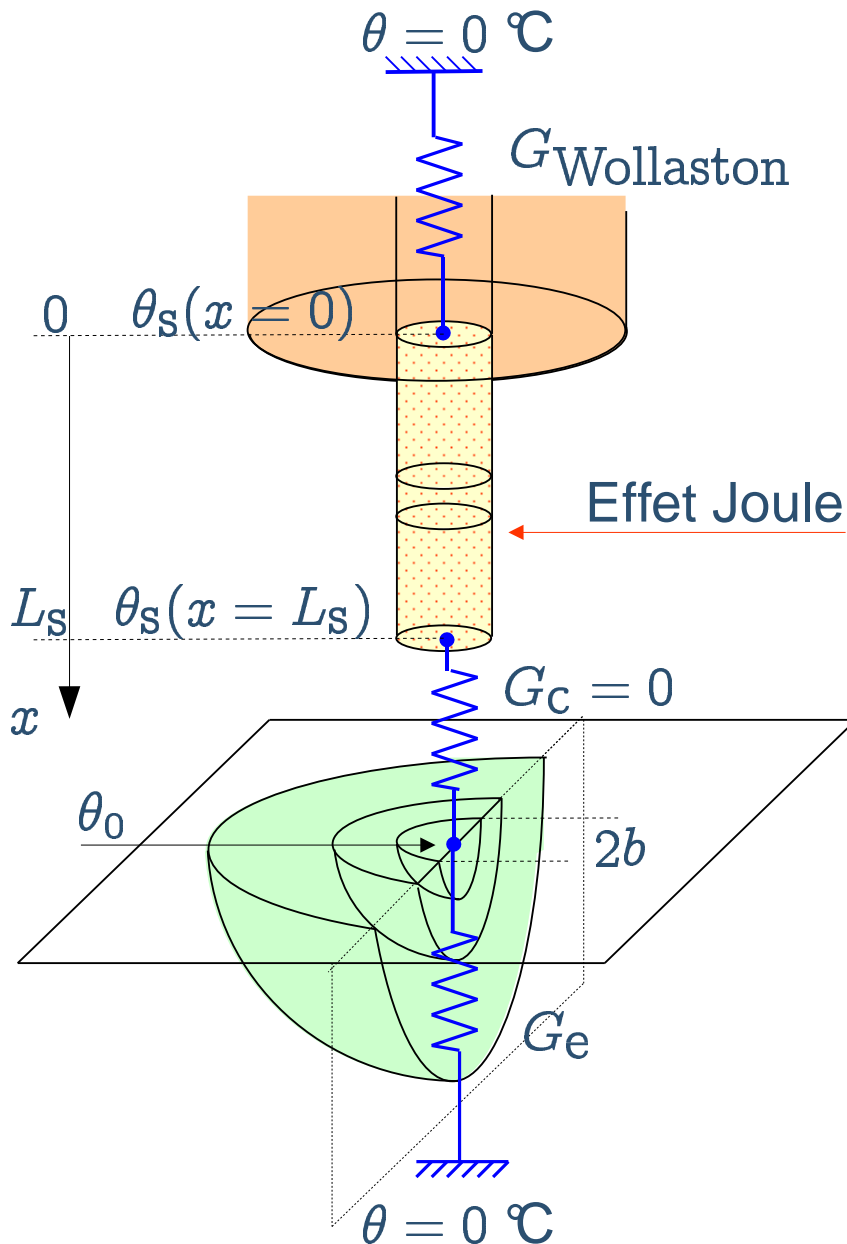
## CONCLUSIONS



## Précautions

- Générateur de signal
- Pont soustracteur
- Détecteur synchrone

# Modèle hors contact



## Hypothèses:

- Wollaston = puits thermique  
 $\Rightarrow G_{\text{Wollaston}} = \infty$
- $G_C = 0$
- projection de l'équation d'ailette sur la deuxième harmonique

# Calibration dans l'air

Paramètres constructeur

a :  $L_S = 100 \mu\text{m}$

$R_S = 2,5 \mu\text{m}$

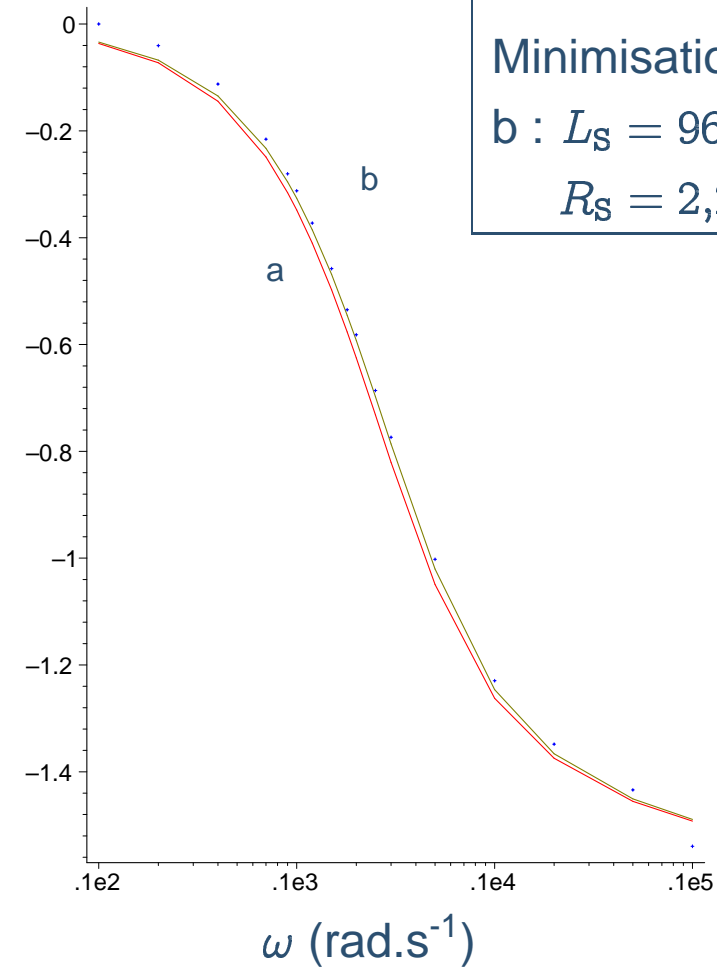
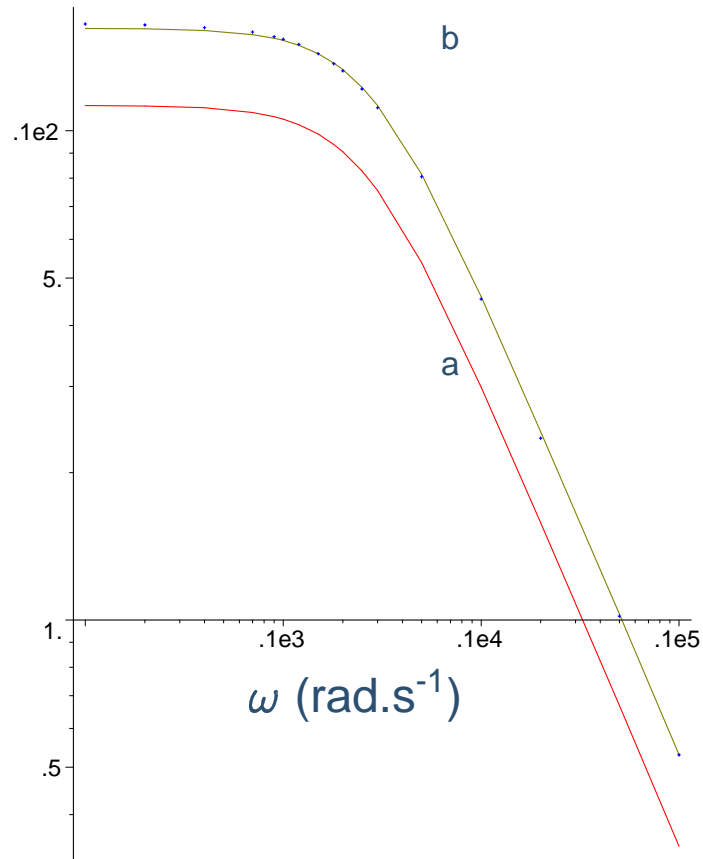
Minimisation

b :  $L_S = 96,69 \mu\text{m}$

$R_S = 2,243 \mu\text{m}$

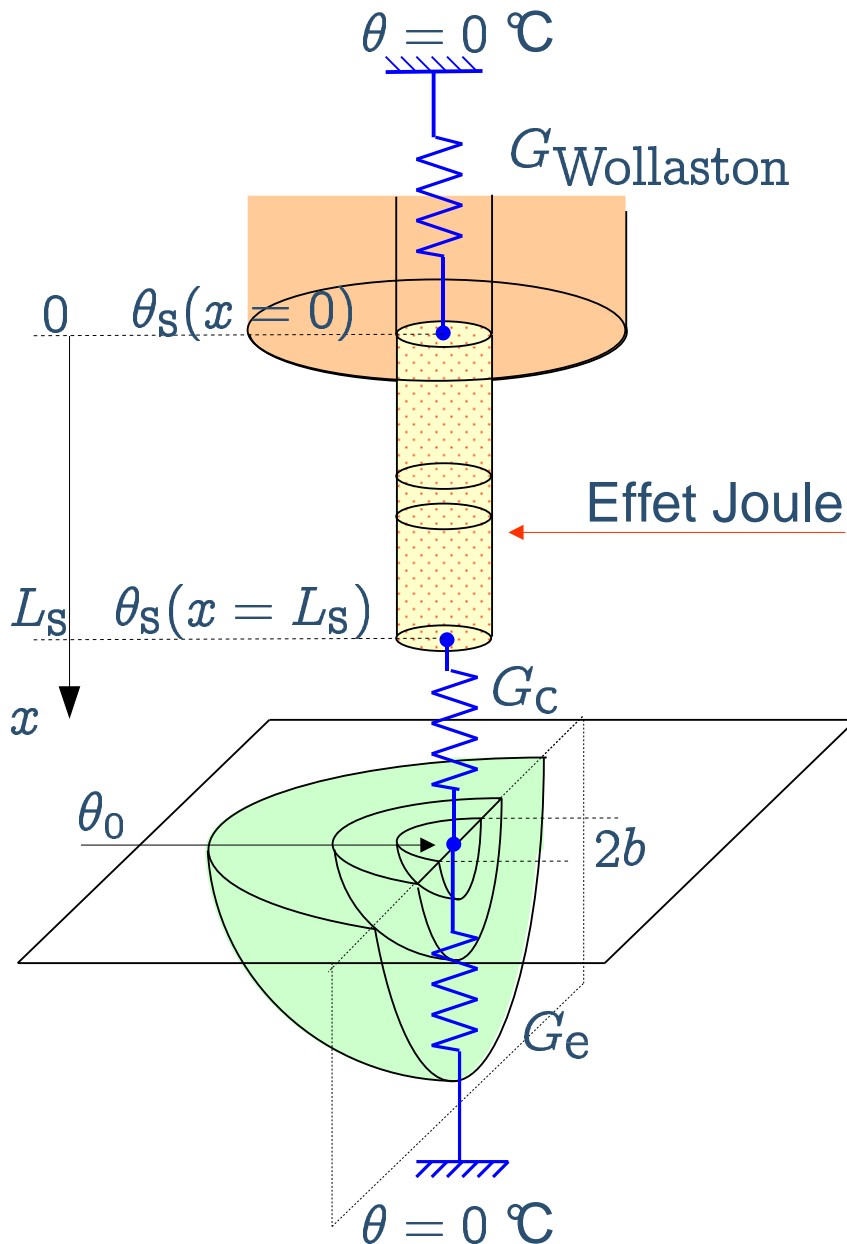
$|\overline{\theta_{S2\omega}}|$  ( $^{\circ}\text{C}$ )

$\arg(\overline{\theta_{S2\omega}})$  (rad)





# Modèle en contact



Hypothèses:

- Wollaston = puits thermique

$$\Rightarrow G_{\text{Wollaston}} = \infty$$

- $\Phi_e = G_{\text{equ}}\theta_0$

- $G_{\text{equ}} = \frac{G_e G_c}{G_e + G_c}$

Résolution

$$V_{3\omega} = f(G_{\text{equ}})$$

# Les échantillons



Matériaux	Symbole	Conductivité thermique $\lambda_e$ (W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )
Sélénium	Se	0,5
Tellure	Te	3,3
Manganèse	Mn	7,81
Bismuth	Bi	7,9
Gadolinium	Gd	10,5
Scandium	Sc	15,8
Thulium	Tm	16,9
Yttrium	Y	17,2
Titane	Ti	21,9
Zirconium	Zr	22,7
Hafnium	Hf	23
Antimoine	Sb	24,4
Vanadium	V	30,7
Thallium	Tl	46,1
Rhenium	Re	48
Arsenic	As	50,2

INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

Régime AC

- Objectifs
- la méthode  $3\omega$
- Montage
- Modèle hors contact
- Calibration dans l'air
- Modèle en contact

● Échantillons

- Calibration
- Conclusions

Analyse des transferts

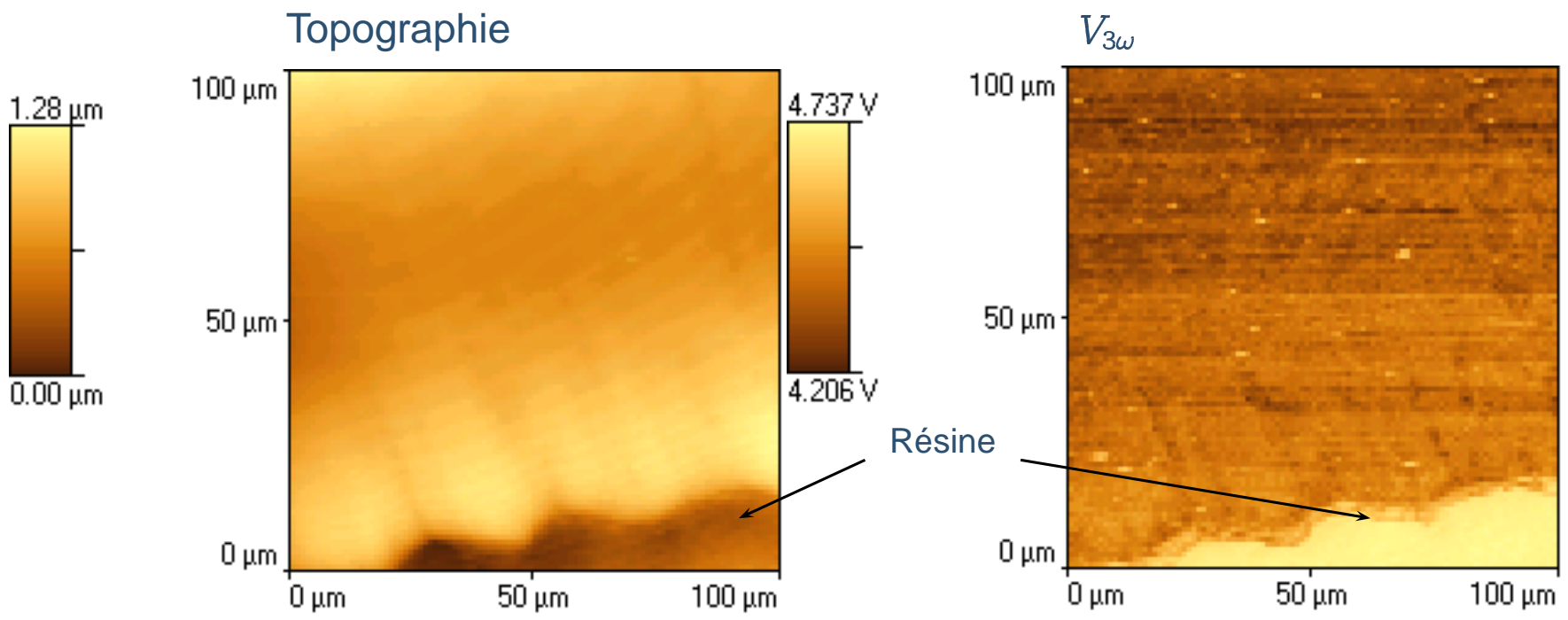
CONCLUSIONS

# Les échantillons



## Yttrium

- INTRODUCTION
- Dispositif expérimental
- Simulation DC
- Modélisation DC
- Régime AC**
  - Objectifs
  - la méthode  $3\omega$
  - Montage
  - Modèle hors contact
  - Calibration dans l'air
  - Modèle en contact
  - **Échantillons**
  - Calibration
  - Conclusions
- Analyse des transferts
- CONCLUSIONS





# Les échantillons

INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

Régime AC

- Objectifs
- la méthode  $3\omega$
- Montage
- Modèle hors contact
- Calibration dans l'air
- Modèle en contact

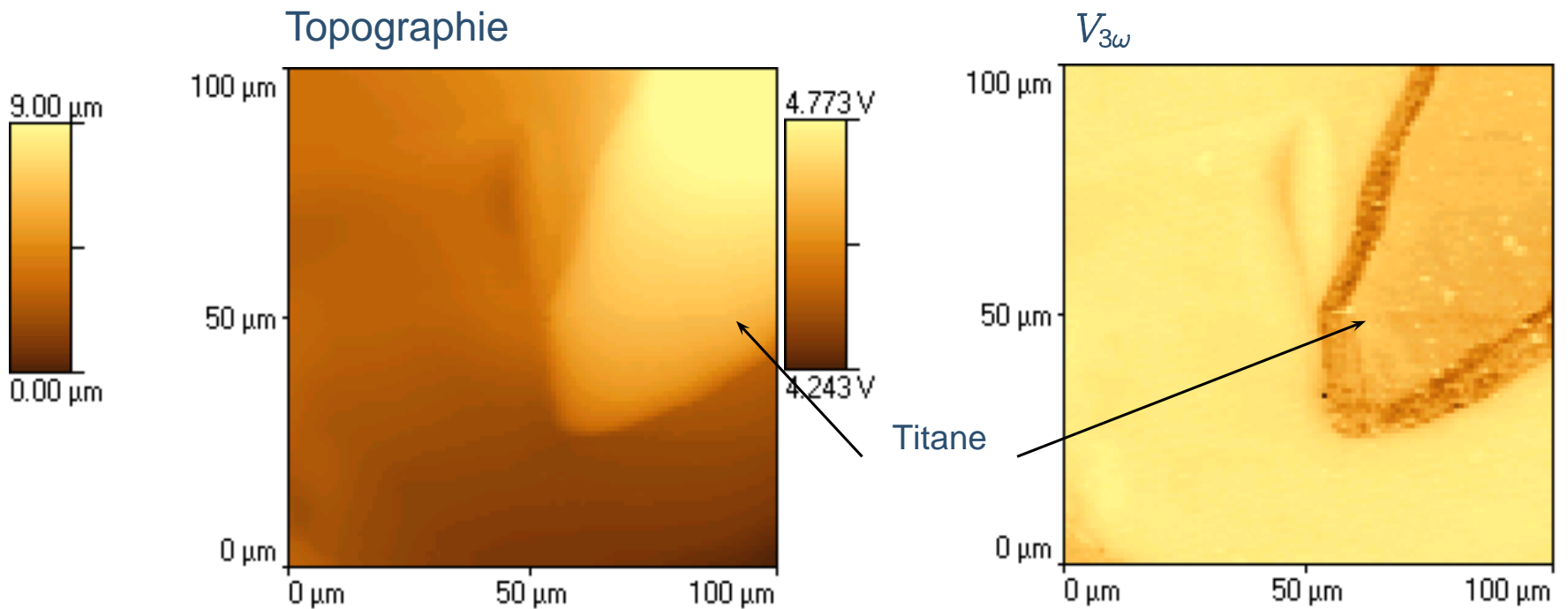
● Échantillons

- Calibration
- Conclusions

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

## Titane



# Les échantillons



INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

Régime AC

- Objectifs
- la méthode  $3\omega$
- Montage
- Modèle hors contact
- Calibration dans l'air
- Modèle en contact

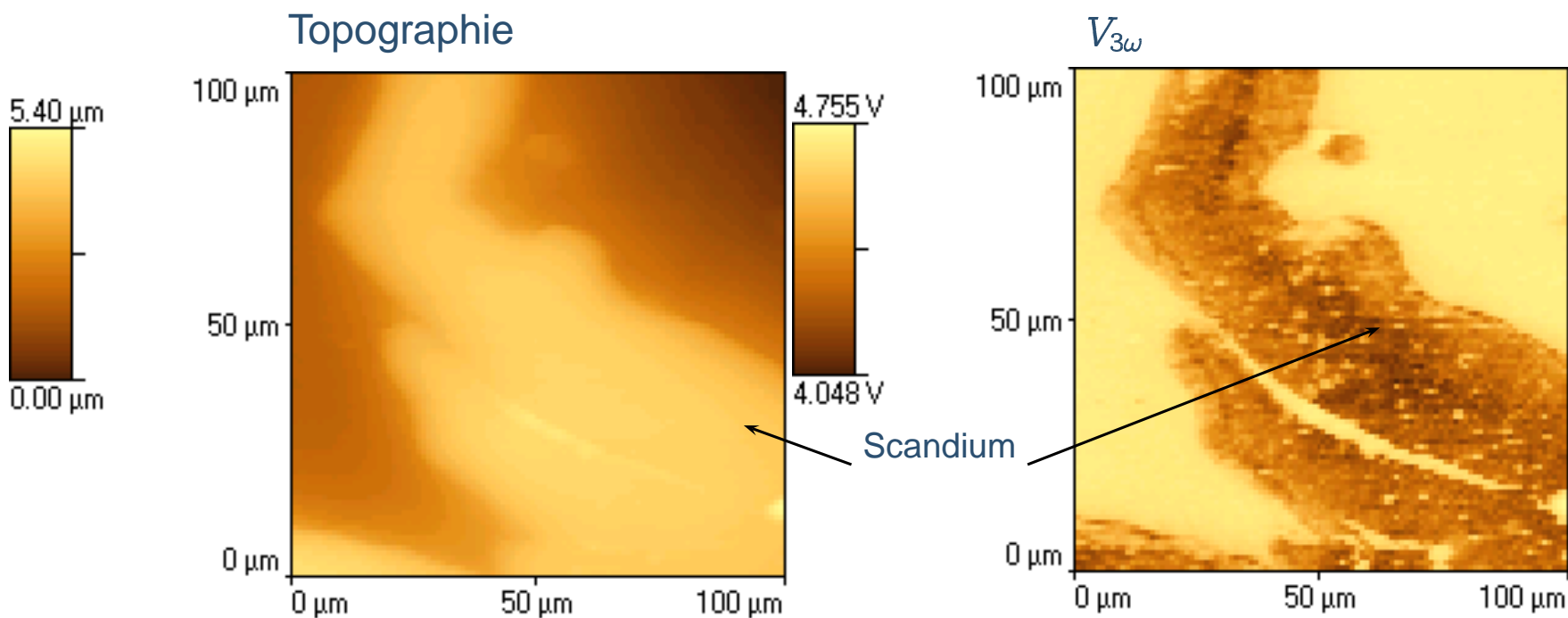
● Échantillons

- Calibration
- Conclusions

Analyse des transferts

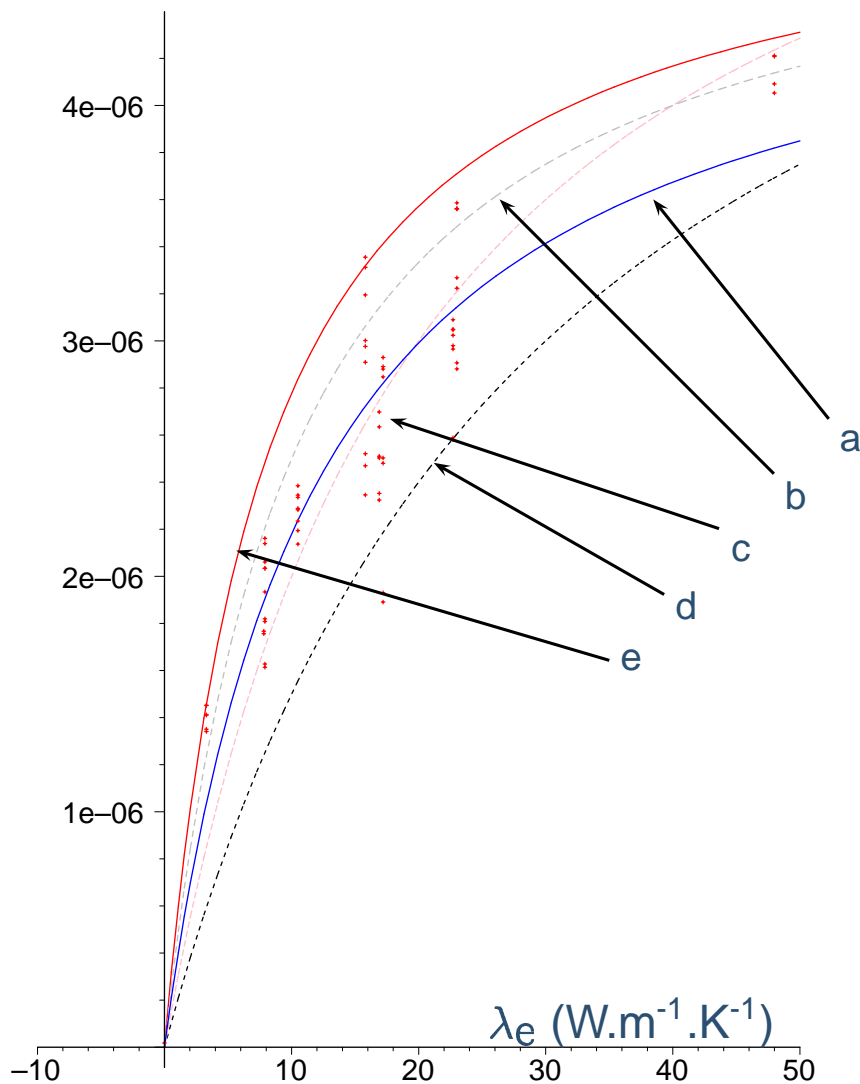
CONCLUSIONS

## Scandium



# Calibration en contact

$$G_{\text{equ}} (\text{W.K}^{-1}) = f^{-1}(V_{3\omega})$$



$$\bar{T}_{\text{sonde}} \simeq 20 \text{ } ^\circ\text{C}$$

- a :  $G_C = 9,4 \text{ } \mu\text{W.K}^{-1}$  et  $b = 201 \text{ nm}$
- b :  $G_C = 10 \text{ } \mu\text{W.K}^{-1}$  et  $b = 250 \text{ nm}$
- c :  $G_C = 12 \text{ } \mu\text{W.K}^{-1}$  et  $b = 150 \text{ nm}$
- d :  $G_C = 12 \text{ } \mu\text{W.K}^{-1}$  et  $b = 100 \text{ nm}$
- e :  $G_C = 10 \text{ } \mu\text{W.K}^{-1}$  et  $b = 312 \text{ nm}$

# Conclusions

- Dispositif expérimental opérationnel
- Modèle analytique valide
- Procédure pour déterminer  $L_S$  et  $R_S$
- Mesure quantitative de  $G_{\text{equ}}$
- Identification des paramètres de contact

$$G_C \simeq 10 \mu\text{W/K}$$

$$b \simeq 200 \text{ nm}$$

## MAIS

- dispersion !
- nette différence avec le mode DC

	DC	AC
$G_C$ ( $\mu\text{W/K}$ )	5	10
$b$ (nm)	1 000	200



# **Analyse des transferts entre la pointe et l'échantillon**





# Objectifs

INTRODUCTION

---

Dispositif expérimental

---

Simulation DC

---

Modélisation DC

---

Régime AC

---

Analyse des transferts

● Objectifs

- Transferts
- radiatif
- conducteur solide-solide
- conducteur air
- ménisque d'eau
- Bilan

CONCLUSIONS

---

- Expliquer les différences de **paramètres de contact** entre le mode DC et le mode AC
- Caractériser les **modes de transfert** entre la pointe et l'échantillon

# Les transferts pointe → l'échantillon

## INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

Régime AC

## Analyse des transferts

● Objectifs

● Transferts

● radiatif

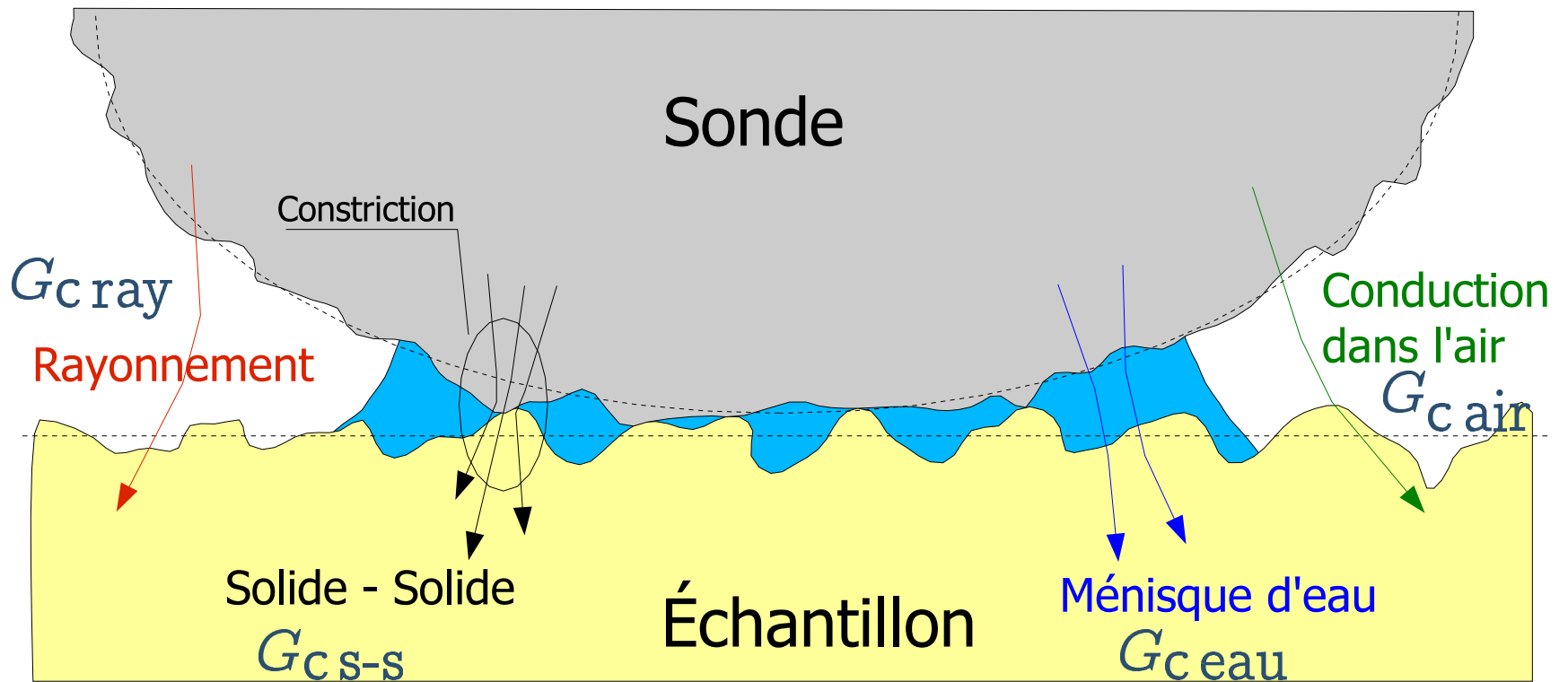
● conductif solide-solide

● conductif air

● ménisque d'eau

● Bilan

## CONCLUSIONS



# Le transfert radiatif : $G_{\text{c ray}}$

INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

● Objectifs

● Transferts

● radiatif

● conductif solide-solide

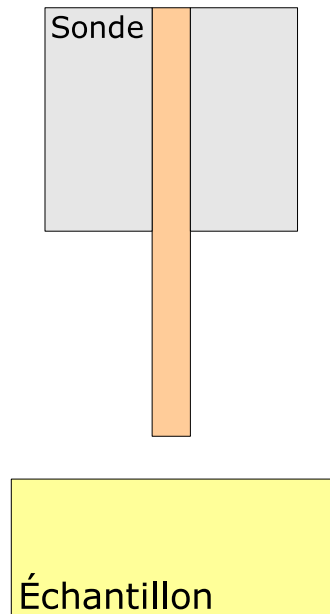
● conductif air

● ménisque d'eau

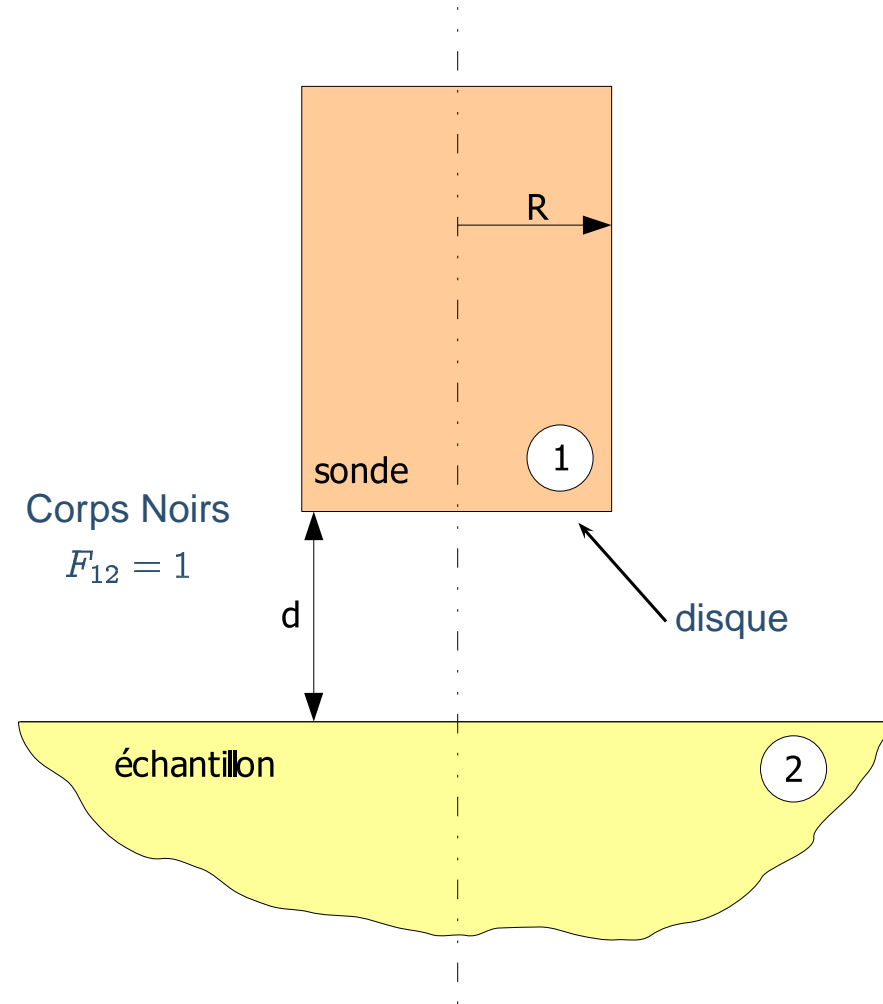
● Bilan

CONCLUSIONS

## Modélisation hors contact



$$T_1 = 393 \text{ K et } T_2 = 293 \text{ K}$$
$$\Phi_{\text{ray}} = \sigma S_1 (T_1^4 - T_2^4)$$
$$\text{A.N : } \Phi_{\text{ray}} = 1,835 \cdot 10^{-1} \text{ } \mu\text{W}$$
$$\Rightarrow G_{\text{c ray}} = \frac{\Phi_{\text{ray}}}{T_1 - T_2} \simeq 2 \cdot 10^{-3} \text{ } \mu\text{W/K}$$



# Le transfert radiatif : $G_{\text{c ray}}$

INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

● Objectifs

● Transferts

● radiatif

● conductif solide-solide

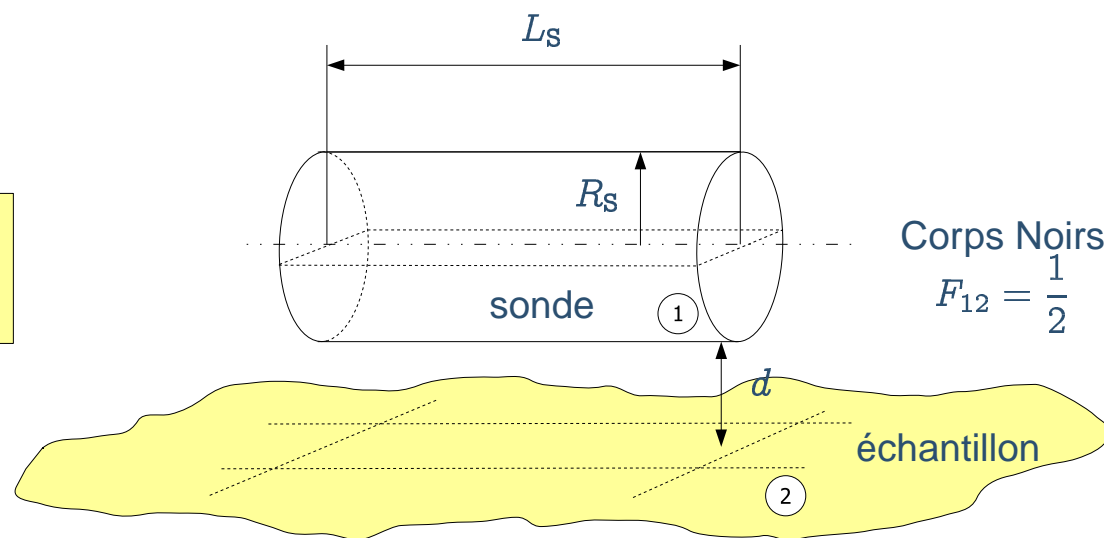
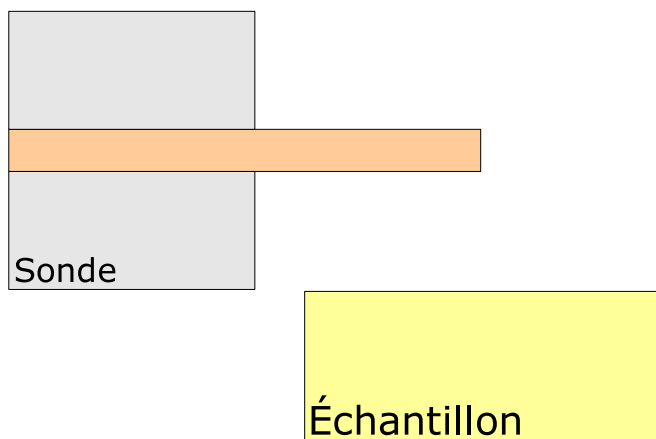
● conductif air

● ménisque d'eau

● Bilan

CONCLUSIONS

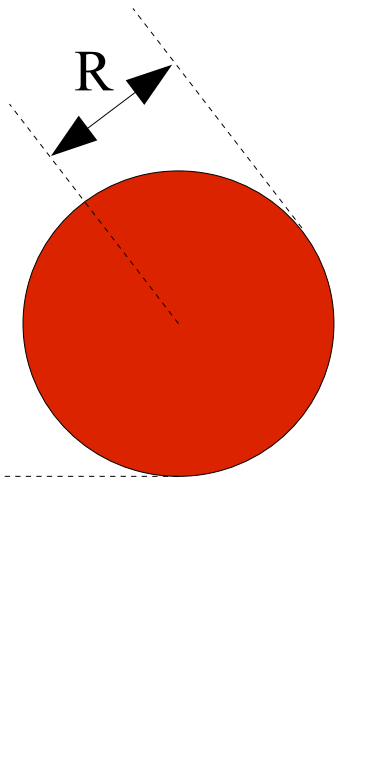
## Modélisation hors contact



$$\begin{aligned}\Phi_{\text{ray}} &= \sigma S_1 F_{12} (T_1^4 - T_2^4) \\ \Rightarrow \Phi_{\text{ray}} &= 7,34 \cdot 10^{-1} \mu\text{W} \\ \Rightarrow G_{\text{c ray}} &\simeq 8 \cdot 10^{-3} \mu\text{W/K}\end{aligned}$$

# Le transfert radiatif : $G_{\text{cray}}$

## Champ proche



- $z = 1 \text{ nm}$
- $R = 5 \text{ \AA}$
- $T = 393 \text{ K}$

Calcul électrostatique  
(Pendry, 1999)

$$\Phi_{\text{ray}} = \frac{2\pi^3 R^3 k_b^4 T^4 \epsilon_0^2 \rho_e \rho_{es}}{5z^3 \hbar^3}$$

A.N :  $\Phi_{\text{ray}} = 1,2 \cdot 10^{-17} \text{ W}$   
sur une surface  $d' \simeq \pi z^2$

En extrapolant sur une surface de  
20 nm

$$\Rightarrow \Phi_{\text{ray}} = 4,8 \cdot 10^{-10} \text{ \mu W}$$

INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

● Objectifs

● Transferts

● radiatif

● conductif solide-solide

● conductif air

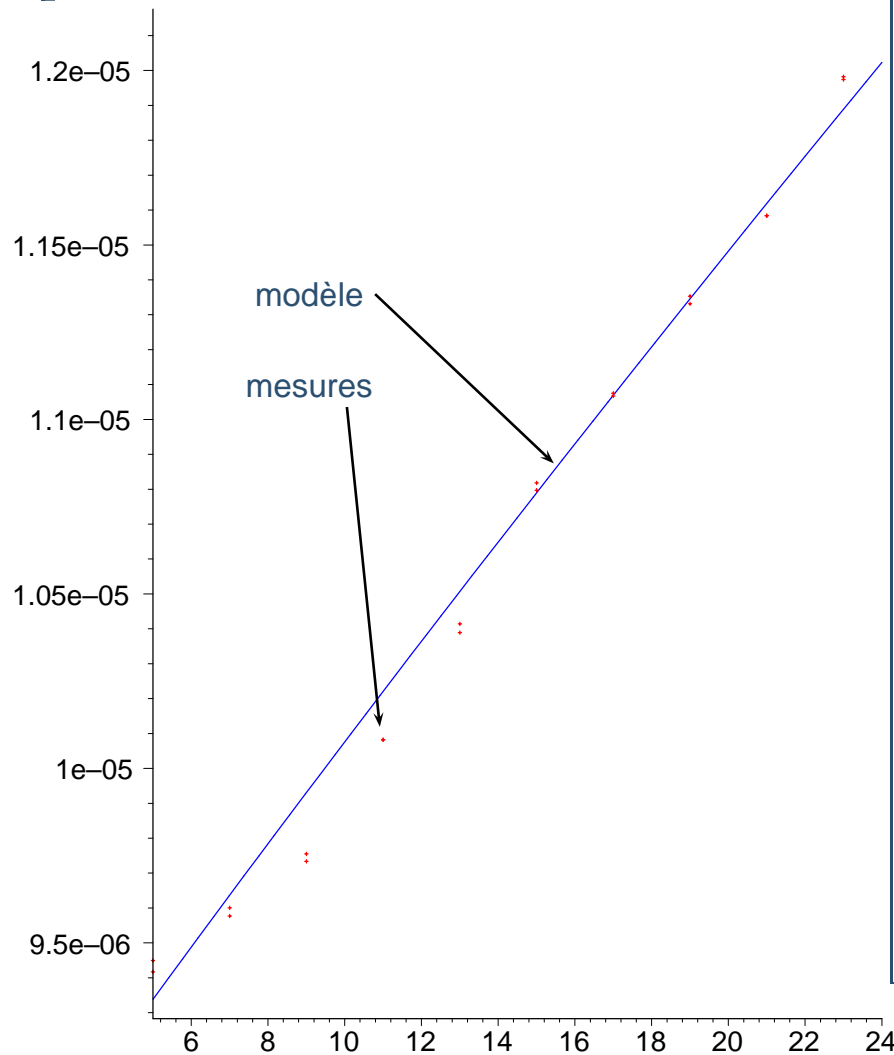
● ménisque d'eau

● Bilan

CONCLUSIONS

# Le transfert conductif solide-solide : $G_{CS-S}$

$$G_{\text{equ}} (\text{W.K}^{-1}) = f^{-1}(V_{3\omega})$$



- Loi de Hertz, modèle élastique

$$b_{CS-S} = \left( \frac{6RF}{E^*} \right)^{\frac{1}{3}}$$

A.N :  $b_{CS-S} \simeq 20 \text{ nm}$

- $G_{CS-S} = K \Delta I^n$   
(Yovanovitch, 1971)  
(Willimason, 1992)

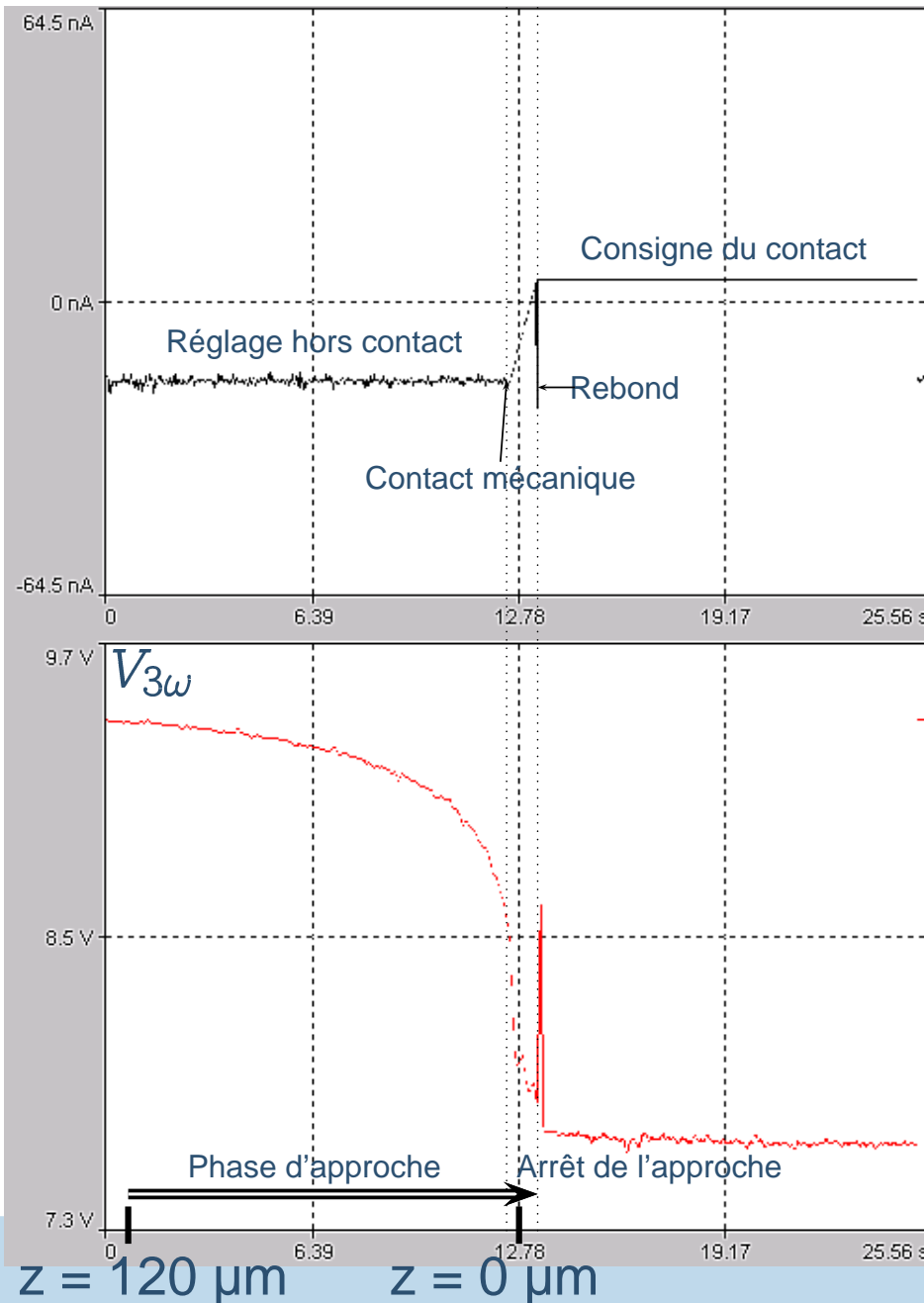
## Résultats Expérimentaux

- $n \simeq 1$
- $K = 2,1 \cdot 10^{-7}$
- $G_{CS-S} = 0 \text{ W/K} \rightarrow 5,04 \mu\text{W/K}$

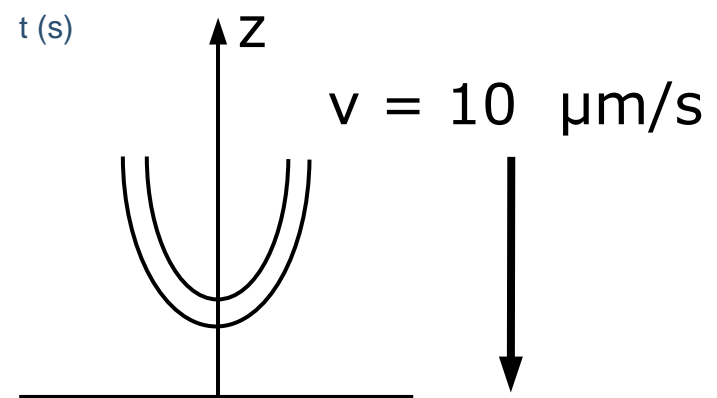
$\Delta I \propto F$  (nA) = Force appliquée par la pointe sur la surface

# Le transfert conductif dans l'air : $G_{c\text{ air}}$

Courbe du signal de déflexion du levier portant la pointe



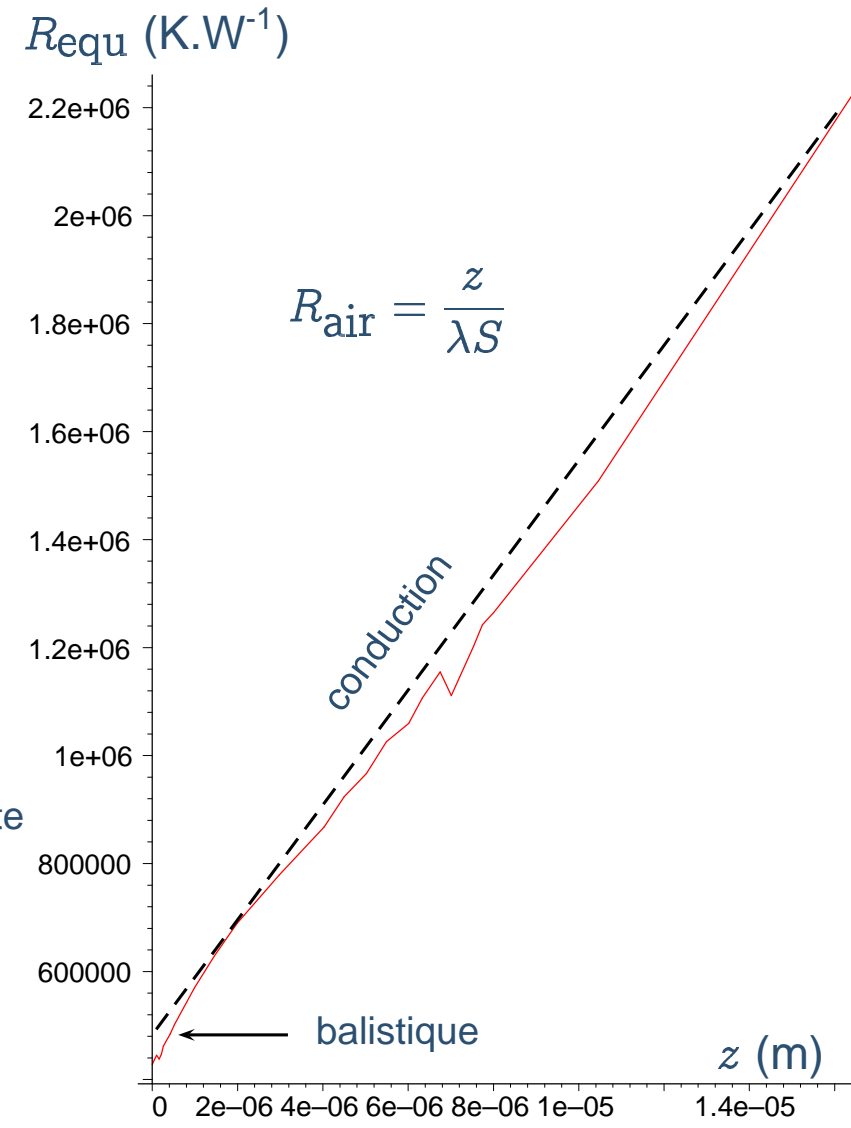
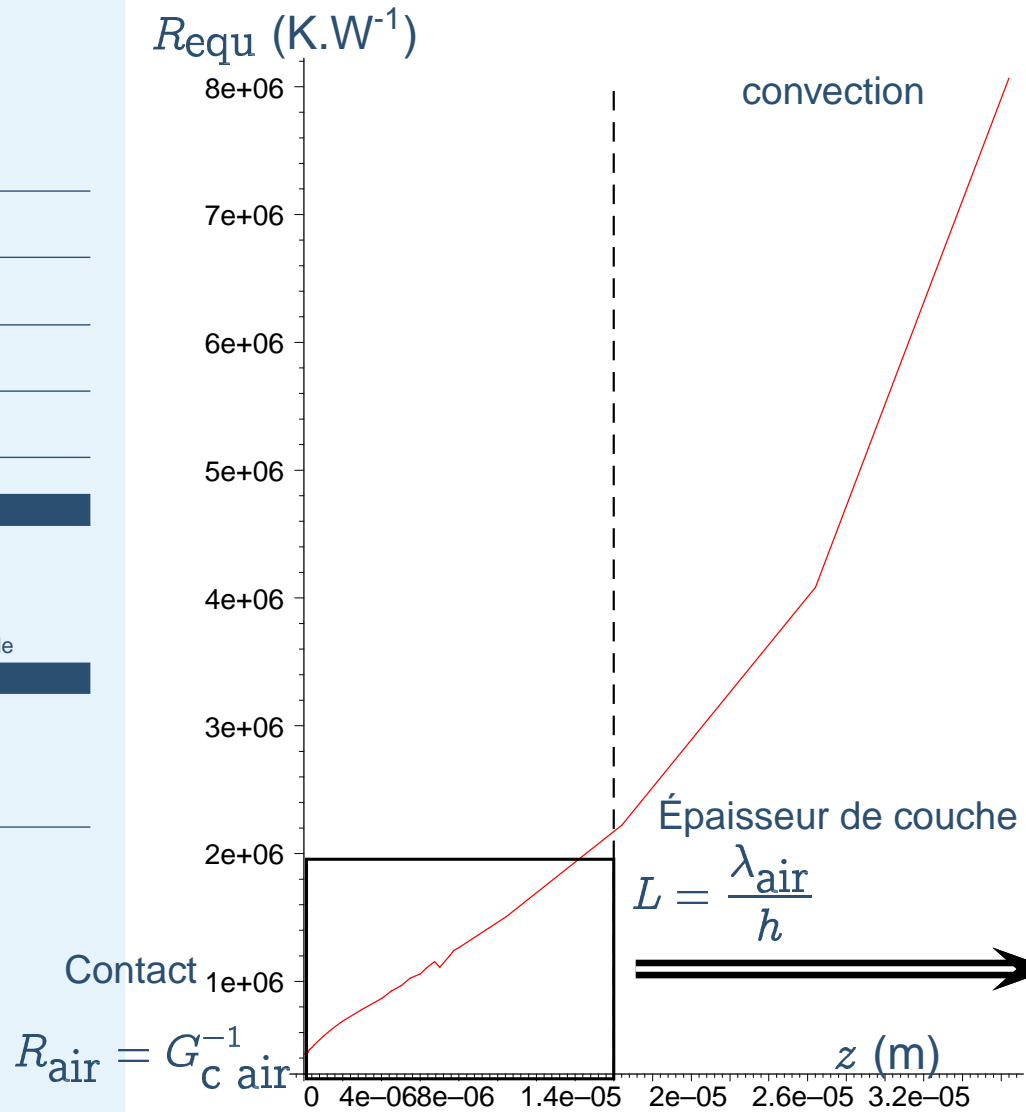
$\Delta I = \text{Force Appliquée}$



- INTRODUCTION
- Dispositif expérimental
- Simulation DC
- Modélisation DC
- Régime AC
- Analyse des transferts
  - Objectifs
  - Transferts
  - radiatif
  - conductif solide-solide
  - **conductif air**
  - ménisque d'eau
  - Bilan
- CONCLUSIONS

# Le transfert conductif dans l'air : $G_{c\text{ air}}$

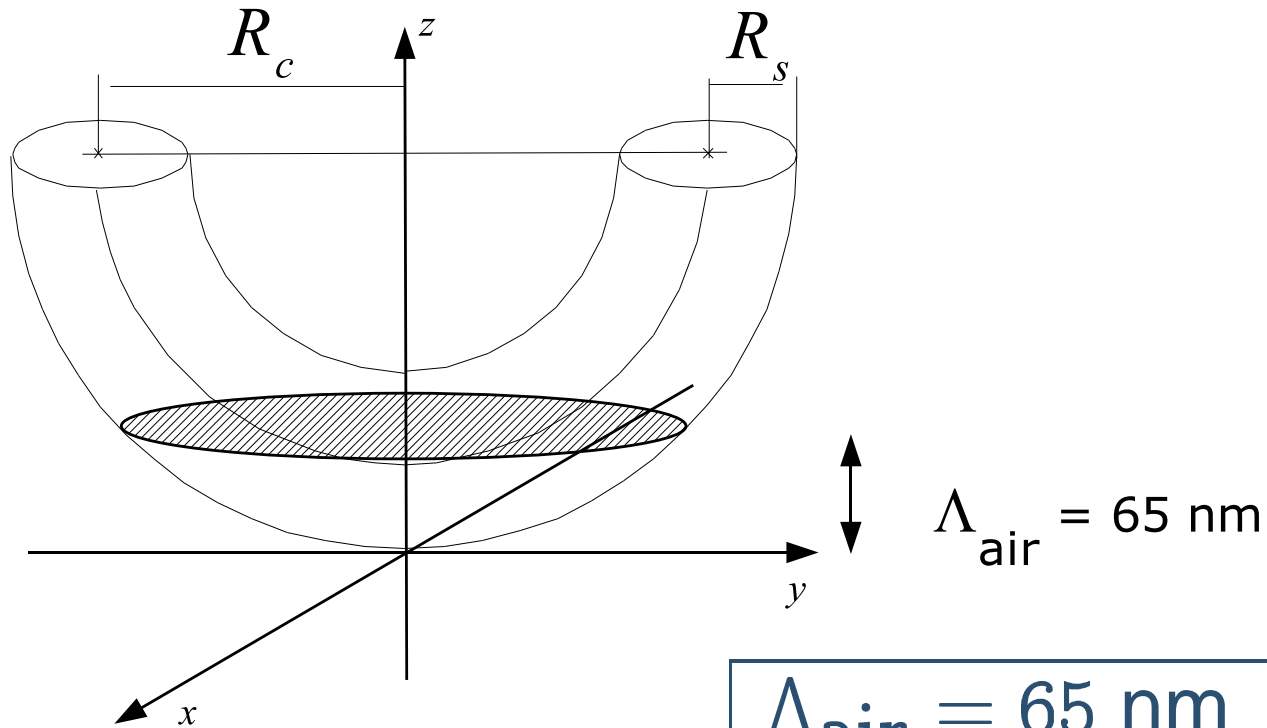
- INTRODUCTION
- Dispositif expérimental
- Simulation DC
- Modélisation DC
- Régime AC
- Analyse des transferts
  - Objectifs
  - Transferts
  - radiatif
  - conductif solide-solide
  - **conductif air**
  - ménisque d'eau
  - Bilan
- CONCLUSIONS



$$G_{c\text{ air}} = 2,5 \mu\text{W/K}$$



# Le transfert conductif dans l'air : $G_{c\text{ air}}$



$$\Lambda_{\text{air}} = 65 \text{ nm}$$

$$\Rightarrow b_{c\text{ air}} \simeq 1,3 \mu\text{m}$$

INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

- Objectifs
- Transferts
- radiatif
- conductif solide-solide
- **conductif air**
- ménisque d'eau
- Bilan

CONCLUSIONS

# Le transfert par le ménisque d'eau : $G_{c\text{eau}}$

INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

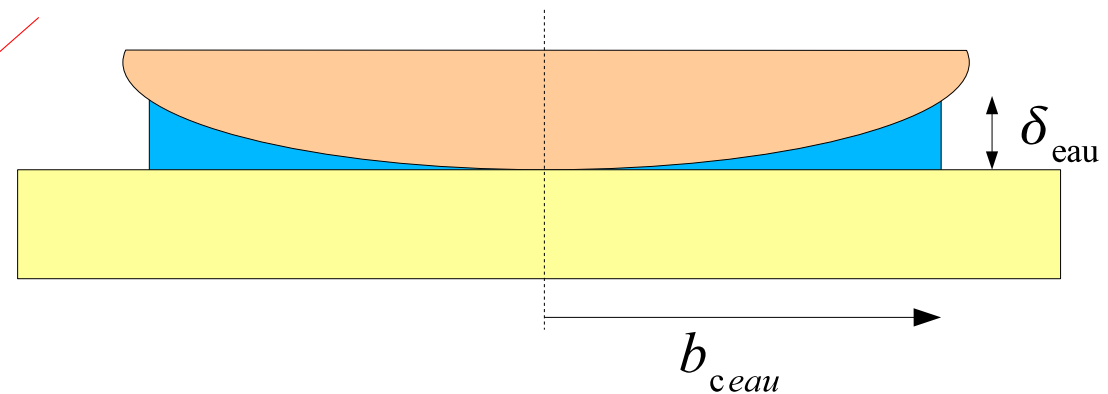
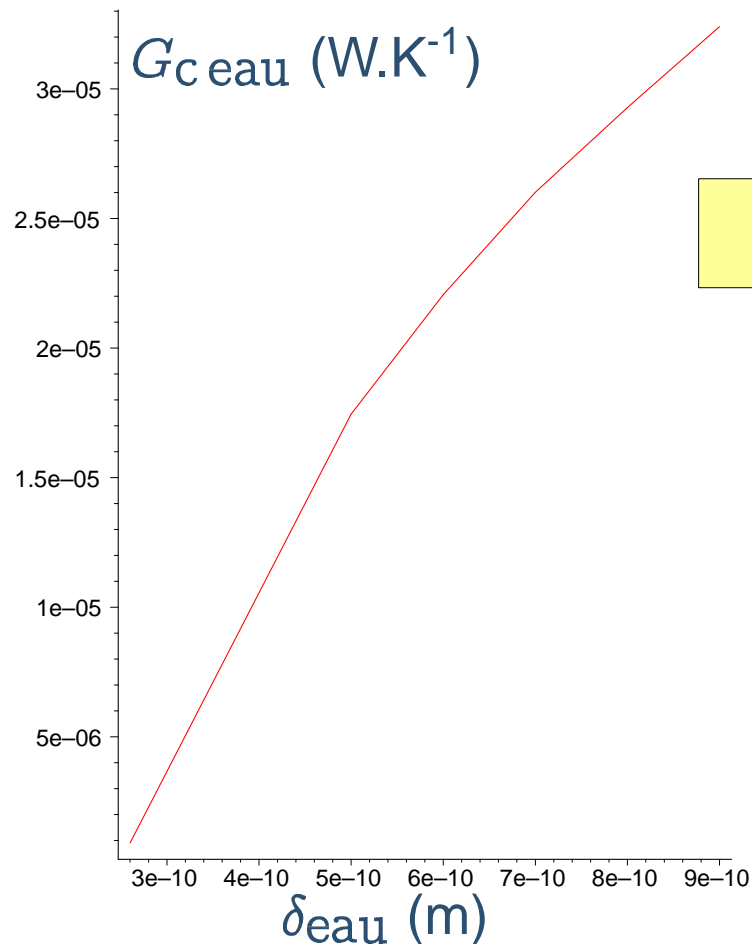
Régime AC

Analyse des transferts

- Objectifs
- Transferts
- radiatif
- conductif solide-solide
- conductif air
- ménisque d'eau
- Bilan

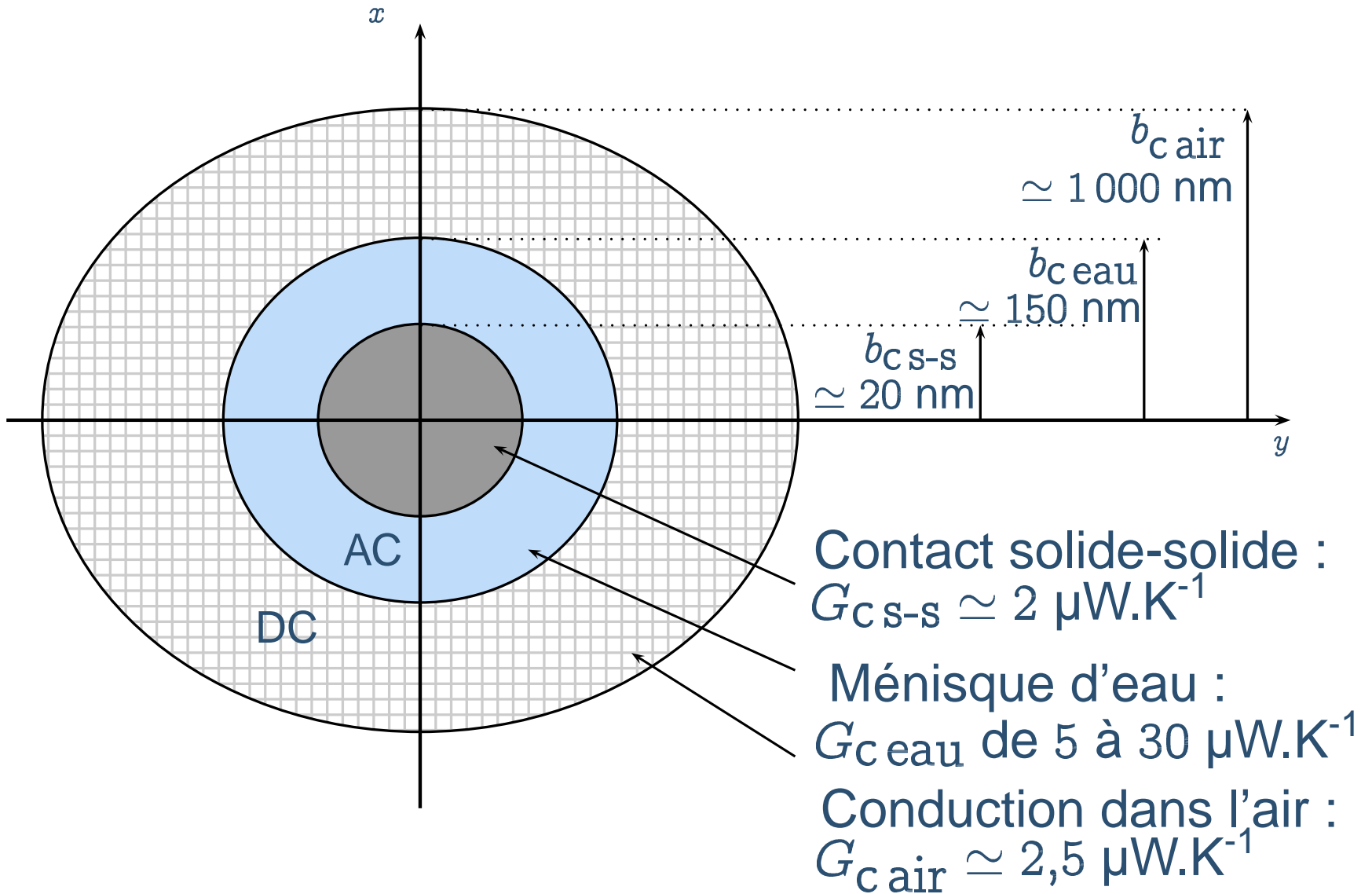
CONCLUSIONS

Évaluation de  $G_{c\text{eau}}$  et  $b_{c\text{eau}}$  : modèle simple de conduction verticale



$\delta_{\text{eau}}$ (nm)	$b_{c\text{eau}}$ (nm)
0,25	100
0,5	140
1	200

# Bilan des différents transferts



INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

- Objectifs
- Transferts
- radiatif
- conductif solide-solide
- conductif air
- ménisque d'eau
- Bilan

CONCLUSIONS



# CONCLUSIONS



# Conclusions

INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

● Conclusions

● Perspectives

Développement d'une **métrologie** quantitative de **conductance** avec une résolution d'environ **200 nm**

- Limitations du régime DC
- Dispositif expérimental et modélisation en régime AC
  - ◆ Hors contact  $\Rightarrow$  géométrie de la sonde
  - ◆ En contact  $\Rightarrow$  détermination d'une conductance (contact + échantillon )  
calibration des paramètres de contact  $G_C$  et  $b$
- Quantifications des différents modes de transferts entre la sonde et l'échantillon



# Perspectives

INTRODUCTION

Dispositif expérimental

Simulation DC

Modélisation DC

Régime AC

Analyse des transferts

CONCLUSIONS

● Conclusions

● Perspectives

- contrôler le contact
  - ◆ atmosphère contrôlée, humidité relative, température
  - ◆ sous vide  $\Rightarrow$  pas de ménisque d'eau, pas d'air
- contrôler les échantillons
  - ◆ meilleur état de surface