



HAL
open science

Developpement de Sondes Thermoelectriques pour applications de type champ Proche

Sebastien Toullier

► **To cite this version:**

Sebastien Toullier. Developpement de Sondes Thermoelectriques pour applications de type champ Proche. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université de Franche-Comté, 2007. Français. NNT : . tel-00613255

HAL Id: tel-00613255

<https://theses.hal.science/tel-00613255>

Submitted on 3 Aug 2011

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Université de Franche-Comté

Ecole Doctorale SPIM

Thèse de Doctorat

Pour l'obtention du grade de

Docteur de l'Université de Franche-Comté

Spécialité Sciences pour l'Ingénieur

Présentée par

Sébastien TOULLIER

DEVELOPPEMENT DE SONDES THERMOELECTRIQUES POUR APPLICATIONS DE TYPE CHAMP PROCHE

Thèse dirigée par Laurent THIERY

Soutenue le 04/12/07

-- JURY --

Président :	Bernard CRETIN	Professeur à l'ENSMM de Besançon
Rapporteurs :	Danièle FOURNIER	Professeur à l'Université Pierre et Marie Curie (Paris VI)
	Yves SCUDELLER	Professeur à l'Université de Nantes
Examineurs :	Séverine GOMES	Chargée de Recherche CNRS à l'INSA de Lyon
	Laurent THIERY	Maître de Conférence à l'Université de Franche-Comté
	Philippe NIKA	Professeur à l'Université de Franche-Comté
Invité :	Daniel CHARRAUT	Chargé de Recherche CNRS à Besançon

A Marie-Ange,

*A mes Parents et à Louis,
A mes ami(e)s,*

« Quand tout va mal...
Rappelle toi, que ça peut toujours être pire »

Et...

"Ce qui ne te tue pas te rend plus fort"

Adages de ma philosophie

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier M. Laurent THIERY mon responsable et encadrant, qui m'a soutenu et conseillé durant cette expérience longue et tumultueuse. Je ne saurais que trop le remercier.

Je remercie également Mme Laurence SIMONIN pour sa disponibilité, ses informations précieuses et ses coups de main dans les premières phases du projet et qui fut obligé de nous abandonner professionnellement.

J'adresse aussi mes remerciements à M. François LANZETTA, M. Eric GAVIGNET et Mme Cathy MEUNIER qui m'ont aidé à leurs manières sur des actions ponctuelles tout au long de ces quelques années ainsi qu'à M. Danick BRIAND, M. NF de ROOIJ et le SAMLAB pour leurs collaborations.

Je remercie M. Philippe NIKA, mon directeur de thèse et directeur du laboratoire qui m'a accueilli au sein du laboratoire CREST : Caractérisation, Rayonnement, Ecoulements, Surfaces et Transferts.

Je remercie également M. Michel de LABACHELERIE, M. Bernard CRETIN et M. Vincent LAUDE pour m'avoir permis de travailler à Besançon au sein de la centrale MIMENTO. Je remercie Mme D. FOURNIER et M. SCUDELLER pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ce manuscrit. Je remercie M. CRETIN d'autant plus pour m'avoir fait l'honneur d'être le président de mon jury de thèse.

Je voudrai porter une attention particulière à l'équipe de la salle blanche de FEMTO-ST et notamment à Jean-Yves, Valérie, Roland, Fréd, Gwen, Samuel ou Laurent qui ont su m'accueillir dans les différentes phases de mon projet. Jean-Yves a su positiver et m'accompagner dans les phases dans lesquelles ils me manquaient l'expérience tandis que Fréd m'a donné de précieux conseils dans cette petite salle de chimie.

Je voudrai adresser aussi mes remerciements à la chaleureuse équipe du CREST qui m'a bien aidée à tout niveau pour leurs disponibilités. Merci Philippe B., Lolo, Isabelle, Jérôme, Dédé, Serge, Jeff, Zohra...

Mais toute cette étude n'aurait pu aboutir sans des personnes comme :

Alexandre VAUDREY, ah ! Que de longs discours avant, pendant et aprèsssssssss...

Julien BOUCHER, tu es arrivé sur le podium Prems, je ne m'incline qu'à être second... :)

James GARNIER, ah fidèle homme au détour d'un chemin au volant d'une 206...

Sandrine KIBLAIRE, bonne route, tu verras !!!

Elodie BELLE, ah toi les portes ouvertes...

Jean-Paul M'BATNA, toi et ta persévérance au grand cœur...

Hichem BENALIA, courage, le bout du chemin approche...

Tom MARYNOWSKI, bhon, bhien , je crois que lon a tous finy notre thaise...

également thésards en des temps heureux.

Mais aussi Fany, Gaël, Dorian, Stéphanie, Bendali, Emile, Bruno, Stanislas, Romain, Jean-Charles pour l'association ATTOME que nous avons créée l'été 2005, et dans une autre action Elodie, Marianne, Sébastien, et Muriel d'autres parmi nous.

Je remercie Didier CHAMAGNE pour la confiance qu'il m'a accordée à me donner une charge d'Enseignement durant ma thèse, ainsi que M. Gilles BERTRAND et Mme Françoise NIKA pour m'avoir permis de donner des vacances au sein de l'UTBM.

J'aimerais remercier mais d'une autre façon trois personnes avec qui j'ai pu travailler sur le forum des métiers de l'industrie et de la recherche (qui fut une nouvelle aventure et pleine de rebondissements), Sophie, Cyrille et Daniel.

Mais il m'a bien fallu compter plus d'une fois sur Thomas Magnum, X-OR, Animal Smith, Looping, Futé, ou Barracuda sans oublier « Quatre garçons plein d'avenir » pour savoir exorciser mes envies d'abandon.

Mais n'oublions pas les amis comme Alex, Jéjé, Michel, Thomas, Sam, Lou & Mag, Céline, Maryline, Cécile, Ludo, Romain, Séb, Miss Monde, Micka, Marco, Doro, Aude ... une petite pensée pour Yann.... je m'arrêteraï là de peur d'en oublier... qui ont su me prendre pour un fou mais qui me soutenait :-). Enfin, un petit coup de cœur pour *Jessie, Dinky, Youki, Rachid DUPONT (ou PIZZA pour les intimes)* et mon coupé rouge, de fidèles compagnons.

Et j'ajouterai trois derniers mots :

- L'un pour ma Maman et mon Papa qui ont su me faire confiance pendant tout ce temps (Dieu sait que cela n'était pas gagné d'avance), ainsi que toute la petite famille de ma chère sœur. somme toute ... Merci MAMAN, Merci PAPA. :)
- L'autre pour mon beau-père Louis qui nous a quitté trop tôt et Romain, mon beau-frère qui commence également une longue aventure.
- Le dernier mot revient à ma puce qui a su être toujours toujours là dans les grands moments de doute ; même si cela fut loin d'être facile.

Enfin, je mettrai une touche personnelle sous forme de petite note générale au rapport

« L'ordre des Lettres... »

Selon une étude de l'Université de Cambridge, l'ordre des lettres dans un mot n'a pas d'importance, la seule chose importante est que la première et la dernière soient à la bonne place. Le reste peut être dans un désordre total et vous pouvez toujours lire sans problème. C'est parce que le cerveau humain ne lit pas chaque lettre elle-même, mais le mot comme un tout.

La preuve...

Arlos ne venez pas m'embêter avec les correcteurs orthographiques. »

Etude de 1976 faite par le Pr. Graham RAWLINSON de l'université de Cambridge durant sa « PhD Thesis » :

<http://www.mrc-cbu.cam.ac.uk/~matt.davis/Cmabridge/rawlinson.html>.

RESUME

L'évolution vers le monde des nanotechnologies croît actuellement très rapidement. Ces technologies sont présentes dans de nombreux secteurs d'activités allant de l'automobile à la recherche, mais sont encore bien méconnues dans leurs aspects fondamentaux du domaine industriel et scientifique. Nombreux sont les process industriels faisant appel à la température : chauffage, cuisson, traitement thermique, fusion, etc. Les procédés mis en œuvre pour la contrôler et la réguler forment un ensemble complet, la chaîne de mesure thermique. En première ligne, au cœur du process, le capteur constitue l'élément sensible de cette chaîne.

Depuis un demi siècle, les techniques de microscopies évoluent pour caractériser la matière et comprendre les phénomènes locaux. Afin de mieux maîtriser cette compréhension les microscopies thermiques ont vu le jour pour déterminer également à l'échelle locale la température afin de connaître le niveau d'énergie. La sonde utilisée est également au cœur du problème.

La conception jusqu'au développement de cette nouvelle sonde s'appuie sur des technologies hybrides basées sur des techniques de dépôts en salles blanches ainsi que sur des techniques classiques d'élaboration de thermocouples. La sonde réalisée, certes intrusive, permet d'allier la mesure de températures aux contacts de matériaux et d'offrir la possibilité d'être une sonde active. Elle pourra notamment compléter les sondes actuellement proposées en microscopie de champ proche.

Mots Clés : Sonde locale, Thermocouple, Pointe, Champ proche, Micro-Fabrication

ABSTRACT

The evolution towards the world of the nanotechnologies currently increases very quickly. These technologies are in many industry domains but some of them are unknown for their fundamental aspects by the industrial and scientific field. Many of the industrial processes need the temperature information: heating, cooking, heat treatment, fusion, etc. The processes for controlling and regulating temperature are included in the thermal measuring equipment. In first case, in the middle of the process, the sensor constitutes the sensitive element of this chain.

For half a century, the microscopy techniques develop to characterize the material and understand the local phenomena. In order to manage this understanding, the thermal microscopies have emerged to determine at the nano-scale the temperature to know the energy level. The probe is also at the heart of the problem.

The design until the development of this new probe is based on the hybrid technologies based on deposit techniques in clean rooms, and on traditional techniques of making of thermocouples. The produced probe, certainly intrusive, makes it possible to combine the temperature measurement with contact various materials, and making it possible to be an active probe. In particular, it (this probe) will be able to supplement the probes currently proposed in near field microscopy.

Keywords : Local Probe, Thermocouple, Tip, Near Field, Microfabrication

SOMMAIRE

REMERCIEMENTS	5
RESUME	7
SOMMAIRE.....	11
NOMENCLATURE.....	15
INTRODUCTION.....	17
CHAPITRE I.....	19
INTRODUCTION	20
1. LES MICROSCOPES A CHAMP PROCHE OU A SONDE LOCALE	21
1.1. Microscopie à effet tunnel (STM)	23
1.2. Microscopie optique en champ proche (SNOM)	25
1.3. Microscope thermique à champ proche (STP / SThM).....	28
1.4. Microscopie à force atomique (AFM)	29
1.4.1. Mode répulsif (tapping).....	30
1.4.2. Mode attractif ou résonant.....	31
1.5. Microscope acoustique en champ proche et à microdéformation.....	32
2. LA MICROSCOPIE THERMIQUE	33
2.1. Les techniques photoacoustiques et photothermiques.....	34
2.1.1. Détection photoacoustique	35
2.1.2. Détection des variations de thermoréflexivité surfacique	35
2.1.3. Détection par "effet mirage"	36
2.1.4. Détection de la thermodéformation	37
2.1.5. Autres méthodes	37
2.2. La thermométrie à champ proche optique (NFOT).....	38
2.3. Autres techniques de thermométrie à sonde locale	39
3. LA THERMOMETRIE PAR THERMOCOUPLE	40
3.1. Rappels.....	40
3.1.1. L'effet Seebeck	40
3.1.2. L'effet Peltier.....	41
3.1.3. L'effet Thomson	42
3.1.4. Les thermocouples.....	42
3.2. La technologie des microcapteurs thermoélectriques	43
3.2.1. Microfils soudés	44
3.2.2. Les techniques hybrides « non silicium – couches minces »	46
3.2.3. La technologie « silicium – couches minces ».....	54
3.3. Vers une sonde optimale.....	62
3.3.1. Synthèse des sondes locales.....	62
3.3.2. La nature du support de sonde.....	63
3.3.3. La géométrie de la sonde.....	63
3.3.4. Le mode de fonctionnement	63
3.3.5. Cahier des charges de la sonde optimale	64
CONCLUSION	64

PARTIE I67

INTRODUCTION	68
1. POINTE METALLIQUE ET ATTAQUE CHIMIQUE	68
1.1. <i>Les paramètres importants</i>	69
1.2. <i>Bilan des attaques</i>	72
2. FIBRES OPTIQUES EN SILICE	73
2.1. <i>Les différents principes de mise en forme des pointes</i>	74
2.2. <i>Polissage mécanique</i>	76
2.2.1. La vitesse de rotation de la fibre ω_f	77
2.2.2. La vitesse d'usinage ω_p	78
2.2.3. Le temps d'usinage t	79
2.2.4. La force d'appui \bar{F}	80
2.2.5. L'angle d'inclinaison sur le plateau α	80
2.2.6. La longueur de sortie de la fibre L	81
2.3. <i>Forme retenue</i>	81
2.4. <i>Finition par polissage de précision</i>	82
2.4.1. Finition des fibres obtenues par polissage	83
2.4.2. Finition de fibres étirées	83
3. FIBRES OPTIQUES EN PLASTIQUE	85
4. REALISATION DU CANTILEVER	86
4.1. <i>Microlevier sur fibre optique silice</i>	86
4.2. <i>Microlevier sur fibre optique plastique</i>	88
CONCLUSION	89

PARTIE II91

INTRODUCTION	92
5. LES TECHNIQUES DE DEPOT DE MATERIAUX EN COUCHES	92
5.1. <i>Dépôt par évaporation</i>	92
5.2. <i>Dépôt par pulvérisation</i>	93
5.3. <i>Dépôt par trempage (dip-coating)</i>	93
5.4. <i>Dépôt par centrifugation (spin-coating)</i>	94
5.5. <i>Autres techniques</i>	95
6. LES DEPOTS DE DIELECTRIQUES	96
6.1. <i>Dépôt de Silice</i>	96
6.2. <i>Dépôt sol-gel de TEOS</i>	98
6.3. <i>Dépôt de polytétrafluoroéthylène (PTFE)</i>	99
6.3.1. PTFE Sigma Aldrich	100
6.3.2. PTFE Dupont de Nemours (Teflon®)	101
6.4. <i>Les autres produits existants</i>	101
6.5. <i>Choix du diélectrique</i>	103
7. LES COUCHES METALLIQUES	105
7.1. <i>Principes des dépôts</i>	106
7.2. <i>Choix des matériaux</i>	107
7.3. <i>Mesure du pouvoir thermoélectrique des couches</i>	110
8. THERMOCOUPLES SUR POINTES METALLIQUES.....	113
9. THERMOCOUPLES SUR POINTES ISOLANTES.....	117
9.1. <i>Protocole de réalisation</i>	117
9.2. <i>Connectique</i>	118
9.3. <i>Dimension de la jonction</i>	123
CONCLUSION	126

CHAPITRE III.....	127
INTRODUCTION	128
1. COMPORTEMENT THERMIQUE DES POINTES	128
1.1. <i>Modélisation du comportement thermique</i>	128
1.2. <i>Le terme source</i>	132
1.3. <i>Distribution de la densité lumineuse</i>	133
1.3.1. Pointes coniques	134
1.3.2. Pointes réelles non coniques	136
1.4. <i>Distribution de la puissance absorbée</i>	140
1.5. <i>Résultats sur fibres métallisées</i>	142
1.5.1. Pointes coniques	143
1.5.2. Pointes réelles non coniques	147
1.6. <i>Résultats sur pointes multicouches</i>	153
2. MESURE DU PROFIL DE TEMPERATURE	156
2.1. <i>Principe de la mesure</i>	156
2.2. <i>Profil de température pour les différentes pointes réelles</i>	157
3. REPOSE THERMOELECTRIQUE DES SONDES	162
3.1. <i>Mesure des bandes passantes</i>	162
3.2. <i>Sensibilité de la sonde</i>	165
4. UTILISATION DES SONDES EN MODE PASSIF	170
4.1. <i>La mesure par contact</i>	170
4.2. <i>Etalonnage</i>	175
5. UTILISATION DES SONDES EN MODE ACTIF	178
5.1. <i>Effet de la distance sonde-surface</i>	179
5.2. <i>Mesure de débit d'air dans un mini-canal</i>	180
CONCLUSION	181
CONCLUSION GENERALE.....	185
BIBLIOGRAPHIE	189
LIENS ET SITES INTERNET	197
TABLE DES FIGURES	199
ANNEXE 0 : PROPRIETES PHYSIQUES DES THERMOCOUPLES	202
ANNEXE 1 : PLAN DU BLOC PORTE MANDRIN	203
ANNEXE 2 : VUE ECLATEE DU MONTAGE MOTEUR ET MANDRIN.....	204
ANNEXE 3 : ETALONNAGE DU MICROTHERMOCOUPLE S	205

NOMENCLATURE

Notation Latine :

a	: diffusivité thermique ($m^2.s^{-1}$)
C	: chaleur spécifique du matériau constituant le capteur ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)
d	: diamètre de la fibre optique (m)
dx	: tranche élémentaire lors de la modélisation (m)
e, e _{AB}	: différence de potentiel ou force électromotrice (V)
E	: module d'Young ($N.m^{-2}$)
f	: fréquence (Hz)
\vec{F}	: Forces d'attraction (N)
h	: coefficient d'échange global entre la capteur et le fluide ($W.m^{-2}.K^{-1}$)
i	: courant (A)
I	: moment quadratique (m^4)
k	: conductivité du matériau ($W.m^{-1}.K^{-1}$)
ls	: longueur dénudée de la fibre optique (m)
L	: longueur de sortie de la fibre optique (m)
n	: indice de réfraction
P	: puissance contenue dans le faisceau laser (W)
Q	: flux de chaleur (W)
Q _h	: flux de chaleur convectif/radiatif(W)
Q _k	: flux de chaleur conductif(W)
r	: rayon de courbure (m)
r ₀	: rayon caractéristique de faisceau gaussien
R	: amplitude du signal détecté (V)
R _c	: résistance de contact ($^{\circ}C.W^{-1}$)
R _e	: résistance du capteur ($^{\circ}C.W^{-1}$)
R _m	: résistance de macroconstriction ($^{\circ}C.W^{-1}$)
S	: coefficient de Seebeck ($V.K^{-1}$)
S	: surface (m^2)
t	: temps en seconde (s)
T	: température ($^{\circ}C$ ou K)
T _a	: température ambiante ($^{\circ}C$ ou K)
T _P	: température du capteur ($^{\circ}C$ ou K)
T _{rc}	: température de la résistance chauffante ($^{\circ}C$ ou K)
T _s	: température de surface vraie ($^{\circ}C$ ou K)
u	: tension d'alimentation de la microplaque (V)
V	: tension électrique (V)

x : position selon l'axe des x (m)
y : position selon l'axe des y (m)
z : position selon l'axe des z (m)

Notation Grecque :

α : angle d'inclinaison de la fibre sur le plateau ($^{\circ}$)
 λ : coefficient de dilatation du cuivre ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)
 Θ : demi-angle d'ouverture ou phase ($^{\circ}$)
 Π : coefficient de Peltier ($\text{W}\cdot\text{A}^{-1}$)
 ρ : masse volumique du capteur ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$)
 τ : coefficient de Thomson
 τ : constante de temps du capteur (s)
 ω_f : vitesse de rotation de la fibre
 ω_p : vitesse d'usinage (tr/min)
 μm : micromètre
 \varnothing : diamètre du plateau de polissage (m)

INTRODUCTION

Les nanotechnologies, la microélectronique et les microtechnologies avancées concernent la fabrication de matériaux, l'étude des mécanismes ou la réalisation de systèmes fonctionnels obtenus en contrôlant la matière à l'échelle nanométrique (au-dessous de 100 nm). Les procédés de salle blanche permettent notamment la conception de microdispositifs, voir nanodispositifs ; les microscopies thermiques en font parties de par leurs élaborations. Et comme disait le physicien Richard Feynman en 1959 lors de l'exposé de la démarche des nanosciences : « There's plenty of room at the bottom ». A la base de ces techniques dites de microscopies en champ proche, nous pouvons identifier la sonde qui permet la mesure de différents types de phénomènes. Ainsi, l'Atomic Force Microscopy (AFM) de Quate ou le Scanning Thermal Microscopy (SThM) de Binnig et Rohrer furent des techniques pour lesquelles la sonde réalisée et utilisée détermine la résolution spatiale et le fonctionnement global du système. En effet, en réduisant la taille des entités constitutives du système, on arrive au stade pour lequel la grandeur caractéristique des phénomènes physiques devient plus importante que la plus petite des dimensions structurales du système. Il apparaît alors de nouvelles propriétés physiques, chimiques ou biologiques.

Ces techniques de champ proche qui ont vu le jour avec les techniques de Scanning Near-field Optical Microscope (SNOM) et de Scanning Tunneling Microscope (STM), permettent ainsi de sonder la matière à l'échelle nanométrique, entre autre, et de remonter aussi à l'information locale du transport de l'énergie. Ainsi, le développement de ces sondes s'oriente vers la mesure de l'un de ses témoins de l'énergie qu'est la température. Dès lors, il faut comprendre que le fait de maîtriser ces informations au point de vue local permettra de trouver des solutions à des problèmes physiques liés par exemple à des échauffements ou des efforts mécaniques dans le fonctionnement d'appareillages beaucoup plus complexes.

Ces différentes techniques de microscopies ouvrent et élargissent les domaines d'investigations dans nombres de disciplines : l'AFM peut caractériser des nanostructures et observer des défauts de formes, le SThM peut, lui aussi, observer des objets à des échelles également nanométriques mais peut être utilisé sur des surfaces isolantes, le SNOM permet lui grâce à un faisceau de lumière canalisé dans une fibre optique d'exciter et d'obtenir les propriétés intrinsèques du substrat ou de l'échantillon observé. Or chacun de ces appareils ne se complètent pas réellement car ce qui fait la force ou la faiblesse de chacun provient de l'organe essentiel du dispositif qu'est la sonde en forme de pointe.

Les sondes utilisées actuellement trouvent leurs limites tant par leurs conceptions que par leurs utilisations. En effet, chaque sonde doit être utilisée dans des conditions bien spécifiques et l'interprétation du résultat requiert une certaine expérience. L'intérêt d'en créer une nouvelle, est de palier les défauts actuels et de s'appuyer sur leurs points forts pour concevoir une pointe qui permettra de synthétiser plusieurs types d'informations au niveau local.

La progression du mémoire montrera l'ensemble des techniques existantes pour bien poser les bases et la problématique de la sonde locale avant de préciser chaque étape nécessaire dans le développement de cette nouvelle sonde.

Ce mémoire est constitué de trois parties :

La première partie expose les techniques de microscopies passées, actuelles et n'ayant pu aboutir. Elle met en avant l'aspect technique et technologique des diverses méthodes utilisées. Le but étant de concevoir la sonde la plus complète possible, nous dégagerons un ensemble de points clefs auquel devront répondre la conception et le développement.

La deuxième partie s'intéresse à toute la partie réalisation, nous avons choisi de la scinder en deux. D'une part, nous détaillons le choix du support et de sa mise en forme et d'autre part, nous mettons en place les principes de fabrication étape par étape avec notamment la réalisation du microthermocouple déposé. Le développement jusqu'à la conception de notre nouvelle sonde s'appuie sur des technologies hybrides, basées sur des techniques de dépôts en salles blanches et sur des techniques d'élaboration classique de thermocouples. Nous nous intéresserons également à déterminer les pouvoirs thermoélectriques de certains couples en couches minces. Une grande part sera consacrée à la conception de la sonde en faisant une analogie à la réalisation des sondes métalliques déjà utilisées en microscopie. Cela permettra de mettre en avant les dépôts nécessaires dans les différentes phases d'élaboration.

La troisième partie traitera quant à elle de la caractérisation thermique de l'ensemble ainsi fabriqué. En effet, les mesures pourront mettre en avant la diffusion de la chaleur le long des pointes ainsi que l'interaction que peut avoir une sonde locale sur des microdispositifs. Nous pourrons comparer les résultats obtenus expérimentalement avec un modèle développé pour essayer de prévoir au mieux leurs comportements à partir des grandeurs caractéristiques telles que les résistances de contact ou les coefficients d'échanges locaux. Enfin, nous nous intéresserons à leurs utilisations potentielles et conclurons sur leurs possibilités.

CHAPITRE I

LA MESURE DE TEMPERATURE LOCALE :

ETAT DE L'ART ET PROBLEMATIQUE

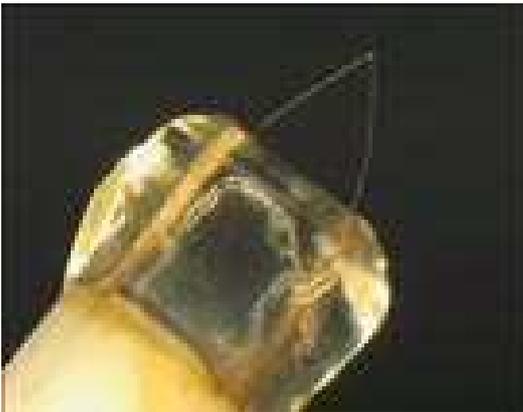


Figure 1 : Microthermocouple type S

Ce chapitre présente l'état de l'art dans le domaine des thermocouples et des microscopies. Ensuite, il s'intéresse au développement des différentes techniques pour la réalisation de capteurs nécessaires à la mesure de température locale.

Introduction

Dans cette partie, nous abordons la problématique de la mesure de température comme une grandeur physique de type scalaire, autrement dit pouvant être ponctuelle dans un espace à trois dimensions. Parmi les différentes grandeurs que nous devons être capable de quantifier, la température reste certainement la plus difficilement accessible mais aussi la plus prometteuse car elle donne accès aux phénomènes de transport d'énergie au sein de la matière. C'est justement à ce niveau de compréhension que se situe un des grands challenges scientifique et technologique dans le développement de nouveaux matériaux, le design et le management des transferts de chaleur au sein des micro et nanostructures.

Dans ce qui suit, nous rappellerons les différentes techniques de mesure de la température à faible échelle d'espace et de temps, en notant que la simple mesure de température peut ne pas suffire à apporter l'information pertinente ; lorsqu'un objet est à température homogène, il devient nécessaire de provoquer un transport d'énergie pour que la conséquence, un gradient de température, devienne mesurable et rende compte des caractéristiques thermophysiques locales de cet objet. Cette distinction représente la différence fondamentale que l'on peut faire entre un capteur passif et un capteur actif, ce dernier étant capable d'amener sa propre source d'énergie. Nous veillerons cependant à ne pas confondre avec la même distinction actif/passif que l'on trouve dans la littérature entre un capteur qui génère un signal, comme le thermocouple, et celui que l'on doit polariser, comme le thermistor (capteur dont la résistance électrique varie avec la température).

Parmi l'ensemble des techniques de mesure de la température locale, dont certaines sont devenues des principes de microscopie dits de « champ proche » ou à sonde locale, le couple thermoélectrique est initialement une extension du microscope à effet tunnel électronique ou STM (Scanning Tunneling Microscope). Conçu pour la topographie de surfaces « chaudes » non conductrices, le STP (Scanning Thermal Profiler) de Williams et Wickramasinghe ([1]) est resté anecdotique dans son utilisation, mais fut le précurseur d'une nouvelle famille de microscopes exploitant les effets thermiques, la famille des SThM (Scanning Thermal Microscope). Nous reviendrons donc naturellement sur un descriptif des principales techniques de microscopie à champ proche, en nous attardant finalement sur le microthermocouple et ses principales caractéristiques.

La mesure par microthermocouple et son utilisation en microscopie de type champ proche peut ainsi présenter un fort intérêt si l'on arrive à contourner les obstacles technologiques qui freinent l'obtention de sondes de manière suffisamment reproductible. Des fils de dimension micrométrique que l'on arrive à souder jusqu'au couple thermoélectrique en couches minces déposées sur un substrat convenable, en passant par l'hybridation de ces techniques, il s'agit en définitive de choix technologiques qui ont permis depuis plusieurs décennies de développer une famille particulière de capteurs de température. Cette approche technologique constitue à ce jour un enjeu fondamental car si les théoriciens progressent dans leurs concepts descriptifs, en s'appuyant sur des simulations de plus en plus performantes (dynamique moléculaire, méthode de Monte-Carlo, équations de transport de Boltzmann...), l'expérimentation, outil absolument indispensable, tarde, comme nous le verrons, à atteindre le même niveau de maturité.

1. Les microscopes à champ proche ou à sonde locale

La recherche dans le domaine des microtechnologies date d'une trentaine d'années à l'époque où les premiers microprocesseurs ont fait leur apparition. Depuis les premiers pas en électronique, la tendance est à miniaturiser les dispositifs pour pouvoir augmenter leurs capacités et leurs performances. En parallèle, l'histoire des sciences nous montre qu'aucune avancée en terme de miniaturisation et de fabrication n'a pu être possible sans avoir été précédée d'avancées significatives dans les techniques d'observation à l'échelle directement inférieure.

Les premières tentatives d'observation d'objets de petite taille date de l'Antiquité grâce aux propriétés optiques de cristaux naturels. Le microscope optique ([2]) est celui que l'on désigne simplement dans le langage courant par « microscope ». Il s'agit d'un dispositif optique constitué de lentilles, miroirs, diaphragme, système d'éclairage, permettant de donner une image optique agrandie de l'objet. Malgré des siècles d'amélioration, le principe reste identique. La lumière après réflexion et diffraction sur l'objet est transmise vers un détecteur, une caméra, un écran... etc., au moyen d'un système collecteur-imageur placé à une distance toujours très grande devant le paramètre caractéristique de la lumière : la longueur d'onde (λ). C'est la détection dite **en champ lointain**, et nos yeux constituent avec notre cerveau le plus parfait exemple de système collecteur-imageur. Or, nous savons que le pouvoir séparateur de l'œil est limité car pour une vue normale, deux points situés à 25 cm de l'œil seront distingués clairement s'ils sont distants d'au moins 75 μm . Dès la fin du 19^{ème} siècle, Abbe et Rayleigh ont montré que la résolution d'une image était limitée et par conséquent qu'à partir d'une certaine valeur, le grandissement n'apportait plus d'information. Cette limite (critère d'Abbe-Rayleigh), proche de la demi-longueur d'onde (de la source qui éclaire l'objet) est un problème fondamental qui s'explique en terme de diffraction, même s'il peut être traité au moyen de différentes théories, comme le principe d'incertitude d'Heisenberg.

Le critère stipule que deux points ne sont vus séparément que si la distance qui les sépare est supérieure à :

$$\frac{\lambda}{2n \sin \theta} \quad (1.1)$$

- λ est la longueur d'onde du rayonnement utilisé,
- n est l'indice optique du milieu ambiant,
- θ est le demi-angle d'ouverture du système optique imageur.

Cette limite de résolution, appelée pouvoir de résolution, est donc de 200 nm environ en microscopie optique fonctionnant dans le visible et dans l'air. Toute amélioration de la résolution ne peut donc passer que par l'optimisation d'un ou plusieurs de ces trois paramètres. L'amélioration ultime date de 1931 avec Davisson et Calbick ([3]) puis Ruska en 1932 ([4]), lorsque la nature ondulatoire de l'électron, démontrée par Louis de Broglie en 1924, fut mise à profit dans le microscope électronique à balayage.

Cependant, la physique montre aussi qu'un faisceau lumineux intercepté par un objet est toujours diffracté sous forme d'une onde progressive et d'une onde évanescente. Tout se passe comme si l'objet se comportait comme une source secondaire dont une partie est radiative et se propage (onde progressive) et l'autre non-radiative ne le peut pas (onde évanescente).

En résumé, l'onde progressive :

- est radiative,
- elle contient les informations relatives aux périodes spatiales élevées du relief,
- elle est détectable à longue distance,
- elle correspond au critère de résolution d'Abbe-Rayleigh,

et l'onde évanescente :

- est non radiative,
- elle contient les informations relatives aux périodes spatiales courtes du relief,
- elle ne transporte pas d'énergie donc est indétectable directement,
- elle n'existe que dans le plan de l'objet, son amplitude décroît exponentiellement sur quelques dizaines de nanomètres de la surface, d'où le terme « évanescent ».

Maintenant, en imaginant que l'on soit capable d'exploiter l'information contenue dans les ondes évanescentes, il faudrait placer le système collecteur là où elles se trouvent : au voisinage immédiat de l'objet, c'est-à-dire à une distance très faible par rapport à la longueur d'onde (quelques dizaines de nanomètres). La détection est alors dite **en champ proche**. Notons au passage que la première démonstration de cette possibilité date de la fin du 17^{ème} siècle, avec l'expérience des deux prismes de Newton, avec lesquels, sans le savoir, la « frustration » du champ évanescent avait permis d'en convertir une fraction en un rayonnement propagatif. Par extension, un objet effilé est donc capable de reproduire une telle conversion avec un pouvoir de résolution qui correspond essentiellement à sa dimension.

Conceptuellement, les deux types de microscopes (champ lointain et champ proche) diffèrent totalement. Le microscope classique (à champ lointain) utilise un système focaliseur dont le but est de créer une image par redistribution de la lumière transmise. Pour le champ proche, l'impossibilité de mettre en oeuvre un système imageur à des distances de quelques nanomètres de l'objet, a amené les chercheurs à développer une technique de génération d'image par balayage point par point, comme en microscopie électronique. Le système collecteur peut être extrêmement simple (micro-trou, micro-sphère, micro-pointe...) : c'est la **sonde locale**.

Au début du 20^{ème} siècle, malgré la mise en évidence des effets tunnel optique et électronique, ainsi que des interactions de forces de surface (Van der Waals), ce furent les limites de la technologie qui interdirent la réalisation des dispositifs capables de fonctionner selon un mode de champ proche. Il fallu attendre 1972 pour que l'équipe d'Ash et Nicholls montre par l'expérience le possible dépassement du critère d'Abbe-Rayleigh avec un système imageur, par balayage au voisinage d'une surface, d'un orifice « éclairé » par un rayonnement de longueur d'onde située dans la bande des micro-ondes (3 cm), ils atteignirent ainsi une résolution de 150 μm , soit $\lambda/200$ ([5]).

Mais c'est au début des années 80 que le concept de la sonde locale a été proposé. A partir de ce principe et quelle que soit l'interaction physique utilisée, l'architecture des dispositifs imageurs est alors fixée.

Elle nécessite la maîtrise de technologies émergentes pour l'époque, telles que :

- la microfabrication d'une sonde dont l'extrémité (forme et dimension) conditionne la résolution du microscope,
- le contrôle de la position et du déplacement de la sonde par rapport à l'objet, faisant appel aux céramiques piézoélectriques,
- le modèle théorique adapté et la puissance de traitement des données en temps réel,
- la maîtrise des dérives thermiques et des vibrations mécaniques extérieures donnant naissance à des appareils très compacts.

En simplifiant à l'extrême, le principe général des microscopes à balayage en champ proche se schématise de la façon suivante :

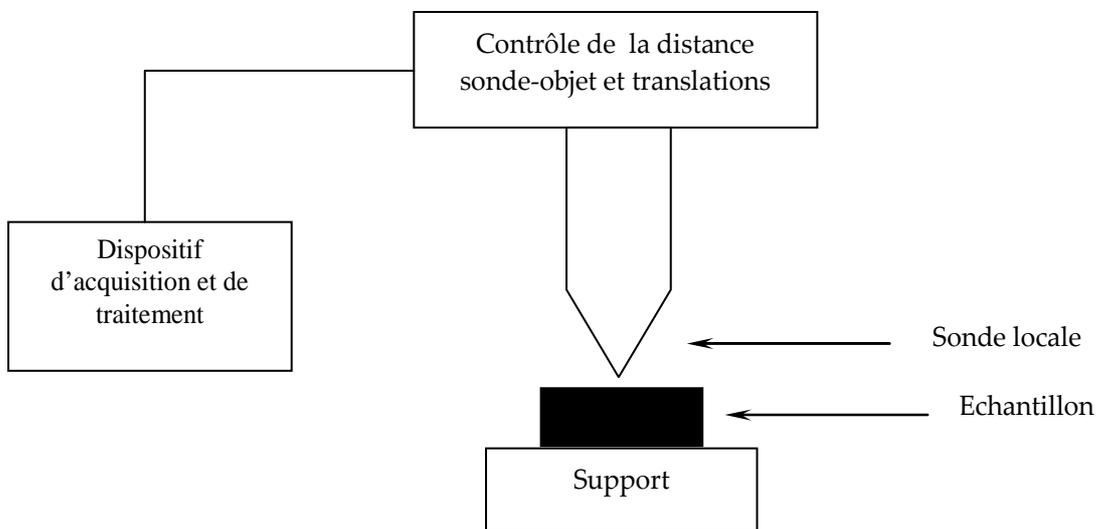


Figure 2 : Principe du microscope à balayage en champ proche

Contre toute attente, ce ne fut pas l'optique mais l'électronique qui profita du premier pas décisif, puisque le premier microscope basé sur le concept de champ proche a été réalisé par G. Binnig et H. Rohrer en 1981 ([6]) avec la réalisation du premier microscope à effet tunnel électronique (STM). La résolution latérale atteignant 2 \AA , ce système a permis pour la première fois d'observer des champs électroniques d'atomes que l'on arrive à discerner individuellement...

La course aux nouvelles techniques était lancée et l'on dénombre actuellement plus de 20 principes de microscopes fondamentalement différents dont les cinq plus importants sont rappelés ci-après dans l'ordre chronologique de leur apparition.

1.1. Microscopie à effet tunnel (STM)

La microscopie à effet tunnel (STM - Scanning Tunneling Microscopy) est une technique développée dans les laboratoires d'IBM à Zurich par Gerd Binnig et Heinrich Rohrer (Prix Nobel de Physique en 1986 - [6]). Son principe repose sur la détection du courant tunnel

circulant entre une pointe effilée de métal et la surface d'un matériau conducteur (environ 1 nA).

Cette pointe, généralement obtenue par attaque électrochimique, est maintenue à une distance de 1-2 nm au dessus de la surface (conductrice ou semi-conductrice) pour permettre le passage d'électrons par effet tunnel, alors qu'une tension de polarisation est appliquée entre la pointe et la surface.

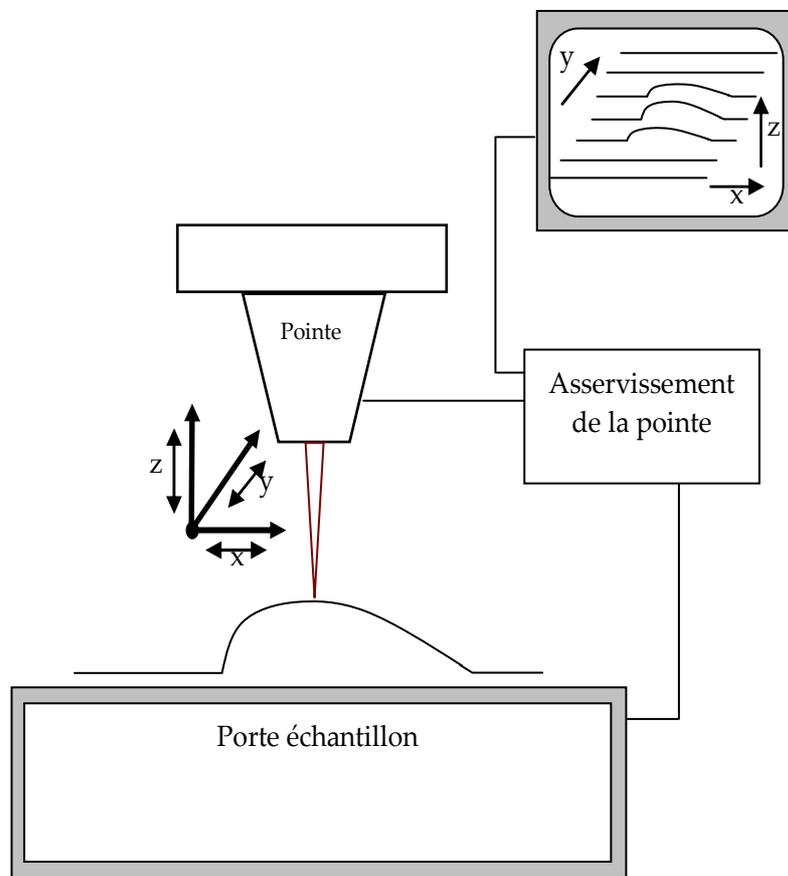


Figure 3 : Principe du STM

La pointe est fixée sur une céramique piézoélectrique qui est une pièce essentielle de la boucle de contre-réaction composée (sensibilité 20 \AA/V). Deux autres céramiques sont utilisées pour le balayage latéral.

Un premier mode de fonctionnement consiste à déplacer la pointe en maintenant le courant tunnel constant par un dispositif d'asservissement agissant sur la position verticale. Ainsi la distance pointe-échantillon reste constante et l'enregistrement des déplacements verticaux reproduit la topographie supposée de la surface. Si la pointe est suffisamment fine, le relief observé peut avoir la résolution atomique.

Un second mode consiste à effectuer un balayage à hauteur constante, le module d'asservissement étant désactivé. En imposant pour chaque point une rampe de tension $V(t)$ entre la pointe et la surface, on déduit des caractéristiques courant-tension et de leurs dérivées, la densité locale d'états électroniques en surface. C'est le mode spectroscopique. Depuis, de nombreuses extensions ont été mises en œuvre, en mode potentiométrique, magnétique, ou d'émission balistique d'électrons, de force sur des surfaces isolantes, ou en mode optique par exemple en utilisant le champ électrique exacerbé par le flux laser focalisé autour de la pointe.

1.2. Microscopie optique en champ proche (SNOM)

Comme nous l'avons indiqué, le microscope optique de champ proche (SNOM – Scanning Near-field Optical Microscopy) opérant en transmission fut le premier, car le plus facile à réaliser, mais il nécessite un objet transparent. Au milieu des années 50, O'Keefe proposa le premier microscope utilisant ce principe, suivi par Ash et Nicholls en 1972 ([5]) qui, à partir d'un système imageur à balayage et d'une source à micro-ondes, ont obtenu les premiers résultats probants. Toutefois, dans ces deux réalisations, la lumière est transmise par un trou percé dans un écran proche de la surface, et sa détection se fait encore en champ lointain. C'est la technique de l'ouverture émettrice, reprise par Massey en 1983 pour le visible, puis par Pohl en 1983 ([7]), et Betzig en 1986 ([8]) qui utilisa une micro-pipette de biologiste métallisée comme ouverture sub-longueur d'onde.

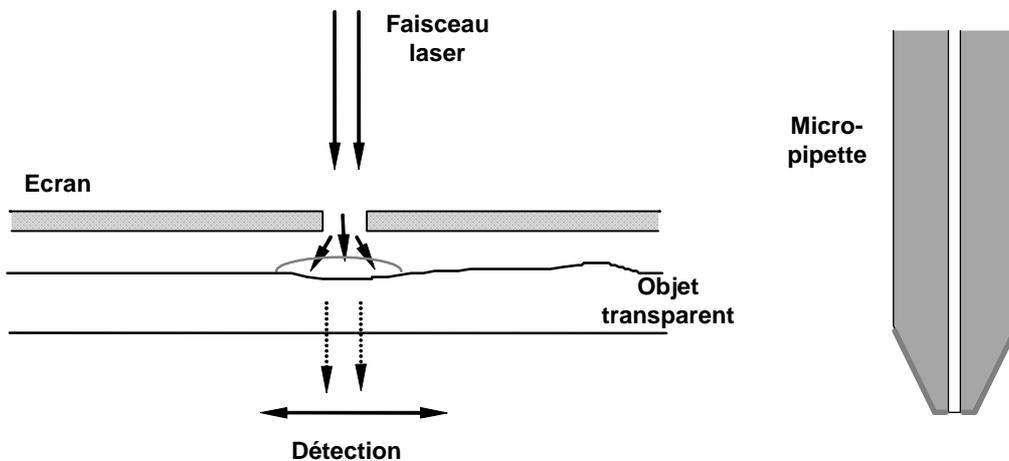


Figure 4 : Ouvertures émettrices en (1972 [5]; 1983 [7]; 1986 [8])

Toujours en transmission, Betzig proposa en 1987 un microscope à transmission à ouverture collectrice, avec la même micropipette, où le trajet de la lumière était simplement inversé ([9]).

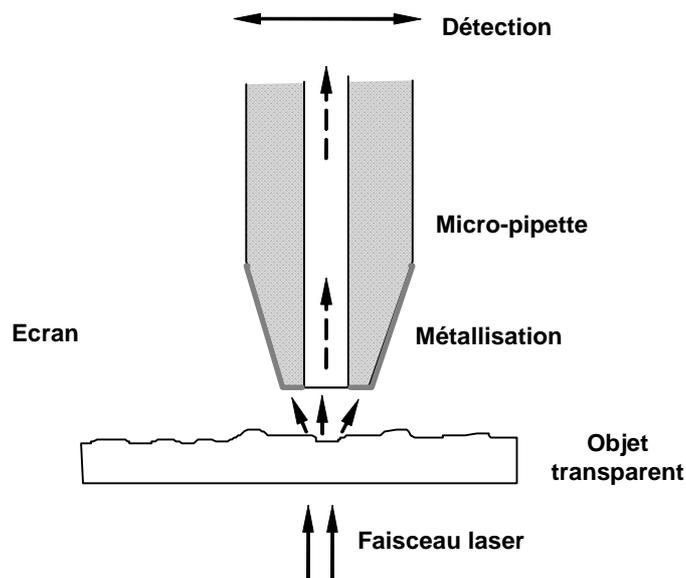


Figure 5 : Ouverture collectrice (1987 [9])

Depuis lors, toutes les configurations de microscopes optiques en champ proche ont adopté une base commune, la tête du microscope comprenant l'ensemble éclairage-sonde-échantillon étant spécifique à chaque groupe de recherche.

D'autres systèmes ont vu le jour ensuite, soit en utilisant un stylet, soit une fibre optique « taillée » en pointe, apparue en 1989 et développée simultanément par différentes équipes ; [10] aux Etats-Unis, [11] à Besançon et [12] à Dijon.

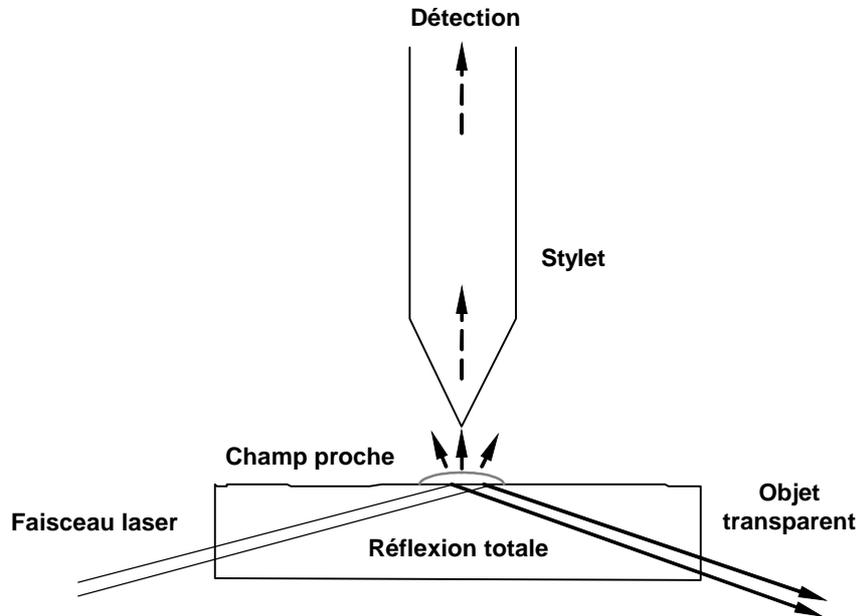


Figure 6 : Technique du stylet (1989 [10], [11] et [12]).

Ce stylet permet de collecter, en le « frustrant » localement, le champ évanescent créé par réflexion totale interne à la surface de l'objet.

Un second principe consiste à travailler en réflexion, dont le principal avantage est de pouvoir s'appliquer à des objets opaques. Les premiers systèmes ont utilisé soit un écran ([13] en 1985), soit une micro-bille en latex métallisée de 90 nm jouant le rôle d'une antenne ([14] en 1989).

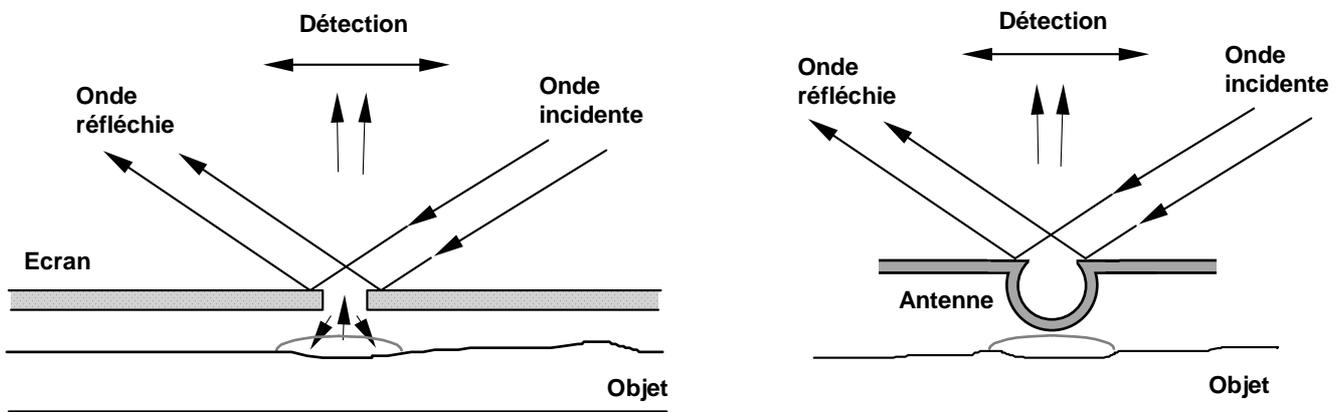
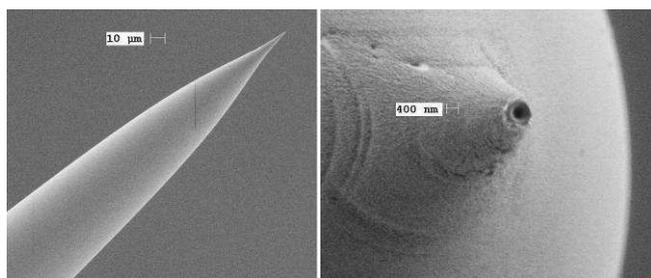
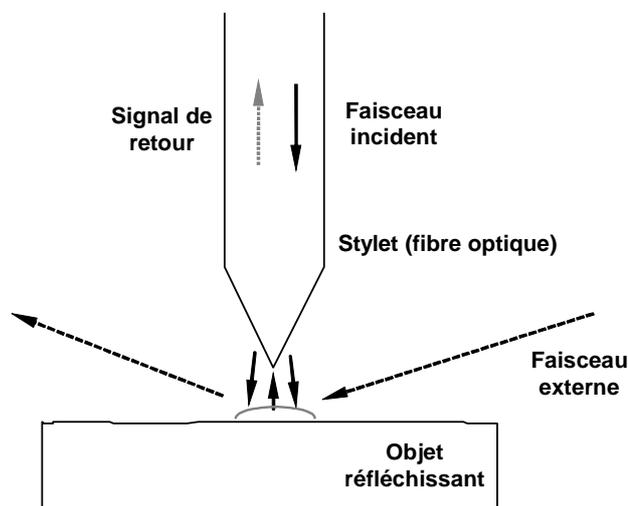


Figure 7: Ouverture émettrice-réceptrice (1985 [13]) et principe de l'antenne (1989 [14]).

Mais l'utilisation de la fibre optique, développée à Besançon en mode d'émission-réception représente une avancée remarquable du point de vue technique. Cette fibre est mise en forme pour que son extrémité s'achève par un apex suffisamment fin pour être assimilé à une demi-sphère de quelques dizaines de nanomètres de rayon de courbure. Le micro ou nano-usinage au moyen d'un faisceau d'ions focalisés (FIB – Focused Ion Beam) permet d'affiner cette forme, et le cas échéant, après métallisation, d'ouvrir l'extrémité afin d'augmenter la transmittance de la pointe optique. D'une façon générale, une fibre monomode est utilisée car le cœur, guidant la lumière, est de plus faible diamètre (environ 5 μm), et dans certains cas à maintien de polarisation.



*Extrémité d'une fibre optique monomode en silice.
Vue d'un orifice après attaque de la couche
métallique par faisceau ionique focalisé
([15]).*



Utilisation du stylet en mode réflectif.

Figure 8 : Fibre optique métallisée

La résolution obtenue dans le visible est typiquement :

- 100 Å ($\lambda/60$) latérale
 - 20 Å ($\lambda/200$) verticale
- pour une distance sonde-surface de 2,5 Å.

Ce type de microscope joue donc le rôle de nano-profilomètre optique, de résolution 50 à 100 fois plus élevée qu'un profilomètre optique classique. Sa résolution n'est ainsi plus limitée à la demi-longueur d'onde, elle peut théoriquement atteindre des valeurs nanométriques. En fait la limitation est due à la taille de la sonde et à sa distance de la surface.

Les avantages de ce type de microscope tiennent tout d'abord au fait qu'il soit insensible à la nature de l'objet, qu'il soit transparent ou non, isolant, semi-conducteur ou conducteur. Il donne aussi l'accès optique à des propriétés locales de surface, sans avoir à y toucher, telles que la polarisation ou la longueur d'onde, se transformant ainsi en spectromètre à haute résolution. L'intérêt existe en biologie dans l'étude des cellules, des virus...etc. Enfin, des motifs peuvent être dessinés sur de la résine photosensible, à l'instar de la nanolithographie par faisceau d'électrons, à condition que l'énergie disponible à l'extrémité de la fibre soit suffisante.

Il faut néanmoins souligner qu'un des problèmes majeur reste lié à l'asservissement de distance entre la pointe et l'objet, car le signal optique de réception comporte une série

d'informations « parasites » qui se superposent à l'intensité du champ évanescent frustré. Cela se traduit aussi bien par des artefacts dans les images que par des incidents de contact pointe-surface. C'est pour découpler l'information topographique de l'information optique qu'en mode réflectif, la pointe émettrice / collectrice est mise en vibration transverse, utilisant la souplesse naturelle de la sonde, que meut un transducteur piézoélectrique. On contrôle ainsi la distance sonde-surface en « grattant » latéralement la surface, c'est le contrôle par « shear-force ».

1.3. Microscope thermique à champ proche (STP / SThM)

L'idée initiale consiste à permettre au STM de fonctionner sur une surface isolante. Williams et Wickramasinghe ([1]) ont développé une pointe métallique intégrant une jonction thermoélectrique à son extrémité. Utilisable sur tout objet, même isolant, elle permet de mesurer une différence de température avec la surface. Le cas échéant, il faut entretenir cet écart par exemple en y faisant circuler un courant – nous revenons au concept de la sonde active - ou en plaçant l'objet sur une source de chaleur. C'est le premier microscope thermique à champ proche (SThM – Scanning Thermal Microscope) mais dont la résolution ne peut être aussi intéressante de par la nature diffuse du phénomène.

En effet, au delà d'une certaine distance, la quantité de chaleur échangée entre le thermocouple et la surface de l'échantillon est due uniquement au phénomène de conduction gazeuse et de convection, l'échange par rayonnement étant négligeable. Si on approche la sonde de manière à venir au contact de la surface, l'échange de chaleur s'intensifie jusqu'à un niveau maximum pour lequel la conduction est supposée prépondérante. Entre ces deux régimes d'échanges thermiques, il existe une zone intermédiaire où le gradient de température mesurable – à flux de chaleur constant - est suffisant pour être exploitable dans une boucle d'asservissement de type champ-proche, similaire à un pseudo-effet tunnel thermique. Si le microthermocouple est suffisamment sensible pour détecter cette zone, il est possible d'obtenir, par balayages successifs et asservissement de sa position verticale, une image du relief. Notons que le champ de température est stationnaire. Par conséquent, et c'est sans doute le point le plus important dans l'optimisation de ce système, la mise en oscillation verticale de la sonde, à une fréquence compatible avec le temps de réponse de la sonde, permet d'acquérir le signal du thermocouple au moyen d'une détection synchrone. Ceci limite toute dérive thermique, et améliore de façon spectaculaire le rapport signal sur bruit. La résolution du système est fonction de la taille de la jonction, et de la distance sonde-surface. Elle a été à l'époque annoncée de 50 à 100 nm, ce qui est assez discutable car elle a été démontrée sur des « cas d'école » avec des conducteurs (photoresist) déposés sur un substrat de silicium (très conducteur), la compréhension des phénomènes de transferts thermiques dans ces conditions est aujourd'hui seulement abordée de façon systématique. Le fonctionnement de ce type de microscope correspond davantage à une extension du STM en permettant d'accéder à des caractéristiques locales de densité de porteurs de charge ou des gradients de potentiels chimiques. Dans cette configuration, le thermocouple sert d'élément chauffant, et la détection se fait à nouveau en mode STM, sur une surface conductrice.

Si celle-ci est de nature différente de la pointe, on retrouve un effet thermoélectrique intrinsèque pointe-surface. Une excitation externe par faisceau laser permet, toujours en mode STM, d'obtenir d'autres informations (photoélectrique, forces de Kelvin...).

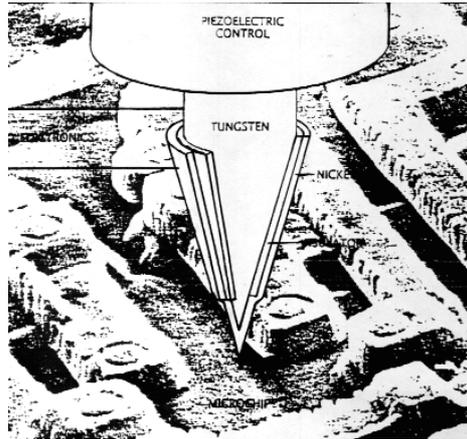


Figure 9 : Sonde thermoélectrique sur son support PZT (IBM Williams).

1.4. Microscopie à force atomique (AFM)

A la même période, la famille des AFM (Atomic Force Microscope) a été mise au point. Proposé initialement par Quate, Binnig et Gerber en 1986 ([16]), le principe repose sur l'utilisation des forces d'interaction entre une pointe placée au bout d'un micro-levier et la surface. En étant trivial, on peut dire qu'il s'agit d'une version améliorée du tourne-disque dont le stylet ne vient qu'effleurer la surface.

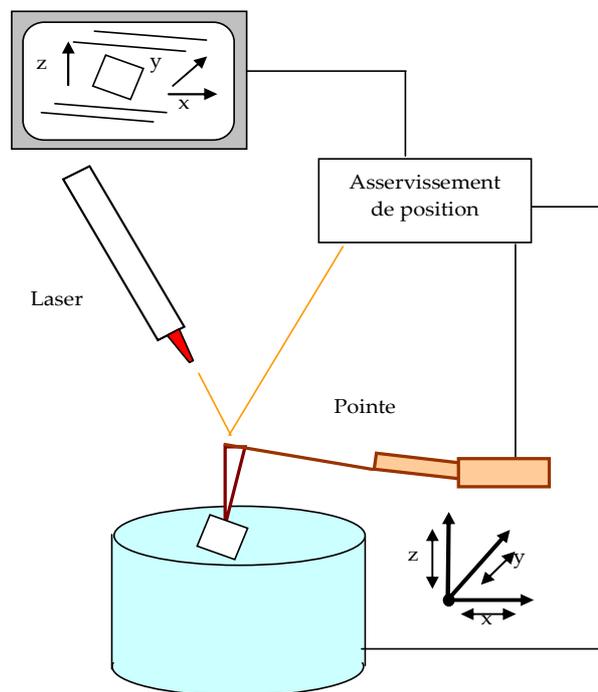


Figure 10 : Principe de l'AFM(1986 [16]).

Comme en STM, on retrouve une résolution atomique sans être limité par la nature conductrice ou non des matériaux. En revanche, l'interaction à très courte distance entre une pointe et la surface diffère du STM pour lequel l'intensité du courant tunnel décroît

exponentiellement avec la distance. Pour l'AFM, l'évolution de la force qui s'exerce entre une pointe et un objet est donnée par la courbe suivante :

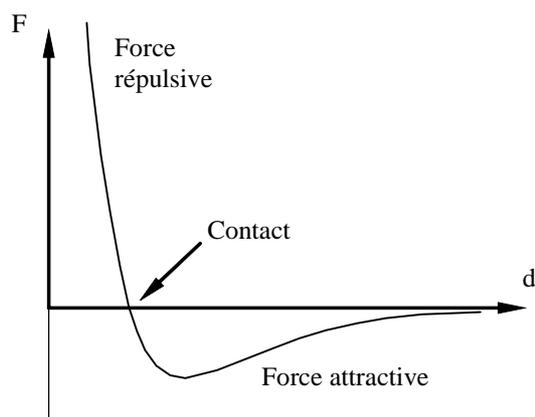


Figure 11 : Evolution de la force selon la distance

Pour les distances supérieures à environ 5 \AA , les interactions sont dues aux forces d'attraction de Van der Waals responsables de la cohésion moléculaire, alors que pour les distances plus courtes (0 à 4 \AA), les forces de répulsion entre cœurs ioniques - plus intenses - sont à l'origine de la partie répulsive de la courbe. De ce fait, selon la distance moyenne de la pointe à la surface, l'AFM peut être utilisé suivant deux modes : attractif (résonant) ou répulsif (tapping).

D'une manière générale, l'effort exercé sur la partie terminale de la pointe est mesuré, par l'intermédiaire du micro-levier qui se comporte comme un bras souple (cantilever), dont l'amplitude d'oscillation dépend de sa rigidité. La mesure du déplacement se fait le plus souvent de façon optique, soit par détection interférométrique, soit par déflexion optique, avec une extrême sensibilité puisque des efforts de l'ordre de $0,1 \text{ nN}$ sont mesurables.

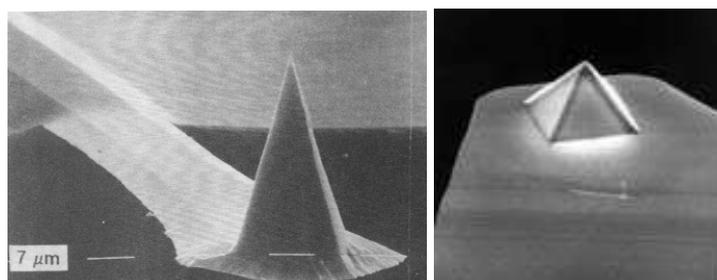


Figure 12 : Pointe levier d'un AFM (silicium).

1.4.1. Mode répulsif (tapping)

C'est l'équivalent atomique du profilomètre (aiguille d'un tourne-disque) puisqu'il existe une force de contact, très faible, de l'ordre de 1 nN . L'avantage est qu'il est possible d'atteindre une résolution atomique, verticale inférieure à $0,5 \text{ \AA}$ et latérale inférieure à 2 \AA . Pour cela, il est nécessaire d'utiliser une pointe parfaite, si possible monoatomique à l'extrémité. Ceci dit, du fait de cette incertitude, l'interprétation des images devient délicate.

En effet, l'effort résultant sur toute la pointe est la somme des forces de répulsion et d'attraction liant chaque atome de la pointe avec ceux de la surface, en fonction de la distance

qui les sépare. Autrement dit, la force qui fait fléchir le bras, qui est celle que l'on mesure, peut alors être très différente de celle qui s'exerce entre l'extrémité de la pointe et la surface. La contribution des forces de Van der Waals, qui doit être sommée sur un grand volume, dépend de la forme macroscopique de la pointe, et peut, dans certain cas, aller jusqu'à compenser la force de répulsion à courte distance, de sorte que la force globale mesurée est attractive, alors qu'elle est fortement répulsive en bout de pointe.

$$\vec{F}_r = \sum_{\text{vol.}} (\vec{F}_{\text{rép.}} + \vec{F}_{\text{VdW}}) \quad (1.2)$$

Un autre inconvénient apparaît dans la probabilité non nulle de modifier l'état de surface de l'échantillon, d'où l'effort dans la réalisation des cantilevers afin d'obtenir des leviers plus flexibles (constante d'élasticité $k \ll 1 \text{ N/m}$) et ainsi diminuer l'effort de contact. Cet inconvénient devient pourtant un avantage lorsqu'on veut agir sur les molécules adsorbées ou modifier l'état de surface de l'échantillon.

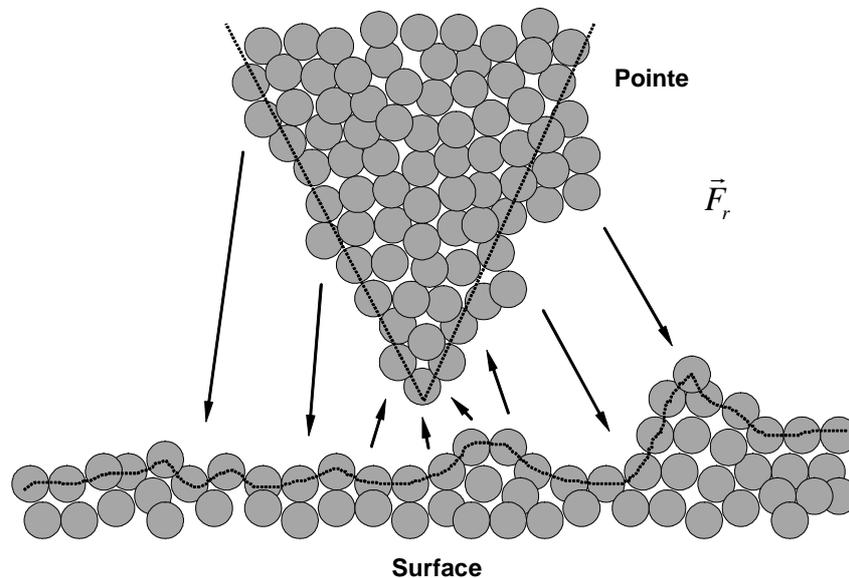


Figure 13 : Interactions à courte et moyenne distance entre une pointe et la surface d'un objet.

1.4.2. Mode attractif ou résonant

C'est le mode le plus utilisé. La sonde est maintenue à une distance telle que les forces résultent des interactions de Van der Waals. Pour éviter les dérives statiques et améliorer l'extraction du signal dans le bruit, l'ensemble pointe-levier est forcé en oscillation à une fréquence proche de celle de sa résonance mécanique. A l'approche de la surface (environ 10 nm) l'effet du gradient des forces attractives de Van der Waals modifie cette fréquence de résonance. Ceci se traduit par une variation de l'amplitude de l'oscillation qui peut être mesurée avec une grande précision ($\leq 1 \text{ m\AA}$) par des méthodes d'interférométrie hétérodyne optique.

Deux types de balayage peuvent être effectués :

- **à hauteur moyenne constante** : les fluctuations de la force d'attraction fourniront une indication sur la composition chimique locale de la surface, sachant que les forces inter-atomiques dépendent de la nature des atomes en interaction. C'est le mode *spectroscopique* d'utilisation de l'AFM.
- **à force d'interaction constante** : dans ce cas les variations de distance pointe-surface reflètent la topographie de l'échantillon. C'est le mode *profilomètre*.

Toutefois, par rapport à l'AFM de contact, la résolution est diminuée du fait de la distance pointe-surface. Il est possible de l'améliorer en faisant osciller la pointe plus près, ce qui requiert un levier beaucoup plus rigide ($k \geq 100 \text{ N.m}^{-1}$).

Comme les autres microscopes, ses champs d'applications ont été élargis rapidement, ils concernent :

- l'étude des phénomènes de surface comme la friction, l'adhérence...
- l'étude de molécules adsorbées sur une surface (cristaux liquides, phospholipides, ADN, protéines...etc) et leurs interactions (polymérisations, interactions protéine-ADN ou anticorps-antigènes...etc),
- les interactions de forces magnétiques (MFM), sensibles aux transitions entre domaines magnétiques ; à l'inverse, on utilise aussi ce dispositif pour mémoriser des informations dans les matériaux ferromagnétiques (stockage d'information),
- les interactions de forces électrostatiques, variante particulièrement intéressante car elle peut donner accès à des grandeurs telles que le potentiel électrochimique de surface, les constantes diélectriques de couches déposées sur substrat métallique, ou de nanostructures « enterrées », ou la topographie si le matériau est homogène.
- l'observation dynamique, telle que le suivi d'une polymérisation en temps réel...

1.5. Microscope acoustique en champ proche et à microdéformation

En améliorant un STM, Takata et ses collègues ont eu l'idée d'appliquer à la sonde une vibration (à la fréquence de résonance de l'ensemble sonde-support), qui en plus de l'information de courant tunnel, transmet une fraction de son énergie (mécanique) à l'échantillon en fonction de la distance qui les sépare. La détection de l'onde acoustique qui se propage dans l'échantillon est effectuée par le support PZT, en transmission. Les informations (amplitude et phase) sont liées à la topographie (distance sonde-surface) et aux caractéristiques élastiques de l'échantillon. Opérant sur des matériaux conducteurs (du fait du STM), les auteurs ont soulevé la possibilité de détecter des interactions mécaniques d'origine magnétique ou électrique.

Partant du même principe, [17] (à Besançon en 1992) a mis au point un microscope à microdéformation basé uniquement sur le signal acoustique, fonctionnant en champ proche, et en mode réflectif. Comme en AFM, on retrouve dans ce système une poutre flexible supportant à son extrémité une pointe microscopique destinée à appliquer une vibration très localisée sur l'échantillon. Comme indiqué sur le schéma ci-dessous, la poutre intègre également un transducteur piézoélectrique pour mettre en vibration le levier.

Les contraintes engendrées à la surface se propagent au travers de l'objet. L'interaction pointe-objet engendre une modification de la fréquence de résonance de la poutre qui est détectée grâce à un oscillateur et à un compteur (qui mesure la fréquence des oscillations). Les

informations d'amplitude et de phase donnent accès à la topographie et aux caractéristiques mécaniques locales (subsurfiques).

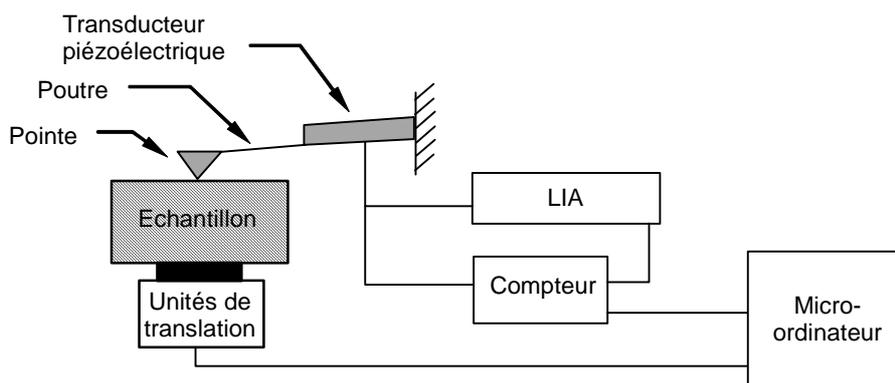


Figure 14 : Principe du microscope acoustique en champ proche (1992 [17]).

La résolution latérale, de l'ordre de la taille de la pointe, correspond à la zone excitée, soit un volume légèrement plus grand que celui d'une sphère de rayon égal à celui de l'extrémité de la pointe (entre 100 nm et 1 μ m). On est donc typiquement autour de 1 μ m pour une fréquence de l'ordre de 10 kHz, soit une amélioration d'un facteur 2000 par rapport au microscope acoustique de type échographique, où les problèmes de bande passante des lentilles et surtout de l'atténuation du signal limitaient fortement celle-ci.

Toutefois, une telle résolution n'autorise pas une profondeur d'investigation aussi importante qu'en champ lointain, mais permet d'accéder à des défauts jusqu'à une profondeur d'environ 50 μ m, ce qui est déjà considérable.

On notera que ce type de microscope est particulièrement utile pour observer le volume des matériaux opaques (métaux, céramiques...). Mais de façon générale, il est utilisable sur tous les matériaux autorisant un couplage non-destructif pointe-objet. Les matières souples et biologiques sont donc exclues...

2. La microscopie thermique

Les principes généraux des techniques de champ proche étant posés, on constate qu'il n'existe pas une technique idéale, mais que chacune d'entre elles offrent des avantages et des inconvénients. Une remarque importante concerne la recherche non plus uniquement de l'information topographique mais d'informations complémentaires. En effet, la topographie réelle n'est jamais directement accessible, même pour l'AFM où les effets de forces combinées, liés notamment à la nature imparfaite de la pointe, rendent toujours délicate l'interprétation des images. Les problèmes d'artefact sont encore plus présents dans les autres systèmes, c'est la raison pour laquelle, progressivement, les chercheurs ont tenté de développer des systèmes couplés, autorisant l'acquisition de plusieurs informations simultanées.

C'est ainsi que l'AFM s'est imposé comme élément de base pour le contrôle de distance car il offre le moyen le plus simple de maîtriser le « toucher » sonde-surface, la forme du bras souple (cantilever) se révélant la plus efficace pour un tel contrôle. Très naturellement, l'amélioration du STP de Williams et Wickramasinghe ([1]) est évidente, par couplage des effets de forces et de transfert de chaleur. Malheureusement il ne suffit pas de réaliser un détecteur de

température au bout d'une pointe pour mesurer la température d'une surface, car le plus difficile est de rendre ce détecteur thermiquement invisible. L'information la plus fiable qu'il puisse donner reste sa propre température... le plus difficile est de relier cette température à celle de la zone d'interaction.

Ainsi, de nombreuses approches pour réaliser des sondes de température se sont révélées désastreuses à l'utilisation, et n'ont valu aux auteurs que des publications de principe d'ordre technologique. En conséquence, d'autres principes pour mesurer une température locale ont été mis à profit, essentiellement par voie optique puisque la présence matérielle de la sonde n'est plus un obstacle. En contrepartie, on retrouve la dépendance au critère de résolution de type champ lointain. Il y a ainsi une quadrature du cercle qui nous oblige à choisir entre la résolution ultime qu'il faut aller chercher, et la présence matérielle de la sonde qui modifie l'équilibre thermique local.

2.1. Les techniques photoacoustiques et photothermiques

Elles sont à l'origine basées sur l'effet photoacoustique qui fut découvert par Bell en 1880 : lorsqu'un faisceau lumineux pulsé frappe un solide, un signal acoustique est engendré à l'intérieur de celui-ci ainsi que dans le milieu environnant. En microscopie, l'échantillon est excité thermiquement par un faisceau optique (laser) ou un faisceau de particules (électrons), modulé en intensité et focalisé en une tache dont le diamètre peut être très réduit (environ 1 μm). En produisant une pseudo-onde thermique confinée autour du point d'impact, celle-ci génère par dilatation des contraintes thermoélastiques et des ondes acoustiques. Au point d'impact, l'élévation de la température se traduit également par une variation de la réflectivité du matériau (métallique), et dans la zone environnante la variation de température introduit une variation de l'indice de réfraction du milieu.

Toute mesure (point par point) d'une de ces grandeurs apportera des informations sous la forme d'une image en amplitude et en phase, sur la structure subsurfacique de l'échantillon testé. Ces techniques sont étroitement liées à ce que l'on nomme le "contrôle non destructif" qui permet d'obtenir des informations d'origine mécanique, thermique ou optique, sur la structure interne d'un matériau sans recourir à sa détérioration, voire à sa destruction. Le schéma suivant résume le principe des effets photothermiques.

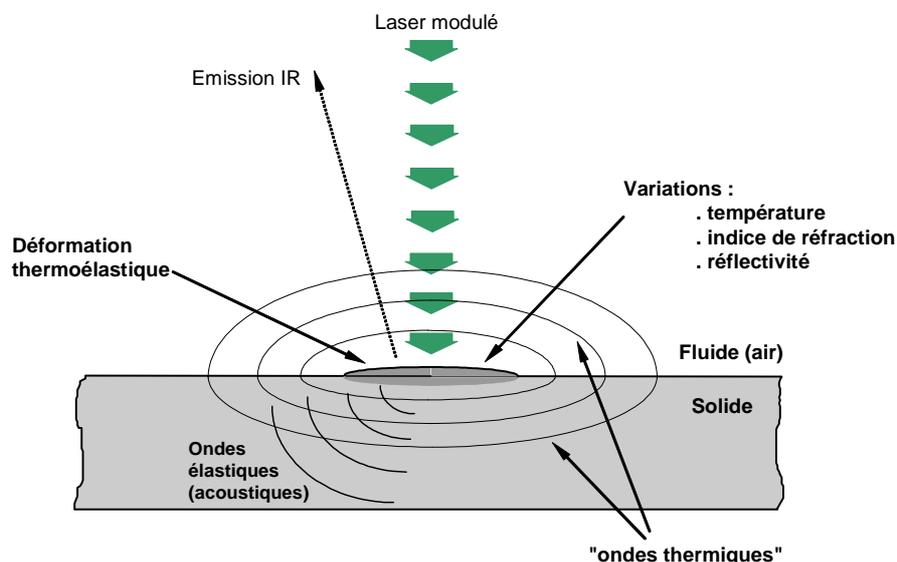


Figure 15 : Principe des effets photothermiques

Le problème majeur de ces techniques est lié à l'interprétation des images, dont on sait que les contrastes peuvent s'expliquer par plusieurs phénomènes, selon la profondeur de l'événement détecté. Toutefois, elles offrent la possibilité d'accéder à plusieurs grandeurs simultanément, ce qui permet de séparer partiellement l'origine de certains contrastes observés.

La détection peut se faire à partir des paramètres auxquels on peut avoir accès par la mesure, ce qui explique le nombre important des techniques qui ont pu être développées à ce jour. On peut classer les principes de détection en plusieurs sous-groupes.

2.1.1. Détection photoacoustique

Les ondes acoustiques générées dans le matériau peuvent être détectées directement par un capteur piézo-électrique placé au dos de l'échantillon, avec un fonctionnement en transmission. Une sonde optique interférométrique peut également sans contact permettre la même mesure.

Une autre possibilité consiste à placer l'échantillon à l'intérieur d'une enceinte hermétique remplie de gaz. La déformation thermoélastique engendrée localement est suffisante pour créer une onde acoustique dans le gaz, que l'on mesure au moyen d'un simple microphone, l'excitation étant introduite par une fenêtre. Cette méthode est très sensible à condition de réaliser une cellule photoacoustique conduisant à une résonance à la fréquence de travail. Celle-ci est néanmoins limitée vers le haut par le transducteur lui-même vers 50 kHz.

Globalement, l'information acoustique est tributaire des caractéristiques thermiques (conductivité et diffusivité) et mécanique localisées dans la zone d'échauffement, l'onde acoustique ne servant plus que de véhicule à l'information. En effet, la longueur d'onde acoustique, liée à la fréquence d'excitation, reste très supérieure à la dimension de l'échantillon, d'où l'absence totale d'interaction avec le matériau testé.

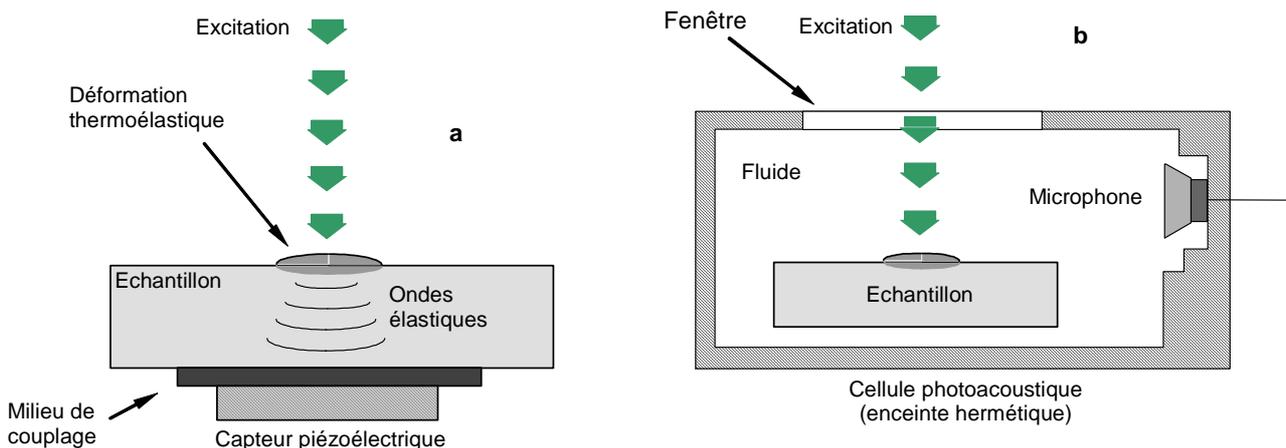


Figure 16 : Détections photoacoustiques (a) par capteur piézoélectrique, (b) par microphone dans une enceinte.

2.1.2. Détection des variations de thermoréfectivité surfacique

La réflectivité énergétique d'un matériau dépend de sa température. L'échauffement périodique produit en surface une variation également périodique de cette grandeur optique,

dont la mesure permet de remonter à la température. Deux faisceaux laser sont utilisés : le faisceau "pompe" et le faisceau "sonde". Le premier apporte l'énergie d'excitation et le second légèrement désaxé va permettre de mesurer cette quantité.

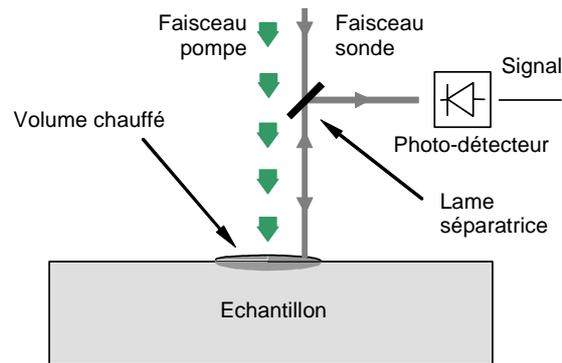


Figure 17 : Détection de la réflectivité

Cette technique donne accès à une information thermique (par la réflectivité dynamique dont l'amplitude et la phase suivent la réponse thermique de l'échantillon) mais également une information optique de surface par le biais de la réflectivité statique (énergie moyenne réfléchie). Ce système, commercialisé par son concepteur dès 1982, Allan Rosencwaig, est à la base de toutes ces techniques ([18]). Ce système est utilisé par de nombreuses équipes de recherche. Elle permet d'identifier les inhomogénéités thermiques dans les métaux (joint de grain, interfaces thermiques dans les multicouches ...).

2.1.3. Détection par "effet mirage"

L'échauffement local crée dans le milieu fluide environnant une variation de l'indice de réfraction que l'on peut détecter au moyen d'un faisceau laser sonde, parallèle à la surface traversant cette zone.

La déviation de ce faisceau par réfraction est liée au gradient de température dans le fluide traversé qui dépend de l'échauffement du matériau. La détection de ce mouvement est effectuée au moyen d'une diode à quadrants.

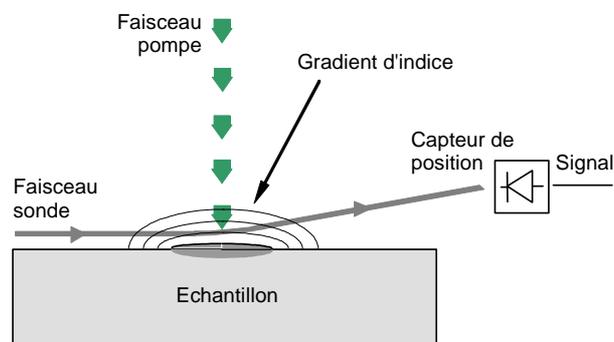


Figure 18 : Principe de l'effet mirage

Proposée par [19] à l'ESPCI Paris, cette technique donne également accès aux caractéristiques thermiques locales, pour des fréquences plus basses permettant au champ de

température périodique de diffuser à plus grande distance. Son avantage est de pouvoir s'utiliser sur des matériaux non polis.

2.1.4. Détection de la thermodéformation

A mi-chemin entre les deux techniques précédentes, on utilise encore un faisceau sonde en réflexion sur l'échantillon. Lorsque celle-ci se fait sous incidence non normale, l'effet de dilatation locale engendre une variation de l'angle de réflexion. Cet angle est donc dépendant des propriétés thermiques et mécaniques de la zone chauffée. Malgré la simplicité de mise en œuvre, cette technique a l'inconvénient d'être sensible à la topographie de l'échantillon, mais aussi d'intégrer dans son signal une contribution due à l'effet mirage.

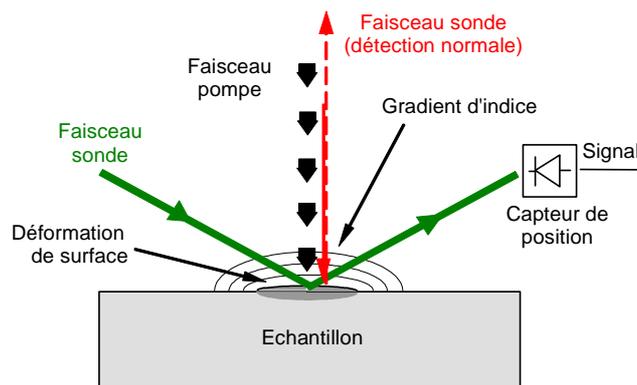


Figure 19 : Détection des déformations par réflexion de faisceaux sondes

Une approche différente a été envisagée par Cretin en 1984 ([20]) puisque sur la base des travaux de Von Gutfeld et Melcher en 1977 ([21]), il développa une détection des déformations normales à la surface de très haute sensibilité, basée sur une sonde optique à haute résolution fonctionnant en mode interférométrique hétérodyne. La contrainte importante est liée à la surface qui doit être suffisamment réfléchissante. Des déplacements (normaux) d'une fraction d'angström sont mesurés, et l'ajout d'une détection piézoélectrique sur la face opposée donne accès aux ondes acoustiques par transmission au travers de l'échantillon. Par ailleurs, les composantes statique et dynamique thermoréfectives du faisceau sonde apportent les compléments respectivement optique et thermique à l'information thermoélastique qui rend compte, elle, des propriétés mécaniques de l'objet. On a ici un parfait exemple de système multi-acquisition, dont les images, obtenues simultanément, sont parfaitement complémentaires.

2.1.5. Autres méthodes

Après avoir décrit les principales techniques, on peut citer des méthodes complémentaires qui permettent d'accéder à l'information thermique locale. Elles consistent à mesurer directement la température par microthermocouple, l'émission radiative émise par la zone chauffée, ou la détection par un capteur pyroélectrique – et non piézoélectrique – placé au dos de l'échantillon.

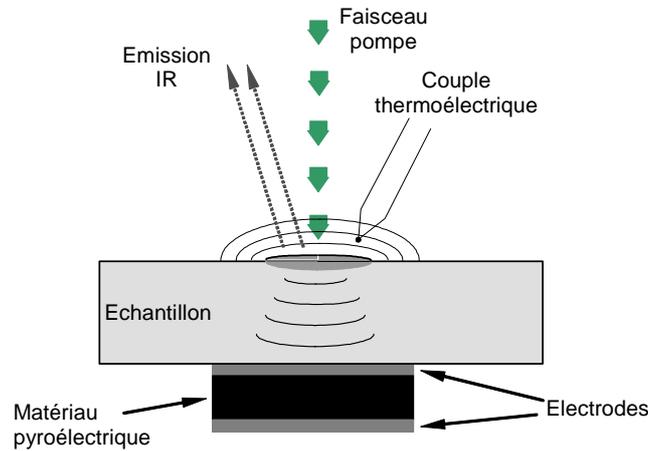


Figure 20 : Autres moyens de détection de la température

L'ensemble de ces méthodes reste cependant tributaire du critère d'Abbe-Rayleigh en terme de résolution. L'évolution logique a consisté en la transposition de cette approche dans le domaine du champ proche, notamment en injectant les faisceaux pompe et sonde dans une même fibre optique, taillée en pointe. On revient alors au concept de sonde locale et à l'idée de thermométrie à champ proche optique.

2.2. La thermométrie à champ proche optique (NFOT)

[22] et ses collègues ont appelé ce type de technique NFOT (Near Field Optical Thermometry), basé sur un microscope de type champ proche optique à ouverture utilisant une fibre optique dans laquelle un faisceau laser est injecté. Une fraction de l'énergie est émise par l'ouverture, puis réfléchi sur la surface de l'échantillon, lui-même chauffé par un autre moyen.

Le signal réfléchi est collecté par un photomultiplicateur, et peut également servir à recueillir l'émission infrarouge issue de la surface. L'asservissement de distance se fait en mode de vibration transversale (shear force).

En allant plus loin, les travaux de l'équipe de [23] ont progressivement été étendus au champ proche à l'issue des thèses d'Etienne [24] et Bruno [25]. Dans ce cas, la sonde constituant le microscope est également une fibre optique métallisée. L'asservissement de la pointe est faite par détection acoustique et l'excitation est faite en vibration longitudinale cette fois-ci. La pointe est échauffée par l'injection d'un faisceau laser. Un deuxième faisceau sonde est également injecté dans la fibre puis détecté en champ lointain. Le signal récupéré, issu du faisceau sonde au travers d'un photodétecteur. La résolution obtenu sur des échantillons passifs est de l'ordre de 80 nm. Récemment, les travaux de Raphaël [26] ont pu mettre à profit l'utilisation d'une telle sonde locale comme un radiomètre optique local fonctionnant dans l'infrarouge proche.

2.3. Autres techniques de thermométrie à sonde locale

La plus répandue et la plus ancienne consiste à intégrer un thermistor sur une pointe de type AFM ou de la réaliser à l'aide de fils Wollaston. Ces sondes peuvent fonctionner en mode actif, c'est-à-dire que l'on peut contrôler le courant injecté à l'intérieur par une boucle contre-réaction. En mode passif, le courant reste strictement nécessaire à la détection de cette variation sans le moindre échauffement de la sonde. Il s'agit des versions miniaturisées des techniques de fil chaud ou de fil froid utilisées depuis de nombreuses années en métrologie dans les fluides (vitesse, débit, température).

Il existe différentes réalisations de ce type de sonde, la plus utilisée en France est la sonde dite de Wollaston proposée par [27] en 1994, et commercialisée par la société Veeco.

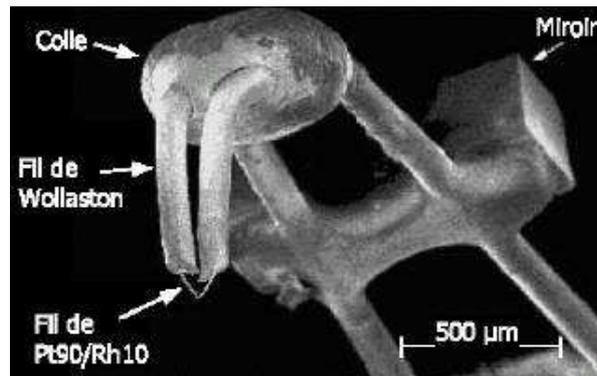


Figure 21 : Image de la sonde SThM d'un Topometrics(2003 [28])

Malgré la taille de la sonde dont la partie active est constituée d'un fil de platine de diamètre 5 μm plié en V, sa robustesse en fait un outil intéressant en mode couplé AFM-thermique.

Ce mode thermique ne donne pas accès directement à une température locale mais à une information qualitative sur les caractéristiques thermophysiques de l'objet, mode d'investigation faisant partie de la famille des techniques de microcalorimétrie dynamique.

Des sondes du même type ont depuis été réalisées au moyen de technologies de la microélectronique par [29], leur fonctionnement est donc assez proche des micro-bolomètres.

La base commune consiste en un bras souple (cantilever) pour une détection de type AFM. Le détecteur thermique est un conducteur résistif, muni éventuellement d'une protubérance formant une pointe. Pour autant, si la détection de force est efficace, les transferts de chaleur sont complexes et impliquent une zone étendue de la sonde avec laquelle il est quasiment impossible de mesurer la température de contact « vraie ».

Une extension de l'AFM a consisté à développer une sonde de type cantilever en bilame chauffée également par effet Joule, et dont le couplage avec la surface modifie l'intensité du refroidissement, donc la flexion du bilame ([30]).

Pour accéder à la température, hormis la compréhension des phénomènes de transferts localisés sur lesquels nous reviendrons, notons le développement de sondes à diode de Schottky (jonction p-n polarisée en direct au-delà de sa tension de seuil), très sensibles en température et pouvant atteindre des résolutions de l'ordre du mK, déposées à l'extrémité d'une pointe d'AFM. Celle-ci est à base d'arséniure de gallium et recouvert d'oxyde de silicium sauf l'extrémité de la pointe ; le tout est recouvert d'une piste d'aluminium. La sonde Al/GaAS présente une bonne sensibilité (2.4 mV.K⁻¹ ainsi que des propriétés thermoélectriques ([31]).

Enfin, une extension du microscope optique dans le domaine des micro-ondes (EMM - Evanescent Microwave Microscopy) utilisant une pointe émettrice dont le couplage semi-conducteur avec certaines surfaces, permet de remonter à la température par le biais de la fréquence de résonance de la cavité (formée par le couplage pointe-surface) ainsi qu'à son facteur de qualité ([32]).

3. La thermométrie par thermocouple

L'usage des thermocouples s'est généralisé progressivement dans les dispositifs de contrôle des processus industriels avant de connaître un fort attrait de certaines équipes de recherche, compte tenu de certains avantages. Tout d'abord la simplicité de son principe physique qui ne requiert que deux conducteurs (ou semi-conducteurs) mis en contact ; la localisation de la mesure représente alors le point de séparation de ce contact. Ensuite, la linéarité de sa réponse permet d'effectuer des mesures avec une justesse intéressante sur une gamme très étendue. Les effets thermoélectriques dépendent uniquement de la nature des matériaux en contact et non de leur volume, ce qui permet de transposer assez facilement le concept de soudure grossière vers celui de jonction locale, même si, nous le savons, le passage aux procédés de dépôts de couches minces implique systématiquement la remise en cause des comportements physiques des matériaux, et par conséquent une dérive importante des caractéristiques thermoélectriques, qu'il faut calibrer. Toutefois, contrairement aux jonctions semi-conductrices, seule la température est à l'origine du signal électrique. Nous allons donc revenir sur l'évolution des sondes thermoélectriques, pour ensuite aborder le développement d'une nouvelle sonde en mode actif, la plus adaptée possible aux besoins de détection de champ proche.

3.1. Rappels

La découverte et la mise au point des thermocouples datent maintenant de plus d'un siècle, elles sont passées par plusieurs stades d'évolutions qui ont mené progressivement aux techniques et procédés utilisés couramment aujourd'hui pour le contrôle de processus industriels. Avant d'aborder le développement récent des sondes locales, rappelons les différents effets qui expliquent le fonctionnement d'un thermocouple.

3.1.1. L'effet Seebeck

En 1822-1823, Thomas Seebeck décrit, dans un mémoire à l'Académie des sciences de Prusse, un phénomène qui correspond bien à la découverte du courant thermoélectrique se produisant dans un circuit fermé, formé de conducteurs différents et dont les jonctions sont à des températures différentes. L'explication par Seebeck de ce phénomène est erronée. Mais les classements de matériaux qu'il a établi en fonction de ce que, actuellement, on nomme le pouvoir thermoélectrique, sont tout à fait corrects.

Il ne manqua pas de noter le phénomène provoqué par une différence de température le long d'un conducteur homogène ; phénomène qui sera redécouvert trente ans plus tard par William Thomson et qu'on appellera Effet Thomson.

Deux matériaux conducteurs de natures différentes a et b sont reliés par deux jonctions en X et W. Dans le cas de l'effet Seebeck, une différence de température dT est appliquée entre W et X, ce qui entraîne l'apparition d'une différence de potentiel dV entre Y et Z. En circuit ouvert, le coefficient Seebeck du couple de matériaux, S_{ab} , ou pouvoir thermoélectrique est défini par :

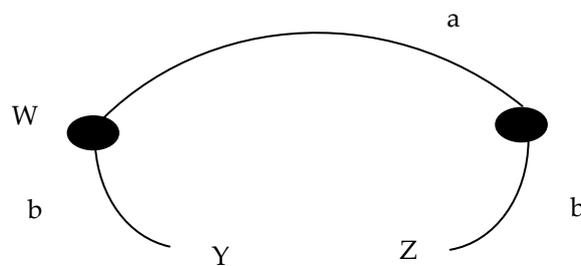


Figure 22 : Effet Seebeck

$$S_{ab} = \frac{dV}{dT} \quad (1.3)$$

Si pour $T_W > T_X$ la différence de potentiel est telle que $V_Y > V_Z$, alors S_{ab} est positif. Le coefficient Seebeck de chacun des matériaux est lié au coefficient du couple par la relation :

$$S_{ab} = S_a - S_b \quad (1.4)$$

Le coefficient Seebeck s'exprime en $V.K^{-1}$ (ou plus généralement en $\mu V.K^{-1}$ au vu des valeurs de ce coefficient dans les matériaux usuels).

3.1.2. L'effet Peltier

Jean Charles Athanase Peltier, horloger de formation, découvre en 1834 que lorsqu'un courant électrique passe dans une jonction de deux conducteurs de métaux différents, une augmentation de température apparaît au niveau du contact (ou une diminution en inversant le sens du courant). Il remarque par ailleurs que la quantité de chaleur dégagée (ou absorbée) est proportionnelle à l'intensité du courant.

Ses travaux sont publiés dans les Annales de physique et chimie avec un article sur les anomalies de température observées aux jonctions de conducteurs de nature différente.

Par extension, on utilise cet effet dans certains petits réfrigérateurs ou pour le refroidissement de circuits électriques.

En résumé, deux matériaux conducteurs de natures différentes a et b sont reliés par deux jonctions en X et W. Dans le cas de l'effet Peltier, un courant électrique est imposé au circuit, en plaçant par exemple une source de courant électrique entre Y et Z, ce qui entraîne une libération de chaleur Q à une jonction et la même absorption de chaleur Q à l'autre jonction. Le coefficient Peltier relatif aux matériaux a et b, notée Π_{ab} est alors défini par :

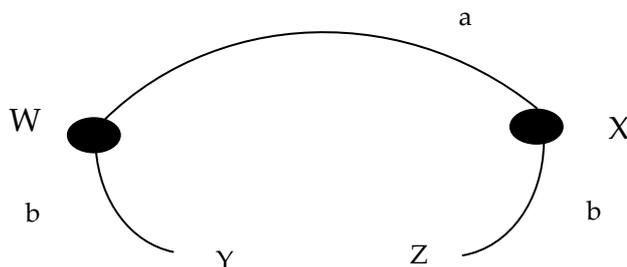


Figure 23 : Effet Peltier

$$\Pi_{ab} = \frac{Q}{I} \quad (1.5)$$

Si un courant imposé dans le sens $Y \rightarrow W \rightarrow X \rightarrow Z$ entraîne une libération de chaleur en X et une absorption en W, alors Π_{ab} est positif.

3.1.3. L'effet Thomson

Le révérend William Thomson, devenu Lord Kelvin a reconnu l'existence de l'effet Seebeck par l'expérience après l'avoir démontré théoriquement. Identique à un effet Peltier, mais entre des portions contiguës d'un même barreau de métal, l'effet Thomson se rapporte à la production, ou à l'absorption de chaleur provoquée par le passage d'un courant I dans une portion de conducteur, soumis à un gradient de température dT/dx . Ainsi, il démontre que l'effet Seebeck et l'effet Peltier sont liés.

Il y a alors dégagement ou absorption de chaleur dQ dans chaque segment de matériau de largeur dx . Le gradient de flux thermique dû à l'effet Thomson au sein des matériaux est donné par :

$$\frac{dQ(x)}{dx} = I \cdot \tau \cdot \frac{dT(x)}{dx} \quad (1.4)$$

- $\frac{dT(x)}{dx}$ est le gradient de température.
- τ est le coefficient Thomson.
- x est la coordonnée spatiale (voir schéma).

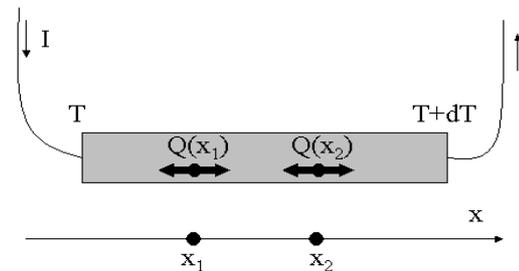
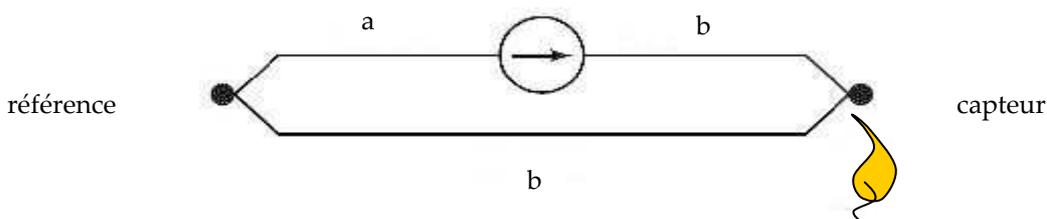


Figure 24 : Effet Thomson

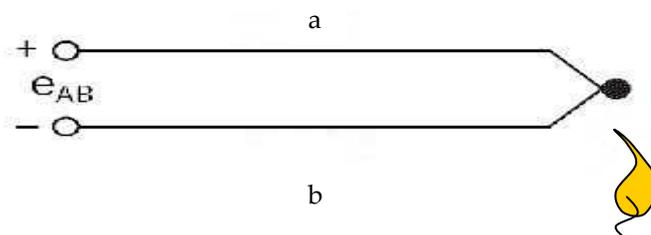
3.1.4. Les thermocouples

Basée sur les effets cumulés de Seebeck et Thomson, la force électromotrice qui apparaît dans le circuit dépend de la nature des deux conducteurs et des températures des deux jonctions ; celles-ci étant appelées respectivement :

- Soudure / Jonction chaude : jonction de l'ensemble thermocouple soumis à la température à mesurer : c'est la jonction « capteur ».
- Soudure / Jonction froide : jonction de l'ensemble thermocouple maintenu à une température connue ou à 0°C : c'est la jonction de « référence ».



Si le circuit est ouvert et que l'on chauffe la jonction des deux métaux différents a et b, une tension e_{AB} apparaît ; elle est fonction de la température de la jonction et de la composition des deux métaux, il est alors indispensable de connaître la température aux bornes de mesure pour en déduire la valeur absolue de la température à la jonction. C'est la correction dite de soudure froide. Tous les métaux dissemblables présentent cet effet, avec des intensités très différentes.



3.2. La technologie des microcapteurs thermoélectriques

Avant de détailler les différentes phases menant à la réalisation de nos sondes, il est important de présenter un état de l'art des différentes techniques de fabrication des microcapteurs thermoélectriques. Celles-ci nous permettront de mettre en avant les principales qualités qu'une sonde locale doit avoir, et de justifier l'orientation de nos choix technologiques.

Les premières sondes de température dotées d'un temps de réponse très inférieur à ce qui pouvait exister jusqu'alors ont fait leur apparition après la seconde guerre mondiale lorsqu'un ingénieur de l'armée américaine ([33]) a publié des résultats de mesures effectuées sur les parois des tubes de canon, puis dans les moteurs à combustion interne. Les thermocouples planaires étaient réalisés à partir de cylindres concentriques, avec une âme de nickel dont la surface a été passivée, introduite dans un tube d'innox, le tout étiré pour assurer un contact parfait. Un dépôt de nickel ou un simple polissage mécanique en surface permettait d'obtenir le contact électrique entre les deux métaux, et donc une jonction parfaitement surfacique et de très faible épaisseur ([33], et [34]). Des variantes de ce principe ont ensuite été exploitées au cours des années 60 ([35]).

Pendant la même période, la métrologie par thermocouple en fils soudés s'est considérablement développée, tant du point de vue de la métrologie agréée, que de celle technique. Du point de vue des applications liées à la recherche, le besoin de réduire la dimension des couples thermoélectriques est venu de la nécessité d'améliorer les caractéristiques intrinsèques des capteurs, tant dynamiques que spatiales. On montre en effet qu'une jonction thermoélectrique en environnement convectif voit son temps de réponse décroître linéairement avec le diamètre des fils, lorsqu'il s'agit de fils soudés, et de façon plus générale avec la masse du capteur. Cette relation reste valable dans d'autres situations d'échanges thermiques (conduction ou rayonnement) de sorte qu'au delà de ses qualités intrinsèques, c'est bien l'environnement donc l'utilisation qui décide au final des qualités d'une sonde thermoélectrique.

Cette remarque permet de comprendre d'une part l'intérêt de poursuivre l'utilisation de couples en microfils soudés et d'autre part qu'un capteur en couches minces est d'abord lié à son substrat. Par nature « thermiquement mince », il est le candidat idéal pour informer de la

température de la surface sur laquelle il est déposé, puisque la qualité de son contact est excellente par conception (résistance thermique de contact pratiquement nulle).

En régime stationnaire, l'écart de température entre le film déposé et son substrat dépend d'une part de la différence de conductivité entre ces deux corps et d'autre part de la situation d'échange thermique avec le milieu extérieur. Si on cherche à mesurer la température du substrat, on limitera autant que possible l'écart entre les conductivités thermiques dépôt-substrat et on veillera à se prémunir des échanges externes parasites tels que des effets de rayonnement ou de convection intenses. A l'inverse, le capteur déposé sera rendu plus fidèle à la mesure de température de l'environnement extérieur lorsque le substrat sera beaucoup plus isolant thermiquement et qu'il génèrera un échange thermique intense, correspondant toutefois à la mesure souhaitée (par exemple pour la mesure de la température d'un fluide, on favorise la convection devant le rayonnement par la mise en place d'un écran radiatif).

En régime dynamique, la réponse thermique d'une couche mince dépend également de la nature du substrat, en terme d'effusivité thermique (grandeur proportionnelle à la conductivité thermique) de sorte que la conclusion reste sensiblement identique au régime stationnaire. Il n'en reste pas moins qu'une couche mince sera toujours thermiquement dépendante de l'effet de compétition entre la nature de son substrat et les conditions d'échanges thermiques externes. En clair, on pourra toujours faire tendre la température du capteur en couches minces vers celle du substrat ou celle du milieu extérieur sans jamais pouvoir atteindre l'une ou l'autre.

Ainsi, la technologie qui permet d'obtenir un microcapteur thermoélectrique conditionne son utilisation. Nous distinguerons donc dans ce qui suit trois technologies : le soudage de microfils, l'utilisation de couches minces déposées sur des matériaux non microfabriqués, et les couches minces associées aux technologies de microfabrication, basées essentiellement sur celle du silicium.

3.2.1. Microfils soudés

On considère généralement que le domaine des microthermocouples commence lorsque les fils sont de diamètre inférieur ou égal à 50 μm (Annexe 0).

Pour réduire le diamètre d'un conducteur cylindrique, on a recourt généralement à l'étirage à chaud, et plus rarement à l'étirage à froid, la difficulté étant de ne pas produire de striction localisée, conduisant à la rupture du brin.

Le cas des conducteurs en platine et platine-rhodié est particulier, car il provient des travaux du physicien William Hyde Wollaston qui, après la découverte du palladium et du rhodium, mit au point en 1805, un procédé métallurgique permettant de produire le platine pur, très malléable. Cette caractéristique avait permis dès cette époque de produire, par un procédé d'étirage à froid, des brins de platine noyés dans une gaine d'argent dont le diamètre avait atteint 0,75 μm . Cette technique de production de fils de platine et de platine rhodié existe toujours, les fils sont appelés « fils de Wollaston » (« Wollaston process wires ») commercialisés aujourd'hui par la firme américaine Sigmund Cohn Corporation.

Les fils commercialisés, dont les diamètres à cœur sont les plus faibles, sont de 0,6 μm environ, leur gaine en argent ayant un diamètre de l'ordre de 75 μm . Ils sont régulièrement utilisés comme fil unique pour la réalisation des sondes à fils froids ou à fils chauds. En

revanche, l'association du platine et du platine rhodié (10%Rh) permet d'obtenir un couple de type S, très utilisé pour la mesure des hautes températures. Sa très grande stabilité en fait un capteur de référence, malgré l'utilisation de plus en plus courante du type N (Nicrosil-Nisil) dont la sensibilité lui est très supérieure et qui pourrait progressivement conduire à son remplacement. Toutefois, il n'existe pas encore de fil fin de type N.

Dans tous les cas, on retire la gaine d'argent sur la distance nécessaire soit par trempage dans de l'acide nitrique pendant environ 15 minutes, soit par électrolyse dans une solution acide (typiquement acide nitrique/eau en proportions égales). Dans ce cas, le temps d'attaque est ramené à une dizaine de secondes sous 2 V continus.

Hormis les fils de type Wollaston, les fils les plus fins disponibles sont de type K, c'est-à-dire chromel et alumel. Leur nature assez proche, en particulier concernant leur température de fusion, et leur faible conductivité thermique les rend facilement soudables par une technique de décharge capacitive. Les diamètres disponibles sont : 50, 25, 12,7 et 7,6 μm .

La technique la plus adaptée pour obtenir une fusion localisée entre deux fils pour microthermocouple consiste à créer un arc électrique entre les deux conducteurs, soit au contact, soit en approche. L'énergie provient d'un condensateur dont la capacité et la tension de charge sont ajustées pour permettre, lors de sa décharge, la fusion locale des deux matériaux. Cette technique, décrite par différents auteurs ([36] et [37]) pour différents diamètres de fils, dérive du principe de soudage par point. Le principe est décrit schématiquement sur la figure ci-après et les valeurs du couple tension-capacité sont données dans le tableau 1 suivant.

Ces valeurs sont indicatives car elles dépendent également des conditions externes, telles que le degré hygrométrique, la propreté et la forme des deux faces terminales, sans oublier la dextérité de l'opérateur qui contrôle tous les paramètres du mouvement. Le mieux est de disposer d'un micromanipulateur utilisé généralement en biologie, commandé par des micro-vérins pneumatiques (manipulateur de Fonbrune).

L'avantage de cette technique de soudage est lié à la maîtrise de l'apport d'énergie, limitant ainsi la zone de fusion et par conséquent le volume de la jonction thermoélectrique, dont le diamètre reste sensiblement égal à ceux des fils qui le constituent.

Le tableau 1 indique les ordres de grandeur de ce couple tension-capacité. Il pourra varier selon les conditions opératoires, en particulier la longueur libre des fils qu'il faut impérativement limiter (typiquement 1 cm pour des fils de 12,7 μm de type K et 1 mm pour des fils de 0,5 μm de type S).

Tableau 1 - Valeurs du couple tension de charge / capacité pour le soudage des microfils, en atmosphère à teneur moyenne en humidité relative (50 %).							
couple thermoélectrique	type K \varnothing 50 μm	type K \varnothing 25,4 μm	type K \varnothing 12,7 μm	type K \varnothing 7,6 μm	type S \varnothing 5 μm	type S \varnothing 1,27 μm	type S \varnothing 0,5 μm
E (volts continus)	200	200	200	200	80	80	80
Capacité (nF)	500	250	125	75	4	2	1

D'un point de vue pratique, ces manipulations ont lieu sous microscope binoculaire offrant un compromis idéal entre le champ de vision stéréoscopique et le grossissement nécessaire (typiquement jusqu'à 100). Dans le cas des sondes locales destinées au contact, les

jonctions sont réalisées en « V » avec une forme de cantilever. Cette technique a été appliquée par A. Majumdar en 1993 sur des fils de type K de diamètre 25 μm réduits par attaque chimique sans pouvoir toutefois obtenir une jonction inférieure à 15 μm environ ([38]).

La première étape consiste à dissoudre la gaine d'argent pour dénuder les cœurs en platine et platine rhodié sur une distance minimale, correspondant à la hauteur du ménisque remontant le long du fil lors du contact avec la surface du liquide.

L'extrémité ainsi dégagée est alors repliée pour former l'angle pointe-cantilever. Une seconde attaque permet de dégager la longueur souhaitée du cantilever, avant d'insérer chacun des deux conducteurs dans une gaine en céramique (isolateur à trous).

Les deux fils sont connectés à l'alimentation électrique, un bras manipulateur est alors utilisé pour approcher un des deux fils vers le second. Au voisinage du contact, ou après contact, le condensateur est déchargé.

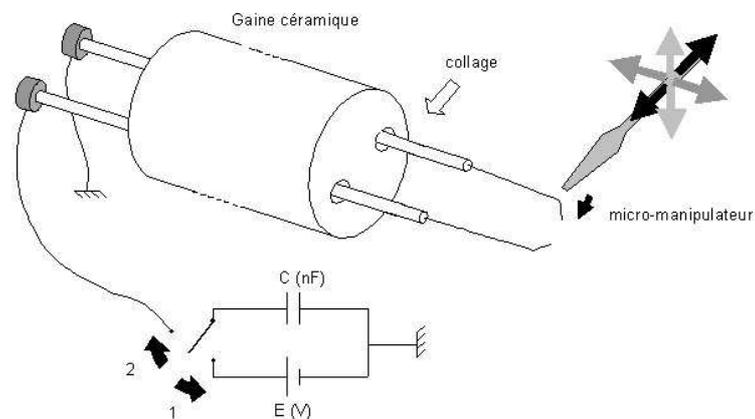


Figure 25 : Adaptation du dispositif de soudage par décharge capacitive aux fils Wollaston.

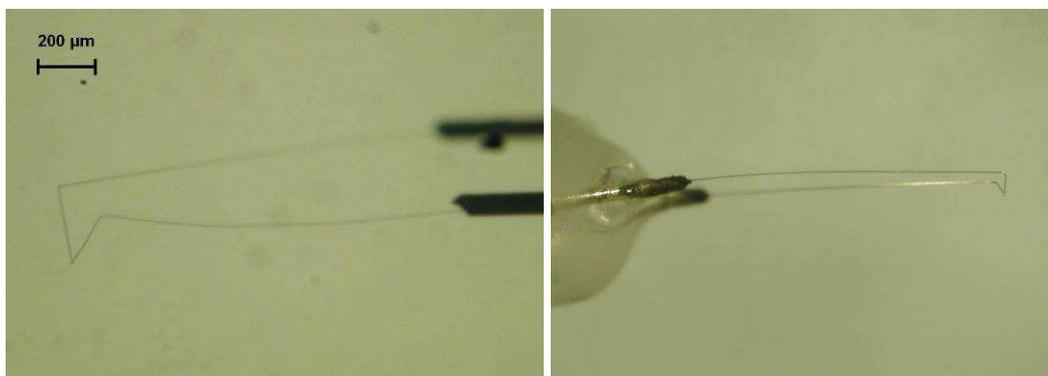


Figure 26 : Microthermocouple type S de type « cantilever » pour la mesure de température de contact.
Diamètres 1,3 μm à gauche et 5 μm à droite.

3.2.2. Les techniques hybrides « non silicium – couches minces »

L'utilisation de capteurs en fils, tels qu'ils sont obtenus par la technique que nous venons de décrire, est limitée par leur faible tenue mécanique. En conséquence, les applications potentielles restent limitées aux mesures dans les gaz à faible vitesse et par contact si la force d'appui reste faible. Les couches minces offrent l'avantage d'adopter la tenue mécanique du support (substrat) sur lequel elles sont déposées, mais à l'instar des films chauds par rapport

aux fils chauds pour la mesure des vitesses de fluide, voient leurs caractéristiques dynamiques fortement limitées par la masse même du substrat qu'il faut donc réduire à son tour.

Pour réaliser ce type de sondes, il existe deux approches. La première est basée sur le dépôt de plusieurs couches sur un substrat, ce dernier n'ayant plus qu'un rôle porteur (au sens de la mécanique), et la seconde, que nous pouvons qualifier d'hybride car elle ne requiert le dépôt que d'une couche mince, pour fermer la jonction thermoélectrique. Dans ce cas, les conducteurs peuvent être suffisamment massifs pour servir de support.

Les premières sondes basées sur l'approche « tout couches minces » répondent à des besoins très spécifiques (sondes médicales), tels que la nécessité de réduire la dimension des thermomètres destinés aux mesures *in-vivo*, et d'en améliorer la rapidité.

Par une technique simple de masquage successif, W.M. Allen et R.P. Reed et leurs collègues de l'Université d'Austin (Texas) ont mis au point dès 1969 plusieurs thermocouples en couches minces, sur des fils de quartz ([39]). La technique de dépôt s'appuie sur un évaporateur sous vide équipé de deux sources de métaux (Fe-Ni et Cu-Ni) séparées par une paroi. Comme le montre la figure 27, le dimensionnement permet un effet d'ombrage favorisant la superposition des deux couches sur une distance limitée définissant la jonction du thermocouple.

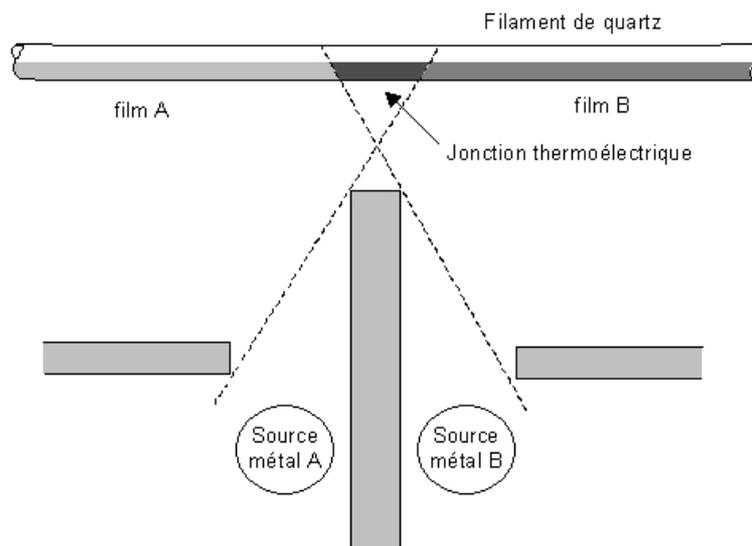


Figure 27 : Description de la première technique de dépôt par évaporation sous vide d'un couple thermoélectrique sur un microfil de quartz (échelles non respectées).

Le fonctionnement du thermocouple donnant satisfaction, ils ont ensuite réalisé une pointe par étirage à chaud du même filament de quartz fondu, puis ont effectué les mêmes opérations de dépôt en utilisant l'inclinaison de la pointe dans la cloche d'évaporation, pour provoquer par effet d'ombrage, le recouvrement partiel des deux métaux, séparés par une couche diélectrique de parylène (polymère biocompatible se déposant en phase gazeuse à température ambiante)(voir figure 28). Les pointes les plus fines obtenues avaient un rayon de courbure de l'ordre de $10\ \mu\text{m}$ ([39]). Il s'agissait des premières micro-sondes de température à couple thermoélectrique en couches minces, offrant la souplesse d'utilisation des sondes implantables, tout en étant dotées d'un temps de réponse beaucoup plus faible que les sondes traditionnelles. En effet et pour donner un ordre de grandeur, un étalonnage dynamique réalisé en plongeant les sondes dans un bain chauffé de glycérine a permis d'extraire les temps de réponse à 63% (constante de temps), indiquant 0,5 et 1,3 ms pour des pointes de rayons de

courbure respectifs 30 et 60 μm , valeurs très inférieures aux temps de réponse de fils massifs de dimension comparable.

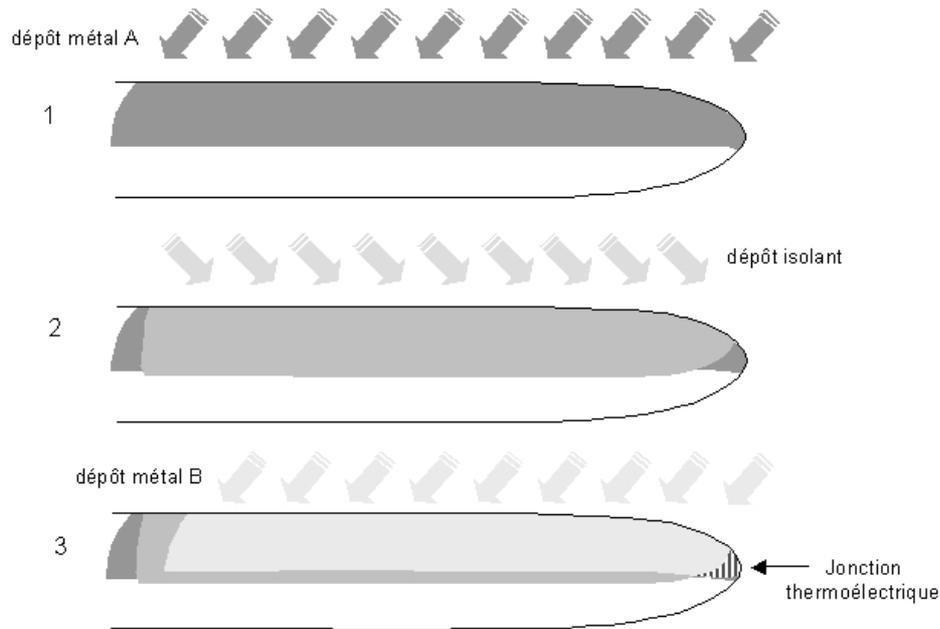


Figure 28 : Dépôts en trois étapes sur une pointe obtenue après l'étirage d'un microfil de quartz.

En revanche et pour la première fois, un problème spécifique aux technologies couches minces fut mentionné puisque les auteurs remarquèrent un écart significatif entre le coefficient de Seebeck des matériaux massifs et leurs homologues en couches minces. Cet écart est très variable puisqu'il dépendra de la méthode d'obtention de la couche, mais aussi de l'épaisseur déposée.

A partir de cette première réalisation, la recherche de procédés permettant d'améliorer leur reproductibilité tout en réduisant le coût de fabrication a conduit naturellement à se tourner vers des technologies de microfabrication en plein développement à l'époque, celles de la microélectronique sur silicium. Elles ont progressivement permis d'intégrer sur une même sonde d'autres fonctionnalités pour des mesures thermiques (température, microcirculation, conductivité thermique...), ou biochimiques (Ph, glucose, lactate, NO ...), la température n'étant souvent qu'une grandeur parmi d'autres à mesurer.

Le développement de telles sondes est resté limité au domaine médical, jusqu'à l'apparition des premiers microscopes à champ proche. Comme nous l'avons indiqué, le STM ne fonctionne que sur des surfaces conductrices, il fallait donc trouver un moyen de s'affranchir de cette contrainte. En 1982, les ondes évanescentes en optique de champ proche furent exploitées, mais avant de recourir à la mesure des forces à faibles distances entre une pointe et une surface (AFM 1986 - [1]), l'idée de reprendre la pointe de tungstène utilisée en 1981 pour la transformer en thermocouple germa dans l'esprit de C.C. Williams et H.K. Wickramasinghe non pas pour la mesure de température (dans un premier temps) mais pour réaliser un système imageur pouvant fonctionner sur tout type de surface ([40]).

A la pointe de tungstène, on associe un second métal comme le nickel, séparé par un diélectrique, tel que la silice (SiO_2) pour obtenir un couple thermoélectrique suffisamment fiable dans une gamme de température modérée. Toute la difficulté provient de la jonction à réaliser au niveau de l'apex (extrémité). Réalisée au sein du laboratoire new-yorkais d'IBM, cette première véritable sonde locale de température n'a pas été clairement décrite du point de vue

technique, seuls quelques résultats ont été donnés. Depuis, il existe moins de dix équipes dans le monde qui ont travaillé, ou qui travaillent encore au développement de sondes de température de type champ proche. La compréhension des techniques de champ proche, fournissant des images ou des mesures parfois difficilement interprétables d'une part (artefacts), l'intérêt évident des phénomènes thermiques dans l'analyse des matériaux que l'on doit notamment au fort développement des méthodes photothermiques de contrôle non destructif, d'autre part, ont poussé les scientifiques à développer des sondes capables de mesurer plusieurs grandeurs physiques simultanément, dont la température.

La technique proposée par Williams et Wickramasinghe a été reprise à l'Institut Max-Planck de Stuttgart (Allemagne - [41]) sans toutefois pouvoir rivaliser avec les résultats présentés par l'Institut de Techniques Physiques de Kassel (Allemagne - [42]) et à l'université de Tokyo (Japon - [43]). Dans ces différents travaux, la pointe, obtenue par attaque électrochimique d'un fil métallique, est recouverte des deux couches successives (isolant et second métal). Le problème majeur consiste à libérer la pointe de la couche isolante avant de déposer le second métal et réaliser ainsi la jonction thermoélectrique.

Pour cela, deux méthodes sont possibles : l'ombrage lorsque le diélectrique est déposé par voie gazeuse (PVD) ou l'effet de dégagement provoqué par la tension de surface lorsque le diélectrique est déposé en phase liquide par trempage (voir figure 29).

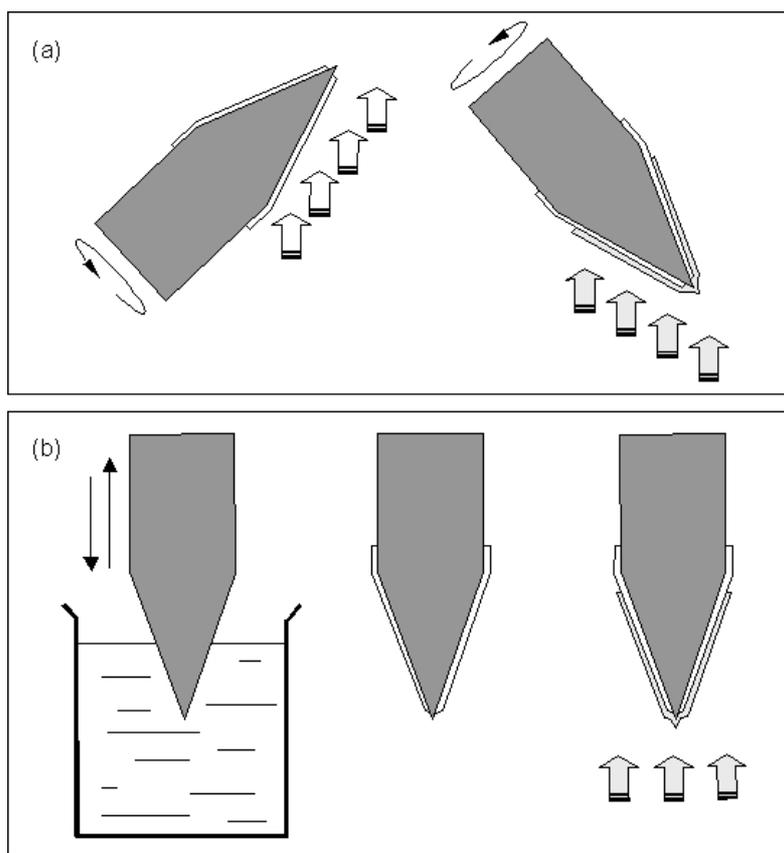


Figure 29 : Principes d'élaboration de thermocouples sur pointe métallique :
(a) technique d'ombrage ; (b) technique de trempage.

Dans le premier cas (figure 29-a), l'enceinte à vide d'un évaporateur est de dimension suffisamment importante pour permettre l'implantation d'un support rotatif, de l'axe de la

pointe sur elle-même mais également de l'orientation de l'ensemble par rapport à la direction principale du dépôt du bas vers le haut lorsque le matériau à déposer est placé dans un creuset. La première couche est diélectrique, par exemple de la silice (SiO_2), déposée partout à l'exception de l'apex par simple effet d'ombrage dû à l'inclinaison du support rotatif (approche très empirique toutefois). La seconde couche constitue le second métal que l'on obtient également par évaporation sous vide très facilement, en dirigeant la pointe face au creuset.

Dans le second cas (figure 29-b), le diélectrique est déposé par trempage (dip-coating) en phase liquide. Un contrôle rigoureux de sa nature (viscosité), de la vitesse de trempage, en fonction du rayon de courbure et du matériau constituant la pointe, peut conduire la tension de surface à libérer partiellement l'extrémité de cette dernière. Cette technique est délicate car encore très empirique. Le choix du matériau diélectrique est fondamental et conditionne la dimension finale de la pointe munie de sa jonction thermoélectrique. A ce jour, peu de résultats ont été publiés car les efforts des équipes se sont orientés sur la recherche de techniques de fabrication collective.

Les résultats les plus probants ont été obtenus par deux équipes :

- Stopka et ses collègues ont utilisé un fil de constantan de diamètre $250 \mu\text{m}$, un diélectrique à base de résine époxy et une couche d'or en guise de second métal, développant une sensibilité de l'ordre de $43 \mu\text{V.K}^{-1}$ à température ambiante sur un apex d'environ $1 \mu\text{m}$ de rayon de courbure ([42]),
- Nakabeppu et ses collègues ont utilisé un fil de nickel de diamètre $25 \mu\text{m}$, un vernis diélectrique du même type et une couche d'or, le rayon de la pointe étant proche de $10 \mu\text{m}$. Ce fil ayant été courbé à la manière d'un bras souple (cantilever) pour mesurer simultanément la force de contact et la température ([43]).

Les premiers résultats présentés montrent toutefois que la conductivité thermique de la pointe rend la sonde malheureusement très peu sensible au transfert de contact sur une surface. La conséquence évidente est qu'il est indispensable que le support de sonde soit de conductivité thermique aussi faible que possible, pour que la sonde soit la plus invisible possible.

[44] et ses collègues de l'université de Tokyo (Japon), ont donc choisi un substrat en verre. Il s'agit d'une pipette, couramment utilisée dans les applications biomédicales, sur laquelle plusieurs couches successives ont été déposées. Un étirage à chaud permet dans un premier temps de réduire la dimension de la pointe et de son orifice, ce dernier atteignant $1 \mu\text{m}$ seulement. Ensuite, une couche de platine a été déposée, suivie d'un isolant déposé par trempage (dip-coating) dans une solution à base de polyimide (kapton) ou de silice, et enfin le second métal (or). Une couche finale de polyimide et d'un copolymère biocompatible isole l'ensemble et autorise l'utilisation médicale.

Le principe de dégagement de la pointe, par effet de tension de surface a été mis à profit, et dans ce cas, il est peu probable que la jonction soit située strictement à l'apex de la pipette.

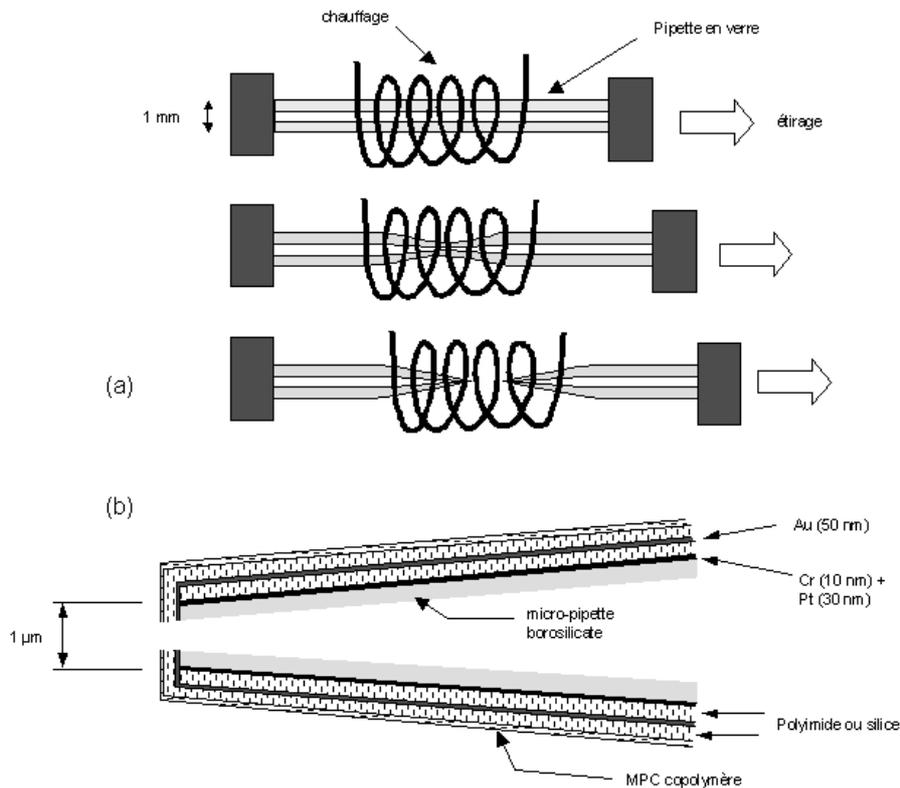


Figure 30 : Micro-pipette médicale obtenue par étirage (a), et munie d'un thermocouple de surface (b).

En 1995, le principe du support en micro-pipette a été repris par [45] et ses collègues de l'université hébraïque de Jérusalem. De la même manière que la technique de Wollaston, il repose sur l'étirage à chaud d'un fil de platine d'un diamètre de 80 µm, inséré dans une pipette en borosilicate de diamètres intérieur et extérieur respectivement de 0,3 et 1,2 mm.

Dans un premier temps, le verre est chauffé et étiré jusqu'au contact du cœur de platine. Ensuite, plus lentement et en plusieurs étapes, l'étirage à chaud réduit l'ensemble jusqu'à la rupture. Le diamètre du conducteur métallique peut atteindre 50 nm. En recouvrant toute l'extrémité de cette pointe par une couche métallique de nature différente, on obtient une jonction thermoélectrique. L'optimisation des paramètres permet de générer des pointes de différentes dimensions dont la forme est décrite par la figure 31.

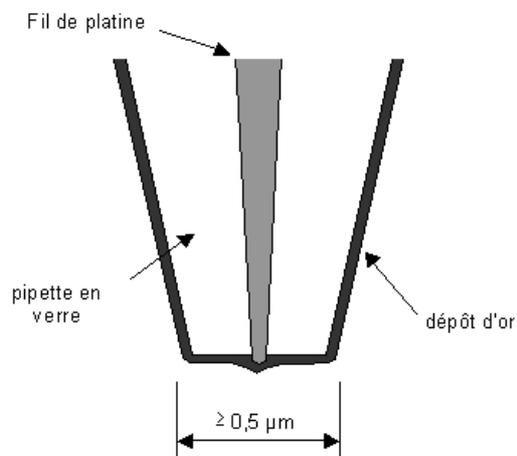


Figure 31 : Sonde de type micropipette de la firme Nanonics Imaging Limited (1995 [45]).

Ce type de nano-sonde, protégée par brevet, est fabriquée en collaboration avec l'université de Jerusalem (Israël), et commercialisée par la firme Nanonics Imaging Limited. Il existe quelques micro-sondes thermoélectriques développées par d'autres équipes dans le monde, notamment à l'université de Hong-Kong, toutefois moins élaborées. Un des avantages des sondes commercialisées par Nanonics tient dans la mise en forme de type cantilever, et la longueur des bras pouvant être très supérieure à celle que peut fournir la technologie silicium.

Au laboratoire FEMTO-ST, une approche différente a été explorée, en reprenant l'idée des pointes de Williams, Stopka et Nakabeppu, mais en les remplaçant par des fibres optiques. L'intérêt est double. D'une part, une fibre optique en silice est un très bon candidat pour servir de support. D'autre part, l'apport de chaleur indispensable à la mesure d'un écart de température entre la sonde et une surface est directement disponible en injectant un faisceau laser de faible puissance dans la fibre. On accède à nouveau et de façon assez triviale au mode actif. En effet, des travaux préliminaires ont montré que l'absorption partielle de la lumière injectée dans une fibre métallisée, taillée en pointe pour opérer en mode de microscopie à champ-proche optique, générerait des échauffements de plusieurs dizaines de degrés par milliwatt injecté, au voisinage de l'apex ([46]). On peut donc facilement générer et contrôler une source de chaleur localisée au niveau même de la pointe ([47]).

Par comparaison, Williams chauffait toute la pointe de tungstène avec une résistance ou chauffait en masse l'objet sous test, Stopka utilisait un faisceau laser externe, focalisé directement à la base de la pointe.

On peut également tenter d'intégrer une résistance chauffante au voisinage de la jonction thermoélectrique comme Shi et Majumdar l'ont fait ([48]), voire utiliser la jonction elle-même de façon intermittente comme résistance chauffante et opérer en mode pulsé comme l'ont montré Lee et ses collègues ([49]).

En 2002, L. Thierry a présenté ses premiers résultats ([50]), basés sur l'utilisation des dépôts multiples obtenus par évaporation sous vide, d'une gravure localisée par faisceau d'ions (FIB) pour dégager la pointe, avant de refermer la jonction thermoélectrique (figure 32). Ces essais ont été effectués avec les couples Cr-Ni, Cr-Fe et Cr-Ag. Les couches successives du premier métal, de la silice et d'un voile du second métal, nécessaires pour utiliser le microscope électronique à balayage et le générateur de faisceaux d'ions, ont été obtenues par la technique décrite par la figure 29, sans toutefois rechercher un ombrage qui aurait pu permettre de laisser libre l'extrémité. Le faisceau d'ions permet de graver précisément tout matériau avec une précision nanométrique, et donc dans ce cas, de libérer l'apex afin ensuite de fermer le contact entre les deux métaux par un dernier dépôt évaporé de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur. La figure 32 montre bien les différents dépôts successifs avant fermeture du contact, générant ainsi une jonction thermoélectrique sous la forme d'un anneau situé strictement dans le plan de l'apex, donc potentiellement au contact avec un objet. La dimension la plus réduite obtenue était de $0,9 \mu\text{m}$ en diamètre externe de pointe.

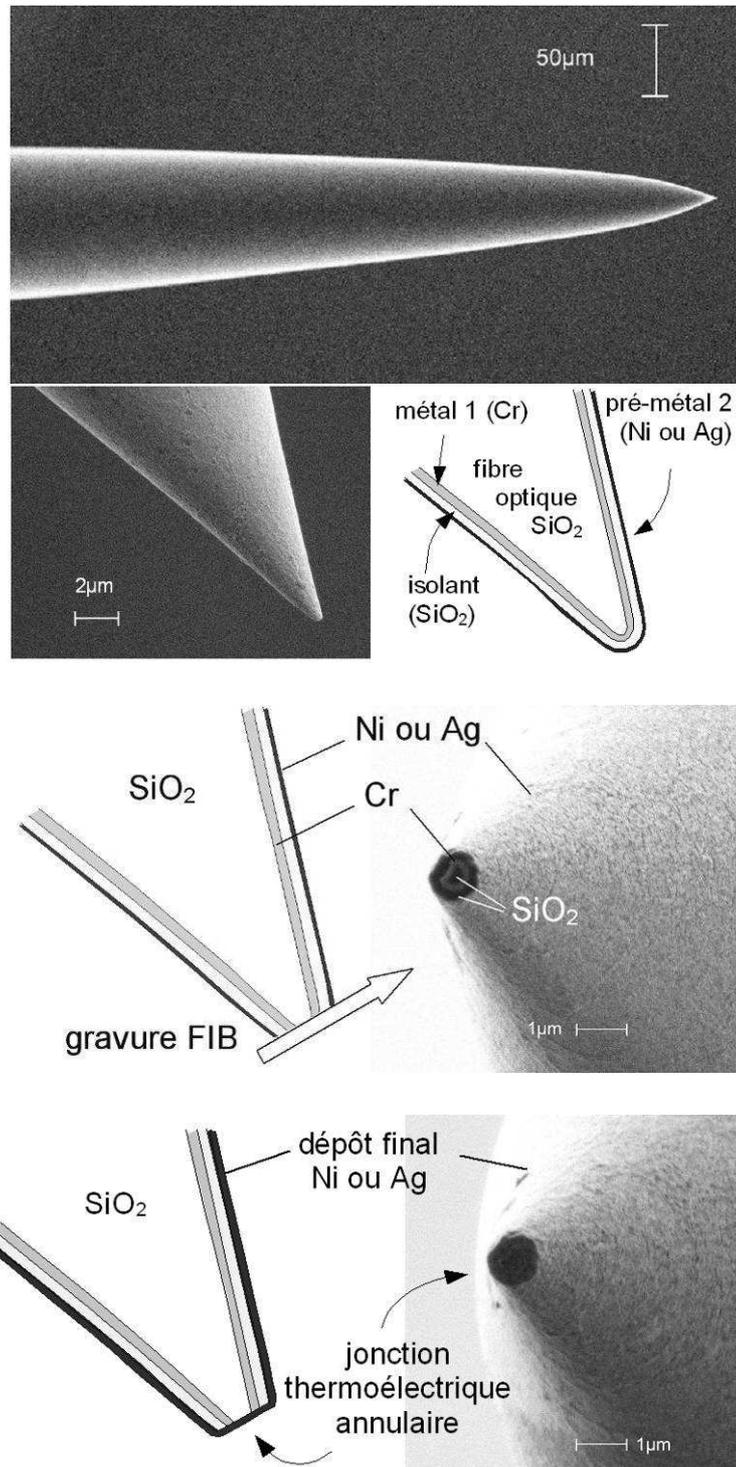


Figure 32 : Principe de réalisation d'un nano-thermocouple sur pointe de fibre optique de type champ-proche([50]).
 (a) : fibre optique de type champ-proche après trois dépôts successifs ; (b) : attaque ionique par faisceau d'ions focalisés (FIB) dégageant la pointe et formant un méplat ;
 (c) : dépôt final du second métal. Obtention d'une jonction thermoélectrique plane de forme annulaire.

Notons toutefois que l'inconvénient majeur de cette technologie est lié à la reproductibilité, de la production des fibres elles-mêmes, obtenues par étirage à chaud de même que la phase d'attaque ionique. Toutes deux s'effectuent à l'unité.

3.2.3. La technologie « silicium – couches minces »

Le silicium, à la base de la plupart des microsystèmes électromécaniques (MEMS), offre l'avantage d'une grande souplesse dans son utilisation comme élément de base, que l'on peut graver, doper, oxyder, attaquer chimiquement suivant des angles préférentiels. L'association de ces possibilités a permis le développement des procédés de reproduction de masse, dont les coûts de fabrication sont ainsi réduits. Néanmoins, sa particularité thermophysique est qu'il conduit la chaleur pratiquement comme un alliage d'aluminium (conductivité thermique supérieure à $100 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$), ce qui peut conduire à des impasses technologiques.

En 1995, Y. Suzuki et ses collègues du Laboratoire Central Nikon à Tokyo (Japon), ont été les premiers à publier et breveter le principe d'un thermocouple selon le schéma simplifié de la figure 33 ([51]). Le choix de cette technologie a permis d'améliorer nettement la qualité du capteur en terme de géométrie de la pointe et de sa reproductibilité avec sa forme parfaitement pyramidale compte tenu de l'attaque anisotrope des plans (111) du silicium. En revanche, un problème subsiste sur la définition de la zone de mesure. En effet, on sait que le signal thermoélectrique provient de la zone de séparation des deux conducteurs. Dans le cas présent, la qualité géométrique de la pointe est remarquable.

En conséquence, la qualité du contact ou de l'interaction de force avec une surface autorise une résolution nanométrique, voire atomique. En revanche, il n'en est pas de même avec le signal d'origine thermoélectrique qui n'est pas localisé en bout de pointe mais seulement à sa base. Il en résulte une dégradation importante de la résolution thermique même pour un substrat aussi isolant que le nitrure de silicium.

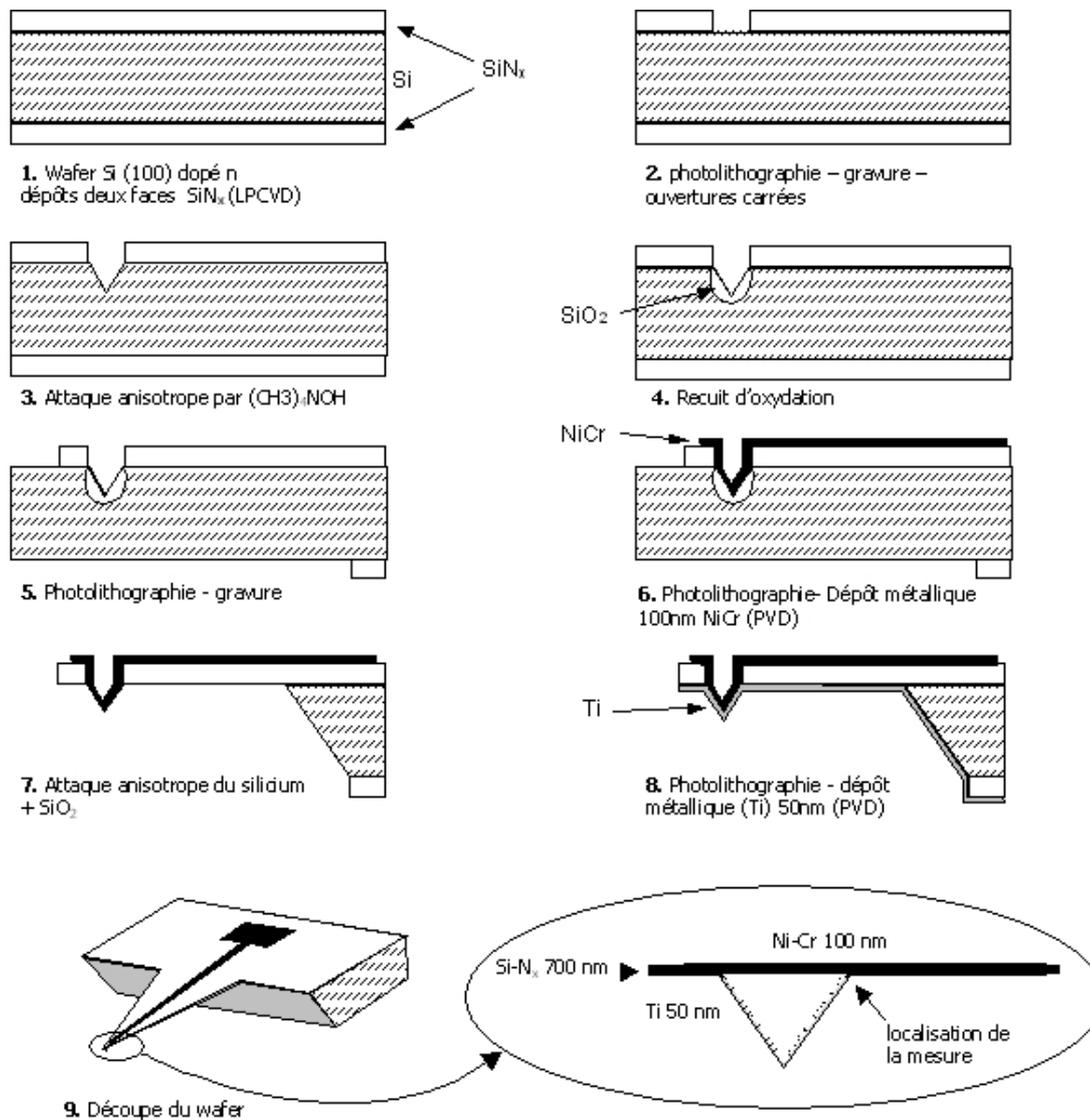


Figure 33 : Technique de microfabrication du premier micro-thermocouple sur wafer silicium en fabrication collective ([51]).

Pour remédier à cela, K. Luo et ses collègues ont proposé dès 1996 une amélioration de ce procédé ([52]). Il s'appuie tout d'abord sur un cantilever d'AFM disponible commercialement, (informations commerciales disponibles par exemple chez Nanosensor ou Veeco). Le principe consiste à déposer, toujours par évaporation sous vide, les trois couches successives d'or (40 nm), de silice (SiO_2 100 nm) puis de nickel (40 nm). Un masquage approprié permet de connecter les deux couches métalliques sur des pistes distinctes, préalablement déposées.

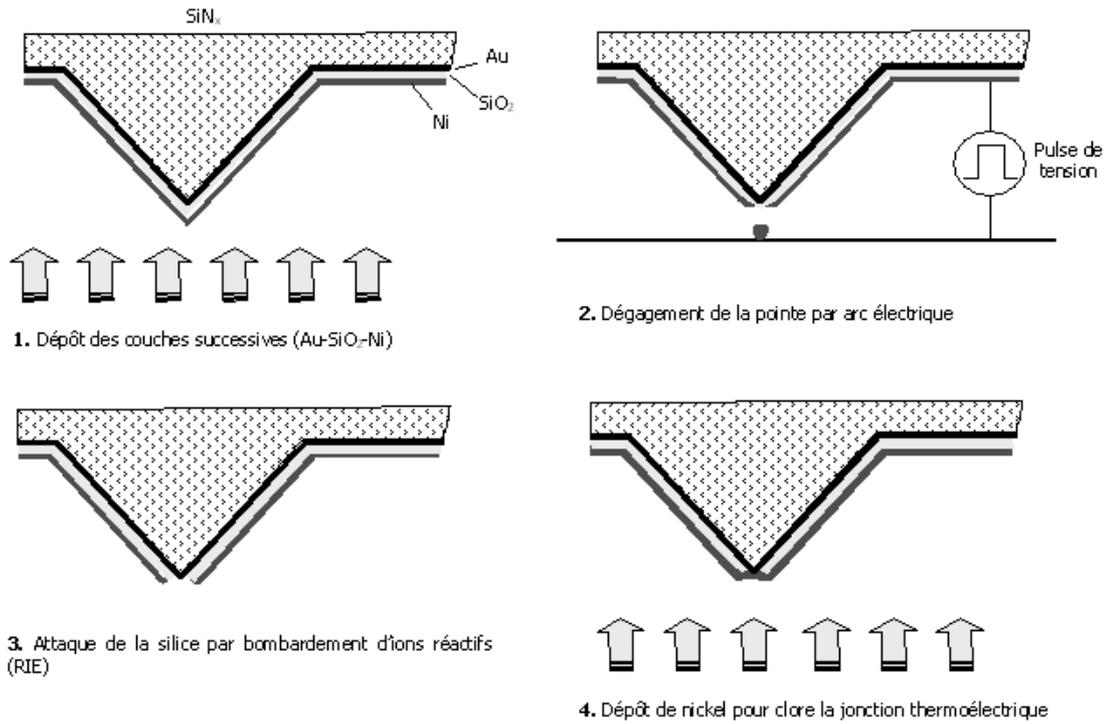


Figure 34 : Principe de dégagement de la pointe pour obtenir une jonction au sommet d'une pyramide de nitrure de silicium sur un bras d'AFM ([52]).

La résolution thermique obtenue est cette fois très supérieure, au moins en théorie, à la sonde décrite précédemment (figure 33), cependant la technique souffre encore du fait que l'ouverture générée par pulse de tension (figure 34) doit être systématiquement réalisée à l'unité. Le résultat est donc très variable, et très coûteux en temps.

Pour y remédier, Y. Zhang et ses collègues ont élaboré le premier procédé complètement intégré sur « wafer » de silicium ([53]). Celui-ci s'inspire de l'exploitation du principe de retrait par la tension superficielle d'une phase liquide sur des objets fortement courbés, tels que les pointes (figure 29-b), principe adapté en 1995 pour l'élaboration d'une jonction de diode « Schottky » suivant un principe dont il découle (figure 35).

Malgré la possibilité de fabriquer une série de capteurs sur un wafer, on notera la complexité croissante du procédé qui, de plus, requiert encore une phase délicate dans le dépôt de résine photosensible réparti par centrifugation (tournette ou spin-coating) dont le but est de permettre par l'effet de tension superficielle le dégagement de la pointe avant d'obtenir la jonction thermoélectrique. Un contrôle absolu des paramètres technologiques est donc requis. Le problème le plus sensible sur ce choix technologique tient à la nature très diffusive thermiquement de la pointe en silicium, solidaire du bras de même nature. Ce type de « pont thermique » constitue la première source de dégradation de la résolution et de la sensibilité de la sonde.

La silice (SiO₂) ou le nitrure de silicium (Si₃N₄) sont de très bons diélectriques. Ce sont ainsi les deux candidats les plus à même de permettre le passage vers une nouvelle étape dans la conception de ce que l'on nomme dorénavant des nano-sondes de température. En 1998, J.M.R. Weaver, G. Mills et leurs collègues ont été les premiers à proposer une solution qui supprimait tous les problèmes évoqués précédemment (figure 36 - [54]).

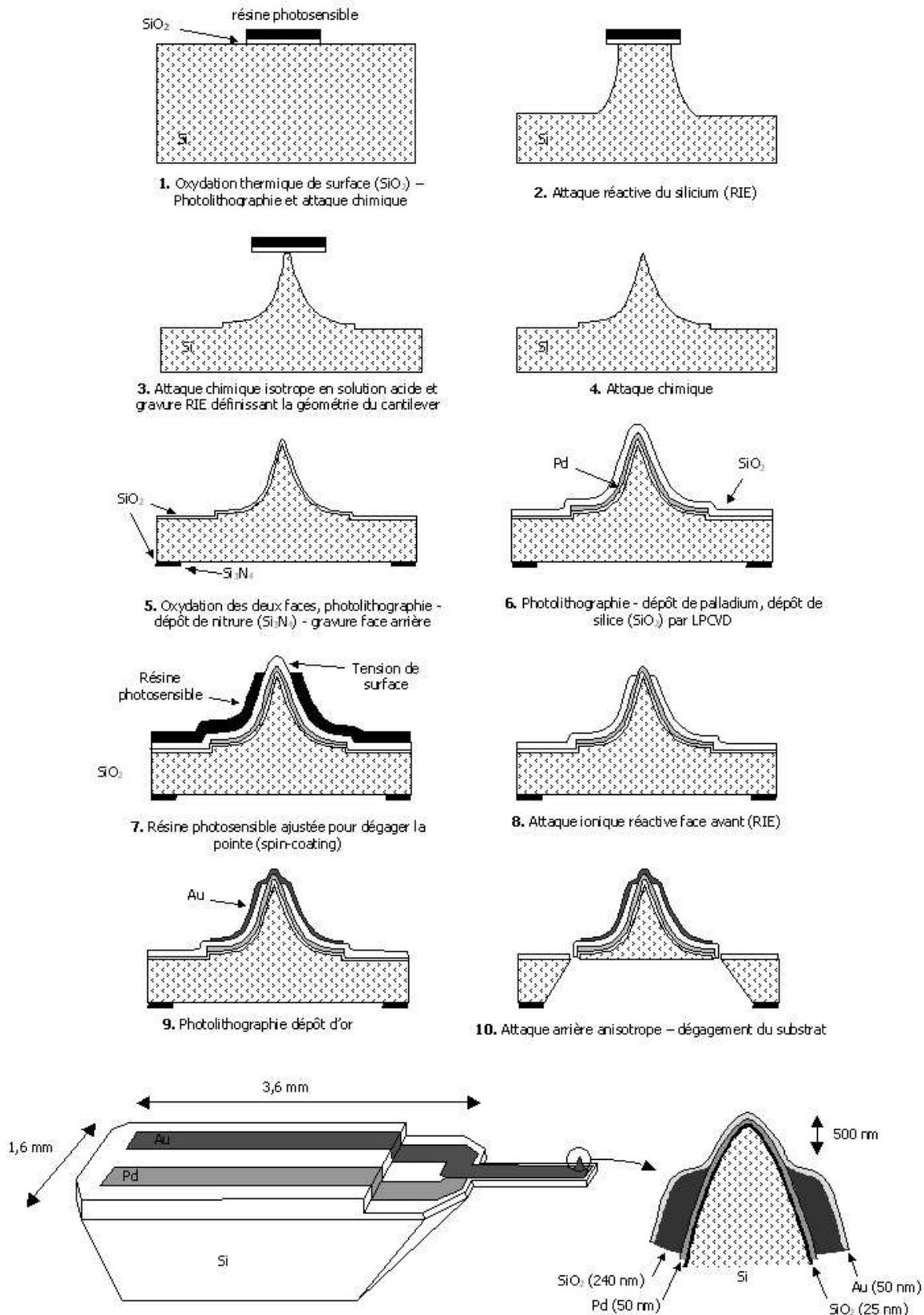


Figure 35 : Principe de la première pointe intégrant une jonction thermoélectrique locale par une technologie collective sur silicium ([53]).

A la base, on retrouve les phases de préparation du wafer par dépôts, photolithographie et gravure anisotrope du silicium pour l'amincir tout en façonnant des structures sacrificielles de forme pyramidale. Sur chacune de ces pyramides prend appui une couche de nitrure de

silicium (épaisseur de 500 nm) adoptant ainsi une inclinaison typique des « cantilevers ». Leur forme est définie ensuite par un procédé lithographique (lift off) à faisceau d'électrons sur une résine *ad hoc*. Le même procédé lithographique permet ensuite de déposer successivement deux bras de métaux nobles car résistants aux gravures chimiques (or et palladium), se croisant à l'extrémité de la pointe de nitrure. Une attaque chimique par une solution basique permet de retirer toute la partie en silicium sur laquelle prend appui le cantilever de nitrure muni de son thermocouple, dont la dimension est d'environ 250 nm pour un rayon à l'apex de l'ordre de 30 nm. Malgré la qualité de cette réalisation, l'utilisation d'un faisceau d'électrons pour irradier une résine sensible ne permet pas, compte tenu du champ limité de balayage du faisceau et de la nécessité d'opérer sous vide, de traiter des quantités élevées de substrat en un temps raisonnable. Cette méthode s'avère donc coûteuse et difficilement adaptable à la fabrication en série.

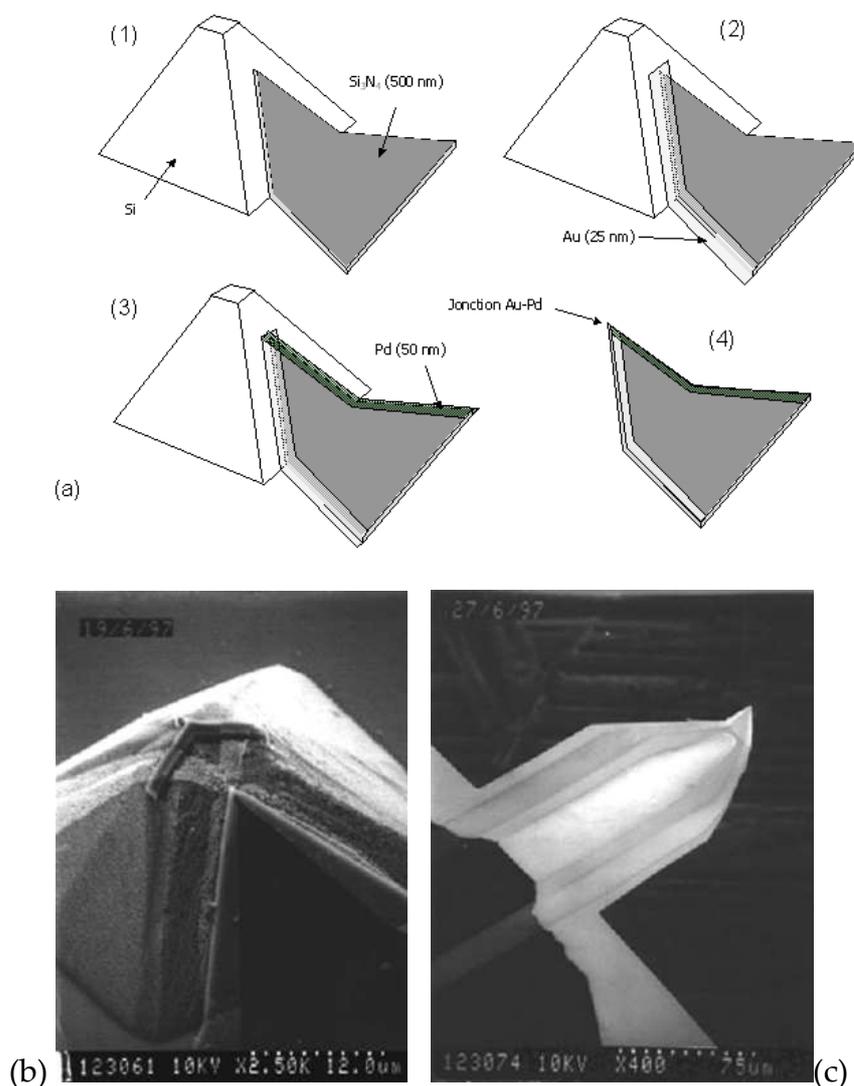


Figure 36 : Principe des couches sacrificielles permettant d'obtenir un support totalement isolant (a). Vues au microscope électronique avant (b) et après (c) suppression du support sacrificiel de silicium ([54]).

Dans cette course à la simplification des procédés d'élaboration des dispositifs, mentionnons l'utilisation de polyimide (kapton) pour remplacer les dérivés du silicium, avec la réalisation d'une équipe de l'université de Madison (Wisconsin USA) par une technique assez proche du dispositif obtenu par Suzuki (figure 33 - [55]).

L'avantage du polyimide, déposé en phase liquide comme une résine, est lié à la fois à sa grande souplesse, sa très faible conductivité thermique (environ $0,15 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) et un coefficient d'expansion thermique très proche de celui du silicium. Le bras souple obtenu peut être mécaniquement séparé et replié afin de le sortir du plan de micro-fabrication comme le montre la figure 37. L'inconvénient étant à nouveau une jonction thermoélectrique dont la zone de séparation est rejetée à la base de la pointe venant au contact d'une surface pour en mesurer la température. La sonde s'apparente plus à un bolomètre qu'à un thermomètre et ne peut à ce titre, prétendre à l'amélioration de la résolution ultime.

Fort de toutes ces expériences, la communauté des expérimentateurs a fini par tendre progressivement vers un type de sonde idéal, alliant des caractéristiques thermiques convenables et une technologie maîtrisée en terme de coût et de complexité. C'est à l'université de Berkeley (Californie – Etats-Unis) que A. Majumdar et ses collègues ont présenté en 2000, une nanosonde qui pour la première fois, arrivait à palier à la plupart des inconvénients mentionnés ci-avant ([56]).

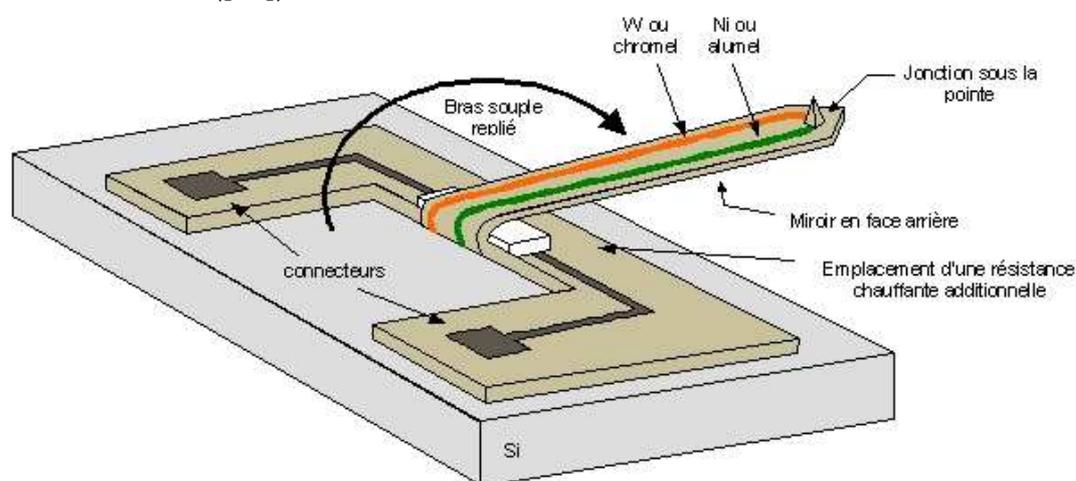


Figure 37 : Vue simplifiée de la sonde sur polyimide de [55].

La pointe pyramidale est formée par gravure dans une couche épaisse de silice, le support en forme de cantilever est en nitrure de silicium. Le rapport entre sa section et sa longueur est réduit au maximum pour limiter la conduction de chaleur (respectivement $18 \times 0,9 \mu\text{m}^2$ et $128 \mu\text{m}$). La figure 38 résume les différentes étapes de microfabrication au cours desquelles différents couples métalliques ont été testés, Pt-Cr, Ir-Cr et Cr-Ni, dont la zone de recouvrement est définie par la phase d'enduction de résine photosensible qui, au cours de sa centrifugation (tournette), libère de façon contrôlée l'extrémité de toutes les protubérances formées par les pointes de silice sur 100 à 600 nm. A la différence du trempage des pointes décrit précédemment (figure 29), cette phase semble être parfaitement reproductible. Par ailleurs, aucune étape de lithographie par faisceau d'électrons n'étant nécessaire, le procédé est compatible avec une production de masse. Plus de 300 capteurs sont réalisables sur une seule galette (wafer) de 10 cm de diamètre.

Nous analyserons succinctement les caractéristiques et les utilisations de ce type de nanosonde dans les paragraphes suivants.

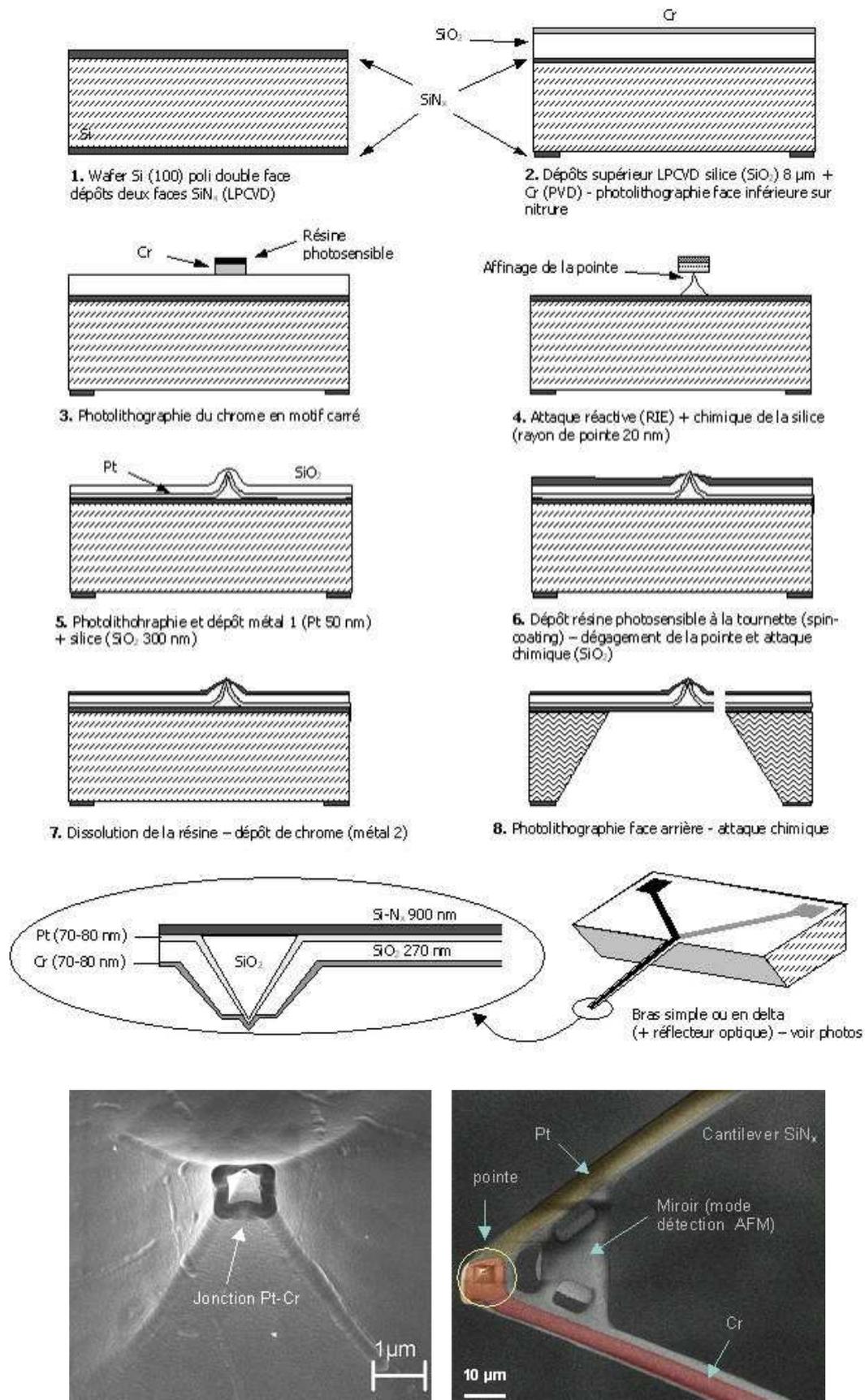


Figure 38 : Nanosonde thermoélectrique développée à l'université de Berkeley ([56]).

Enfin, l'université de Tohoku au Japon est à l'origine d'une nano-sonde présentée en 2001 et qui reprend l'approche initiale de Suzuki. La figure 39 décrit le principe choisi ([49]).

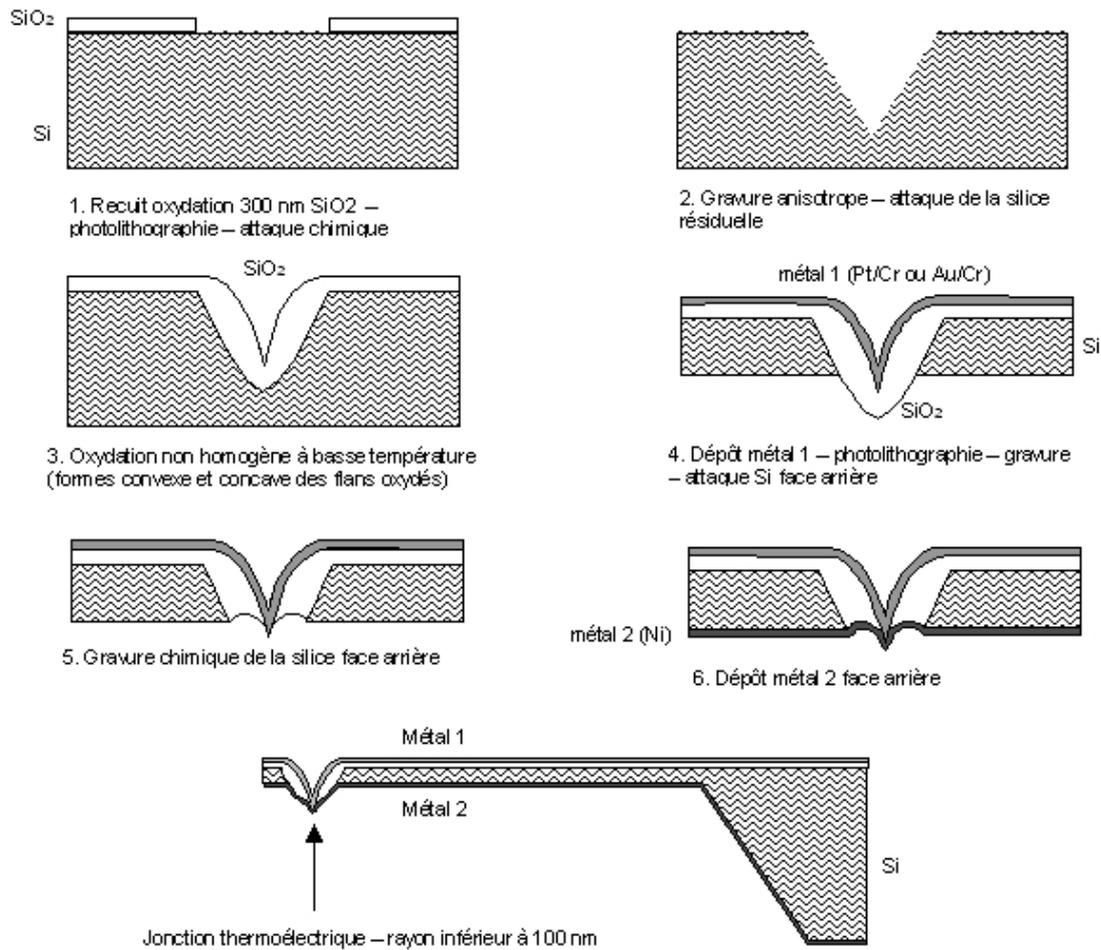


Figure 39 : Procédé développé par Lee et ses collègues à l'université de Tohoku (Japon - 2001 [49]).

Les deux dernières techniques sont très semblables, et offrent beaucoup d'avantages, notamment sur le positionnement naturel des pointes puis des jonctions thermoélectriques, sans avoir à effectuer des centrages précis. La photolithographie qui définit la géométrie globale du bras et des dépôts ne pose pas de problème particulier. Par ailleurs, l'approche collective permet de reproduire à l'identique un grand nombre de dispositifs. La différence notable revient sur l'optimisation thermique remarquable du capteur de Shi et Majumdar (figure 38) pour lequel le façonnage de pyramides en silice a été préféré à la gravure dans le silicium. Dans le dernier cas (figure 39), le bras de silicium reste porteur jusqu'à la pointe, ce qui risque de perturber de façon non négligeable l'équilibre thermique de celle-ci et dégrader ses qualités en terme de résolution et de sensibilité.

La maîtrise de la technologie de microfabrication à base de silicium est à ce jour une des clés pour la réalisation de nano-sonde thermoélectrique. Les équipements nécessaires sont ceux de la microélectronique mais les équipes de recherche s'appuient sur des compétences pluridisciplinaires. C'est toute la force des laboratoires anglo-saxons et nippons.

3.3. Vers une sonde optimale

Le bilan précédent, même s'il n'est pas totalement exhaustif, permet de dégager les caractéristiques fondamentales des principales sondes thermoélectriques et les principes de fabrication qui leurs sont associés. Les résultats qui ont été publiés nous indiquent très nettement les orientations que l'on doit suivre pour que la mesure de température locale de surface soit la plus juste. Par ailleurs, une analyse plus approfondie de la notion de contact thermique nous permettra de confirmer certains choix. Gardons toutefois à l'esprit qu'une sonde idéale en tout point reste irréalisable, même si nous pouvons orienter nos choix technologiques sur la base de quelques caractéristiques importantes.

3.3.1. Synthèse des sondes locales

Synthèse bibliographique des sondes locales				
Techniques	Auteurs	Année	Caractéristiques	Remarques
Microfils soudés	Majumdar	1993	Fils type K de diamètre 25µm	
Hybrides « non silicium – couches minces »	Reed	1969	Fils de Quartz – Rayon de Courbure de 10 µm	1 ^{ères} -micro sonde
	Wickramasinghe	1981	Pointe de Tungstène	1 ^{ère} application de pointe métallique en vue de l'AFM
	Stopka	1995	Fil de Constantan de diamètre 250 µm et jonction d'1Um de rayon de courbure	
	Nakabeppu	1997	Fil de Nickel de diamètre 25 µm	1 ^{er} bras formé en cantilever
	Kakuta	2001	Thermocouple déposé sur une micropipette	Substrat non conducteur
	Fish	1995	Thermocouple déposé sur une micropipette	1 ^{ère} sonde commercialisée par Nanonics
	Thiery	2002	Thermocouple déposé sur fibre optique	Jonction thermoélectrique de 0,9 µm
« silicium – couches minces »	Suzuki	1995	Micro thermocouple sur wafer de Silicium	1 ^{er} thermocouple sur couches minces
	Luo	1996	Thermocouple au sommet d'une pyramide de nitrure de silicium	
	Zhang	1998	Dégagement de la pointe par les effets de tension superficielle	Amélioration de l'obtention des thermocouples sur couches minces
	Mills	1998	Couches sacrificielles pour l'obtention d'un support totalement isolant	Technique fort coûteuse et unitaire
	Li	2001	Sonde sur Polyimide	
	Shi	2001	Pyramide de Silice sur lequel est déposé le thermocouple au bout d'un bras de nitrure	1 ^{ère} sonde la plus aboutie en couche mince
	Lee	2002	Gravure dans le Si et réalisation d'un thermocouple par dépôt	Sonde identique mais élaboration différente de celle de Shi.

3.3.2. La nature du support de sonde

Le substrat sur lequel sera déposé le thermocouple doit être de très faible conductivité thermique, aussi faible que possible en regard de la surface vers laquelle on approche la sonde. Nous avons vu que pour les technologies silicium, le nitrure de silicium ou la silice étaient privilégiés. Pour les autres techniques, hormis les microfils soudés qui sont autoporteurs, la silice est le support généralement utilisé, avec d'une part les pipettes de verre, et d'autre part les fibres optiques en silice.

Concernant les fibres optiques, il semble envisageable d'utiliser des fibres en plastique (PMMA généralement), dont la conductivité thermique est 10 fois inférieure à celle de la silice. En revanche, leur tenue en température se limite à 80°C environ, ce qui représente une sérieuse limitation.

3.3.3. La géométrie de la sonde

Même si les effets thermiques diffusent sur des distances importantes, la résolution spatiale reste conditionnée par la dimension de l'extrémité (apex), au moins en terme topographique. Il est donc indispensable que celle-ci soit en forme de pointe. Son élancement, sa forme et son rayon de courbure terminal dépendront de la technique qui permet de l'obtenir. Néanmoins, une finesse extrême est synonyme de grande fragilité. La sonde conçue devra supporter des contacts sans se rompre, il n'est donc pas indispensable, au moins dans un premier temps d'atteindre un rayon de courbure inférieur au micromètre.

Pour permettre le fonctionnement en mode AFM par la réalisation d'un bras souple (cantilever), nous étudierons donc la possibilité d'obtenir ce type de géométrie. Notons cependant que la technologie de microfabrication sur silicium, qui certes, offre l'avantage de la reproductibilité, ne permet pas des rapports de forme favorables au mode thermique puisque le bras de type cantilever est pourvu d'une pointe dont la hauteur ne dépasse pas 10 μm . Dans ce cas, les transferts de chaleur parasites qui en résultent nous semblent inacceptables.

3.3.4. Le mode de fonctionnement

Le mode actif est très supérieur au mode de mesure de température seul (passif). Il permet en effet de travailler sur tout type d'objet, en mode d'annulation de flux pour mesurer une température de surface « vraie », et d'être utilisé pour d'autres domaines de mesures à l'instar des fils chauds ou froids, des sondes de type Pirani, pour la micro-débitmétrie de précision, etc.

Ces applications sont parmi celles que nous envisageons. La sonde développée par Li Shi au cours de son travail de thèse sous la direction du Professeur Majumdar, a été développée pour fonctionner en mode actif. Une résistance chauffante a en effet été déposée sur la partie massive de la sonde, à la naissance du bras souple. Ce principe a été breveté, mais les résultats ne semblent pas satisfaisants puisqu'ils ne donnent pas de résultats comparatifs, mais indiquent seulement que la constante de temps de cette sonde est passée de 10 μs en mode passif à 1 ms en mode actif ...

La sonde sur fibre optique, réalisée par Thiery était dotée d'une constante de temps de 160 μ s, en mode actif. De plus, la géométrie d'une fibre optique correspond bien à une approche normale à la surface, limitant les transferts thermiques parasites, et autorisant l'investigation sur surfaces comportant des reliefs élevés.

3.3.5. Cahier des charges de la sonde optimale

	La sonde optimale
Nature du support	Isolant
Géométrie de la sonde	Forme de pointe et plié en cantilever
Dimension	Micrométrique au moins à l'extrémité
Mode de fonctionnement	Actif
Pour quelles mesures	Caractériser les échanges thermiques à basse échelle Application : micro-électronique, matériaux, procédés

Conclusion

En résumé, l'état de l'art permet de fixer les différentes techniques existantes à ce jour dans le domaine de la microscopie thermique et sur la difficulté notamment à réaliser une sonde dite « idéale ». Le cahier des charges précédent, quant à lui, fixe les objectifs de l'étude suivante afin de bien poser la problématique de la réalisation au vu des différentes techniques qui ont été développées dans le domaine.

CHAPITRE II

REALISATION DE LA SONDE

Ce chapitre se décline en deux parties :

- la première partie traite de la mise en forme des pointes, détaillant les techniques utilisées pour élaborer la pointe sur les fils métalliques ou sur les fibres optiques.
- la seconde partie concerne le choix des matériaux et la caractérisation des couches métalliques et isolantes déposées, avant de s'intéresser à l'assemblage final de la sonde en partant de la pointe polie jusqu'à l'obtention du thermocouple sur la pointe de fibre optique.

PARTIE I

MISE EN FORME DES POINTES



Figure 1 : Polissage mécanique des fibres optiques

Cette partie montre l'élaboration de la forme des pointes ainsi que les différentes techniques associées lors de la réalisation d'une pointe à fort rayon de courbure.

Introduction

Dans le chapitre 1, nous avons présenté un état de l'art des sondes thermiques locales en insistant sur les caractéristiques techniques qui offriraient les meilleures performances. [57] ou [42] ont développé des sondes locales à partir de fils de métaux, tel le tungstène ou le constantan, associés principalement à l'or. Or toutes ces pointes ont pour défaut majeur de perturber la mesure du fait de leur forte conductivité thermique. Cependant, l'intérêt de poursuivre la réalisation de pointes métalliques par rapport à des pointes obtenues dans un matériau diélectrique réside dans leur facilité d'obtention et leur moindre coût. On simplifie ainsi la recherche de méthodes de dépôt visant à l'obtention d'un couple thermoélectrique en couches minces, et principalement pour le cas du diélectrique. En outre, la reproduction de sondes, apparues dans certaines publications ([57] ou [42]), est suffisamment simple pour que nous les comparions à celles que nous souhaitons développer.

La mise en forme de pointes à partir de fibres optiques, qu'elles soient en silice ou en plastique, est un challenge technique que nous avons relevé. Ces deux matériaux sont actuellement la meilleure alternative car elles offrent plusieurs avantages. Elles conduisent peu la chaleur mais aussi permettent de véhiculer une forme d'énergie facilement convertible en chaleur. Dans cette partie, nous décrivons le mode de fabrication des pointes métalliques par voie électrochimique, puis sur fibre optique par une méthode mécanique de polissage.

1. Pointe métallique et attaque chimique

La résolution des images par STM ou SNOM ([58]) est entièrement dépendante de la forme de la pointe. Il faut qu'elle soit la plus effilée possible pour augmenter les chances qu'un ultime et unique atome participe au courant tunnel. De nombreuses équipes ([57], [59], [60], [61], [62], [63]) ont utilisé le principe de l'attaque chimique pour obtenir des pointes. Il existe cependant différentes variantes de cette méthode, selon la nature du métal et la forme souhaitée de la pointe (figure 2).



Figure 2 : Exemple de pointe en tungstène de \varnothing à la base = 250 μm et 500nm à l'extrémité

D'une façon générale, l'attaque électrochimique consiste à faire passer un courant électrique entre une électrode (dite de référence) via une solution électrolytique et le conducteur que l'on souhaite attaquer. La solution peut être acide ou basique. Sous l'effet de la différence

de potentiel, une réaction d'oxydoréduction s'engage et le conducteur est dissout progressivement, le métal se déposant sur l'électrode de référence (généralement en platine ou en acier inoxydable).

Les matériaux utilisés pour réaliser des pointes métalliques sont désormais bien connus. Ainsi [64] met en évidence les paramètres importants à maîtriser lors d'une électrolyse comme la tension, la durée de l'attaque et les concentrations nécessaires à l'obtention d'une pointe aux dimensions nanométriques. Il ressort de ces travaux deux types de protocoles, ([65]) :

Le premier consiste à plonger le conducteur dans l'électrolyte jusqu'à l'obtention de la forme souhaitée ([66]) (figure 3). Dans ce cas, il est possible :

- d'attendre la dissolution complète du métal, et dans ce cas, l'électrolyse s'arrête d'elle-même,
 - d'arrêter l'électrolyse au bout d'un temps précis pour obtenir une forme spécifique.
- Le trempage peut alors être statique ou dynamique, avec des mouvements de va-et-vient assurés par un système mécanique de type bielle-manivelle.

Dans le second protocole (figure 4), le conducteur est introduit dans le film liquide contenu dans un anneau métallique de quelques millimètres de diamètre. A l'instar des générateurs de bulles, ce film apparaît naturellement lorsque qu'on retire l'anneau du bain. Le conducteur pouvant traverser (lentement) le film sans le rompre, l'attaque s'effectue au niveau de l'interface entre le ménisque et le métal. La rupture du conducteur intervient par striction progressive sous l'effet de son propre poids ([67], [68]). Un capillaire servant de guide permet de récupérer la pointe sans l'endommager. Notons que ces attaques sont principalement réalisées avec une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) qui se prête aisément à la formation d'un film.

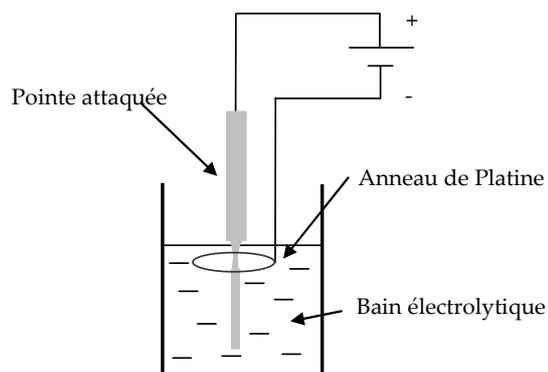


Figure 3 : Principe de l'attaque de pointe dans un bain électrolytique

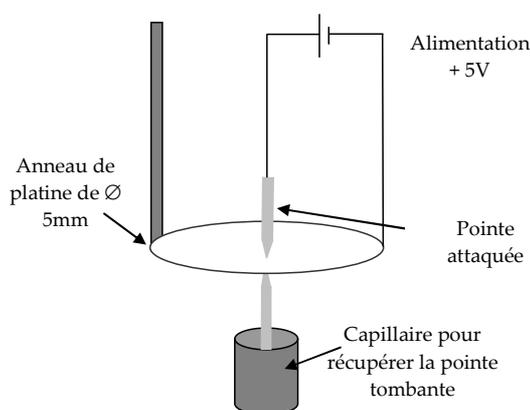


Figure 4 : Pointe attaquée par un ménisque liquide

1.1. Les paramètres importants

Les paramètres les plus importants, qu'il est nécessaire de maîtriser, sont les suivants :

- L'électrode de référence ; elle ne doit pas rentrer en jeu dans la réaction électrolytique. On utilise couramment le platine ou l'inco. La forme annulaire, voire

cylindrique de cette électrode est privilégiée pour garantir une attaque homogène sur toute la circonférence de l'objet attaqué. Ce dernier, placé à l'intérieur de l'anneau ou du cylindre voit des lignes de champ normales et uniformément réparties contrairement à une électrode ponctuelle qui générerait un champ unidirectionnel ayant pour conséquence une pointe totalement dissymétrique (figure 5).

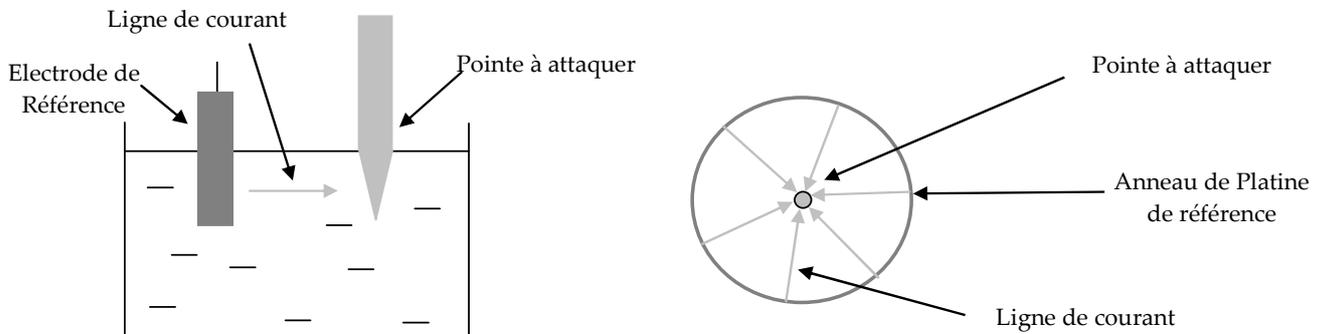


Figure 5 : Différence entre un fil et un anneau comme électrode de référence

- La concentration de la solution électrolytique ; celle-ci va déterminer la proportion acide ou basique contenue dans le bain. L'ordre de grandeur est 1 mole par litre d'eau, mais on peut doubler cette valeur pour accélérer l'attaque tout en conservant une qualité d'apex acceptable. [57] indique des proportions volumiques de 50% pour réaliser ses pointes en tungstène. Celles-ci requièrent une solution basique à l'hydroxyde de potassium (KOH) ou de sodium (NaOH). Pour la plupart des autres métaux, on utilise des solutions diluées d'acides sulfurique (H_2SO_4), chlorhydrique (HCl) ou nitrique (HNO_3).
- Le temps d'électrolyse ; il intervient essentiellement dans le trempage statique. Il dépend également de la force électromotrice, de la nature de la solution et de sa concentration. A titre d'exemple, la figure 6 montre clairement l'évolution de la forme de l'extrémité d'un fil tungstène de diamètre $250 \mu m$. Après 15 minutes, on obtient un apex dont le rayon de courbure est inférieur au micron avec une solution de KOH et une tension de 6V. Selon la tension imposée, la nature du bain électrolytique ou le matériau attaqué, il est possible d'obtenir des pointes de formes différentes avec des temps d'attaque allant de quelques minutes à une heure.

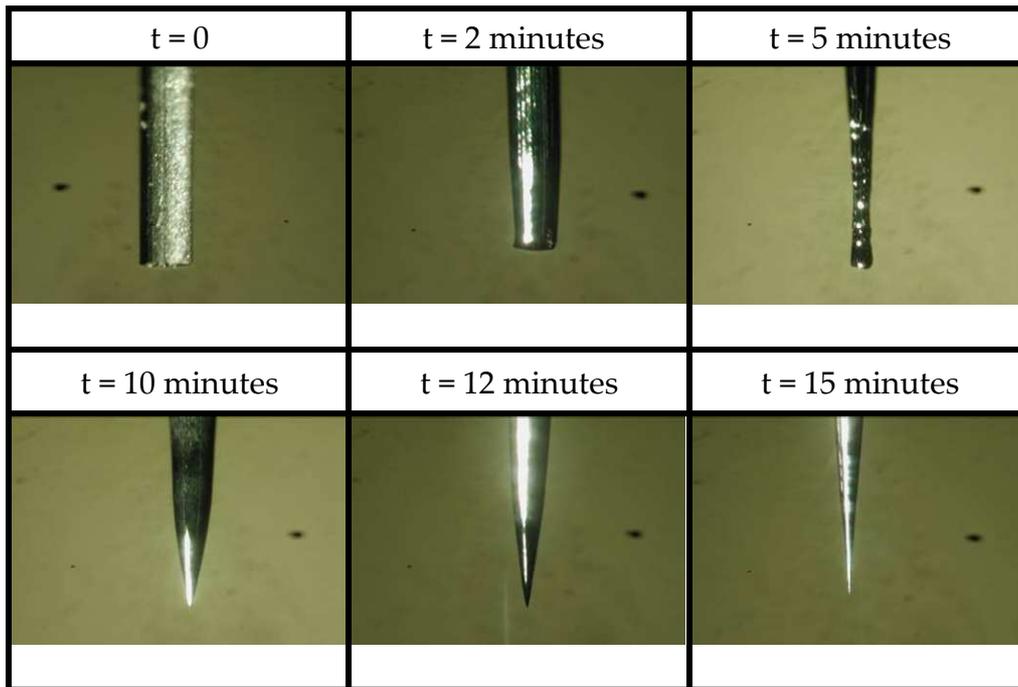
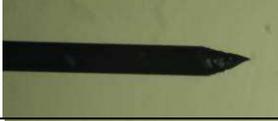


Figure 6 : Attaque chimique d'une pointe en tungstène.

- La différence de potentiel entre les électrodes ; elle est typiquement entre 2 et 5V. Notons également qu'il est possible d'imposer des tensions créneaux avec des fréquences de quelques centaines de Hertz pour garantir une meilleure homogénéité de la surface attaquée ([58]).
- Montrons également l'évolution de la forme selon la tension imposée lors de l'attaque, nous avons pris ici du constantan de diamètre 250 μm et 125 μm . En faisant varier la tension de 1V jusqu'à 10V (figure 7), nous observons que les pointes dont l'apex est le plus intéressant se situent pour des tensions de 6 à 7 V.

Tension	Constantan 250 μm	Constantan 125 μm
1 V		
2 V		
3 V		
4 V		

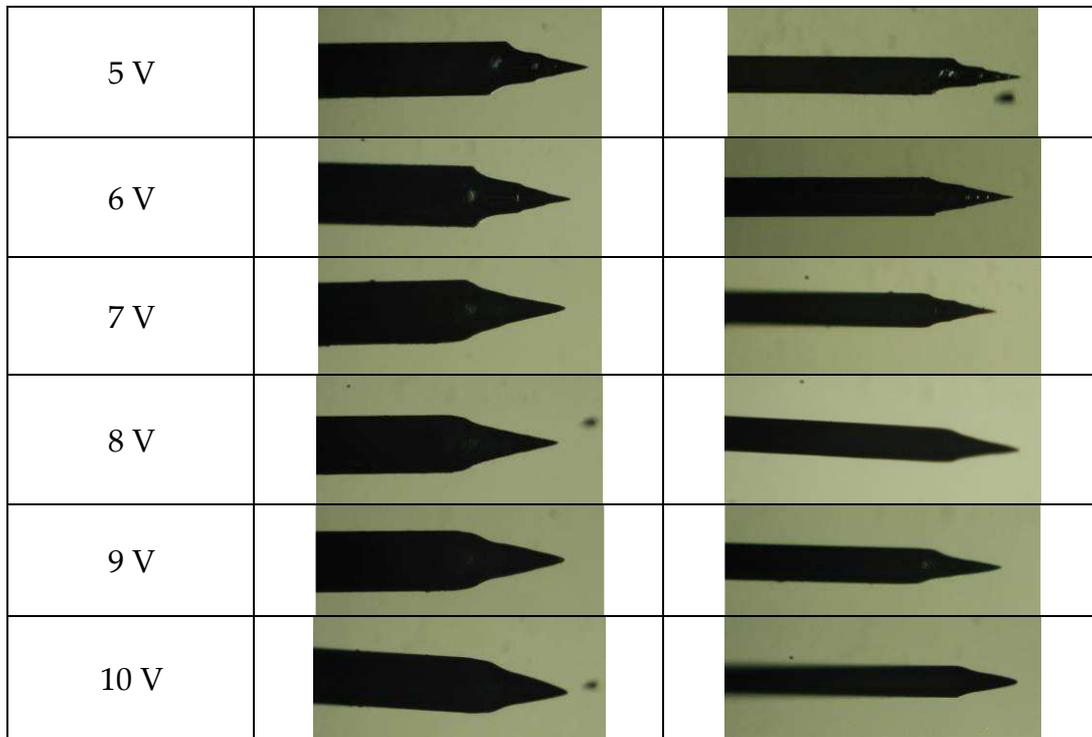


Figure 7 : Evolution de la forme de la pointe selon la tension imposée.

1.2. Bilan des attaques

Il est clair que de nombreux types d'électrolyse permettront d'obtenir des pointes de formes convenables. Afin de ne pas fixer de limites dans notre étude, nous avons effectué des tests avec les matériaux dont les caractéristiques thermoélectriques pouvaient être compatibles avec les matériaux disponibles sous forme de fil de diamètre 250 ou 125 μm , et que nous pouvions associer à d'autres matériaux en couches minces. On retrouve ces matériaux dans différents travaux ([69]) :

- Cuivre (facilement malléable, peu onéreux mais fortement conducteur)
- Tungstène (grande rigidité, utilisé en STM, mais facilement oxydable)
- Molybdène (pour ses caractéristiques thermoélectriques)
- Nickel (pour ses caractéristiques thermoélectriques proches du constantan)
- Constantan (pour ses caractéristiques thermoélectriques).

Le tableau suivant (figure 8) synthétise les différents paramètres de réglage en fonction des types de matériaux et des solutions utilisées. Les méthodes 1 et 2 correspondent aux deux protocoles décrits plus haut. Une photo des pointes obtenues illustre chaque type de configuration. Pour certaines, une photo de la pointe pliée en microlevier est associée.

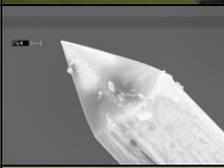
	Attaque	Tension	Concentration et type	Temps	Références	Illustration
Cuivre	KOH	10V	Méthode 1 : 2 mole.L ⁻¹	15 minutes	Peu utilisé car trop conducteur	
	H ₂ SO ₄ ou HNO ₃	5V	Méthode 1 : 50%	5 minutes	Peu utilisé car trop conducteur	
Tungstène	KOH	6V	Méthode 1 : 50%	Max 10 minutes	[57] ou [66]	
	NaOH	5V	Méthode 2 : 2 mole.L ⁻¹	5 minutes	[67]	
Molybdène	KOH	6V	Méthode 1 : 50%	5 minutes	[70]	
Nickel	HCl	6 – 10V	Méthode 1 : 50%	5 minutes	[68]	
	Cantilever après attaque	/	/	/	[30]	
Constantan	HNO ₃	4 – 6V	Méthode 1 : 50%	5 minutes	[42]	
	Cantilever après attaque	/	/	/	[42]	

Figure 8 : Attaque chimique de pointes métalliques.

La préparation de ces pointes pour les étapes suivantes de dépôts diélectriques puis métalliques nécessite un nettoyage spécifique, notamment à l'acétone pour stopper la réaction et dégraisser la surface.

2. Fibres optiques en Silice

Afin de conserver les caractéristiques du faisceau injecté à l’instar des applications d’optique de champ proche, nous utilisons une fibre optique monomode pour la lumière visible dans la gamme des longueurs d’ondes 488/630 nm. Une fibre optique est constituée de 2 parties (figure 9) : la fibre en silice d’un diamètre de 125 μm et la gaine plastique (d’un diamètre extérieur final de 250 μm) protégeant la silice et permettant de rendre souple la fibre. La fibre de diamètre 125 μm se décompose également en 2 parties, le cladding et le cœur de la fibre de diamètre 5 à 9 μm ; partie utile où est véhiculée la lumière.

<u>Modèle :</u> F-SPA	Fibre Monomode	
<u>Fournisseur :</u> Newport ou SEDI	630 nm à saut d'indice	

Figure 9 : Caractéristiques de la fibre optique.

2.1. Les différents principes de mise en forme des pointes

La mise en forme des fibres optiques pour l’imagerie de champ proche a suivi logiquement celle des stylets et des micropipettes. Les mêmes techniques ont été mises en œuvre, tout d’abord l’étirage à chaud, puis l’attaque chimique, les deux pouvant être associées.

La première a été décrite succinctement dans le chapitre 1 ([30]), elle consiste à chauffer localement une fibre au moyen d’un laser tout en exerçant une tension mécanique constante. L’étirage cesse lors de la rupture de la fibre. Des machines spécifiques (appelées étireuses) ont été commercialisées, c’est le cas pour le modèle P2000 de la firme Sutter (figure 8). Malgré des opérations unitaires, le maintien des paramètres permet de garantir une certaine constance dans le résultat.

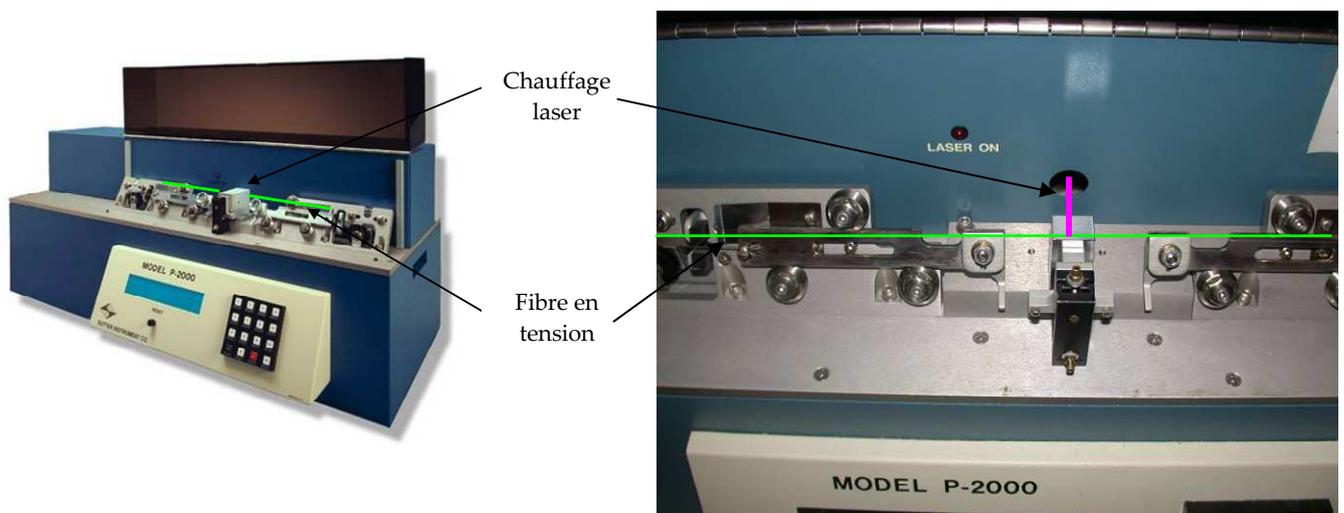


Figure 10 : Etireuse SUTTER P2000 du LOPMD

La seconde technique consiste à effectuer une attaque chimique par trempage dans une solution d’acide fluorhydrique (HF) ([71]). Elle n’est utilisée dans certains laboratoires qu’en complément de l’étirage pour réduire et affiner l’apex.

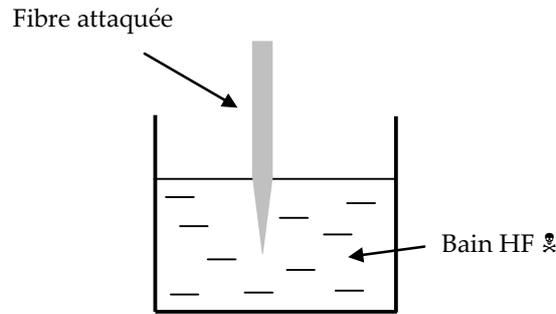


Figure 11 : Attaque HF des fibres optiques

Malgré des résultats encourageants, la dangerosité de cet acide a fait renoncer de nombreux laboratoires, qui ont opté pour l'étirage. Malheureusement, les utilisateurs se sont rendus compte que la transmittivité optique de ces pointes devenait dramatiquement faible, de l'ordre de 10^{-4} de la puissance d'entrée. Pour forcer la lumière à émerger au niveau de l'apex et limiter les fuites lumineuses, une couche d'aluminium est systématiquement déposée sur toute la partie étirée. En conséquence, des effets d'échauffement intempestifs ont été constatés, avec pour conséquence des artefacts au niveau de l'interprétation dans le meilleur des cas, pouvant aller jusqu'à la destruction de celle-ci. Les échauffements mesurés sur ces fibres étirées s'étendaient sur des distances supérieures à ce que l'on pouvait attendre de l'effet de conduction thermique pure ([72]), démontrant ainsi que la source de chaleur s'étendait sur plusieurs centaines de microns de la pointe, ce qui remettait en cause la nature parfaite de guide de lumière du cœur. En effet, il est clair que lors de l'étirage à chaud, le cœur de la fibre est détruit ce qui a pour conséquence la non-assurance du guidage optique. Une grande partie de la lumière est ainsi « éjectée » vers l'extérieur, se réfléchissant un grand nombre de fois, la fraction non absorbée par le métal remontant vers sa source.

Pour remédier à ce problème, il est donc essentiel que le cœur garde son intégrité au cours de la mise en forme de la pointe. Ce n'est qu'à partir des années 2000 qu'[69] réussit à obtenir des pointes de fibres optiques par une technique mécanique (figure 12) en complément de l'attaque HF. A l'aide d'une polisseuse permettant initialement de tailler les micropipettes en biseau, il est possible d'usiner progressivement une fibre, entraînée en rotation. Les résultats sont remarquables puisque des rayons de courbure de l'ordre de 100 nm ont été obtenus.

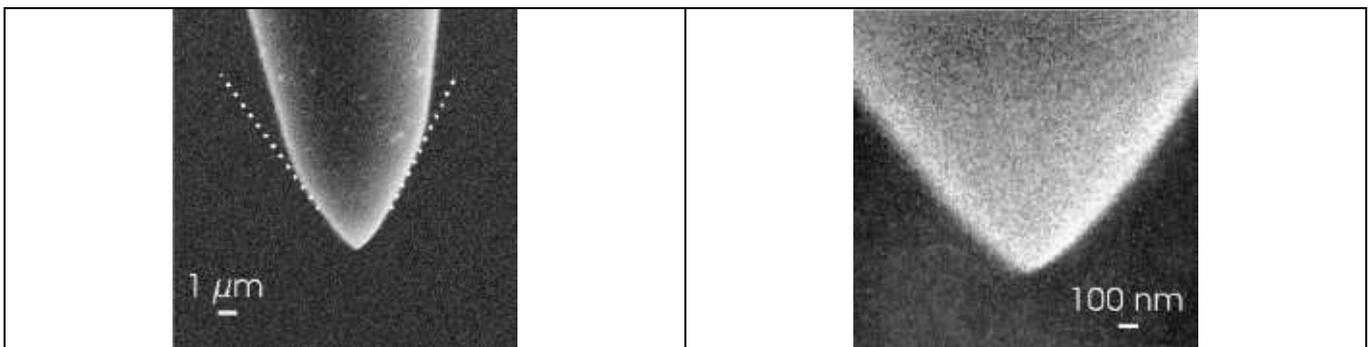


Figure 12 : Fibre usinée avec une polisseuse ([69]).

Pour des raisons pratiques, ce choix technologique nous semble le plus approprié car il ne requiert pas de matériel trop spécifique nécessitant une salle blanche et ne présente pas de risque chimique.

2.2. Polissage mécanique

La technique d'usinage par polissage qu'Held a développé réside dans la maîtrise des vibrations du système, la planéité du plateau rotatif et la stabilité du dispositif d'entraînement de la fibre. Initialement, cette technique servait uniquement de complément à l'attaque chimique.

L'idée d'usiner la pointe uniquement par une méthode mécanique est originale, mais nécessite en principe au minimum deux polisseuses, une pour dégrossir la fibre, et l'autre pour la finition. Pour des raisons pratiques et budgétaires, nous nous sommes équipés d'une seule polisseuse utilisée pour la métallographie (Lamplan M.M. 8027 S – figure 13), dont les caractéristiques techniques offrent suffisamment de polyvalence pour passer de l'usinage rapide à la finition lente. En effet, contrairement aux polisseuses de précision, la vitesse de rotation du plateau est réglable, et de nombreux types de disques abrasifs sont disponibles, du grain large pour une attaque rapide jusqu'au film de finition. Cette façon de polir les pointes consiste à se servir de la polisseuse comme d'un outil d'usinage. D'un côté, le plateau de la polisseuse est en rotation et de l'autre il faut un système de maintien de la fibre optique à polir. Ce système permet d'approcher la fibre du plateau jusqu'à ce qu'il y ait contact entre les deux et permet également de mettre en rotation la fibre pour obtenir un usinage circulaire. Le principe du polissage est décrit sur la figure 14.



Figure 13 : Polisseuse Lamplan

Afin de pouvoir garantir une certaine reproductibilité dans le polissage des fibres, il est indispensable de fixer les principaux paramètres opératoires. Ceux-ci sont indiqués dans le schéma ci-dessous (figure 14).

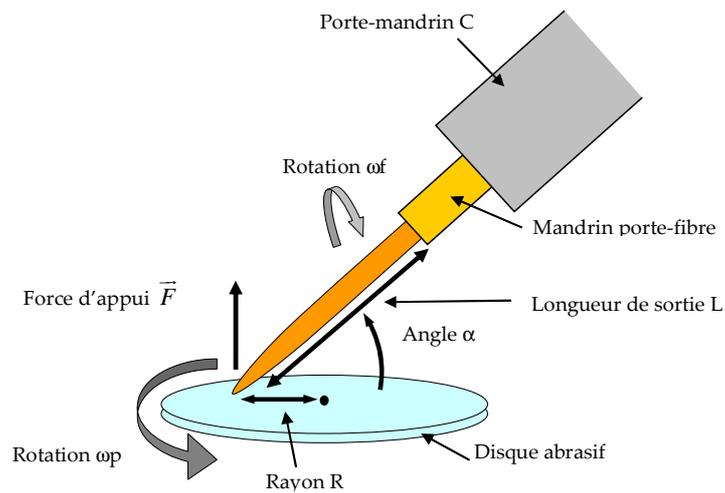


Figure 14 : Paramètres d'usinage

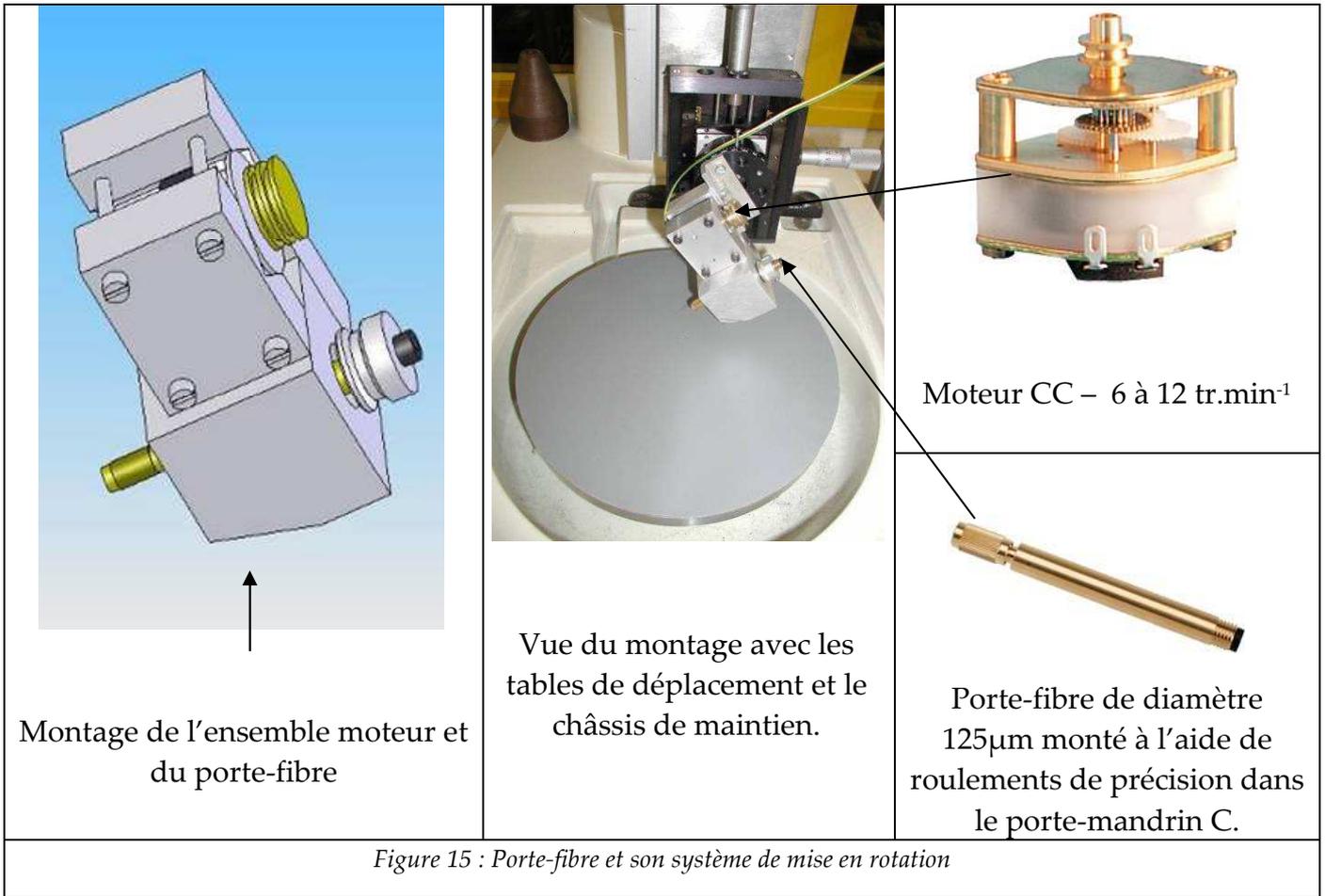
2.2.1. La vitesse de rotation de la fibre ω_f

Pour garantir une forme conique axisymétrique, il est nécessaire d'assurer une rotation régulière de la fibre optique. Toute variation de cette vitesse ou toute imperfection du centrage de la pointe entraîne une dissymétrie du cône. Pour minimiser ce risque, nous avons conçu un montage guidant la fibre dans sa rotation, celui-ci est principalement constitué d'un mandrin porte-fibre utilisé couramment dans les systèmes de couplage laser-fibre.

Parmi les différents choix possibles de guidage du mandrin porte-fibre (palier glissant, roulement,...), la solution retenue s'est portée sur des roulements de précision, car ce sont les seuls qui garantissent au mieux un guidage précis lors d'une rotation longue.

Un entraînement direct étant impossible, une transmission par poulie et courroie souple permet le couplage sur un mini-moteur électrique à courant continu (5V, de type modélisme) permettant de filtrer l'essentiel des vibrations. Son encombrement est suffisamment faible pour être intégré au dispositif. Il est doté d'un réducteur de vitesse, autorisant une gamme de vitesse de rotation de l'ordre de la dizaine de tours par minutes.

Les plans détaillés du porte-mandrin C sont en annexe 1 tandis que l'ensemble du montage moteur et mandrin porte-fibre est détaillé en annexe 2 sur une vue éclatée du schéma ci-après (figure 15).



2.2.2. La vitesse d'usinage ω_p

La vitesse d'usinage est liée à la vitesse de rotation du plateau sur lequel repose le disque abrasif. La polisseuse possède une gamme allant de 75 à 600 tr.min⁻¹.

Cette vitesse affecte directement le temps de polissage d'une part et la qualité de la surface d'autre part puisque les vibrations sont minimales à faible vitesse. En conséquence, l'ébauche d'une pointe est effectuée à une vitesse de 150 à 200 tr.min⁻¹, alors que la finition est réalisée à 75 tr.min⁻¹.

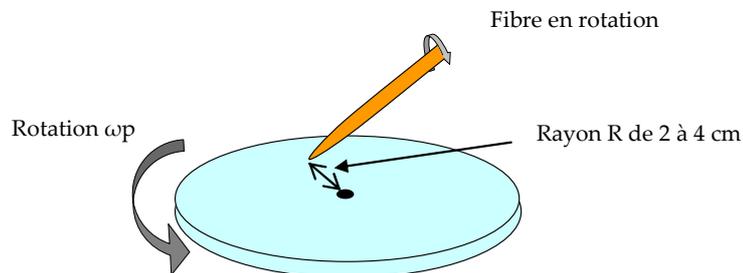


Figure 16 : Position du point de contact entre la fibre et le plateau.

Le point de contact (figure 16) entre la fibre et le plateau est situé dans un rayon de 2 à 4 cm. Ainsi la vitesse réelle ($\omega.R$) au point de contact est de 3 à 8 m.s⁻¹.

Fibre usinée après 10 minutes à 600 tr.min ⁻¹	Fibre usinée après 1 heure 30 à 150 tr.min ⁻¹	Fibre usinée après 8 heures à 75 tr.min ⁻¹

Figure 17 : Limites de la polisseuse Lamplan.

Nous montrons par ces trois photos (figure 17) que peu importe la vitesse avec lequel la fibre est polie, nous arrivons aux limites de cette machine.

2.2.3. Le temps d'usinage t

Le temps d'usinage est important pour l'ébauche de la forme conique. Cependant, au delà d'une durée minimale, fonction de la vitesse d'usinage, le résultat ne varie plus. Nous revenons aux résultats précédents.

1	Fibre au départ		
2	30 minutes à 150 tr.min ⁻¹		
3	1 heure à 150 tr.min ⁻¹		
4	1 heure et 30 minutes à 150 tr.min ⁻¹ rayon de courbure : 10 μm		
5	2 heures à 75 tr.min ⁻¹ rayon de courbure : 4 μm		

Figure 18 : Usinage en fonction du temps.

De l'étape 1 à l'étape 4, le cône est réalisé en étant très appuyé sur la pointe. L'angle principal du plateau incliné est reproduit sur la pointe. Ainsi un angle d'appui sur le plateau de $30^\circ \pm 5^\circ$ donne un angle sur la pointe polie de 45° à $50^\circ \pm 2^\circ$.

A partir de l'étape 4, le temps n'influe plus réellement sur la forme mais la force d'appui et la stabilité de la rotation deviennent primordiales. Comme le montre la figure 17, une limite de polissage est observée. Afin de pouvoir descendre au dessous de l'apex micronique, il convient d'utiliser une polisseuse plus petite que nous détaillerons dans le paragraphe 2.4 : la polisseuse SUTTER BV-10.

2.2.4. La force d'appui \vec{F}

Dès lors qu'un contact mécanique est réalisé, une force d'appui prend naissance au niveau de ce point. Afin de compenser les vibrations de la polisseuse et les éventuels défauts engendrés lors de la rotation de la fibre, un effort minimum est requis.

Il faut noter que lorsque l'appui se concentre juste sur l'apex, l'usinage peut être plus localisé de manière à l'affiner très localement. Il est ainsi possible de donner un angle de finition ou bien encore de retoucher des fibres préalablement étirées à chaud.

Nous avons substitué le plateau de polissage par une micro-balance afin de mesurer l'effort appliqué. En reprenant les mêmes conditions d'angle d'appui sur le plateau de 35° à 40° , nous avons obtenu une valeur de 253 mg, ce qui nous donne une force de 2,5 mN.

2.2.5. L'angle d'inclinaison sur le plateau α

Un paramètre facile à prendre en compte est l'angle de contact de la fibre par rapport au plateau. C'est celui qui permet d'obtenir un cône d'une cinquantaine de micromètres ou plus prolongé de 150 à 200 μm . En faisant varier celui-ci de 5° en 5° , nous avons pu montrer qu'un angle entre 30° et 45° permet d'obtenir un cône bien symétrique.

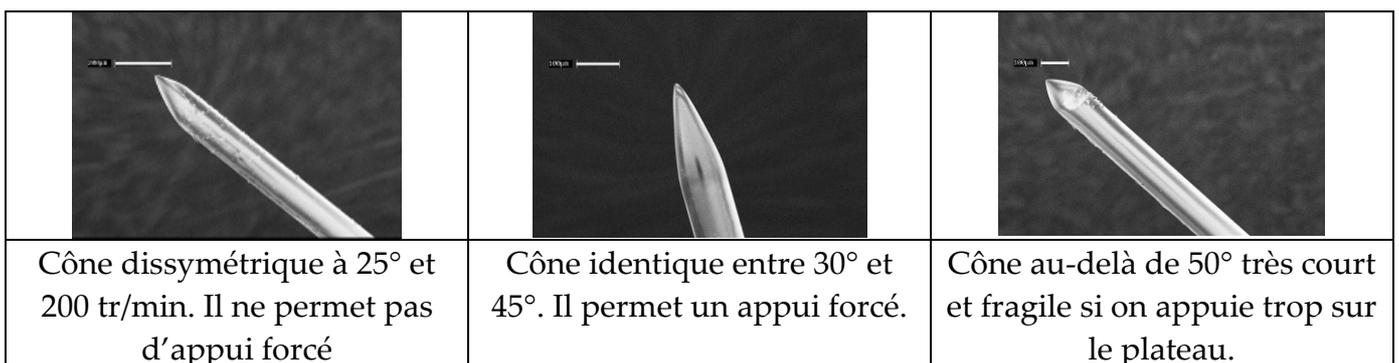


Figure 19 : Influence de l'angle d'inclinaison.

En dessous de 25° , la force d'appui n'est plus assez importante pour garantir un usinage uniforme comme le montre la figure 19.

De même, pour les valeurs d'angle au dessus de 50° , la fibre se rapproche de la perpendiculaire au plateau et lorsque nous l'appuyons, même légèrement, celle-ci casse.

Nous allons distinguer par deux schémas (figure 20) la différence entre l'appui forcé et entre l'appui au contact. Le contact appuyé est notamment utilisé lors de l'ébauche de la forme à une vitesse de 150 à 200 tr.min⁻¹.



Figure 20 : A gauche, pointe appuyée et à droite pointe en contact visuel.

2.2.6. La longueur de sortie de la fibre L

L'effort exercé entre la fibre et la surface abrasive est assuré par sa propre souplesse. Il est donc nécessaire que celle-ci sorte du mandrin d'une distance de 8 à 12 mm. Par ailleurs, le polissage ne concerne que la silice (diamètre 125 μm) et non la gaine complète (diamètre 250 μm). On retire cette dernière sur une distance de 4 à 5 mm au moyen d'une simple pince à dénuder.

2.3. Forme retenue

Parmi les différents paramètres que nous venons de décrire, certains sont liés, comme la vitesse de rotation du plateau et le temps d'usinage, ou l'angle d'appui avec la longueur de sortie de la fibre et la force d'appui. D'autres sont fixés par nécessité pratique, c'est le cas de l'angle d'inclinaison. Certains sont choisis arbitrairement puisqu'en définitive, leur influence reste modeste sur la qualité du résultat. C'est le cas de la vitesse de rotation de la fibre. Le plus important dans ce type de fabrication est d'assurer un degré de reproductibilité acceptable lorsque ces paramètres sont fixés.

Tout d'abord, le régime de vitesse de rotation du plateau passe de 150 $\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ en début d'usinage (phase d'ébauche) jusqu'à 75 $\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ pour la phase de finition. Ensuite, le temps d'usinage optimal correspond à 1 heure 30 pour l'ébauche et 15 minutes pour la finition. L'angle d'inclinaison est de 35 à 40° par rapport au plan horizontal du plateau, cette marge de 5° permettant d'assurer l'appui nécessaire à l'usinage. L'effort résultant est ainsi en moyenne de 7 mN. Nous remarquerons cependant qu'au cours de l'usinage, l'angle, et donc la force évoluent. Il en résulte une forme qui s'apparente à un cône, dont l'angle au sommet augmente progressivement. La pointe obtenue s'inscrit donc à l'intérieur d'un cône comme le montre la figure 21.

La forme réalisée est un cône relativement court de 150 à 200 μm . Une valeur de 100 μm correspond à un usinage avec un angle de 35° et une valeur de 200 μm à un usinage avec un angle de 30°. Dans tous les cas, ce cône sera diminué de sa longueur lors de la deuxième phase de polissage. Nous obtiendrons des cônes respectivement de 100 à 150 μm .

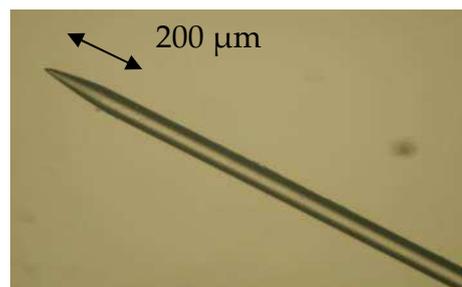


Figure 21 : Pointe avec un cône de 200 μm

Le demi-angle obtenu est compris entre 25 et 30°. Le fait de connaître cette valeur avec ces paramètres permet ainsi de retenir certaines pointes par rapport à d'autres pour garantir au mieux une certaine similitude d'angle et ainsi d'augmenter la reproductibilité.

Nous obtenons ce type de pointe (figure 22) avec une reproductibilité de 60% à 70%. Environ deux pointes sur trois passent ce critère de sélection : avoir une forme relativement conique et centré avec un apex d'un diamètre proche de 5 µm. Ce qui invalide le plus fréquemment ce critère est le fait que la pointe est légèrement désaxée du à un mauvais centrage lors du serrage dans le mandrin.

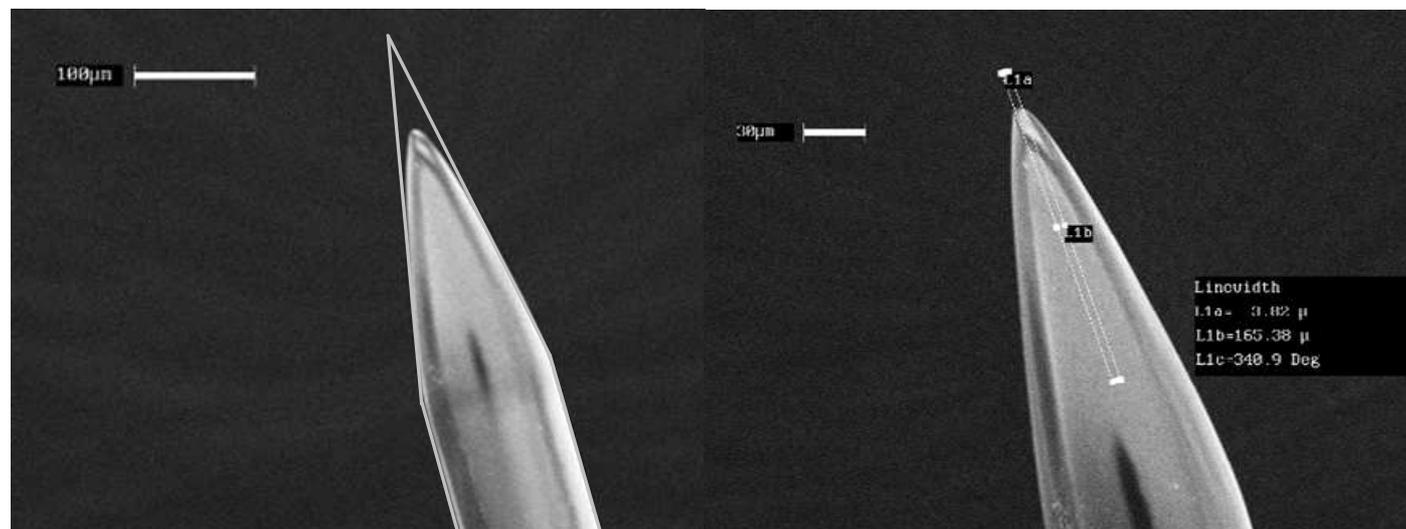


Figure 22 : A gauche, fibre avec un cône de 150 µm et à droite un zoom sur l'apex.

Une fois ce critère appliqué, nous obtenons une reproductibilité de 75% pour les pointes ayant un rayon de courbure inférieur ou égal à 5 µm.

Avec ce type de polisseuse, nous observons toutefois qu'il ne sera pas possible d'atteindre une finesse d'apex comparable à celle d'une machine de précision. Pour réduire l'apex à un rayon de courbure inférieur ou égal au micron, il est nécessaire de disposer d'une seconde polisseuse.

2.4. Finition par polissage de précision

Pour obtenir des pointes aussi proches que possible des pointes réalisées par étirage ou attaque chimique, il est indispensable de retoucher les pointes avec une polisseuse de finition.



Le modèle utilisé est identique à celui utilisé par [69] en 2000. Il s'agit d'une BV 10 (micropipette beveler) de la marque SUTTER, disponible au département d'optique de l'Institut FEMTO-ST.

Sur cette polisseuse, l'entraînement d'un plateau de faible diamètre (diamètre = 80 mm) se fait par friction sur un film liquide d'huile.

Au dessus du plateau, nous utilisons toutefois le même montage de maintien des fibres en rotation que pour le polissage d'ébauche.

Par contre, quelques paramètres sont différents par rapport au premier type de polissage. La vitesse de rotation est fixe (10 tr.min⁻¹) et la force d'appui n'a plus aucun rôle. Sachant que seule la partie terminale de la pointe doit être affinée, le contact se fait manuellement, sous contrôle visuel, à l'aide d'une loupe binoculaire. Le point de contact se fait pour un rayon de 2 cm. La vitesse réelle est donc de 0,2 m.s⁻¹.

2.4.1. Finition des fibres obtenues par polissage

Dans le tableau (figure 23), nous décrivons l'évolution de l'apex. On observe nettement la formation d'un cône terminal d'angle plus ouvert (65 °± 5°). La précision de l'opération permet de réduire le rayon de courbure à une valeur moyenne de l'ordre du micron.

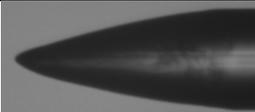
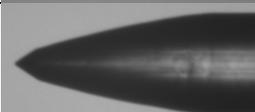
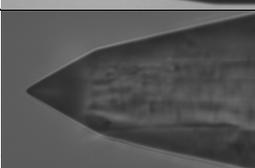
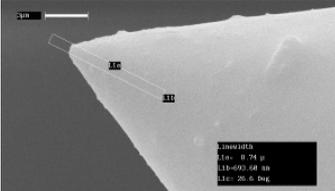
Pointe polie avec la polisseuse Lamplan Rayon de courbure de l'apex d'environ 4 µm	
Pointe après finition	
Zoom sur l'apex	
Rayon de l'apex (MEB) d'environ 700 nm	

Figure 23 : Evolution de l'apex après la deuxième phase de polissage.

2.4.2. Finition de fibres étirées

L'alternative proposée initialement par [69] consiste à retoucher les fibres obtenues par étirage. Cette approche est intéressante car d'une façon générale, les fibres étirées sont beaucoup plus effilées, ce qui réduit positivement leur conductance thermique donc peut améliorer son comportement thermique au contact d'une surface. Cette géométrie particulière apparaît sur les clichés ci-dessous, avec deux cônes d'angles très différents (15°± 5° et 40°± 5°).

Ce type de retouche permet de retirer la partie terminale très fragile et souvent déformée, cette opération étant usuellement obtenue au moyen de l'attaque HF.

Nous détaillons dans les deux tableaux (figure 24 et 25) les deux types de fibres le plus couramment réalisés et qu'il est donc possible de retoucher.

Le premier type correspond à des fibres très effilées (angle moyen de 15 à 20°) tandis que le deuxième est du type obus pour lequel l'angle terminal varie entre 40 et 45°.

Premier type :

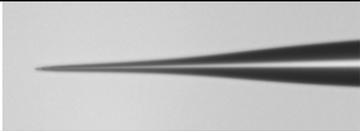
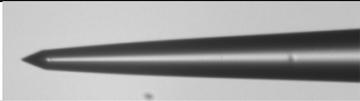
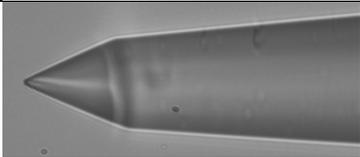
Fibre étirée avec un rayon de courbure faible Angle au sommet : $15^\circ \pm 5^\circ$	
Cône tronqué pour obtenir un angle de $55^\circ \pm 5^\circ$ avec une vitesse de 20 tr/min pendant 10 min.	
Rayon de courbure de l'apex d'environ $1 \mu\text{m}$	

Figure 24 : Polissage de fibre étirée type 1.

Deuxième type :

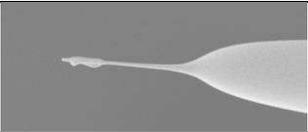
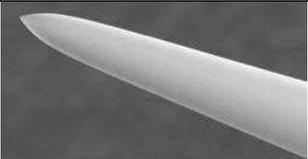
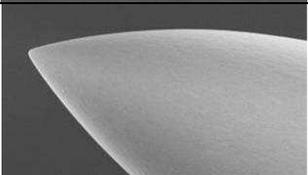
Fibre étirée avec un profil en obus	
Profil après retouche avec une vitesse de $20 \text{ tr} \cdot \text{min}^{-1}$ pendant 10 min.	
Rayon de courbure à l'apex d'environ $1 \mu\text{m}$ Angle obtenu : $60^\circ \pm 5^\circ$	

Figure 25 : Polissage de fibre étirée type 2.

Sur l'agrandissement ci dessus, on note également les stries du polissage du disque d'abrasion en SiC (grain $2400=4000 \text{ mailles} \cdot \text{pouce}^{-2}$). Or, compte tenu de nos applications uniquement thermiques, un poli « miroir » n'est pas nécessaire. Les dépôts en couches minces ultérieurs ne poseront pas de problème et suivront le profil de la pointe.

3. Fibres optiques en plastique

Apparue après les fibres optiques en silice, Dupont de Nemours fut à l'origine de la Fibre Optique Plastique (F.O.P.) dans les années 60. Son développement se poursuit dans les années 70 avec les japonais qui améliorent ses performances tandis que les français développent la fibre PS principalement scintillante. Actuellement, Mitsubishi, Toray et Asahi sont les maîtres dans la FOP scintillante tandis que les français développent la FOP à gradient d'indice.

La fibre Optique Luxeri est constituée d'un cœur (PolyMéthyle de MéthAcrylate, PMMA), de forme cylindrique d'indice de réfraction n_1 (1,49) et d'une gaine optique (polymères fluorés) d'un indice n_2 (1,35 à 1,39) plus faible.

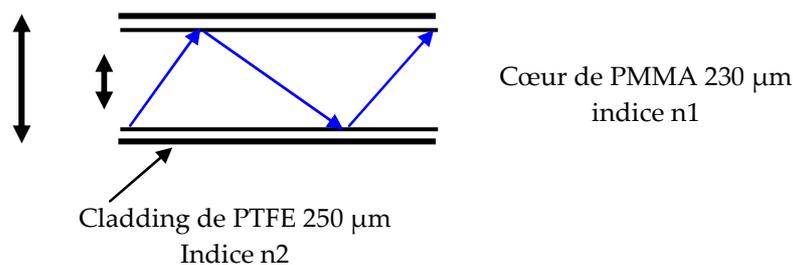


Figure 26 : Propagation dans une fibre optique plastique

Elle ne possède pas de cœur et la propagation se fait directement au sein du PMMA (figure 26) par différence d'indice optique avec la gaine externe en poly-tétra-fluoro-éthylène (PTFE d'indice plus faible). La fibre plastique est notamment transparente pour des longueurs d'onde différentes de celles de la fibre optique classique, et elle est plus facile à connecter qu'une fibre silice.

Cette fibre optique est enfin intéressante car sa conductivité thermique est plus faible que la silice ($1,4 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour la Silice et $0,2 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour le PMMA des fibres plastiques - [73]) ce qui en fait une bonne candidate pour sonde thermique locale.

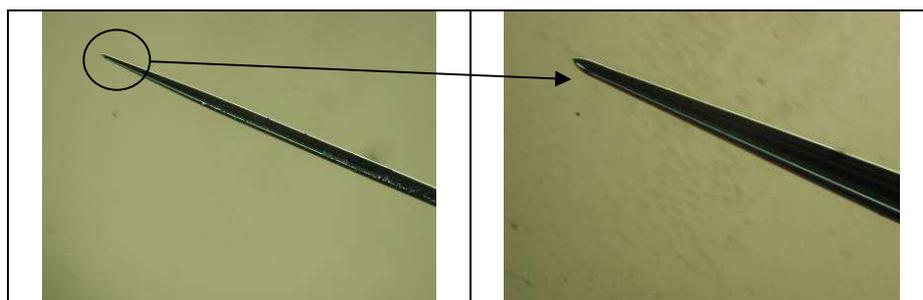


Figure 27 : Fibre plastique attaquée chimiquement avec un apex de 1 µm.

Le principal constituant de la fibre étant un polymère de type polyméthyle-méthacrylate (PMMA), il peut être attaqué chimiquement par un simple dissolvant tel que l'acétone qui va ronger progressivement la fibre pour lui donner sa forme de pointe (figure 27). L'usinage chimique de ces fibres peut se faire en deux temps :

- Soit à l'aide d'un montage (figure 28) réalisant des aller et retour, la fibre vient plonger dans la solution d'acétone pendant environ 30 minutes.

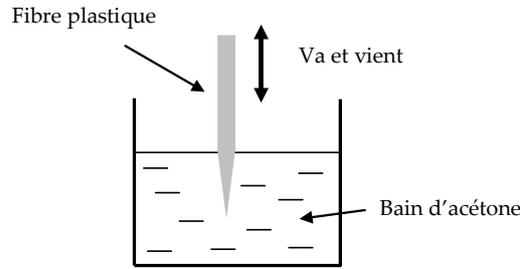


Figure 28 : Attaque chimique des fibres plastiques

- Soit la fibre est directement plongée dans le bain d'acétone, éventuellement en complément de l'étape 1 ; le cône ainsi formé est plus court.

Nous obtenons le résultat de ces deux méthodes d'attaque dans le tableau figure 29.

<p>Fibre attaquée selon la première méthode : Pointe 1 très effilée et trop fragile</p>	<p>Fibre directement plongée et attaquée jusqu'à la rupture : Pointe 2 plus courte</p>	<p>Zoom sur l'Apex de la pointe 2 Taille de l'Apex d'environ 800 nm</p>

Figure 29 : Fibre optique plastique attaquée chimiquement

4. Réalisation du cantilever

4.1. Microlevier sur fibre optique silice

Afin de pouvoir utiliser cette sonde sur les microscopes de type AFM, il est intéressant de réaliser un bras avec la pointe, une fois celle-ci usinée. [74] en 1993 obtint des thermocouples d'un diamètre de 15µm à l'apex et commença à plier ces fils de thermocouples en forme de cantilever. Plus tard, [38] réalisa d'autres cantilevers au moyen des technologies silicium mais comportant cette fois-ci des structures porteuses. Ces bras souples utilisables n'ont pas une forme favorable au mode thermique. En effet la hauteur du bras excède rarement les 10µm. Le bras devient alors un élément perturbateur pour la mesure compte tenu de sa propre conductivité thermique.

La sonde résistive de [27] est également formée en cantilever, de la même que [74] et Thierry l'ont fait avec des thermocouples bifilaires (figure 30). Ce dernier réussit à former en « V » des cantilevers avec des thermocouples de type S de 1,3 µm.

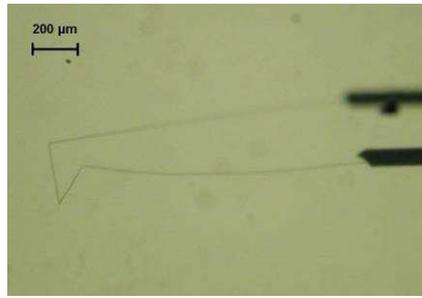


Figure 30 : Thermocouple de type S de diamètre 1,3 μm, formé en cantilever.

D'une façon générale, le fait d'avoir une sonde de forme cantilever rend plus facile l'approche d'un échantillon et la maîtrise du contact peut être effectuée par détection interférométrique ou optique en plaçant un miroir sur la partie supérieure des bras.

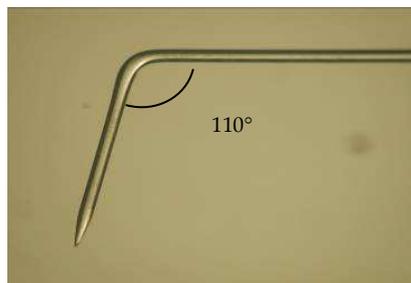


Figure 31 : Pointe polie puis pliée en microlevier

La réalisation pratique passe par l'usage d'un micro chalumeau. Après avoir déposé la pointe sur une plaque rainurée à la dimension de la fibre; nous la laissons dépasser de la longueur souhaitée. L'extrémité de cette plaque est usinée avec un angle de 110° (figure 31) pour favoriser la reproductibilité des microleviers.

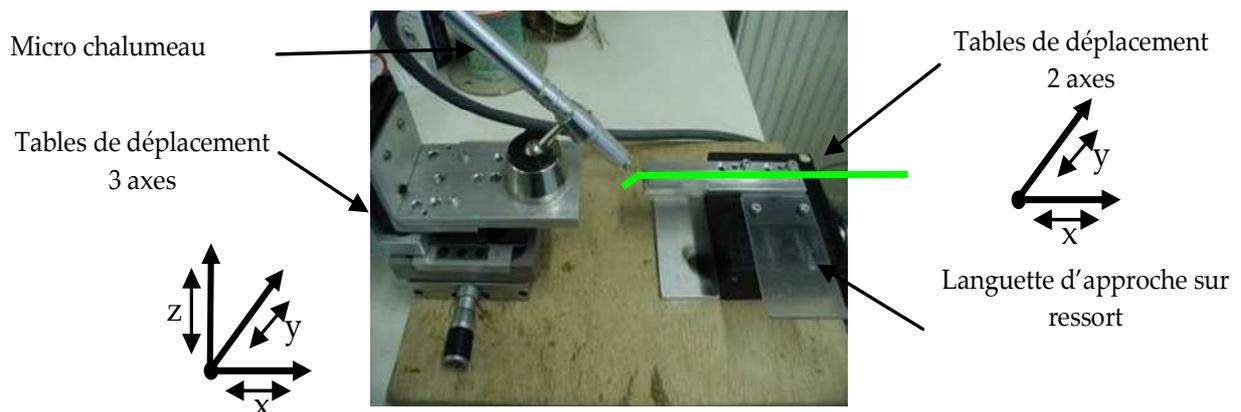


Figure 32 : Photo du montage de mise en forme du microlevier.

Le chalumeau et la fibre à plier en microlevier sont tous les deux montés sur des tables de déplacement. Le chalumeau peut être déplacé également en rotation sur son support, tandis que la fibre ne se déplace qu'en x et y. L'approche de la fibre se fait manuellement, au moyen de la languette (figure 32). La position de la fibre sous la flamme est fixée par la mise en butée du système de déplacement (glissière). Seul le temps de chauffe dépend de l'opérateur, il est de

l'ordre de la demi-seconde. La longueur du levier réalisée varie ainsi de 3 à 5 mm, distance nécessaire pour éviter que la chaleur n'ait le temps de diffuser jusqu'à l'apex, risquant ainsi de le déformer.

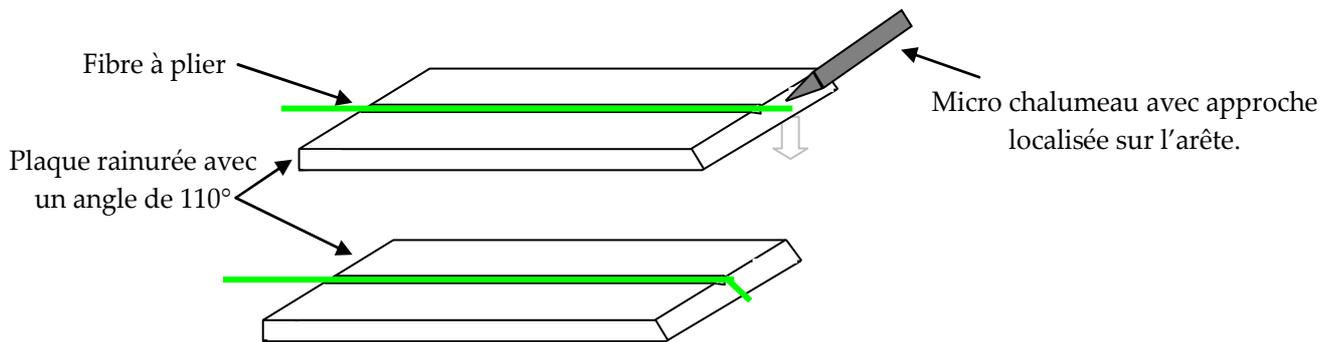


Figure 33 : Principe du microlevier créé par micro chalumeau

Après ce cintrage, aucune déperdition notable de flux lumineux dans le coude n'est observée, comme le montre la figure 34. Nous verrons cependant dans le chapitre 5 qu'une fraction importante de la puissance injectée est ainsi perdue.

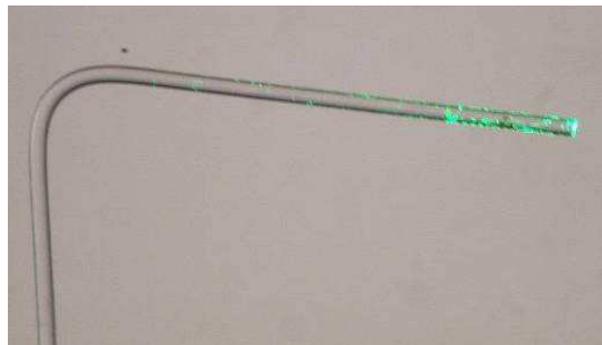


Figure 34 : Transmission visible d'un faisceau laser à 532 nm après cintrage.

4.2. Microlevier sur fibre optique plastique

De la même façon que pour les fibres optiques, avec les fibres plastiques des microleviers sont réalisables mais il faut procéder autrement car une fibre plastique ne supporte pas les températures au-delà de 85°C.



Figure 35 : Pointe cintrée d'une fibre en polymère (PMMA).

Ici, on utilise un fil d'Inconel ou de Platine que l'on chauffe électriquement. Alimenté en courant continu (de 5 à 30V) il transmet sans contact un flux de chaleur permettant d'atteindre une température suffisante pour que le plastique se déforme (transition vitreuse).

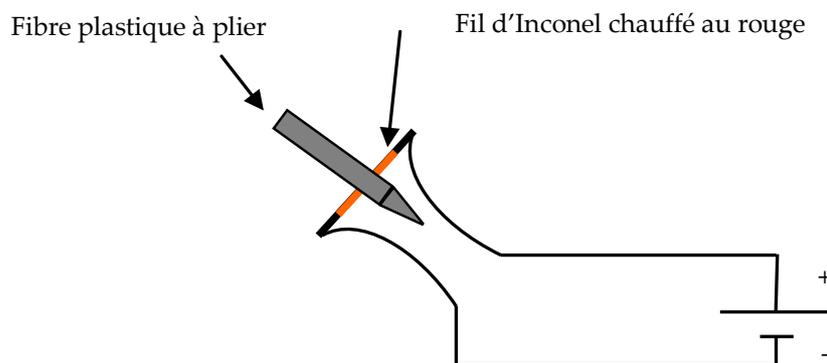


Figure 36 : Principe du fil chaud d'Inconel pour plier les fibres plastiques.

Notons qu'une fois la forme de microlevier réalisée, il reste possible de plonger à nouveau la fibre dans le bain d'acétone pour affiner l'apex.

Conclusion

Cette première partie a permis de détailler l'élaboration de la pointe qui est le fondement de la sonde réalisée. Cette étape a toute son importance car elle définit l'ensemble des caractéristiques de la sonde quant à son utilisation et permettra également de définir la taille de la jonction localisée.

PARTIE II

CHOIX DES MATERIAUX POUR LA REALISATION DE LA SONDE



Figure 37 : Sonde thermocouple sur fibres optiques.

Ce chapitre précise les matériaux utilisés pour les différentes couches conductrices et de diélectriques. Il précise également les différentes étapes de la réalisation de la sonde depuis le polissage jusqu'à l'obtention de la jonction thermoélectrique.

Introduction

La sonde conçue sur la fibre optique est constituée de deux couches conductrices séparées par une couche diélectrique exceptée sur l'extrémité, assurant ainsi la jonction thermoélectrique locale. La recherche de matériaux concerne d'une part la couche isolante électriquement, et d'autre part les métaux les plus appropriés pour former une jonction thermoélectrique. Nous nous intéresserons tout d'abord à l'étude des couches isolantes et métalliques avant de poursuivre sur la réalisation étape par étape de la sonde.

5. Les techniques de dépôt de matériaux en couches

Dans le chapitre 1, nous avons décrit l'ensemble des techniques permettant de fabriquer une sonde thermoélectrique locale. Si les métaux utilisés sont toujours indiqués, puisqu'ils déterminent la réponse du capteur, peu d'indications sont données concernant la couche diélectrique. Plusieurs techniques de réalisation étant envisagées, il est intéressant de décrire celles qui nous semblent abordables dans ce travail.

5.1. Dépôt par évaporation

Cette technique, bien maîtrisée depuis les années soixante, consiste à exploiter la possibilité de vaporiser un matériau solide (conducteur ou isolant) placé dans une enceinte sous vide. Placé dans un creuset, le matériau est chauffé soit par une résistance chauffante, soit par un canon à électrons jusqu'à ce que sa température soit suffisante pour qu'un nuage gazeux s'en dégage. Ensuite, dès lors qu'il rencontre une surface plus froide, ce nuage se dépose à une vitesse pouvant être calibrée. L'épaisseur souhaitée, typiquement jusqu'à quelques centaines de nanomètres, ne dépend donc que du temps de déposition. Les matériaux sont aussi bien des isolants (SiO_2 , Si_3N_4 ...) que des métaux (Au, Pt, Pd, W, Al, Cr, Ni, ...)([75]). Par contre, il n'est possible de déposer que des corps purs, car il n'est pas simple de garantir les proportions de constituants multiples dans le cas d'alliages.

Les dépôts métalliques sont bien maîtrisés sous toutes leurs formes, notamment le dépôt de chrome et la littérature est assez riche en ce domaine [76], ou [75].

En se référant au chapitre 1 où l'on détaillait les différentes sondes, notons que ces dépôts métalliques furent dans les premiers utilisés pour réaliser tout type de couche comme dans les travaux de Wickramasinghe et [1]. Grâce au volume disponible dans les enceintes d'évaporateur, il est possible d'installer le dispositif de maintien et de mise en rotation des pointes. Celui-ci permet de déposer le matériau de façon homogène sur toute la circonférence des pointes.

Par ailleurs, il était assez facile, mais très empirique, de modifier l'inclinaison des pointes d'une couche à l'autre pour obtenir un effet de masquage (figure 38).

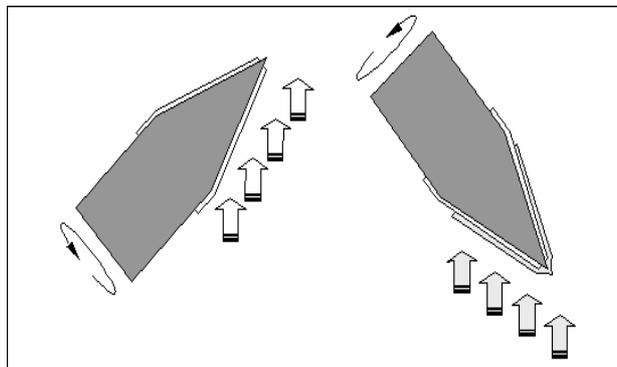


Figure 38 : Dépôt par évaporation d'un diélectrique puis de la couche métallique sur une pointe de type STM

Cette approche fut choisie, dans les travaux de [77], sans toutefois recourir au masquage qui ne permet pas de localiser parfaitement la jonction sur l'apex. Toute la pointe était recouverte et son dégagement, précédant le dépôt de la dernière couche métallique, était effectué par gravure sèche au moyen d'un faisceau d'ions focalisé (FIB).

5.2. Dépôt par pulvérisation

Cette technique nécessite également une enceinte sous vide dans laquelle on va provoquer un flux de matière sous l'effet conjugué de l'énergie cinétique du plasma d'ions accélérés vers la cible et du champ électrique appliqué qui tend à diriger le matériau ainsi arraché vers le substrat ([78]). Cette technique ne convient pas si l'échantillon n'est pas plat ([79]).

5.3. Dépôt par trempage (dip-coating)

Le dépôt par dip-coating, quant à lui, est un dépôt plus simple à mettre en œuvre. En effet, sa traduction littérale décrit bien le phénomène qui consiste à plonger l'échantillon dans la solution désirée (figure 39), pour le recouvrir par simple adhérence à froid.

Ce type de dépôt concerne les matériaux en phase liquide à pression atmosphérique, y compris les diélectriques, qui se solidifient ensuite par évaporation du solvant qu'ils contiennent ou qui polymérisent à température ambiante ou au cours d'une cuisson.

La viscosité de la solution, sa vitesse de retrait du bain, le matériau récepteur, ainsi que sa géométrie, déterminent de façon empirique l'épaisseur de la couche. Il est donc théoriquement possible de former un film dont l'épaisseur est comprise entre quelques centaines de nanomètres à plusieurs microns.

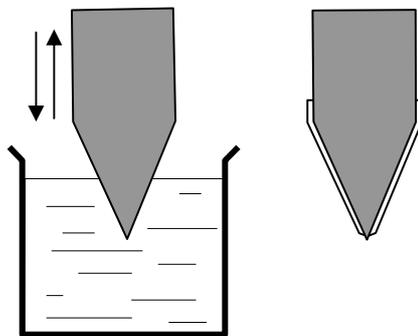


Figure 39 : Dépôt par trempage (*dip-coating*)

Peu de résultats ont été publiés sur cette méthode, seuls [42] et [43] semblent avoir réussi à maîtriser la reproductibilité de leurs dépôts sur des pointes métalliques.

Les travaux de [80] ont mis en évidence les paramètres importants pour ce type de technique (en la comparant à du *spin-coating* par exemple). D'autres travaux ont décrit plus particulièrement les moyens de contrôler l'épaisseur des films sur des échantillons plans ([81] et [82]). Enfin, l'étude de [83] montre l'importance de l'effet de l'évaporation du solvant lors du séchage, en fonction de l'inclinaison de l'échantillon et de la température ambiante. Ces auteurs décrivent plus précisément les effets majeurs permettant l'évaporation, notamment la forme géométrique et la concentration de la solution, paramètres influant sur le retrait et l'épaisseur du ménisque.

5.4. Dépôt par centrifugation (*spin-coating*)

Cette technique consiste à déposer le produit en phase liquide par centrifugation (figure 40) sur un dispositif rotatif appelé tournette. Une goutte de produit est donc déposée au centre du plateau tournant. L'étalement de la couche est ainsi très uniforme ([61], [84]). Les paramètres clés sont la viscosité du produit, la vitesse de rotation du plateau ainsi que le temps d'exécution. L'épaisseur des couches obtenues peut varier également dans une large gamme de 0 à 10000 $\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$.



Figure 40 : Principe du *spin-coating*

Tout comme le *dip-coating*, le séchage ou la cuisson peuvent être nécessaires. Cette technique est surtout utilisée pour étaler les résines sur tous les substrats plans tels que les « wafers » en silicium. Elle est aussi appliquée au dépôt des sol-gel dont nous reparlerons plus loin ([85], [86]).

5.5. Autres techniques

Sans détailler toutes les techniques ayant vu le jour, citons quelques techniques dérivées de l'évaporation :

- les dépôts chimiques en phase vapeur en présence de plasma (PECVD – Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition - [87]). Cela consiste à déposer à partir d'un gaz ionisé (plasma sur un substrat un métal de façon identique à la pulvérisation. Le plasma est généré par des radiofréquences ou une charge continue alimentant deux électrodes entre lesquelles circulent le gaz à ioniser
- les dépôts chimiques en phase vapeur basse pression (LPCVD – Low-Pressure Chemical Vapor Deposition). Cette technique consiste à travailler à basse pression et haute température pour permettre au gaz en phase vapeur de se déposer sur l'échantillon sans réactions intermédiaires dues à la pression.
- les dépôts par Décharge Luminescente à Pression Atmosphérique – (DPLA -[88]). Cette technique consiste à placer un substrat entre deux électrodes alimentées en très haute tension à basse fréquence. Lors du fonctionnement, un gaz est injecté entre ces deux électrodes et la décharge au travers de ce gaz provoque le dépôt sur le substrat.

[64] a montré les avantages et les façons d'utiliser ces dépôts que nous définirons comme chimiques en les comparant par exemple à la technique de spin-coating. Il précise notamment les influences que peuvent avoir les effets thermodynamiques sur la formation des composés ou bien les principes de sélection et les propriétés physiques des composants de base. Il met également l'accent sur la nature des précurseurs faisant réagir les diverses solutions et ouvre la voie aux nouveaux matériaux comme le strontium, le barium en pleine expansion, ...

Mentionnons enfin :

- le Rapid Quenching pour déposer des couches épaisses([89]). Cette technique est dérivée de la métallurgie et est largement utilisée pour obtenir des films épais de métal amorphe. Dans un tube chauffé à haute température est placée une poudre, que l'on porte à ébullition. Il se forme ainsi des gouttes, tombant par gravité. Elles sont récupérées entre deux rouleaux qui les compriment et les mettent de manière à obtenir des épaisseurs d'une vingtaine de microns.
- la Stéréolithographie (par rayons X ou laser). Elle permet de réaliser directement des prototypes à partir de modèles numérisés. La technique consiste à superposer différentes couches polymérisées sous l'effet de la lumière et de la chaleur pour former progressivement le modèle voulu.
- l'électroformage pour mettre du métal de protection comme le chrome ([90] ou [91]) ou bien des alliages ([76]). Le procédé consiste à déposer par électrolyse un métal pour élaborer une pièce préalablement reproduite sur un support, ou encore à recouvrir un matériau d'une couche protectrice.

Nous en resterons là pour les techniques de dépôts, sans citer toutes les méthodes utilisées en microélectronique pour graver par exemple des contacts ohmiques ou élaborer des microsystèmes (gravures par voie sèche ou humide, profonde ou non).

L'intérêt, dans ce qui suit, va se porter plus particulièrement sur les dépôts de diélectriques que nous avons utilisés ou envisagés pour l'élaboration de la sonde.

6. Les dépôts de diélectriques

Dans cette partie, nous présentons d'une façon systématique les différents matériaux utilisables pour former la couche isolante séparant les deux métaux. Les caractéristiques diélectriques de cette couche doivent donc être suffisantes pour éviter le moindre contact ohmique entre les deux métaux avant leur zone de jonction en extrémité. Par ailleurs, la difficulté du process provient non pas du dépôt lui-même, mais de la nécessité de ne pas le déposer, voire de le supprimer à l'endroit où la jonction bi-métallique doit être obtenue.

Nous avons vu qu'en évaporation sous vide, l'effet d'inclinaison des pointes pouvait permettre de façon empirique de limiter la zone dépôt en évitant l'apex par effet d'ombrage. Pour localiser précisément la jonction, Thiery a utilisé une technique de gravure localisée par faisceau d'ions (FIB), la pointe ayant été, au préalable, totalement recouverte du diélectrique (silice). Afin de s'affranchir de cette technique unitaire et difficilement reproductible, le choix s'est porté sur une troisième technique, moins complexe mais encore quelque peu empirique. Elle s'appuie sur l'effet de la tension superficielle à la pointe qui provoque le dégagement de toute l'extrémité de façon spontanée.

6.1. Dépôt de Silice

La silice est sûrement l'un des matériaux diélectriques les plus utilisés en microélectronique. Toutefois, les oxynitrides sont de plus en plus répandus, du fait de caractéristiques spécifiques comme la résistance à la corrosion ou leurs propriétés diélectriques ou thermiques plus intéressantes. L'avantage de la silice est qu'elle peut se déposer de plusieurs façons car elle peut être synthétisée par des moyens variés, notamment à partir de solutions contenant des précurseurs polymérisables, ou plus simplement associés à des solvants.

Parmi les produits que nous avons pu tester, il existe des silices (à base de silicone) sous forme de résines durcissables à différentes températures de recuit. Elles sont développées par la société Cotronics. Après de nombreux essais, nous avons opté pour la gamme Duraseal[®] dans laquelle on trouve différentes résines dont la viscosité est suffisamment faible pour être appliquée simplement au pinceau. Le Duraseal[®] de son nom méthylphenylsiloxane fait partie de la famille chimique des polysiloxane. Plus spécifiquement, le Duraseal[®] utilisé est le 1529. Selon la qualité du dépôt à obtenir, le cycle de recuits et les paliers de températures sont variables et doivent être optimisés par des essais.

Après cuisson, il peut tenir jusqu'à 380°C et se retire de l'apex de la pointe par les effets dus aux tensions superficielles de surface lors de l'évaporation notamment du solvant.

Au-delà de cette température de 380°C – 400°C, le point de fusion de la matière première est atteint. La cuisson se fait en deux étapes, la première permet à 121°C d'évacuer les solvants, et la deuxième permet à 232°C la transformation physico-chimique complète en siloxane. Cette étape est absolument nécessaire pour obtenir les caractéristiques voulues pour ce matériau (figure 41).

Duraseal®	Base	T° maxi d'usage	Utilisation continue	Tension de claquage	Consistance	Couleur	Cuisson
1529	Silicone	450°	380°	11 kV.mm ⁻¹	Liquide	Clair	232°C
Résistance	Excellente à l'humidité, bonne aux solvants et bonne du point de vue chimique.						

Figure 41 : Caractéristiques résumées de la silice « Duraseal® ».

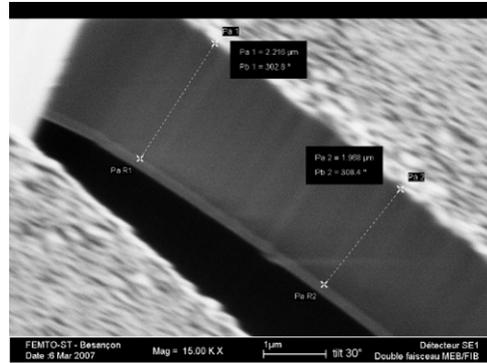


Figure 42 : Résine de silice « Duraseal® » déposée par trempage sur une pointe métallique. Epaisseur mesurée : 1,8 à 2,5 µm

Utilisée pur, le Duraseal® donne des épaisseurs variables typiquement de 2 µm à 5 µm sur des fibres optiques de 125 µm de diamètre (figure 42). Nous avons procédé à une série de tests en dilution avec des pourcentages variant de 10% à 60% (figure 43). Ce produit étant commercial, l'information de la viscosité n'a pas pu être obtenue mais nous pouvons constater que la viscosité était plus grande au départ. La dilution se fait avec un diluant fourni par Final Matériaux, à base principalement de polysiloxane. Une décomposition à l'XPS nous permettrait d'obtenir plus d'informations.

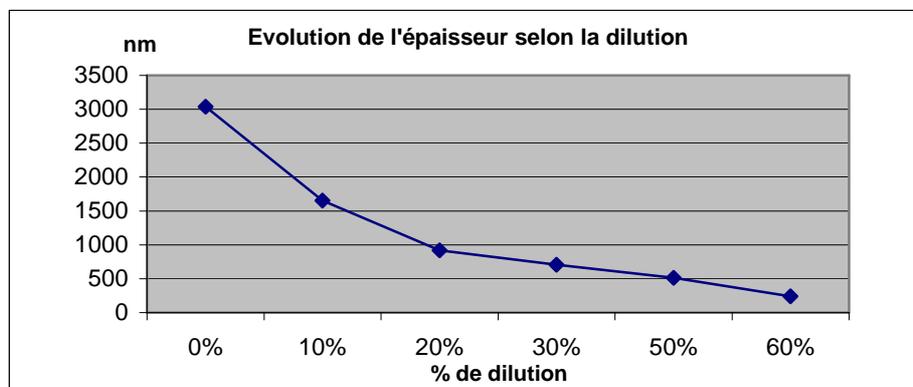


Figure 43 : Evolution de l'épaisseur selon la dilution du Duraseal® déposé sur des fibres de silice de diamètre 125µm

Pour une surface non plane, nous ne pouvons pas dépasser des dilutions de plus de 10% afin la pointe ne soit pas dégagée sur toute la longueur de son cône et même sur une partie de la fibre elle-même.

Après observation, il s'avère finalement que le Duraseal® se dégage en grande partie sur le cône (figure 44). Afin de palier à ce problème, il convient de tremper deux fois de suite la pointe dans le Duraseal® en attendant quelques secondes entre les deux trempages, permettant ainsi le début de l'évaporation des solvants.

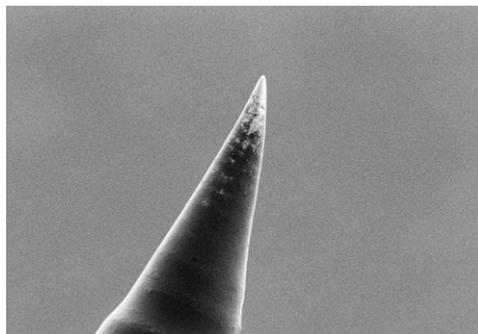


Figure 44 : Apex dégagé sur une pointe métallique de $125\mu\text{m}$.

Pour observer réellement le dépôt effectué sur la pointe, il convient de couper l'extrémité au FIB (figure 45).

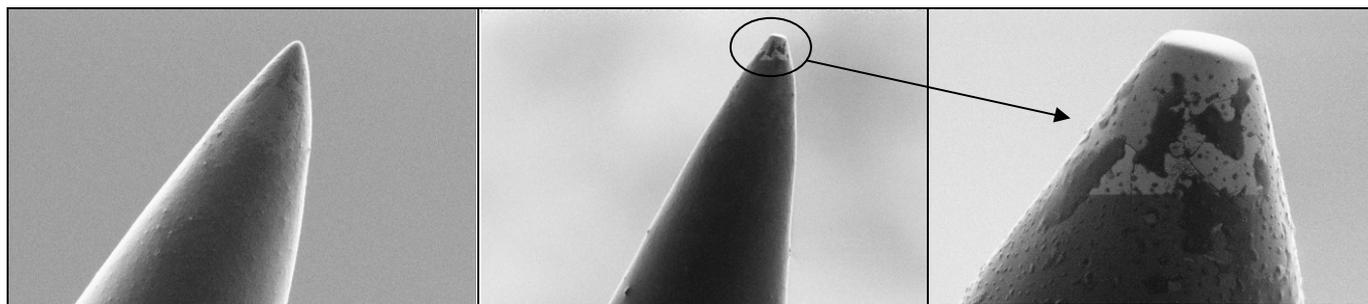


Figure 45 : Photos de cônes avant et après 2 trempages et coupe au FIB.

6.2. Dépôt sol-gel de TEOS

Le procédé sol-gel permet de fabriquer un polymère inorganique par des réactions physico-chimiques simples et à une température proche de la température ambiante (20 à 150 °C). La synthèse est effectuée à partir d'alkoxydes de formule $\text{M}(\text{OR})_n$ où M est un métal (ou le silicium) et R un groupement organique alkyle $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$.

Un des intérêts de ce procédé est que les précurseurs existent pour un grand nombre de métaux et de non-métaux. Ils sont liquides ou solides, et dans ce cas ils sont, pour la plupart, solubles dans des solvants usuels. Il est donc possible de préparer des mélanges homogènes de monomères (précurseurs) ou oligomères qu'il est possible de déposer par trempage ou centrifugation (spin-coating). Les réactions chimiques simples à la base du procédé sont déclenchées lorsque les précurseurs sont mis en présence d'eau : l'hydrolyse des groupements alkoxy intervient tout d'abord, puis, la condensation des produits hydrolysés conduit à la gélification du système.

Un des matériaux modèles dans les sol-gel est le Tétraéthoxysilane $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ appelé TEOS. Sans entrer dans le détail du procédé, nous noterons que ces réactions nécessitent plusieurs phases de préparation ([92]) dont dépend le résultat souhaité. Suivant l'application désirée, nécessitant par exemple l'obtention des caractéristiques optiques particulières ([93]), les auteurs indiquent des préparations très variables dans les proportions. Les travaux de [94], [95], [96], [97], [98]). Et [99], rassemblent notamment différentes techniques de réalisation de nanostructures et précisent que les sol-gel de TEOS sont également utilisés dans la création de nanotubes, qui sont principalement des structures réalisées sur quelques centaines de nanomètres. Enfin, [100] a réalisé des pointes SPM à base de sol-gel, afin d'obtenir des fibres

avec un apex moyen de 50 nm avec des propriétés d'absorption différentes et propres au sol-gel préparé.

Le TEOS préparé par L. Simonin est en fait un MTEOS à base de silane combiné à un alcool, d'une chaîne carbonée et de l'eau pour la dilution. Il donne une réaction de TEOS relativement stable sur une demi-journée, temps suffisant pour l'utilisation du produit. Dans le cas de l'étude, nous avons déposé le TEOS par dip-coating directement sur les pointes mais il s'est avéré que les couches créées étaient trop épaisses et finissaient toujours par se rompre lors de la cuisson nécessaire pour évacuer les solvants (2 heures à 100°C - figure 46).

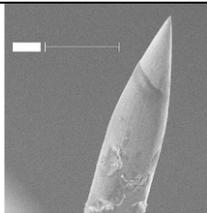
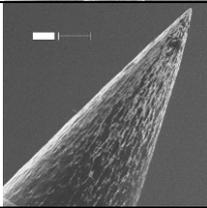
<p>Pointe métallique avec l'apex dégagé sur une distance de 80 à 100 µm. Nous observons très nettement la limite du dépôt TEOS</p>	
<p>En zoomant sur le cône, on peut remarquer que l'on observe des traces de TEOS.</p>	
<p>La limite entre la couche uniforme de TEOS et la pointe est bien observable.</p>	
<p>Plus loin, en amont de la pointe, le TEOS forme des écailles qui se décollent sous l'effet des contraintes générées à la cuisson.</p>	
<p>L'épaisseur de la couche atteint quelques microns alors qu'usuellement le TEOS se dépose en couches nanométriques. Le TEOS ainsi préparé n'adhère pas sur les rayons de courbure et se fracture lors de la cuisson.</p>	

Figure 46 : Couches de TEOS déposées sur pointes métalliques

6.3. Dépôt de polytétrafluoroéthylène (PTFE)

Le polytétrafluoroéthylène résulte de la polymérisation (figure 47) de plusieurs molécules de tétrafluoroéthylène selon la formule suivante :

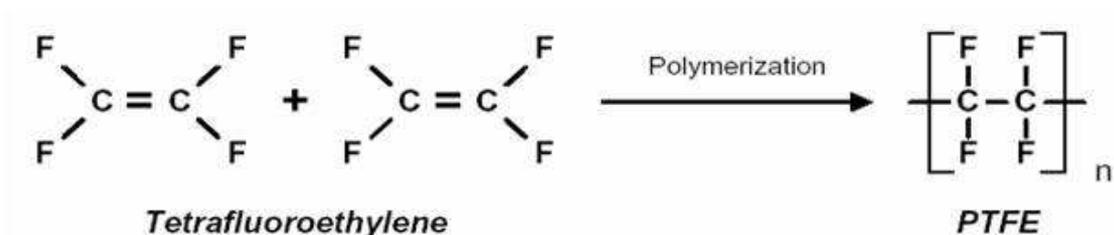


Figure 47 : Polymérisation du Tetrafluoroéthylène.

C'est un polymère fluoré, peu adhérent, facilement déformable, semi-cristallin, semi-opaque et blanc. Utilisé dans les applications nécessitant un revêtement non adhésif, il a une assez bonne tenue en température jusqu'à 327°C. Il peut être déposé par différentes voies et notamment par trempage. Il présente une remarquable résistance à la plupart des produits chimiques et un coefficient de friction très bas. Il est un des meilleurs diélectriques de la gamme des plastiques, avec une valeur de plus de $2 \text{ kV}\cdot\text{mm}^{-1}$; et s'avère avoir un allongement souple de 40% de sa longueur. Au-delà, il casse brutalement du fait de son module d'Young de 0,5 à 2 GPa.

6.3.1. PTFE Sigma Aldrich

Sigma Aldrich, distributeur de divers produits chimiques, propose un PTFE à l'état massif. Pour être utilisé sous forme liquide, il doit être réduit en poudre et mélangé à un solvant. Ceux dont nous disposons sont le tétrahydrofurane (THF) et le méthyléthylcétone (MEC).

Nous avons constaté qu'au delà de 50% de dilution (proportion massique PTFE-solvant), la couche déposée se disloque et forme des îlots inhomogènes. En dessous de 50 %, l'épaisseur de la couche est supérieure à $4 \mu\text{m}$. Il s'agit donc d'un problème délicat à traiter puisque la solution utilisée est un mélange constitué d'un solvant dans lequel des agrégats de PTFE sont mis en suspension. Ces derniers apparaissent bien sur les clichés de la figure 48.

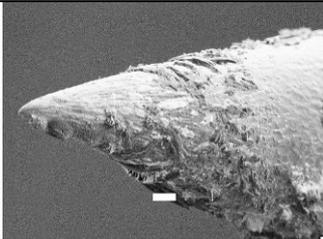
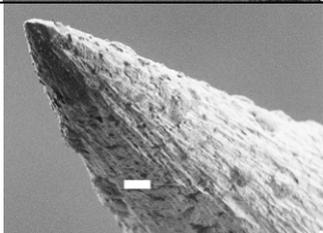
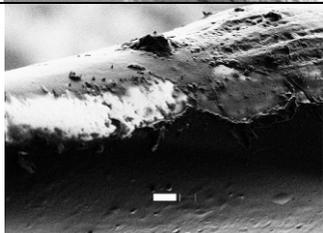
<p>Pointe métallique recouverte de Teflon dilué au MEC.</p>			
<p>La pointe n'est pas recouverte de façon homogène sur tout le cône.</p>			
<p>En amont, le PTFE laisse une couche plus uniforme et moins fissurée que les TEOS le long de la fibre.</p>			

Figure 48 : Teflon déposé sur pointe métallique

Il existe cependant des solutions plus homogènes, dans lesquelles les particules en suspension sont plus petites. C'est le cas du produit commercialisé sous le nom de marque Teflon®.

6.3.2. PTFE Dupont de Nemours (Teflon®)

Le Teflon® est une marque déposée par Dupont de Nemours. Il se présente sous forme d'une solution, prête à l'emploi, qu'il n'est pas recommandé de diluer. Il s'agit toutefois d'une préparation identique à la précédente, sous la forme de particules en suspension dans un solvant.

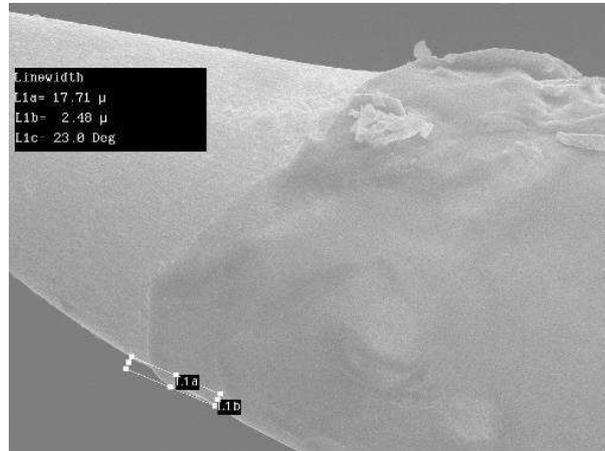


Figure 49 : Mise en évidence de l'épaisseur de Teflon® après polissage de l'extrémité de la pointe.

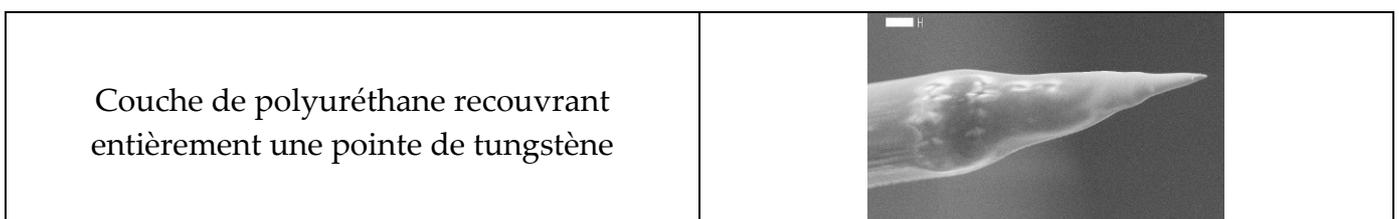
A l'inverse du Teflon® de Sigma Aldrich, il convient d'évaporer au maximum le solvant pour recueillir le maximum de produit utilisable. Les couches, obtenues sur pointes métalliques, sont uniformes sur l'ensemble de la pointe, et on ne constate pas d'effet de retrait sur l'apex. Les épaisseurs dépassent également 4 μm. Du fait de sa faible adhérence, nous avons essayé de polir l'apex afin de le dégager mais cela conduit la plupart du temps à ce qu'une grande quantité de dépôt quitte la pointe sur des longueurs de plus de 100 μm, comme le montre la figure 49. L'épaisseur mesurée en moyenne supérieure à 4 μm n'est pas satisfaisante pour nos applications.

6.4. Les autres produits existants

La recherche bibliographique nous a permis de noter que d'autres produits disponibles en solution avaient déjà été utilisés. Parmi ceux-ci, nous en avons testé quelques-uns :

- le polyuréthane :

Le polyuréthane, polymère très épais, est utilisé pour son excellente étanchéité. Cependant, pour être efficace, il doit être utilisé concentré. Il en résulte qu'après trempage, l'épaisseur des couches réalisées sur fibres est toujours supérieure à 5 μm (figure 50).



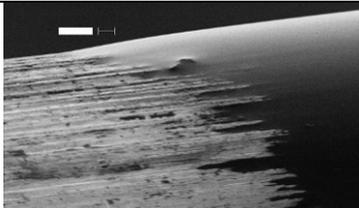
<p>Limite du dépôt de polyuréthane avec une épaisseur de 5 μm sur un fil de 250 μm.</p>	
-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	------------------------------------------------------------------------------------

Figure 50 : Couche de Polyuréthane déposée sur pointe métallique.

- vernis isolant pour bobinage électrique :

Sa consistance très épaisse nécessite une dilution. On retrouve donc les problèmes rencontrés avec le PTFE, soit il adhère de façon uniforme, soit il laisse de gros agrégats en bout de pointe (figure 51).

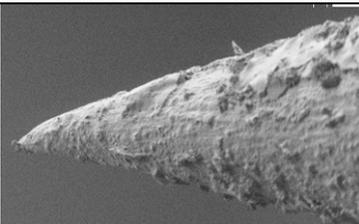
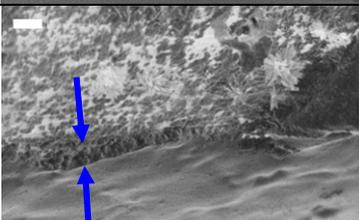
<p>Pointes recouvertes de vernis isolant pour les bobinages électriques.</p>	
<p>Le vernis adhère partout en film très épais de 4 μm minimum.</p>	

Figure 51 : Couche de vernis déposée sur pointe métallique.

- céramique liquide CERASET® brevetée par Kion :

Cette céramique en cours de développement dans des laboratoires américains fut testée mais n'a pas donné de grand succès de tenue sur nos pointes. A base de polysilazane, cette céramique devient solide après une cuisson de 180°C à 200°C. Elle a été exploitée pour des développements de capteurs thermiques par des collègues de laboratoires Suisses ([101]) qui l'ont utilisé sur wafer de silicium pour sa très bonne homogénéité et sa grande résistance aux très hautes températures (>1500°).

Les couches obtenues sont de l'ordre de quelques centaines de nanomètres après spin-coating et cuisson, ce qui est loin d'être notre cas du fait de la mauvaise tenue sur les pointes.

Les possibilités suivantes n'ont pas été testées par nous:

- le polyimide (Kapton) :

Le Kapton est un film de polyimide (polymère à base d'imide) développé par Dupont de Nemours qui peut rester stable dans une plage étendue de température, de -269 °C à 400 °C. Il est utilisé, entre autre, dans le processus de fabrication des circuits imprimés souples, pour les supports de bobines mobiles de haut-parleurs haute puissance. Dans le domaine des sondes locales, nous avons cité les travaux de [55] dans lesquels le Kapton formait le principal matériau du cantilever. Nous ne l'avons pas utilisé car ce produit se dépose à l'évaporateur et nous avons déjà le dépôt de la silice à réaliser de la même manière.

- les résines époxy :

Elles se présentent sous la forme de deux composants à mélanger qui polymérisent à température ambiante en quelques dizaines de minutes. Comme les colles, elles ont l'avantage d'être très résistantes aux solvants et peuvent être utilisées jusqu'à environ 200°C. Elles n'ont pas été utilisées non plus car elles forment usuellement des films très épais du même type que le polyuréthane.

- le parylène :

Le parylène se dépose avec un appareillage de pulvérisation cathodique adapté pour les besoins. Les épaisseurs peuvent atteindre quelques centaines de nanomètres ce qui en fait un candidat approprié mais nous aurions du passer par un prestataire extérieur pour le réaliser ou acquérir l'équipement ce qui nous a fait renoncer à cette solution. Un autre problème pour cette technique est la calibration des épaisseurs. En effet, l'épaisseur est souvent mesurée sur les échantillons finaux, et l'obtention d'une bonne précision n'est pas possible avec nos moyens.

6.5. Choix du diélectrique

Parmi les différents isolants testés, celui qui convient le mieux pour le dépôt diélectrique est le Duraseal® 1529 qui permet quasi-systématiquement le dégagement de l'apex.

Nous avons comparé entre elles les épaisseurs obtenues avec les principaux diélectriques déposés dans les mêmes conditions par centrifugation sur des plaques de verre (figure 52).

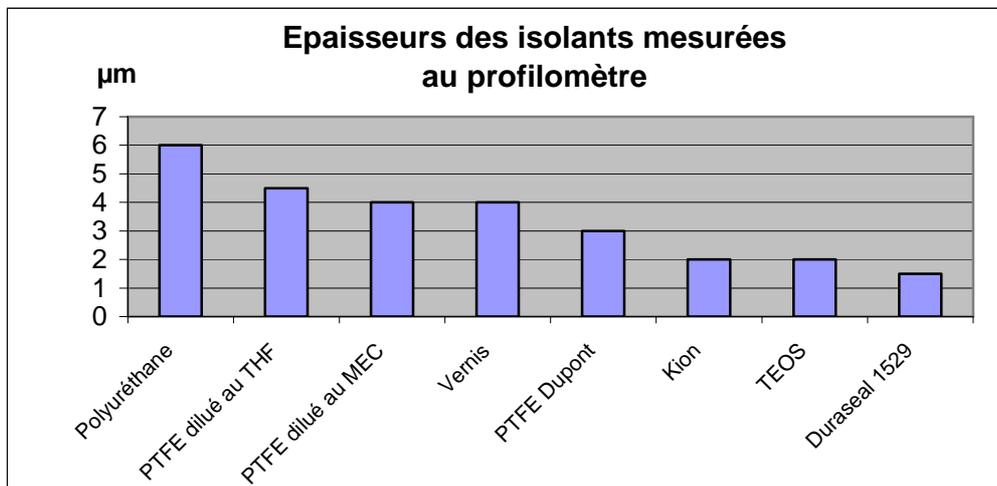


Figure 52 : Comparaison des épaisseurs des isolants déposés par centrifugation

En dépôt sur un fil métallique de diamètre 125 µm, les couches déposées sont donc de quelques micromètres et ont donc toutes le même ordre de grandeur. Nous avons donc finalement retenu le 1529 pour plusieurs raisons :

- dépôt facile par dip-coating,
- un aspect lisse (figure 37),
- un dégagement systématique sur la pointe,

- aucune fracture sur le reste du corps de la pointe contrairement au TEOS par exemple (figure 53),
- plusieurs trempages successifs sont possibles pour diminuer le dégagement sur la pointe.

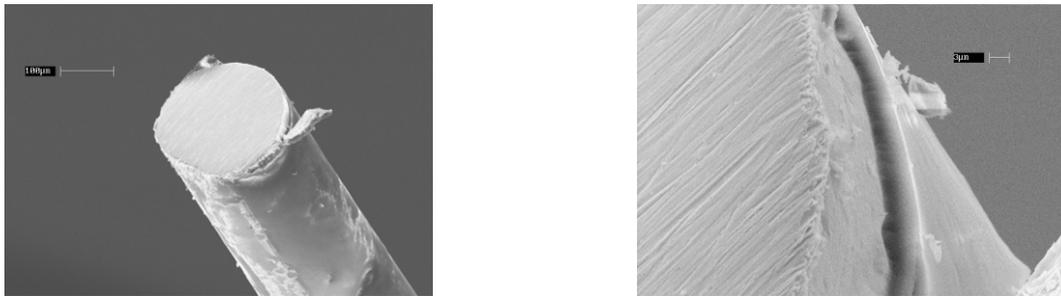
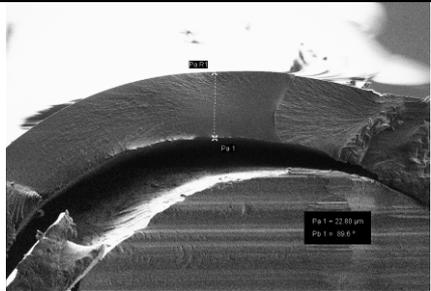
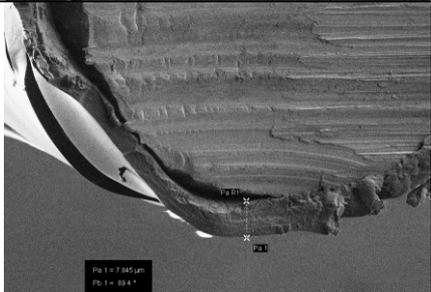
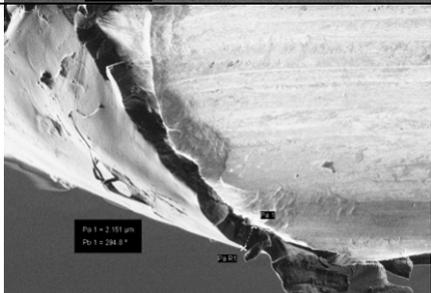


Figure 53 : Fil métallique de 125µm recouvert de Duraseal® et poli sur l'extrémité pour observer la couche de 3 µm.

Le tableau suivant montre que l'épaisseur évolue avec le rayon du fil et on en déduit la limite pour lequel le Duraseal® est très finement déposé. Testés sur différents fils de Constantan de diamètre 250µm à 25 µm (figure 54), nous observons l'épaisseur de l'isolant réalisée (figure 55). Le rayon de courbure permet d'expliquer, au vu de la décroissance de l'épaisseur avec le diamètre, pourquoi le Duraseal® n'adhère pas entièrement à la pointe lors de la réalisation de la première couche.

Diamètre de Fil	Epaisseur mesurée	Epaisseur observée
250 µm	20 à 30 µm	
127µm	3 à 8 µm	
76µm	1,2 à 2 µm	

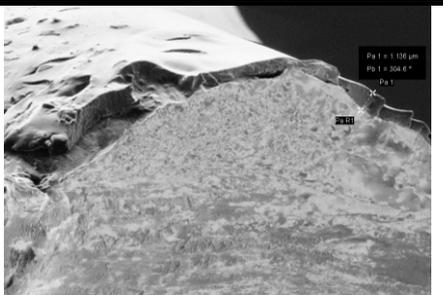
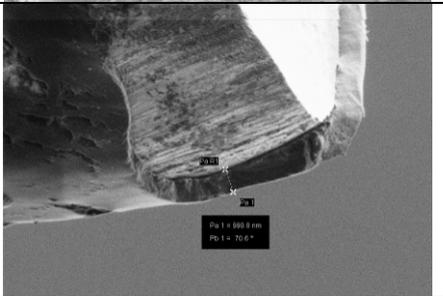
50µm	1 à 1,2 µm	
25µm	0,9 à 1 µm	

Figure 54 : Epaisseur du Duraseal® selon le diamètre de fils de constantan.

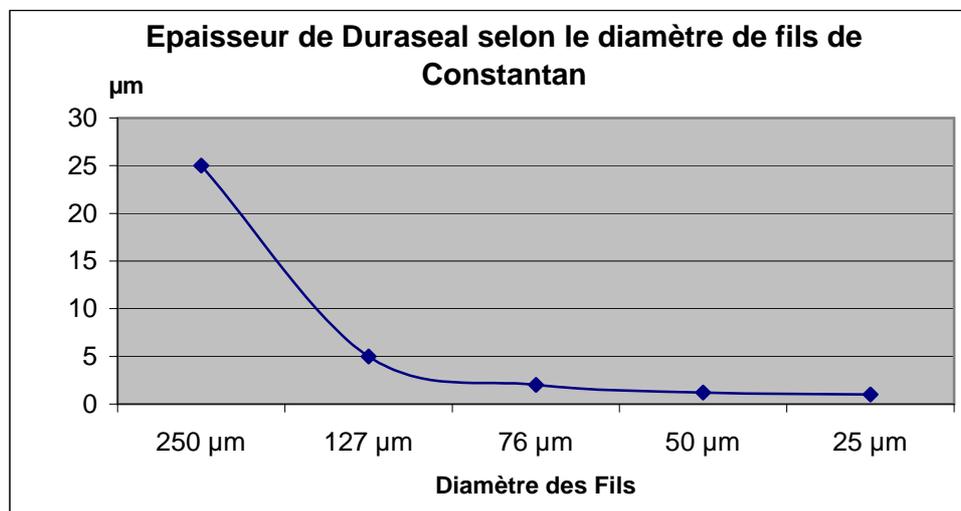


Figure 55 : Evolution de l'épaisseur de Duraseal®.

Le Duraseal® assurant un dégagement sur la pointe relativement important, le dépôt se fait alors par deux trempages successifs. Dans ce cas, le FIB doit être utilisé pour couper le bout de la pointe afin d'effectuer la jonction thermoélectrique sur la pointe.

Afin de comparer l'évolution des dépôts de diélectriques avec la sonde de [102], nous avons donc choisi également de refaire des dépôts par silice comme il l'avait fait lors des premières réalisations de ce type de sonde en 2002. Cette fois-ci, nous avons testé ce dépôt sur la nouvelle forme de pointe réalisée par polissage.

7. Les couches métalliques

Le choix des matériaux à utiliser pour former un couple thermoélectrique est extrêmement délicat surtout lorsqu'on cherche à réaliser une jonction de dimension micrométrique. Le cas du développement d'une sonde locale est donc subordonné à l'étude systématique de matériaux déposables en couches minces, compatibles du point de vue thermoélectrique. Le thermocouple effectué sur la pointe sera composé de deux métaux du type de ceux qui sont

employés dans la réalisation de thermocouples classiques. Ainsi des métaux comme le chrome, l'aluminium, l'or ou bien le platine peuvent être déposés. Néanmoins, il faut noter que seuls les métaux purs sont déposables. Il nous faut donc éliminer le constantan, le chromel ou l'alumel, qui sont des alliages.

Les couches minces que nous déposons ont une épaisseur de l'ordre de 100 nm or l'ensemble des caractéristiques physiques est modifié typiquement au dessous de 300 nm. Les tables de référence des thermocouples n'étant valables que pour les matériaux massifs (bulk), nous avons entrepris de mesurer systématiquement le pouvoir thermoélectrique (PTE) de différents couples en couches minces. Ainsi par analogie, nous pouvons supposer que les sondes déposées sur les pointes auront une réponse assez semblable.

7.1. Principes des dépôts

Il y a trois techniques qui sont généralement utilisées pour créer des couches métalliques ou des contacts électriques : la galvanoplastie, la pulvérisation et l'évaporation.

La galvanoplastie est un dépôt de métal dans un bain électrolytique. Au lieu d'attaquer le métal, le côté conducteur de l'électrode est utilisé pour l'attirer et ainsi faire croître le métal désiré. Cette méthode n'a pu être choisie du fait que nous devons déposer un métal sur un isolant (nous en reparlerons dans la partie caractérisation des épaisseurs avec le chrome). En ce qui concerne la pulvérisation (décrite précédemment), elle n'a pas pu être utilisée pour des raisons d'encombrement des montages maintenant les fibres.

L'évaporation est donc la seule technique utilisable dans notre cas. L'enceinte d'évaporation est suffisamment vaste pour contenir les pointes et le montage nécessaire à la tenue des fibres. Pour maintenir les pointes dans l'évaporateur, prévu pour recevoir principalement des wafer 3 et 5 pouces sur le porte-substrat, il faut ajouter un moteur qui permettra la rotation des pointes de manière à homogénéiser le dépôt. Il a donc été nécessaire de prévoir des montages capables de tenir les pointes lors de la rotation du moteur pour qu'elles ne tombent pas et qu'elles ne se touchent pas entre elles.

Le synoptique (figure 56) montre l'enceinte de dépôt ainsi que les menus de commande de l'évaporateur Alliance Concept de la centrale de technologie MIMENTO de FEMTO-ST. L'évaporateur est équipé d'un canon à ions permettant le nettoyage des substrats avant de réaliser le dépôt.

Le faisceau d'électrons alimenté par une très haute tension (THT de 15 kV) permet de chauffer le matériau à déposer dans le creuset. Le cache contient le nuage évaporé avant que la consigne d'évaporation ne soit atteinte lors de la phase de préchauffe.

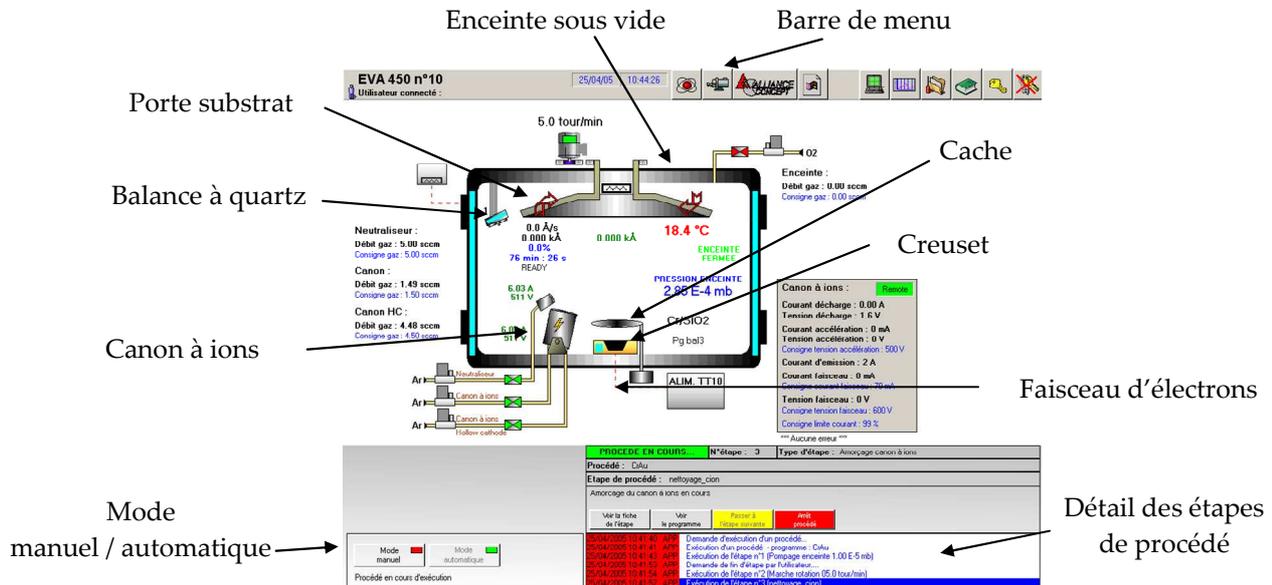


Figure 56 : Synoptique d'évaporation

7.2. Choix des matériaux

Les métaux que l'on dépose couramment de façon reproductible sont les corps purs : l'or, le tungstène, l'aluminium, le platine, le palladium, le chrome, le nickel et le titane.

Le choix des couples doit s'appuyer à la fois sur la table des pouvoirs thermoélectriques, mais également sur les diagrammes de phase. Ces derniers permettent d'éviter les métaux formant des alliages à basse température comme c'est le cas avec le couple chrome - nickel. [103] décrit par exemple la façon d'associer des couches ferroélectriques tandis que [75] ou [76], à l'aide des diagrammes de phase, mettent en évidence les problèmes d'adhérence de chrome suivant les transitions de matériaux.

Il existe des études spécifiques aux propriétés d'adhésion de certains métaux ([104]) ou traitant de leur compatibilité métallurgique ([97]). Pour autant, si ces résultats donnent des indications, le comportement des couches dépendra systématiquement des événements intervenus au cours de chaque étape du process. Ainsi, et d'une façon générale, l'obtention d'un couple thermoélectrique stable dans le temps n'est pas garanti et seuls des essais répétitifs peuvent confirmer cet état. Le tableau (figure 57) résume les valeurs usuelles des pouvoirs thermoélectriques (coefficient de Seebeck ou PTE) des principaux métaux (les alliages sont en italique).

Pouvoir thermoélectrique des métaux généralement utilisés pour réaliser des microthermocouples.	
Matériau	Pouvoir thermoélectrique absolu ($\mu\text{V.K}^{-1}$) à 0°C (273 K)
Bismuth	-76,5
<i>Constantan</i>	-37,3
Nickel	-19,5
<i>Alumel</i>	-17,3
Palladium	-9
Platine	-4,5
Carbone	-1,5
Aluminium	-1
Tungstène	0,1
Iridium	1
Rhodium	1
Argent	1,4
Cuivre	1,7
Or	1,8
Molybdène	4,7
Titane	7,5
Fer	12,7
Chrome	18,5
<i>Chromel</i>	21,7
Antimoine	42,5

Figure 57 : Tableau des différents pouvoirs thermoélectriques des métaux.

Ce tableau à lui seul ne suffit pas pour décider puisque certaines associations forment, dès la température ambiante des alliages par interdiffusion. C'est le cas du chrome et du nickel, cité précédemment, pourtant intéressant du point de vue thermoélectrique. Le chrome est un matériau de choix puisqu'il est facile à déposer, il adhère bien à toute surface et présente un pouvoir thermoélectrique absolu de valeur positive assez éloigné des autres métaux, le rendant intéressant. A l'opposé, le nickel est doté d'un coefficient de Seebeck fortement négatif, même si ses qualités d'adhérence ne sont pas du même ordre. On est donc naturellement tenté de rechercher des associations pour le chrome d'une part et le nickel d'autre part.

La bibliographie sur le sujet donne quelques maigres indications. On peut la résumer par le tableau 58, dans lequel on ne trouvera que les dépôts effectués dans le seul but d'obtenir des jonctions locales (sur une pointe, excepté dans le premier cas). Ces résultats sont liés à l'étude bibliographique présentée au cours du chapitre 1.

Synthèse bibliographique des couples déposés sur sondes locales (type champ proche)					
Auteurs	Année	Couple	Pouvoir thermoélectrique mesuré ($\mu\text{V K}^{-1}$)	Pouvoir thermoélectrique théorique à 0°C ($\mu\text{V K}^{-1}$)	Remarques
Reed et Ripperger	1971	Fe-Ni Cu-Ni	10 20 *	32,2 21,2	épaisseurs > 100 nm * valeur après recuit du nickel
Stopka	1994	Constantan-Au	43,3 **	39,1	constantan massif (fil) couche d'or > 100 nm ** valeur moyenne de 0 à 100°C (42,3 en théorie)
Suzuki	1996	***NiCr-Ti	8,43	14,2	***composition inconnue probablement différente du chromel
Luo	1996	Au-Pt Au-Ni Au-Pd	5 à 6 14 nc	6,3 21,3 10,8	épaisseurs < 100 nm
Nakabeppu	1997	Au-Ni	nc	21,3	Fil de nickel diamètre 25 μm et couche d'or de 30 nm
Zhang	1998	Au-Pd	4 à 6	10,8	épaisseurs 50 nm
Mills	1998	Au-Pd	nc	10,8	épaisseurs resp. 25 et 50 nm
Li	2000	Ni-W NiCr-AlNi	22,5 37,5	19,6 39***	*** référence du chromel-alumel
Shi	2000	Pt-Cr Ir-Cr Cr-Ni	13,4 nc nc	23 17,5 38	
Lee	2002	PtTi-Ni AuCr-Ni	16 23,3	- -	Proportion des alliages inconnue – déposés par pulvérisation cathodique

Figure 58 : Tableau de synthèse des couples déposés pour sondes locales.

L'association de métaux pour former des couples est donc subordonnée aux possibilités de dépôts que nous possédons.

Nous avons donc testé des associations au chrome, puis au nickel, associés à des métaux nobles tels que l'or, le platine ou le palladium, ou des métaux usuels comme l'aluminium. Le choix s'est donc porté sur les couples suivants :

- Cr – Pd
- Cr – Pt
- Cr – Al
- Ni – Au
- Ni – Mo
- Ni – W

L'émergence de matériaux nouveaux pour ces applications est apparue récemment. La NASA ([105]) a en effet publié une série d'articles suggérant la possibilité d'utiliser certaines céramiques, comme les siliciures ou les carbures pour obtenir des thermocouples en couches minces résistant aux très hautes températures et dont les pouvoirs thermoélectriques sont à la

fois très linéaires, mais également de valeurs très élevées, supérieures aux meilleurs métaux (typiquement $100 \mu\text{V.K}^{-1}$). Ainsi, des essais ont été effectués avec les couples :

- CrSi - TaC
- TaC - SiCr
- W - SiCr

7.3. Mesure du pouvoir thermoélectrique des couches

Un dispositif chauffant a été conçu pour mesurer le pouvoir thermoélectrique de dépôts en couches minces sur un substrat plan constitué d'une lame de verre.

Dans notre cas, les couches déposées sont obtenues avec un évaporateur, principalement pour des raisons d'encombrement. Or l'étude suivante est faite avec des dépôts obtenus par pulvérisation sur ces lames de verre.

Chacun des matériaux A et B est déposé successivement sur la lame (figure 59), la jonction étant obtenue par superposition des deux dépôts. La zone superposée est un carré de $100 \mu\text{m}$ de cotés.

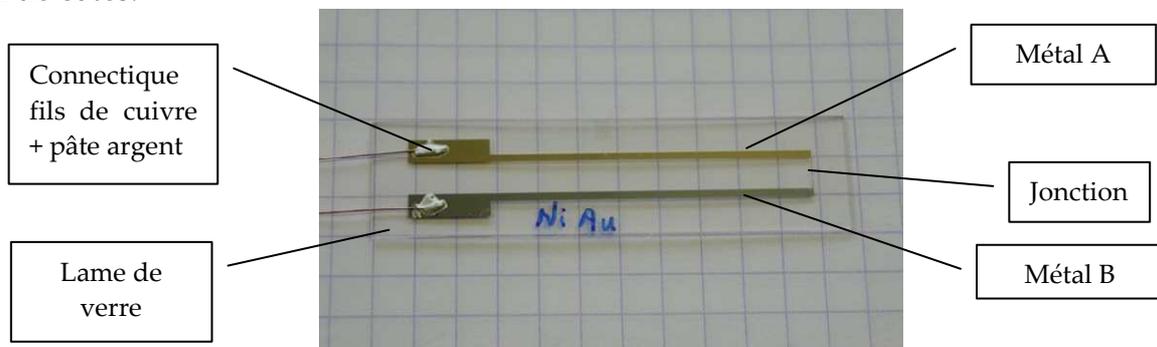


Figure 59 : Couches déposées sur lame de verre

Les différentes phases pour l'obtention de cette jonction sont les suivantes :

- 1^{ère} étape : Dépôt du métal A par pulvérisation cathodique sur un wafer en verre.
- 2^{ème} étape : Enduction du wafer de résine à la tournette, puis recuit pour durcir la résine.
- 3^{ème} étape : Insolation de la résine avec mise en place du masque pour réaliser la forme de la première piste du métal A.
- 4^{ème} étape : Gravure pour enlever le métal A non nécessaire à la première piste.
- 5^{ème} étape : Enlèvement de la résine superflue à l'acétone.

La première piste de métal A est donc déposée, les étapes suivantes, nécessaires au dépôt de la piste de métal B, sont :

- 6^{ème} étape : Enduction de résine négative à la tournette pour permettre un lift-off qui évite de procéder à une deuxième étape de gravure.

- 7^{ème} étape : Insolation de cette deuxième résine avec positionnement du masque nécessaire à la deuxième piste.
- 8^{ème} étape : Enlèvement de la résine uniquement où la piste doit être réalisée, d'où son nom de résine négative.
- 9^{ème} étape : Dépôt du métal B par pulvérisation cathodique.
- 10^{ème} étape : Enlèvement de toute la résine restante à l'acétone.

La deuxième piste de métal B est ainsi réalisée et nous obtenons la jonction des métaux A et B sur la lame de verre.

Pour obtenir une mesure exploitable, nous devons imposer deux températures aux extrémités du dispositif : une référence à 0°C au niveau de la connectique (conducteurs en cuivre) et une valeur connue au niveau de la jonction. La distance entre ces deux zones est d'environ 50 mm. L'épaisseur et la nature isolante du verre permettent de concevoir aisément un dispositif chauffant de type cavité (ou corps noir) dans laquelle on insère la lame d'un côté, et un support utilisant un module à effet Peltier de l'autre. Ce module Peltier doit être plaqué convenablement sur la zone de référence.

Le dispositif chauffant est réalisé en cuivre (figure 60) pour assurer un chauffage homogène sur la partie insérée du thermocouple. La longueur insérée est de 15 mm. Le flux de chaleur provient de deux cartouches chauffantes insérées dans deux cylindres de cuivre. Un méplat a été usiné sur chacun des cylindres, ainsi qu'une fente permettant d'insérer la lame de verre. Un thermocouple de type K de diamètre 50 µm est inséré dans un des cylindres (figure 61), sa jonction étant affleurante et située en regard de la jonction en couches minces.

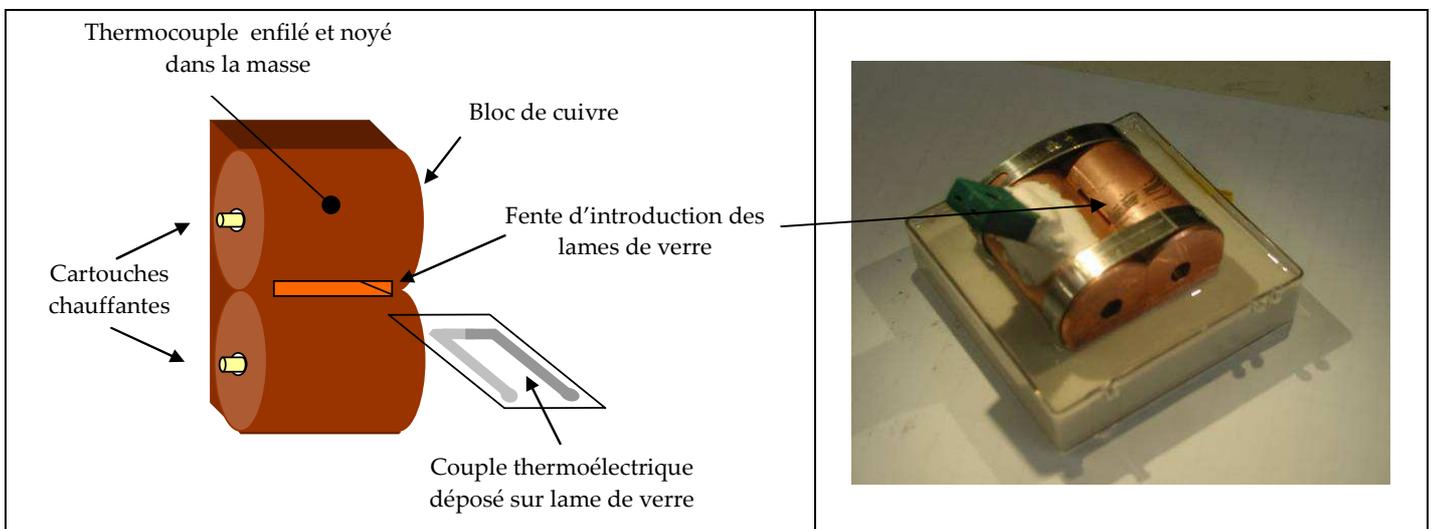


Figure 60 : Montage général pour l'étalonnage des couches minces.

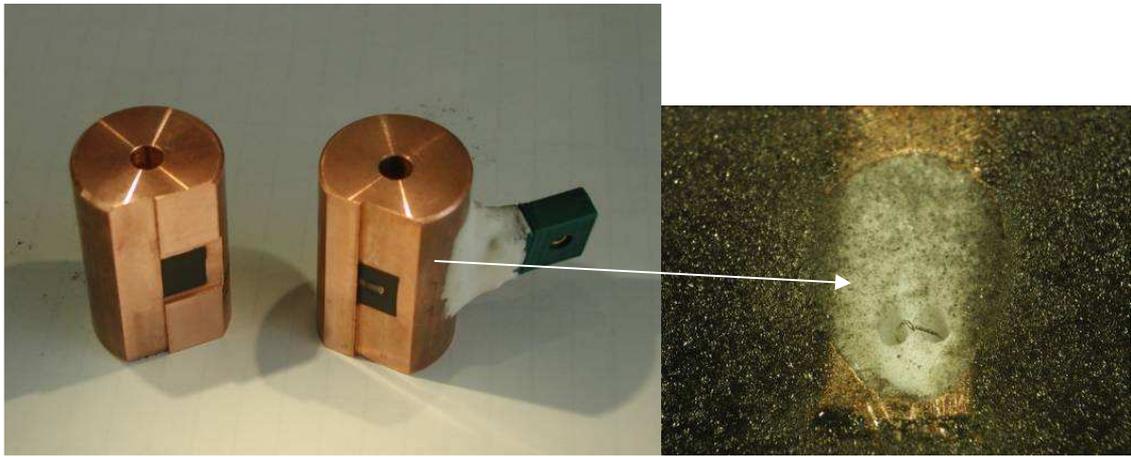


Figure 61 : Blocs de cuivre après usinage – thermocouple type K affleurant (50 μm)

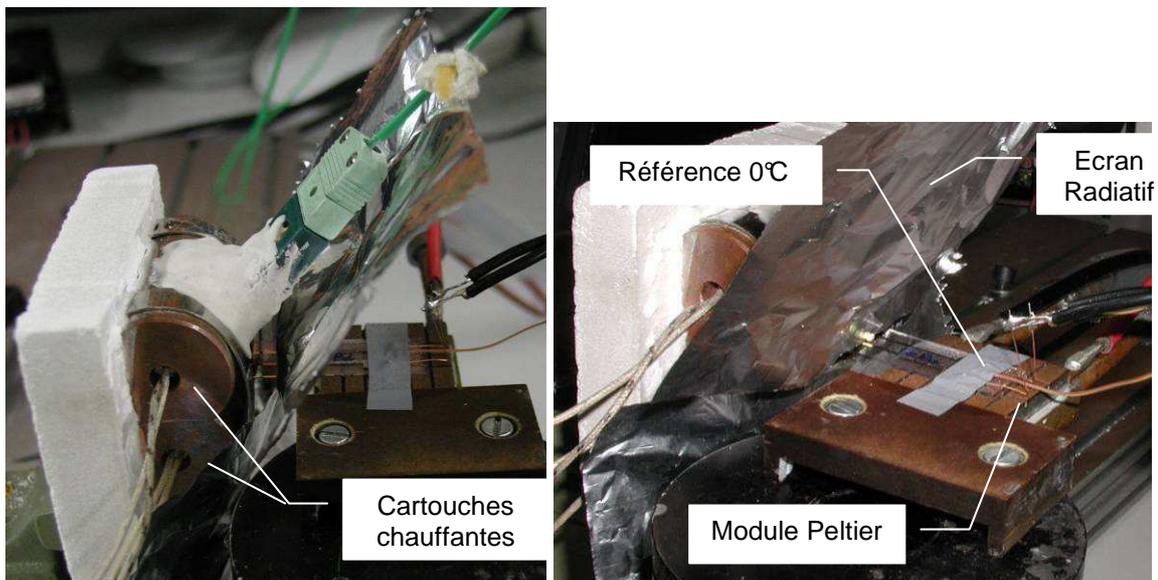


Figure 62 : Dispositif en fonctionnement.

Pour assurer le contrôle de la référence de température, un thermocouple de 125 μm de type K est placé au niveau de cette zone (figure 62). La zone est refroidie par simple contact. Le capteur est placé en surface du verre, entre les points de connectique. La surface du module étant assez importante, on peut considérer comme suffisamment homogène la température de toute la zone de référence. Un écran radiatif permettant de limiter le réchauffement parasite de celle-ci a, en outre, été installé.

Les deux thermocouples ont subi un étalonnage préalable, par comparaison à une sonde platine étalon (référence du laboratoire). Le dispositif chauffant a été placé en étuve et le capteur de référence a été testé dans un bain thermostaté.

Les résultats obtenus sur les échantillons testés sont résumés dans la figure 63.

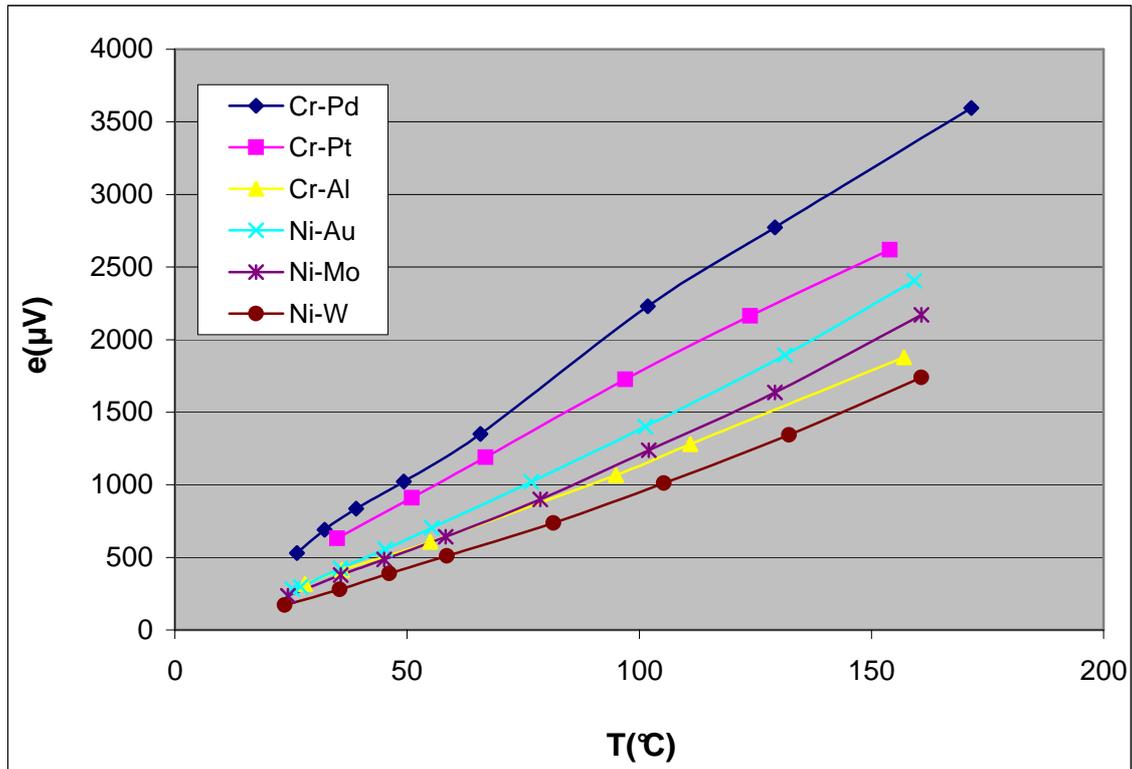


Figure 63 : Réponse thermoélectrique des couples déposés

Valeurs indicatives des pouvoirs thermoélectriques (PTE) mesurés :

	Cr-Pd	Cr-Pt	Cr-Al	Ni-Au	Ni-Mo	Ni-W
PTE ($\mu\text{V}\cdot\text{°C}^{-1}$) à 0°C	21,2	17,4	12,0	12,1	10,6	8,1
Valeurs « bulk » à 0°C	27,5	23	19,5	21,3	24,2	19,6

	CrSi-TaC	TaC-SiCr	W-SiCr
PTE ($\mu\text{V}\cdot\text{°C}^{-1}$) à 0°C	5,1	6,1	3,1

On peut noter la remarquable linéarité des couples obtenus avec le chrome. Ces résultats nécessiteront ultérieurement plusieurs séries de tests afin de vérifier leur stabilité dans le temps. Par contre, les dépôts à base de TaC et SiCr ne sont pas à la hauteur des résultats déjà observés. Ceci peut s'expliquer par des dépôts demandant une certaine reproductibilité avant d'être réalisé en série. Tous ces dépôts ont également été déposés sur les pointes de fibres optiques selon le même procédé. Nous pouvons déjà noter que certains couples fonctionnels sur lames minces ne fonctionnent pas sur les pointes. Nous avons finalement basé notre choix sur le couple Cr - Al qui offre un pouvoir thermoélectrique de $12 \mu\text{V}\cdot\text{°C}^{-1}$ en couche mince. De plus, ces deux métaux sont déjà fort bien maîtrisés et connus. Ils sont souvent utilisés en couche d'accroche du fait de leur bonne tenue et adhérence.

8. Thermocouples sur pointes métalliques

Comme l'ont fait d'autres auteurs ([42]), nous reprenons les étapes permettant d'obtenir un couple thermoélectrique sur des pointes réalisées à partir de fils massifs.

Nous avons choisi d'utiliser pour les pointes les matériaux qui permettent d'en former dont la forme est simple, reproductible et dont l'état de surface est compatible avec les procédés

de dépôts ultérieurs. Ainsi seuls le constantan et le tungstène sont utilisés. La réalisation de la sonde s'effectue en plusieurs étapes (figure 64) et se fait soit en salle blanche pour les dépôts métalliques, soit sous hotte pour limiter la présence de poussières :

- le nettoyage de la pointe attaquée chimiquement
- le dépôt de l'isolant Duraseal[®]
- la métallisation à l'évaporateur sous vide.

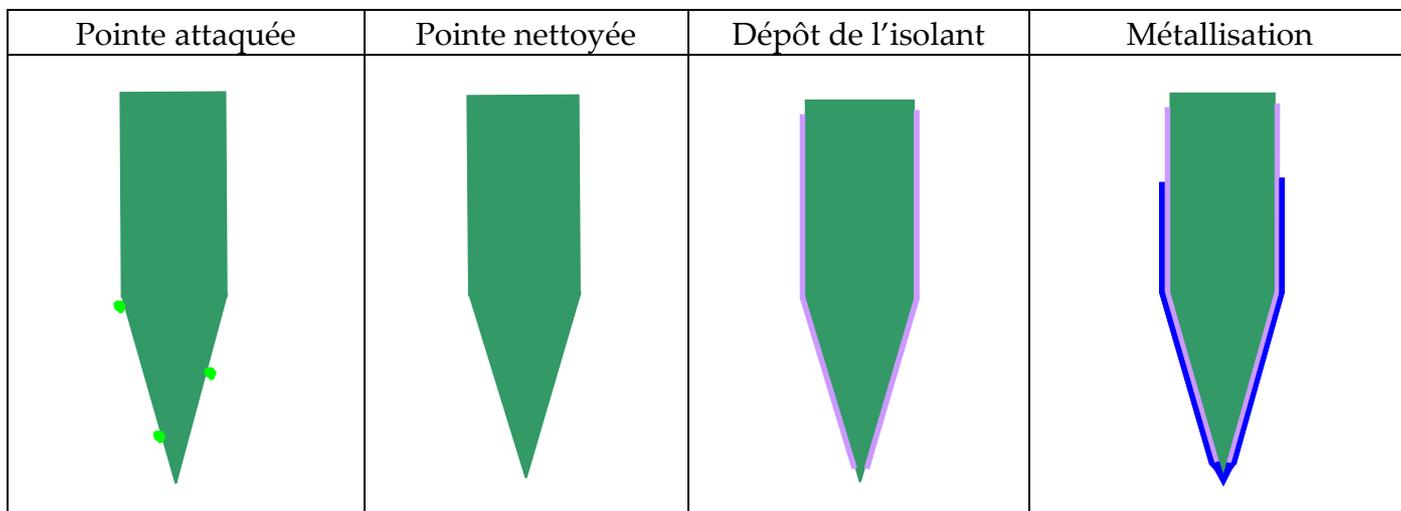


Figure 64 : Les étapes de la réalisation

Le nettoyage de la pointe consiste à tremper les pointes successivement dans l'acétone, l'eau désionisée et l'isopropanol pour retirer aussi bien les résidus métalliques que les traces éventuelles de la solution d'attaque. Le dépôt de l'isolant (résine durcissable) est obtenu en trempant la pointe métallique dans la solution choisie sur une longueur suffisante, soit 1 à 2 cm.

Dégagement naturel

La pointe est positionnée verticalement (figure 65). L'isolant se dégage par les effets combinés de la tension superficielle et de la gravité, en libérant la pointe naturellement. L'apex de la pointe se dégage sur une longueur difficile à déterminer. Nous l'estimons en moyenne de l'ordre de quelques dizaines de microns selon les différentes mesures.

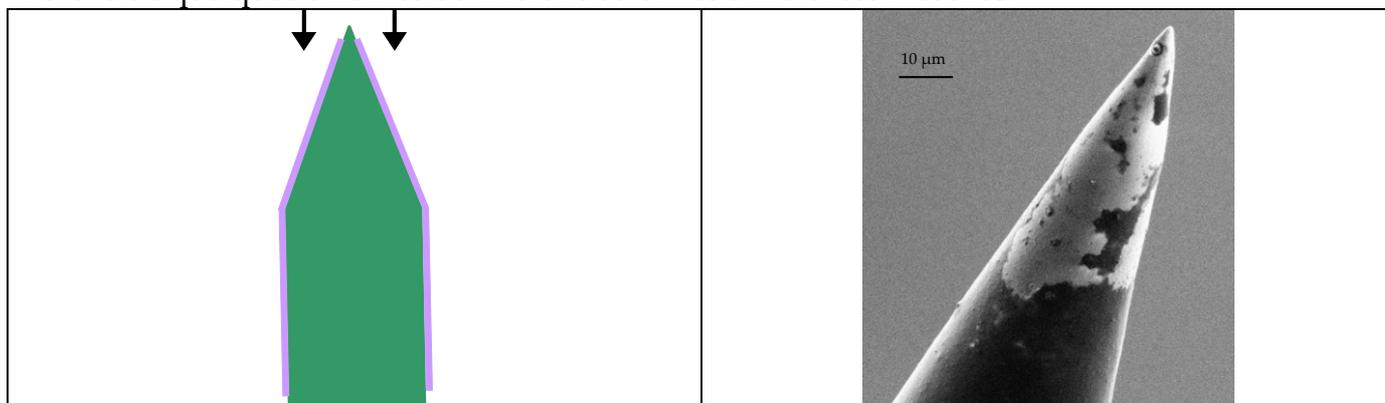


Figure 65 : Dégagement naturel par retrait

La pointe métallique est laissée une heure à température ambiante pour permettre l'évaporation de la majeure partie des solvants puis, mise au four pour polymériser la couche Duraseal[®] et garantir sa tenue en température. Une première cuisson s'effectue durant 4h à

121°C de manière à permettre l'évaporation totale des solvants suivie d'une deuxième cuisson d'une heure à 232°C pour former entièrement les liaisons chimiques du produit final.

Connectique

Au préalable, il est bon de penser également à la connectique. Pour cela, on positionne la pointe dans une céramique à trous identique à celle utilisée pour maintenir les fils de thermocouples. Cela permet de pouvoir insérer un fil métallique qui établira directement la connectique avec la couche métallique lors du dépôt à l'évaporateur (figure 66), évitant ainsi un contact hasardeux et difficile après le dépôt. Une fois la couche isolante déposée sur la pointe métallique, nous glissons celle-ci dans un des deux trous de la gaine céramique tandis que nous disposons un fil de chrome ou de constantan de 125 µm ou 250 µm dans l'autre trou. Ce fil est poli en son extrémité. Ensuite, afin de sceller l'ensemble à la gaine céramique, nous apposons une céramique bi-composante (Resbond 908 du même fabricant que le Duraseal® : Cotronics) s'insérant dans les microcavités et les porosités de la céramique. Cela garantit le maintien et l'adhésion de la pointe et du fil à la gaine. Afin de lisser la surface au maximum et de garantir une bonne adhésion du dépôt métallique, nous apposons une dernière couche de Duraseal® au pinceau.

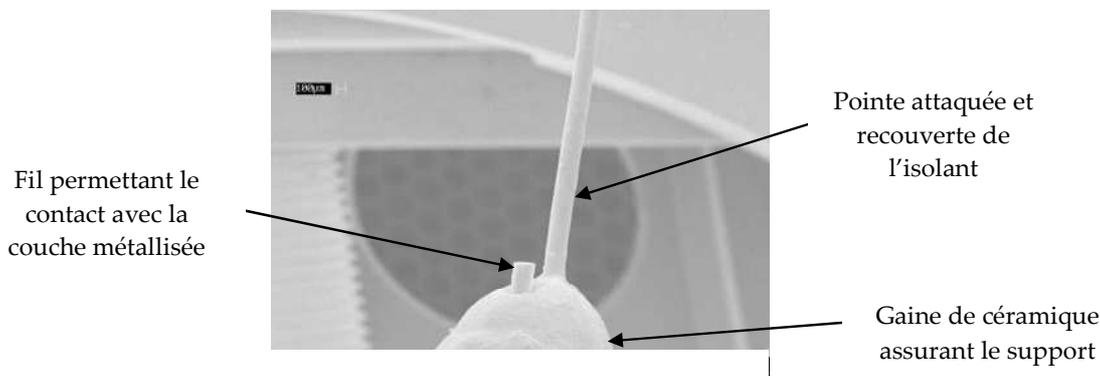


Figure 66 : Photo du principe de la connectique

Montage pour le maintien des pointes avant dépôt

Le montage choisi consiste à glisser chaque pointe dans un capillaire inox ou Teflon® qui sera collé et ensuite serré entre deux plaques. L'ensemble des deux plaques (figure 67) est fixé à l'axe du moteur de rotation par un axe creux. Suivant la position des fibres dans le capillaire, il est possible de déposer la couche sur une longueur déterminée. Ainsi le métal en se déposant, recouvre toute la partie exposée de la pointe et forme la jonction sur l'apex.

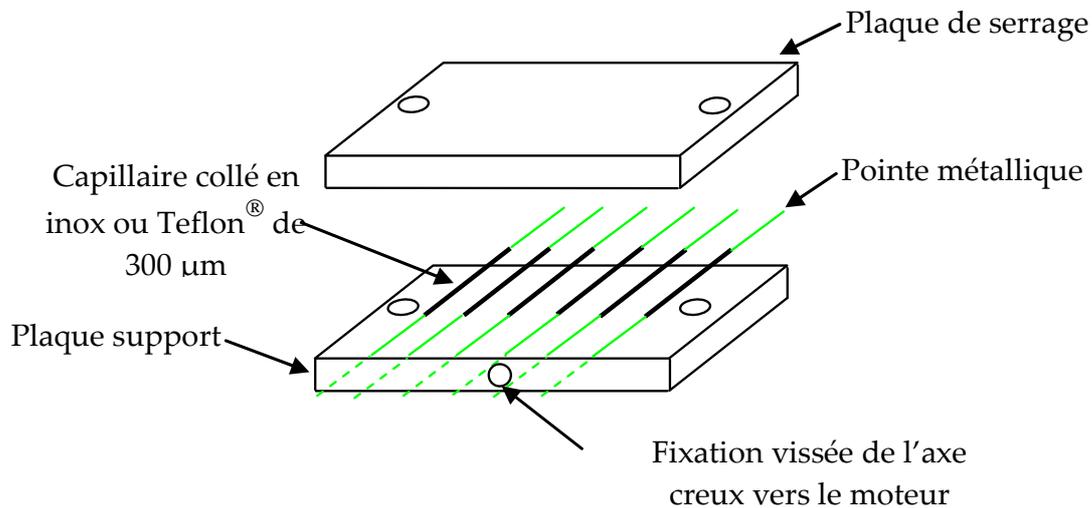


Figure 67 : Ensemble de maintien des pointes pour l'évaporation

Jonction sur l'apex

La jonction thermoélectrique formée sur l'apex est composée de la façon suivante (figure 68) : nous avons tout d'abord le premier métal qui est celui constituant également la pointe, support de l'ensemble. Ensuite vient le dépôt isolant de Duraseal® dégagé au niveau de l'apex puis vient la couche métallique déposée à l'évaporateur. Cette dernière couche est constituée soit d'or pour les pointes en constantan, soit de chrome pour les pointes en tungstène. Les épaisseurs caractéristiques de la jonction obtenue sont les suivantes :

- taille de la pointe attaquée : 800 nm à 2 µm
- épaisseur du Duraseal® : de 1 µm sur la pointe à 2,5 µm sur le corps de 125 µm
- couche métallique déposée : 150 nm à 200 nm.

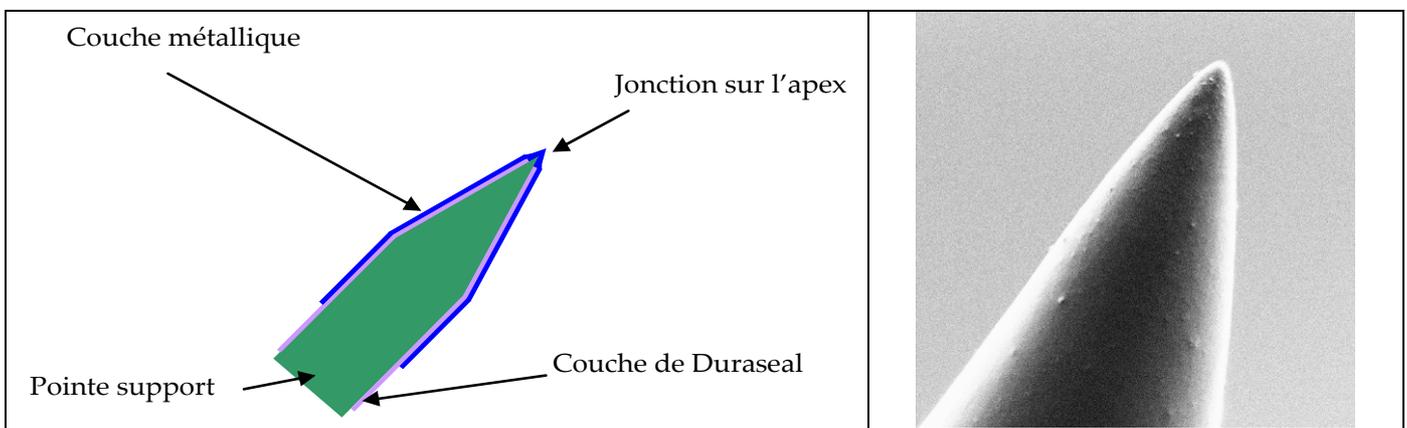


Figure 68 : Principe de la jonction sur l'apex

Nous verrons dans le chapitre 3 « caractérisation » que ces pointes ne sont pas d'un grand intérêt d'un point de vue thermique. Le corps, trop conducteur de la chaleur, perturbe les mesures en faisant office de puits thermique. Il est à noter que les sondes sur pointes métalliques sont assez faciles à mettre en œuvre et nous ont permis notamment de tester les différents diélectriques pouvant tenir sur une surface cylindrique. Nous allons désormais nous intéresser aux thermocouples sur pointes isolantes grâce aux pointes de fibres optiques préalablement polies et pliées en cantilever le cas échéant.

9. Thermocouples sur pointes isolantes

9.1. Protocole de réalisation

Nous allons détailler maintenant le protocole de réalisation, (figure 69) plus long que celui des pointes métalliques. En effet, la fibre optique n'étant pas conductrice, il nous faut déposer une première couche métallique avant de déposer l'isolant.

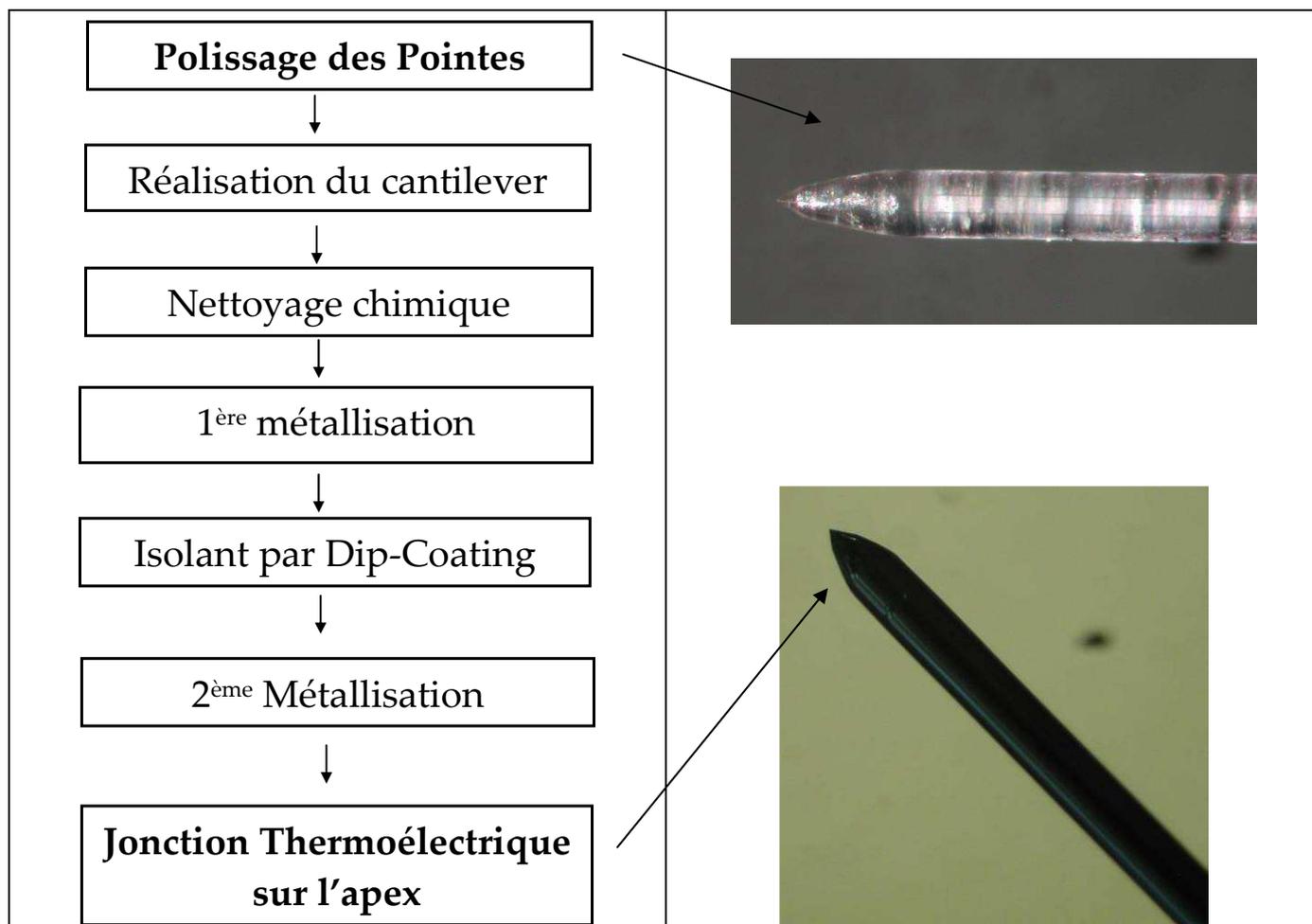


Figure 69 : Les étapes de la fabrication

Nous détaillons les différentes étapes (figure 70). Une fois le polissage des fibres optiques effectué (cf. début de ce chapitre), la succession des couches conductrices et isolantes est effectuée jusqu'à l'obtention de la jonction thermoélectrique sur l'apex.

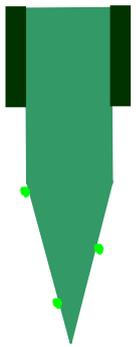
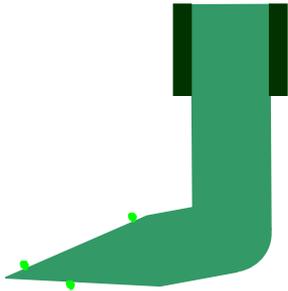
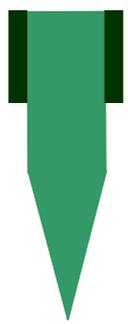
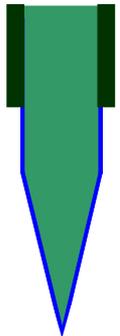
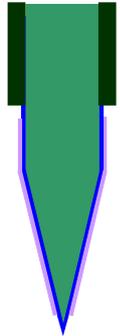
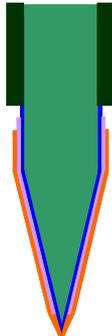
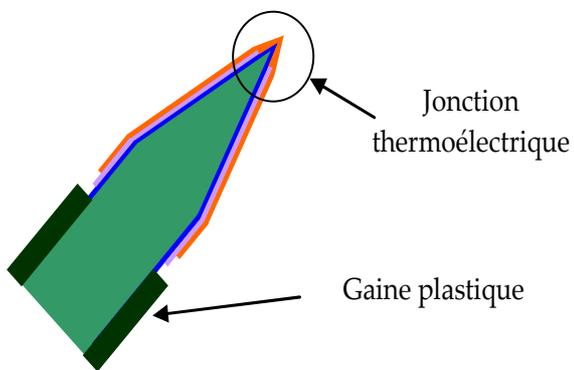
Pointe après polissage	Formation du cantilever (si l'application le nécessite)	Pointe Nettoyée au Piranha ou Sulfochromique	Dépôt de la 1ère couche métallique
			
Dépôt de l'isolant	Dépôt de la 2ème couche métallique	Jonction thermoélectrique	
			

Figure 70 : Etapes de la jonction

Après leur polissage, les fibres sont ensuite pliées au chalumeau pour former le cantilever si besoin est. La longueur du bras de levier varie de 2 mm à 5 mm et l'angle formé est d'environ 110° . Nous observons sur les deux photos de la figure 71, les longueurs des bras de leviers et nous pouvons constater que la pointe n'a pas été altérée.

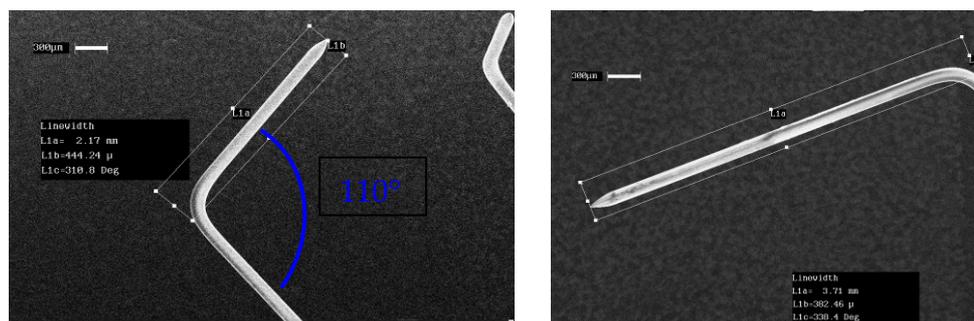


Figure 71 : Photo de fibres pliées en cantilever

9.2. Connectique

Une fois la forme désirée obtenue à la pointe de la fibre, les étapes suivantes ont lieu principalement en salle blanche pour éviter au maximum la présence des poussières incluses entre les différentes épaisseurs de matériaux déposés. Avant de commencer à métalliser une première fois la pointe de fibre optique, il est nécessaire de la nettoyer dans un bain de

sulfochromique ou alors de « piranha » (solution de 50% H₂O₂ et de 50% H₂SO₄) pendant quelques minutes. On enlève ainsi toute trace de déchets organiques comme par exemple les résidus de la gaine plastique de protection.

Ensuite, de la même façon que pour les pointes métalliques, au fur et à mesure du dépôt des couches, nous effectuons la connectique nécessaire aux branchements ultérieurs. Notons que pour certaines réalisations, nous avons procédé à la connectique uniquement à la fin sachant que les dépôts sont étagés (figure 72), c'est-à-dire légèrement décalés les uns par rapport aux autres.

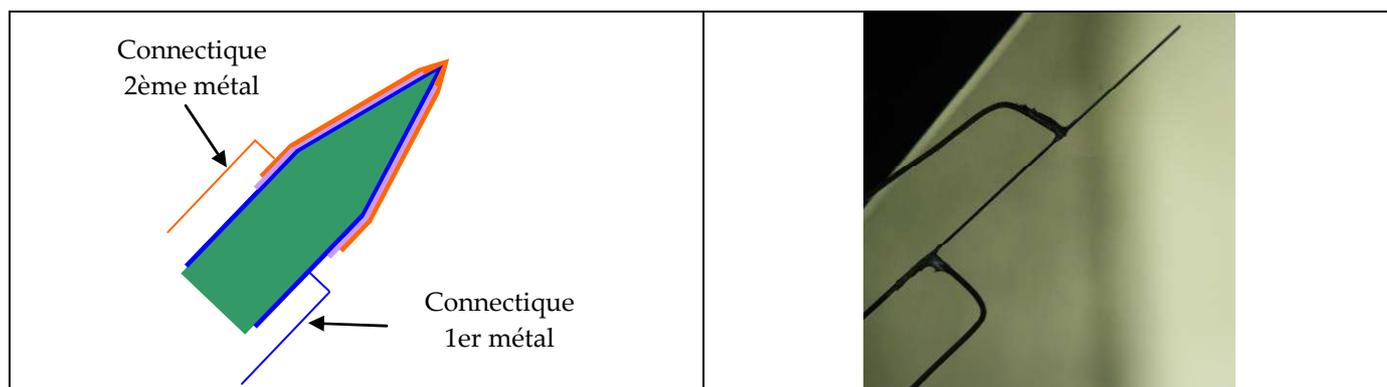


Figure 72 : Dépôt étagé et connectique des couches après dépôt

Assemblage dans une gaine céramique :

Le principe consiste à utiliser une gaine céramique cylindrique de type 4 trous susceptible de recevoir des fils de taille 250 μm , 300 μm ou plus. Contrairement aux pointes métalliques, cela nécessite quelques étapes supplémentaires résumées dans le protocole figure 73. Nous glissons donc la pointe ainsi que les différents fils qui serviront de connectique pour les couches déposées selon le synoptique suivant :

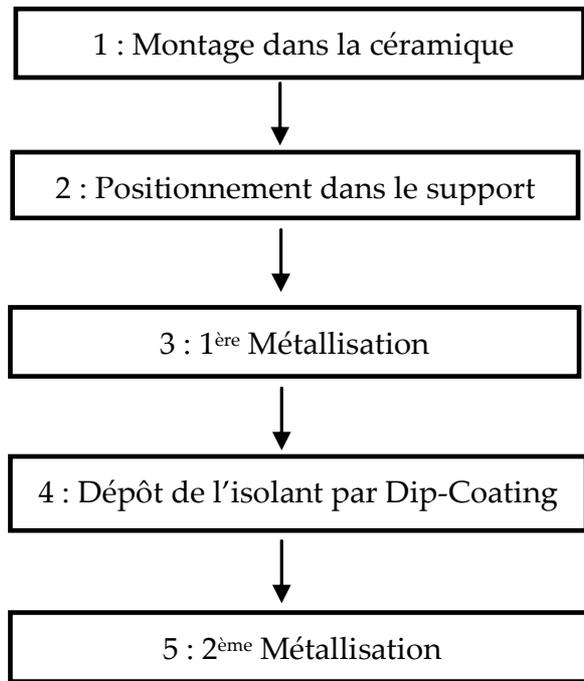


Figure 73 : Assemblage dans la gaine céramique.

- première étape : la pointe de fibre optique est glissée dans l'un des trous de la gaine céramique 4 trous, nous y glissons également un fil de constantan de 125 μm ou 250 μm qui servira de contact et liaison électrique lorsque la première couche métallique sera déposée. Nous déposons la céramique bi-composante 908 pour permettre de sceller le premier fil de constantan de connectique. Ceci permet en outre de lisser la surface de l'extrémité de la céramique 4 trous (figure 74).

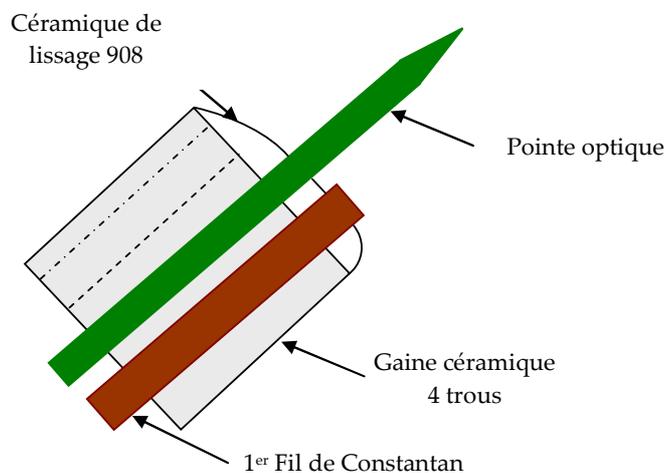


Figure 74 : Mise en céramique de la pointe

- deuxième étape : ces différentes céramiques sont à positionner dans un support pour garantir leur maintien lors de la rotation dans l'évaporateur sous vide. Pour ce faire, un nouveau montage de maintien des céramiques est nécessaire (figure 75) permettant l'immobilisation en translation par des vis de serrage.

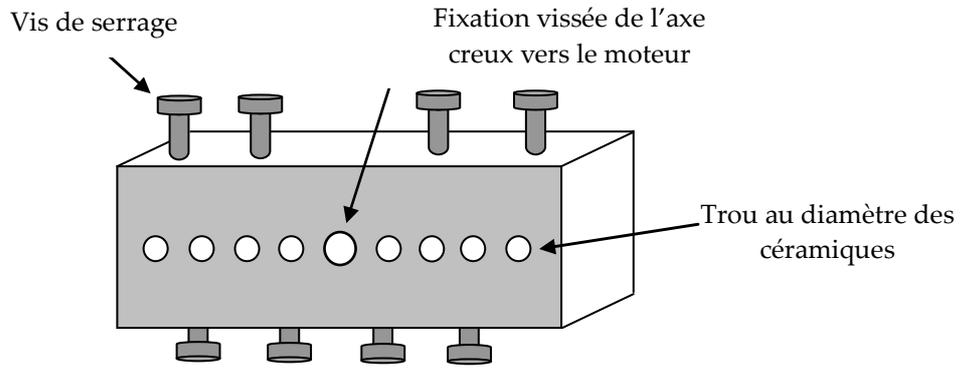


Figure 75 : Montage de maintien des gaines céramiques

- troisième étape : l'ensemble est mis dans l'évaporateur sous vide pour déposer le premier métal constitutif du thermocouple. Nous obtenons ainsi une première couche métallique de quelques 150 nm à 200 nm de métal constitué soit de chrome, soit de palladium, soit d'aluminium ([106] – figure 76).

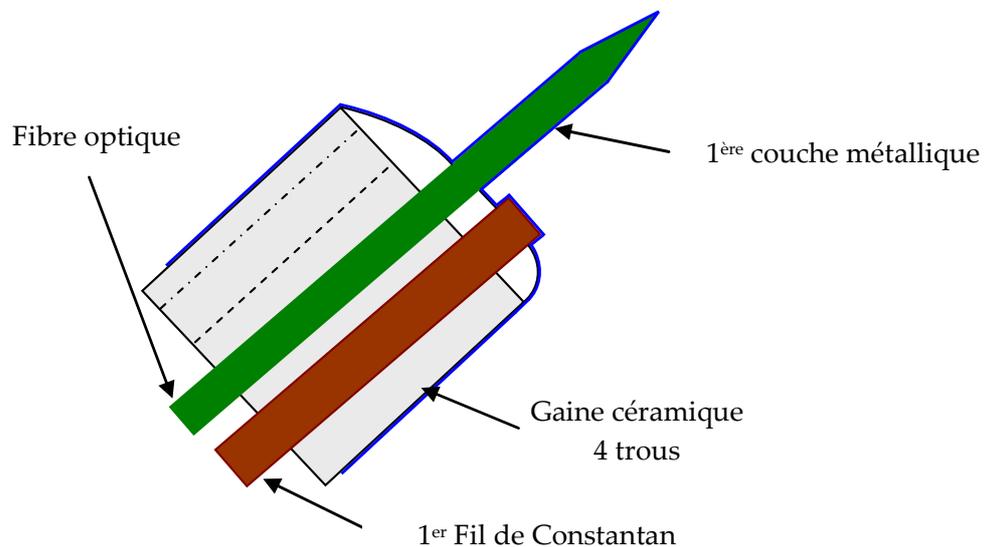


Figure 76 : Première métallisation

- quatrième étape : l'isolant est déposé sur la fibre par dip-coating. En même temps, nous en profitons pour placer le deuxième fil de connectique préalablement au dépôt de la deuxième couche métallique. Nous ajoutons une deuxième couche de céramique bi-composante 908 pour sceller le 2^{ème} fil de constantan de connectique (figure 77). Avant la métallisation, nous procédons à la cuisson de l'ensemble pour que le Duraseal[®] obtienne ses caractéristiques finales et que l'apex de la pointe puisse être dégagé par retrait.

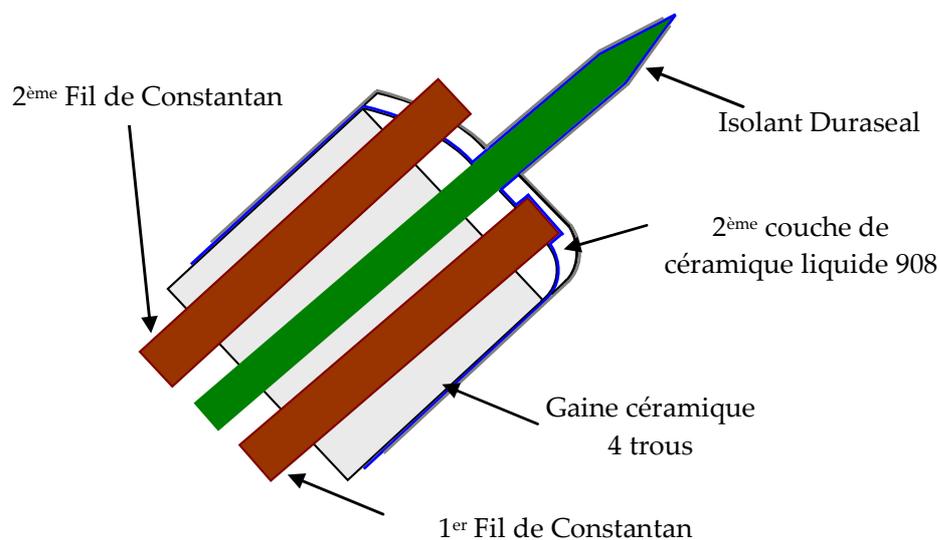


Figure 77 : Dépôt du Duraseal

- enfin, cinquième étape : cet ensemble cuit est métallisé une seconde fois afin d'obtenir la deuxième couche métallique et d'établir la jonction de thermocouple localisée sur l'apex de la fibre (figure 78).

Les métaux déposés sont soit de l'or, soit du chrome, selon le premier métal choisi. L'or est sélectionné car il ne s'oxyde pas à l'air ambiant, tandis que le chrome a un fort pouvoir d'accroche.

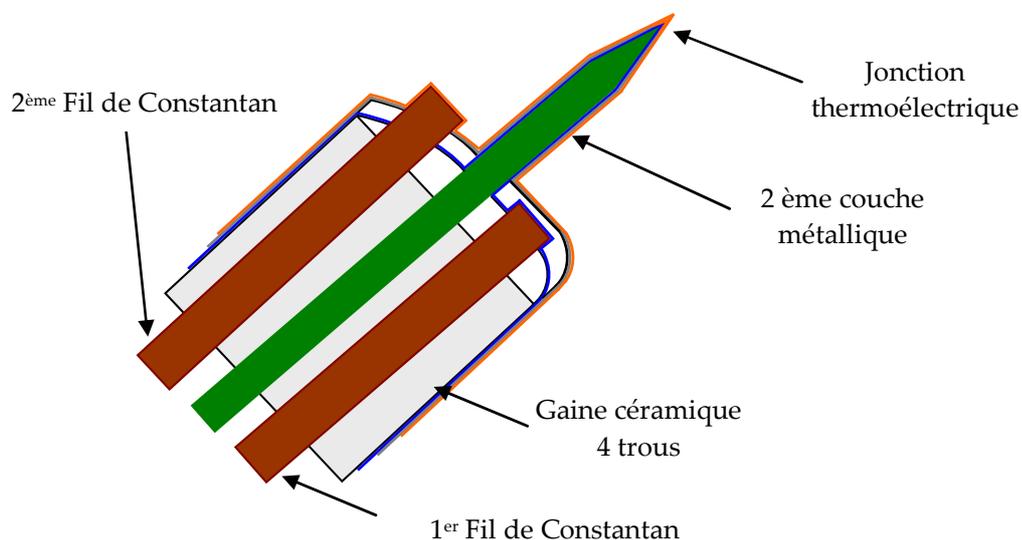


Figure 78 : Deuxième couche métallique déposée

9.3. Dimension de la jonction

Sur la figure 79, nous pouvons observer la jonction réalisée sur la pointe optique avec ses différentes couches sur la partie gauche. A l'extrémité de la céramique, les fils de connectique en constantan sortent prêts à être connectés. Sur la partie droite, nous observons ces mêmes dispositions sur une photo prise au MEB.

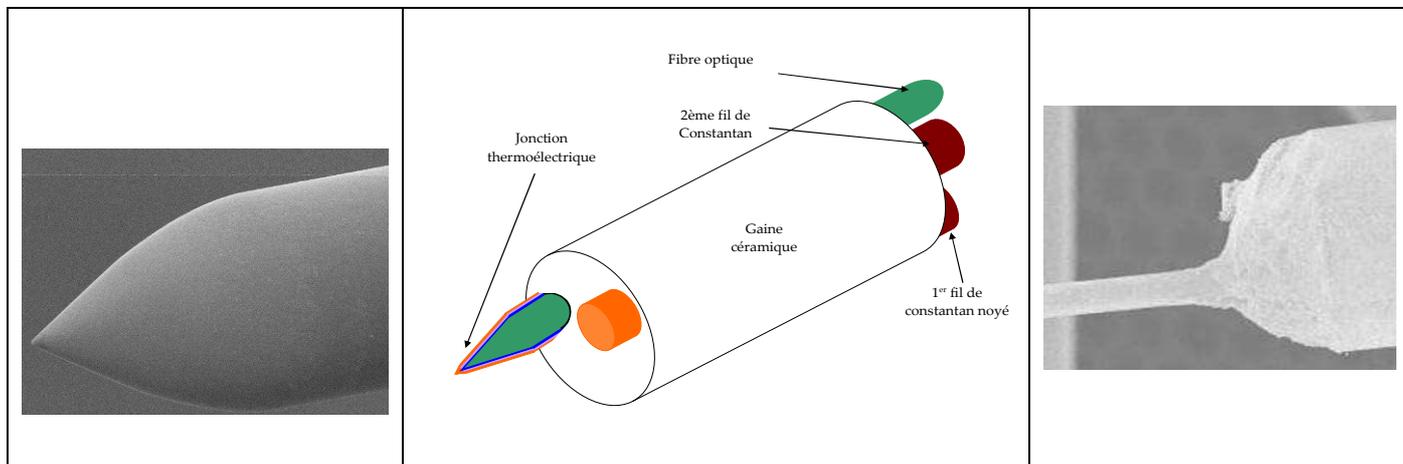
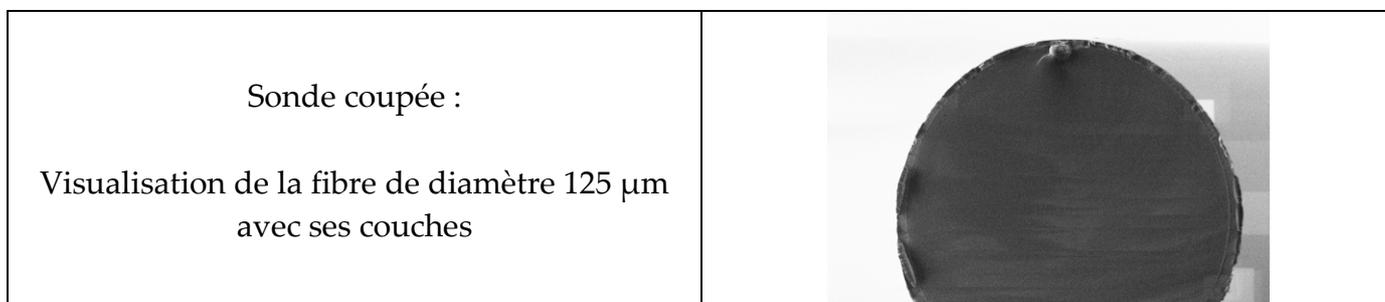


Figure 79 : La connectique de la jonction

La taille de la jonction :

- Les dimensions de la jonction obtenue sont les suivantes :
- La longueur du cône varie de 150 à 300 μm suivant son rayon de courbure avec un apex de 1 μm à 4 μm de rayon de courbure.
- La longueur de retrait s'établit sur une dizaine à une cinquantaine de microns tandis que la taille de l'apex reste de l'ordre du micron.
- L'épaisseur des matériaux déposés est la suivante (figure 80) :
 - 100 nm à 250 nm pour le premier métal.
 - 1,5 μm à 3 μm pour l'isolant Duraseal[®] entre l'apex de la fibre et le corps de la fibre de 125 μm .
 - 100 nm à 250 nm pour le second métal.



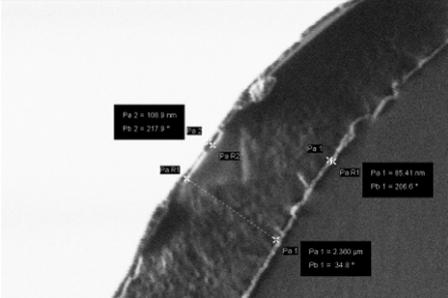
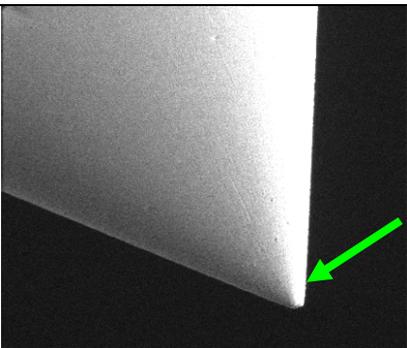
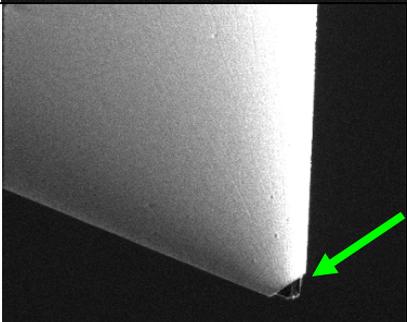
<p>Épaisseur de la couche de Duraseal® :</p> <p>2,3 µm</p>	
<p>Épaisseur des trois couches déposées</p> <p>Couche d'Aluminium : 85 nm</p> <p>Couche de Duraseal® : 2,3 µm</p> <p>Couche de Chrome : 109 nm</p>	

Figure 80 : Vue des épaisseurs déposées sur la sonde au FIB

Afin de comparer les sondes précédemment développées par [107] avec celles que nous avons réalisés, nous avons remplacé le Duraseal® par de la silice déposée par évaporation.

La réalisation se fait à l'identique avec trois couches successives de dépôts, mais le bout de la fibre doit être coupée avec le FIB (figure 81) afin de dégager l'extrémité de la pointe recouverte de silice, pour établir la jonction.

<p>Fibre avant coupe au FIB :</p> <ul style="list-style-type: none"> - première couche de chrome de 250 nm - couche de 150 nm de silice déposée à l'évaporateur - précouche d'aluminium de 50nm afin de permettre la coupe plus précise au FIB 	
<p>Fibre en cours d'attaque par le faisceau du FIB</p>	

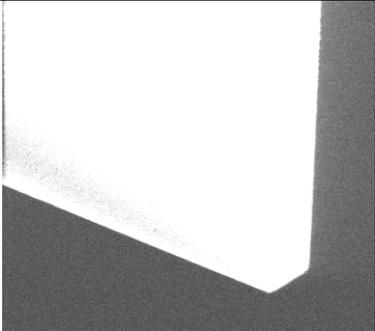
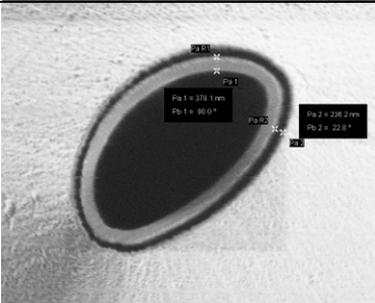
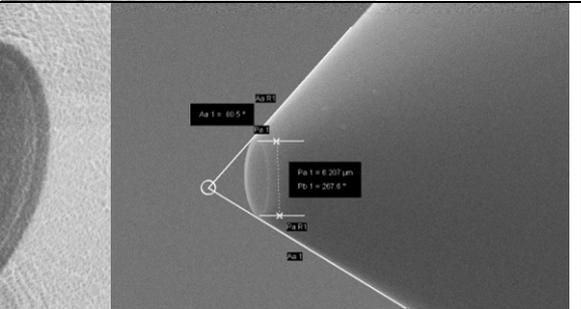
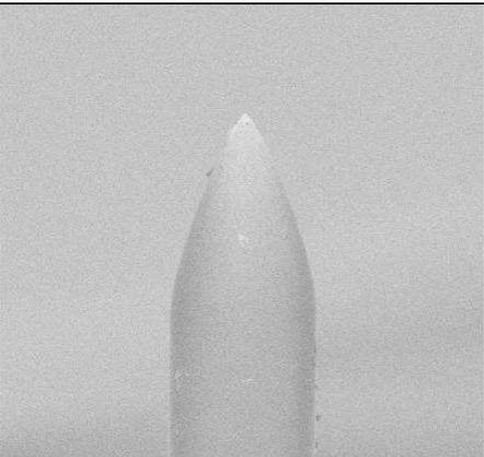
<p>Fibre coupée</p>	
<p>Extrémité de la fibre coupée. Visualisation des différentes couches déposées.</p>	
<p>Fibre après dépôt de la deuxième couche de 200 nm d'aluminium. Diamètre de la jonction : 5 μm et un angle de 80° au sommet.</p>	

Figure 81 : Principe de la coupe au FIB.

Nous pouvons voir dans ce tableau (figure 82) les photos de deux jonctions thermoélectriques, l'une avec du Duraseal[®] et l'autre avec de la silice.

<p>Jonction thermoélectrique avec pour isolant du Duraseal[®] :</p> <ul style="list-style-type: none"> - cône de 200 μm de longueur - rayon de courbure de l'apex = 3 μm 	
-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------------

Jonction thermoélectrique avec pour isolant de la silice :

- cône de 150 nm de longueur
- rayon de courbure de l'apex : 5 μm

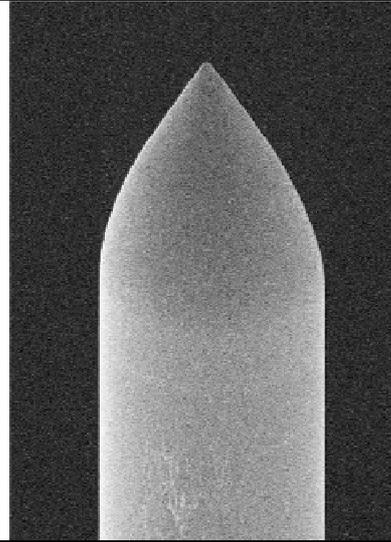


Figure 82 : Jonction thermoélectrique avec du Duraseal[®] ou de la silice.

Conclusion

Cette seconde partie a détaillé le choix des matériaux déposés sur la sonde et les procédures d'élaboration. Nous avons notamment arrêté un choix sur les couches de diélectriques à base de silice, soit déposée par trempage, soit évaporée. En ce qui concerne les métaux de la jonction thermoélectrique, nous avons mis en évidence différents couples thermoélectriques et notamment déterminé les pouvoirs thermoélectriques de ces dépôts en couches minces inférieures à 300 nm. De façon générale, les pouvoirs thermoélectriques mesurés sont nettement plus faibles que pour les matériaux massifs et leur valeur est divisée en moyenne par un facteur deux.

Finalement, nous avons détaillé la réalisation des différentes sondes thermiques extrémales localisées sur pointes métalliques et sur pointes isolantes à base de fibres optiques.

CHAPITRE III

CARACTERISATION DES SONDES & APPLICATIONS

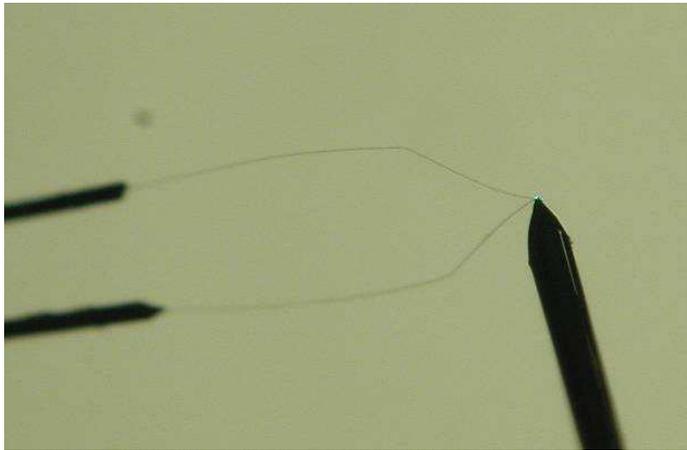


Figure 1 : Mesure du profil de température d'une fibre sur l'apex avec un thermocouple S.

Ce chapitre détaille la caractérisation de la sonde par mesure et étalonnage les différents paramètres tel la réponse thermoélectrique, la bande passante ou les effets d'un contact avec un objet. Ensuite, nous abordons quelques exemples d'applications telle que la débitmétrie.

Introduction

Afin de connaître les spécificités des sondes réalisées jusqu'alors et de pouvoir les utiliser pour différentes applications, il convient de les caractériser par un étalonnage adéquat. Cette caractérisation permet en l'occurrence de connaître la sensibilité et la réponse thermoélectrique du capteur, et d'observer son comportement thermique en mode passif, comme en mode actif lorsqu'un faisceau laser est injecté dans les fibres optiques.

Les méthodes de détermination de ces paramètres requièrent en général des techniques spécifiques nécessitant des bancs de mesure conçus à cet effet. Parmi les équipes travaillant sur ces aspects, chacun développe ses propres méthodes d'étalonnage : [60] utilise un faisceau laser pour exciter en surface et localement la sonde ; [108] étudie les profils de température sur des sondes SthM de Wollaston. Les coefficients de Seebeck peuvent être mesurés de différentes façons et notamment dans une enceinte au vide ([109]). Il est également possible de mesurer les réponses fréquentielles des thermocouples selon divers environnements de convection ou de conduction comme dans les travaux de [110], de [111] ou de [112]. [113] et ensuite [114] ont défini les hypothèses et établi les modèles théoriques régissant le mode de fonctionnement des sondes SThM en expliquant également leur comportement thermique. Les méthodes « 3ω » permettent aussi de caractériser les échanges aux surfaces. En reprenant cette méthode, [28] a développé un modèle adapté à une sonde Wollaston.

La caractérisation que nous utilisons, se décompose en plusieurs parties, avec notamment la détermination du comportement thermique et de la bande passante avec un laser injecté au cœur de la fibre. On mesure aussi la réponse thermoélectrique à l'aide d'un système d'étalonnage réalisé et adapté aux dimensions de la sonde.

1. Comportement thermique des pointes

1.1. Modélisation du comportement thermique

Du point de vue thermique, une pointe se comporte comme une ailette monodimensionnelle en x pour laquelle on peut aisément considérer que le transfert de chaleur est unidirectionnel ; par conséquent, il n'existe pas de gradient de température radial ([115],[116]). Cette hypothèse sera d'autant plus réaliste que l'on se rapprochera de l'apex. On peut donc établir un bilan thermique des pointes en isolant une tranche élémentaire de largeur dx , et en lui appliquant le premier principe de la thermodynamique, soit :

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(kS \frac{\partial \theta}{\partial x} \right) dx - 2\pi rh\theta dx + pSdx = \rho cS \frac{\partial \theta}{\partial t} dx \quad (3.1)$$

avec

- $\theta = \theta(x,t) = (T(x,t) - T_a)$: la différence de température entre la valeur locale $T(x,t)$ et l'ambiance (T_a),

- r et S : le rayon et la section droite de l'élément,
- p : le terme source, soit une puissance par unité de volume ($W.m^{-3}$),
- ρ , c et k : la masse volumique ($kg.m^{-3}$), la chaleur spécifique ($J.kg^{-1}.K^{-1}$) et la conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$) de l'élément,
- h : le coefficient de transfert par convection externe ($W.m^{-2}.K^{-1}$).

Dans cette expression, nous négligeons tout terme radiatif externe, compte tenu des niveaux modestes de températures atteintes (inférieures à $250^{\circ}C$ typiquement). Par ailleurs, toute absorption interne d'énergie par la silice dans l'infrarouge sera supposée intégrée dans le terme source qu'il conviendra d'estimer. Ce terme source, p , résulte donc essentiellement de l'absorption partielle de la lumière le long de la partie métallisée de la pointe. Il n'y a également aucun effet de contact de la pointe en extrémité avec une surface.

Afin que l'équation reste linéaire, il convient de considérer les différents coefficients comme constants, ce qui est généralement le cas lorsque les températures varient peu. Cependant, il est nécessaire de tenir compte de la proportion de métal sur la pointe de silice, ou de plastique le cas échéant, même si chaque tranche se comporte comme un matériau homogène. Nous devons ainsi tenir compte d'une évolution de certaines grandeurs le long de la pointe. Toutes ces grandeurs seront donc dépendantes de la position le long de l'axe, x . C'est également le cas pour le terme source.

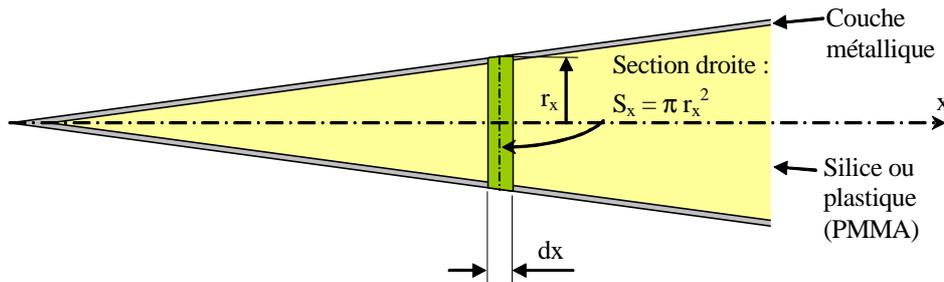


Figure 2 : Discrétisation de la pointe en tranche de largeur élémentaire.

Cette dépendance peut ainsi s'écrire en indiquant cette dépendance spatiale par un indice x :

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(k_x S_x \frac{\partial \theta}{\partial x} \right) dx - 2\pi r_x h \theta dx + p_x S_x dx = \rho_x c_x S_x \frac{\partial \theta}{\partial t} dx \quad (3.2)$$

Ainsi pour chaque tranche, les coefficients restent néanmoins des constantes. On peut déterminer par exemple les caractéristiques thermophysiques d'une tranche en tenant compte des proportions relatives des matériaux, soit pour la chaleur volumique:

$$\rho_x c_x = \frac{\rho_f c_f S_f + \rho_c c_c S_c}{S_x} \quad (3.3)$$

- S_f et S_c : les sections droites de la fibre seule et du dépôt métallique seul.
- S_x : section droite

La conductivité thermique d'une tranche devient de la même manière :

$$k_x = \frac{k_f S_f + k_c S_c}{S_x} \quad (3.4)$$

Cette approche se généralise de la même manière à plusieurs dépôts successifs, c'est le cas du thermocouple sur fibre.

Nous devons ainsi traiter autant d'équations que de tranches élémentaires permettant de remplir ces conditions. Sur le principe de la méthode des différences finies, la largeur de ces tranches est fixée à une valeur discrète Δx , typiquement de l'ordre du micron à quelques dizaines de microns loin de la pointe. Le nombre de solutions est ainsi réduit à une quantité raisonnable que nous noterons n . Chacune des solutions correspond à l'équation différentielle qui lui correspond avec un indice i , allant de 1 à n , telle que :

$$k_i S_i \frac{\partial^2 \theta_i}{\partial x^2} - 2\pi r_i h_i \theta_i + p_i S_i = \rho_i c_i S_i \frac{\partial \theta_i}{\partial t} \quad (3.5)$$

La pointe est donc schématisée par la figure 3 suivante :

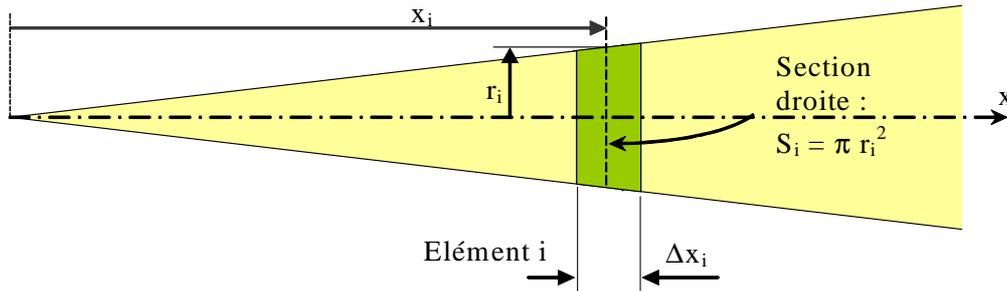


Figure 3 : Définition de chaque tranche.

En simplifiant avec la section droite et en introduisant la diffusivité thermique a_i , on peut écrire :

$$\frac{\partial^2 \theta_i}{\partial x^2} - \frac{2h_i}{k_i r_i} \theta_i + \frac{p_i}{k_i} = \frac{1}{a_i} \frac{\partial \theta_i}{\partial t} \quad (3.6)$$

Le terme instationnaire provient de l'évolution temporelle du terme source $p_i(t)$. Ce terme peut être constant, c'est le régime de fonctionnement le plus courant, ou il peut être modulé périodiquement. Dans ce cas, nous retrouvons des solutions simples en régime périodique pseudo-stationnaire. La solution stationnaire (régime permanent) correspond simplement à un cas particulier de la solution périodique pour laquelle la fréquence est nulle.

Par un changement de variables, on écrit ainsi :

$$p_i = \tilde{p}_i e^{j\omega t} \quad \text{et} \quad \theta_i(x, t) = \tilde{\theta}_i(x) e^{j\omega t}$$

avec la pulsation $\omega = 2\pi f$ de fréquence f .

Ainsi l'équation du bilan d'une tranche devient :

$$\frac{d^2 \tilde{\theta}_i}{dx^2} - \frac{2h_i}{k_i r_i} \tilde{\theta}_i + \frac{\tilde{p}_i}{k_i} = \frac{j\omega}{a_i} \tilde{\theta}_i \quad (3.7)$$

ou encore

$$\frac{d^2 \tilde{\theta}_i}{dx^2} - m_i^2 \tilde{\theta}_i = -\frac{\tilde{p}_i}{k_i} \quad (3.8)$$

avec
$$m_i = \sqrt{\frac{2h_i}{k_i r_i} + \frac{j\omega}{a_i}}$$

La solution est évidente :

$$\tilde{\theta}_i = \frac{\tilde{p}_i}{k_i m_i^2} + A_i e^{-m_i x} + B_i e^{m_i x} \quad (3.9)$$

Pour chaque tranche i , cette solution s'applique, avec deux constants d'intégration, A_i et B_i qu'il faut extraire de conditions aux limites ad hoc. La figure 4 décrit la structure géométrique réelle et les interfaces entre éléments. Les positions longitudinales des interfaces sont notées δ_1 à δ_{n-1} . Pour chacune d'elles, nous énonçons une condition de conservation du flux thermique et de la température. Une solution de type semi-infinie est appliquée à la dernière expression ce qui revient à fixer la dernière constante $B_n = 0$.

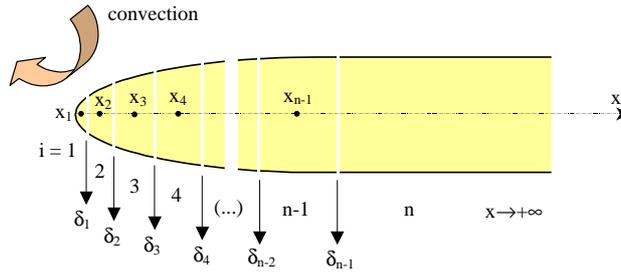


Figure 4 : Structure géométrique réelle et interfaces entre éléments.

Le premier élément en revanche, correspond à l'apex. Le plus simple est de considérer une dissipation convective, c'est-à-dire une condition de type Fourier. Toute la difficulté, dans cette configuration, mais également lors d'un contact, sera de fixer quantitativement le coefficient d'échange h , ou, le cas échéant, une conductance incluant un contact thermique sur un objet.

Pour l'ensemble des équations, nous obtenons :

$$\left\{ \begin{array}{l} \tilde{\theta}_1 = \frac{\tilde{p}_1}{k_1 m_1^2} + A_1 e^{-m_1 x} + B_1 e^{m_1 x} \\ \tilde{\theta}_2 = \frac{\tilde{p}_2}{k_2 m_2^2} + A_2 e^{-m_2 x} + B_2 e^{m_2 x} \\ \dots \\ \tilde{\theta}_{n-1} = \frac{\tilde{p}_{n-1}}{k_{n-1} m_{n-1}^2} + A_{n-1} e^{-m_{n-1} x} + B_{n-1} e^{m_{n-1} x} \\ \tilde{\theta}_n = \frac{\tilde{p}_n}{k_n m_n^2} + A_n e^{-m_n x} \end{array} \right. \quad (3.10)$$

auxquelles on adjoint une condition à l'apex :

$$\left. \frac{d\tilde{\theta}_1}{dx} \right|_{x=0} = \frac{h_1}{k_1} \tilde{\theta}_1(0) \quad (3.11)$$

Pour i allant de 1 à $(n-1)$, nous introduisons les conditions d'égalité des températures aux interfaces :

$$\tilde{\theta}_i(\delta_i) = \tilde{\theta}_{i+1}(\delta_i) \quad (3.12)$$

et de conservation du flux de chaleur:
$$k_i S_i \left. \frac{d\tilde{\theta}_i}{dx} \right|_{x=\delta_i} = k_{i+1} S_{i+1} \left. \frac{d\tilde{\theta}_{i+1}}{dx} \right|_{x=\delta_i} \quad (3.13)$$

On calcule ainsi (2n-1) constantes à partir de (2n-1) équations linéaires.

En reprenant l'ensemble des expressions, on aboutit à une formulation récursive des constantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} A_1 \left(m_1 + \frac{h_1}{k_1} \right) + \frac{h_1 \tilde{p}_1}{k_1^2 m_1^2} = B_1 \left(m_1 - \frac{h_1}{k_1} \right) \\ A_{i+1} = \frac{A_i}{2} \left(1 + \frac{m_i k_i S_i}{m_{i+1} k_{i+1} S_{i+1}} \right) e^{(m_{i+1} - m_i) \delta_i} \\ \quad + \frac{B_i}{2} \left(1 - \frac{m_i k_i S_i}{m_{i+1} k_{i+1} S_{i+1}} \right) e^{(m_{i+1} + m_i) \delta_i} \\ \quad + \frac{1}{2} \left(\frac{\tilde{p}_i}{k_i m_i^2} - \frac{\tilde{p}_{i+1}}{k_{i+1} m_{i+1}^2} \right) e^{m_{i+1} \delta_i} \\ \text{pour } i = 1 \text{ à } n-1; \\ B_{i+1} = \frac{A_i}{2} \left(1 - \frac{m_i k_i S_i}{m_{i+1} k_{i+1} S_{i+1}} \right) e^{-(m_i + m_{i+1}) \delta_i} \\ \quad + \frac{B_i}{2} \left(1 + \frac{m_i k_i S_i}{m_{i+1} k_{i+1} S_{i+1}} \right) e^{(m_i - m_{i+1}) \delta_i} \\ \quad + \frac{1}{2} \left(\frac{\tilde{p}_i}{k_i m_i^2} - \frac{\tilde{p}_{i+1}}{k_{i+1} m_{i+1}^2} \right) e^{-m_{i+1} \delta_i} \\ \text{pour } i = 1 \text{ à } n-2; \\ \text{et } B_n = 0 \end{array} \right. \quad (3.14)$$

Le calcul numérique est réalisé au moyen du logiciel Mathematica. Un des avantages de cette formulation est sa souplesse au niveau de la forme de pointe. On peut par exemple en extraire le profil à partir d'une simple photographie. Il en va de même avec la nature et la répartition du métal déposé sur la pointe, ainsi que les conditions dissipatives externes ou internes. Le terme source peut ainsi être distribué de façon quelconque.

Compte tenu de l'évolution des dimensions des pointes, et pour réduire le temps de calcul, la largeur des tranches est variable : de 10 nm pour l'apex jusqu'à 50 µm pour l'avant-dernière couche située à environ 1 mm, la dernière étant semi-infinie. Au total, le nombre de couches s'élève à 300 environ. Le temps de calcul n'excède ainsi jamais la dizaine de secondes.

1.2. Le terme source

L'apport de chaleur provient de l'absorption progressive de la lumière le long de la partie métallisée de la pointe. Cette conversion d'énergie explique évidemment les faibles

valeurs de transmittivité énergétique de ces pointes (inférieure à 10^{-3}). Elle pose d'autres problèmes en imagerie optique de champ proche puisqu'elle est à l'origine d'artefacts provenant d'effets de déformations thermoélastiques dans le meilleur des cas, mais pouvant aller jusqu'à la destruction de la pointe lorsque la température excède 350°C environ. De tels niveaux de température sont couramment atteints, et ont été observés ([116]) et confirmés par calcul ([47]).

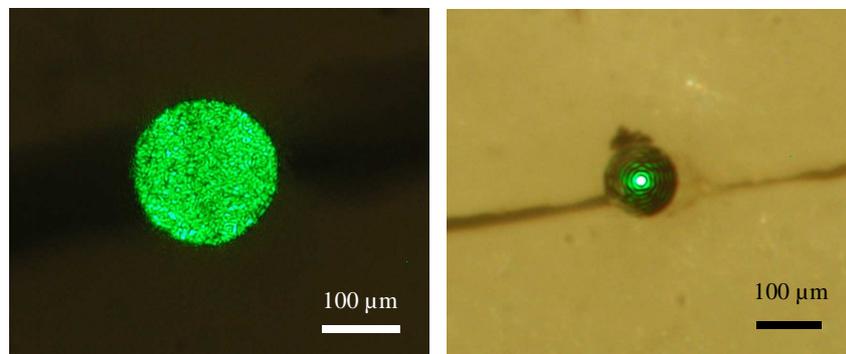


Figure 5 : Répartition lumineuse dans une fibre plastique et une fibre silice

On considère donc que ces effets thermiques, conséquences de phénomènes de réflexions optiques, confirment largement les hypothèses de comportement à grande échelle (champ lointain), autorisant une analyse optique simplifiée s'appuyant sur l'optique géométrique. C'est la méthode dite de « ray tracing » ou étude de la trajectoire des rayons lumineux ([115],[117]) qui permet de prendre en compte les effets optiques à grande distance. Par ailleurs, il n'est pas encore envisageable à ce jour, de tenter de résoudre les équations de propagation du champ électromagnétique (Maxwell) de façon numérique pour des distances typiquement supérieures à quelques microns, principalement pour des raisons techniques de complexité et de limitation des ressources informatiques ([118],[119]).

Les images (Figure5) montrent bien la répartition lumineuse dans une section droite de fibre plastique de diamètre $250\ \mu\text{m}$ à gauche, et d'une fibre silice de diamètre $125\ \mu\text{m}$ à droite. Dans ces deux cas, le guidage de la lumière est très différent. A droite dans la silice, la fibre est monomode, et le cœur est dimensionné pour guider le mode principal du faisceau autour de $630\ \text{nm}$, la longueur d'onde du faisceau injecté étant $532\ \text{nm}$ (Yag doublé en fréquence). Dans la fibre plastique, aucun mode n'est guidé, il n'y a pas de cœur, seule la gaine externe participe aux réflexions totales tout au long de celle-ci. La lumière perd sa cohérence, cependant la densité de puissance est relativement homogène sur toute la section droite.

La structure guidante du cœur de fibre en silice assure un confinement tel que la tache de diffraction que l'on observe sur le cliché, a un diamètre de l'ordre de $30\ \mu\text{m}$.

Les auteurs ([115],[117]) ayant travaillé sur ce problème d'échauffement des fibres optiques métallisées ont effectué des simulations numériques dans lesquelles le terme source présentait une distribution simplifiée à l'extrême. En effet, celle-ci était homogène, linéairement croissante ou linéairement décroissante, le long de la partie conique, ou d'une fraction de celle-ci.

1.3. Distribution de la densité lumineuse

Nous reprenons ainsi le concept très simple de « ray tracing » pour déterminer la distribution de puissance lumineuse qui sera dégradée dans les différentes pointes que nous

avons réalisées. Le principe est simple et repose sur un calcul géométrique d'intersections entre des droites représentant les rayons lumineux et la surface de la pointe. A chaque point d'intersection, on détermine la nouvelle direction par la loi de Snell-Descartes, et une fraction de l'énergie est considérée comme absorbée. Il suffit de répéter l'opération un nombre de fois suffisant pour qu'un rayon déterminé quitte la pointe, et cela pour un nombre de rayons discrets suffisants pour être représentatifs de la répartition de puissance lumineuse du faisceau incident à l'entrée de la pointe.

Les résultats publiés par Thiery montrent clairement que d'une façon générale, c'est-à-dire pour une pointe parfaitement conique ou quelconque, la fraction de puissance qui peut émerger de l'apex tend vers zéro. Seuls les rayons dont la trajectoire conduit directement à l'apex peuvent en émerger ([120]). La situation est relativement semblable pour d'autres géométries, seule la distribution des réflexions et finalement de l'énergie absorbée est différente.

1.3.1. Pointes coniques

Un cône parfait n'a pas la moindre chance d'exister. Cependant son étude préalable permet d'extraire quelques observations utiles. [120] a montré que les réflexions ne pouvaient pas atteindre l'apex et que les faisceaux rebroussaient chemin de façon systématique.

En reprenant ses calculs, nous remarquons tout d'abord que des zones de concentration lumineuse apparaissent, exactement comme les effets de caustique. Les figures 6 à 10 décrivent la proportion du nombre de réflexions (%) comptabilisée pour chacun des éléments de la pointe, précédemment discrétisée, ce qui explique la distribution en « marches » de ces résultats.

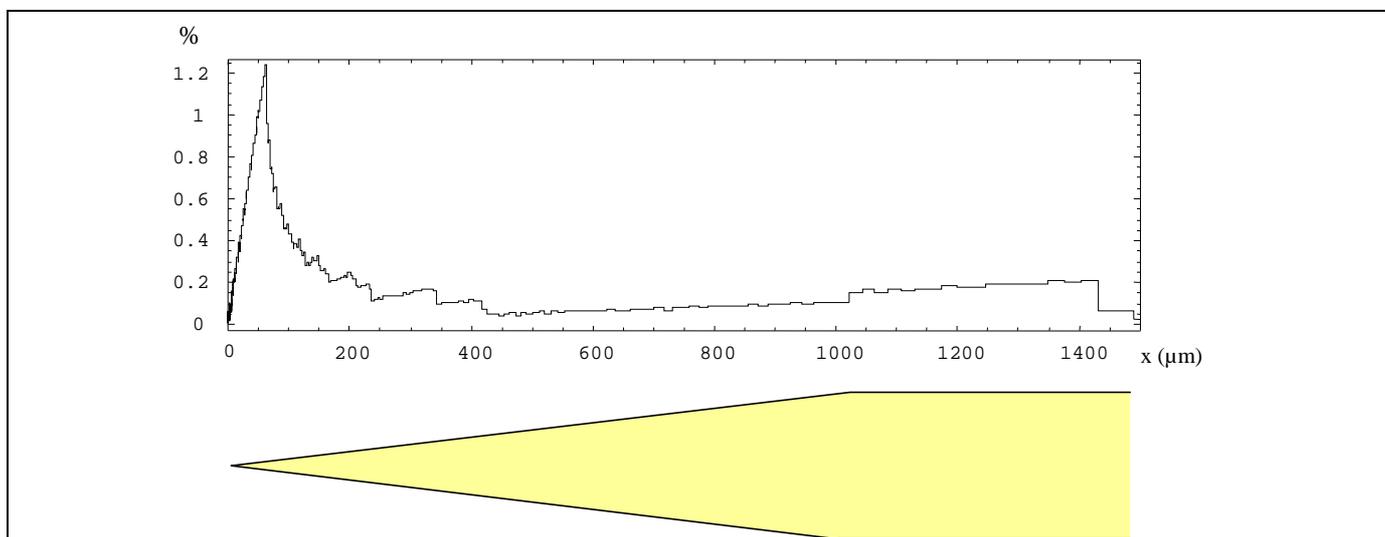


Figure 6 : Pourcentage de lumière dans une fibre de demi-angle $4,5^\circ$

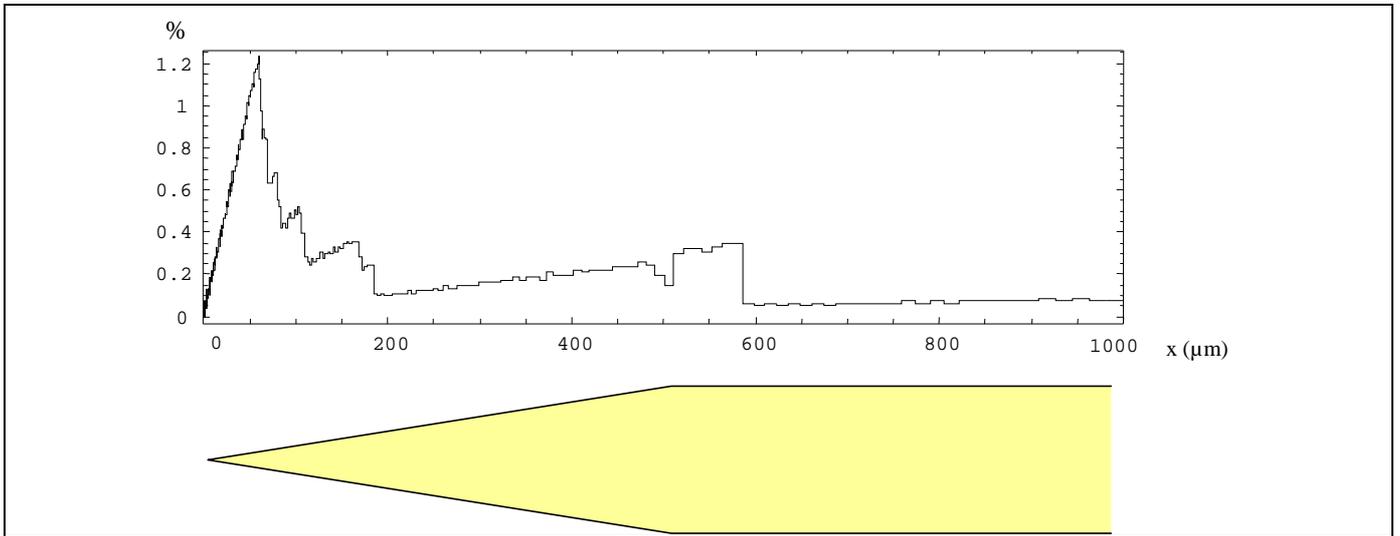


Figure 7 : Pourcentage de lumière dans une fibre de demi -angle 7°

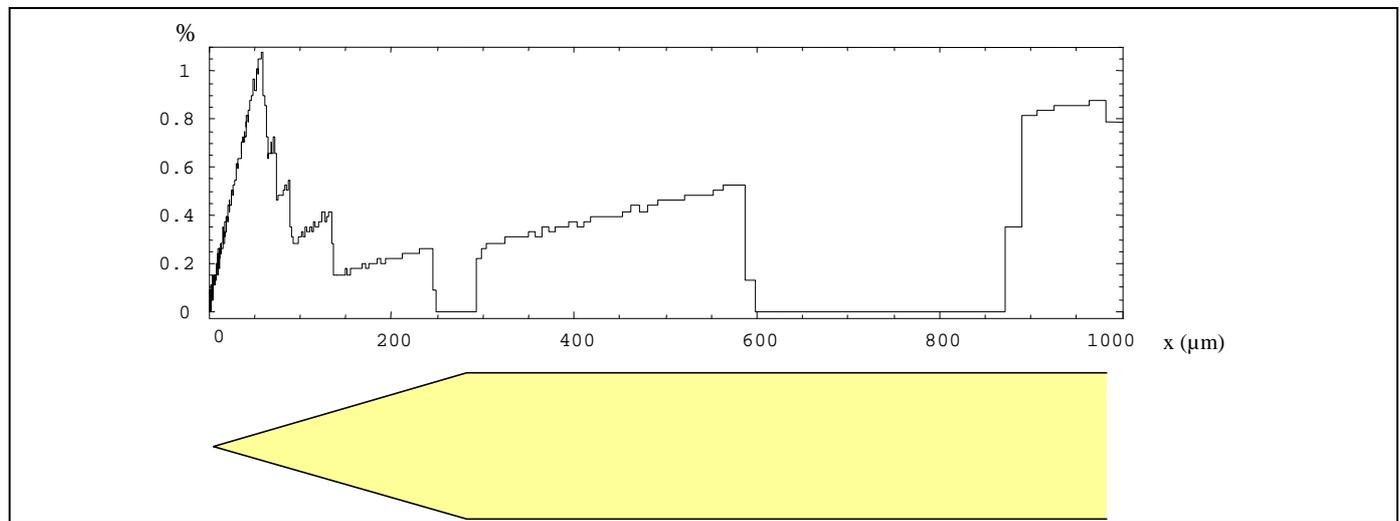


Figure 8 : Pourcentage de lumière dans une fibre de demi -angle 14°

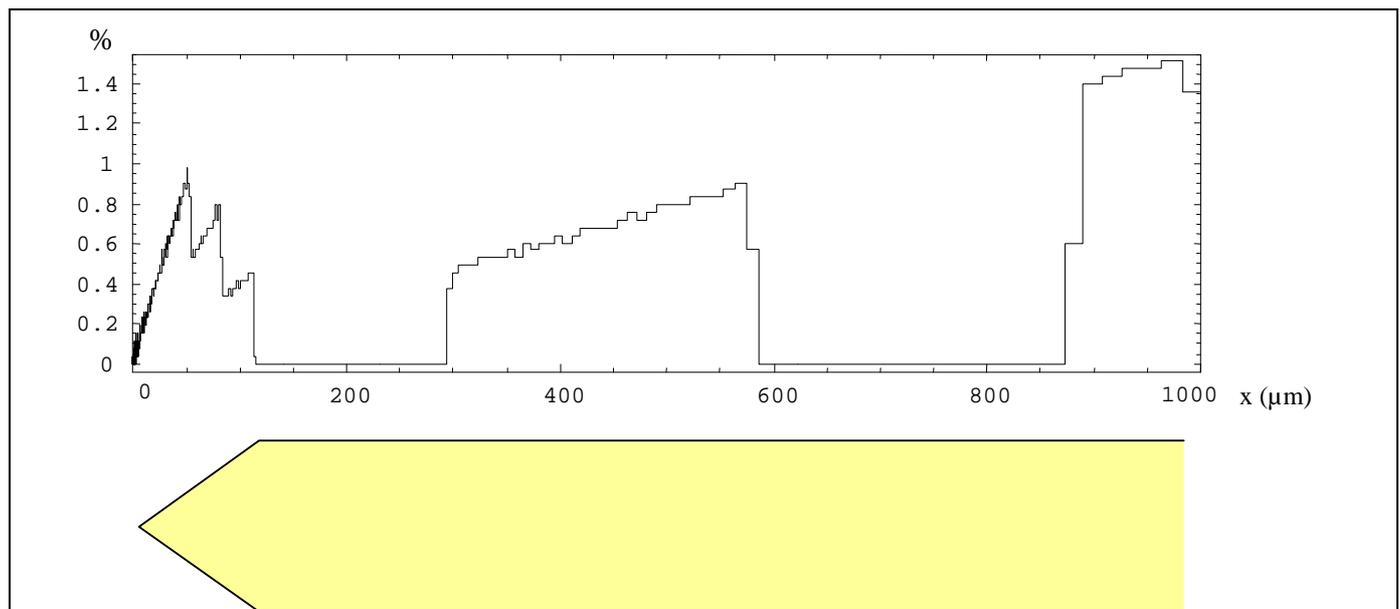


Figure 9 : Pourcentage de lumière dans une fibre de demi -angle 28°

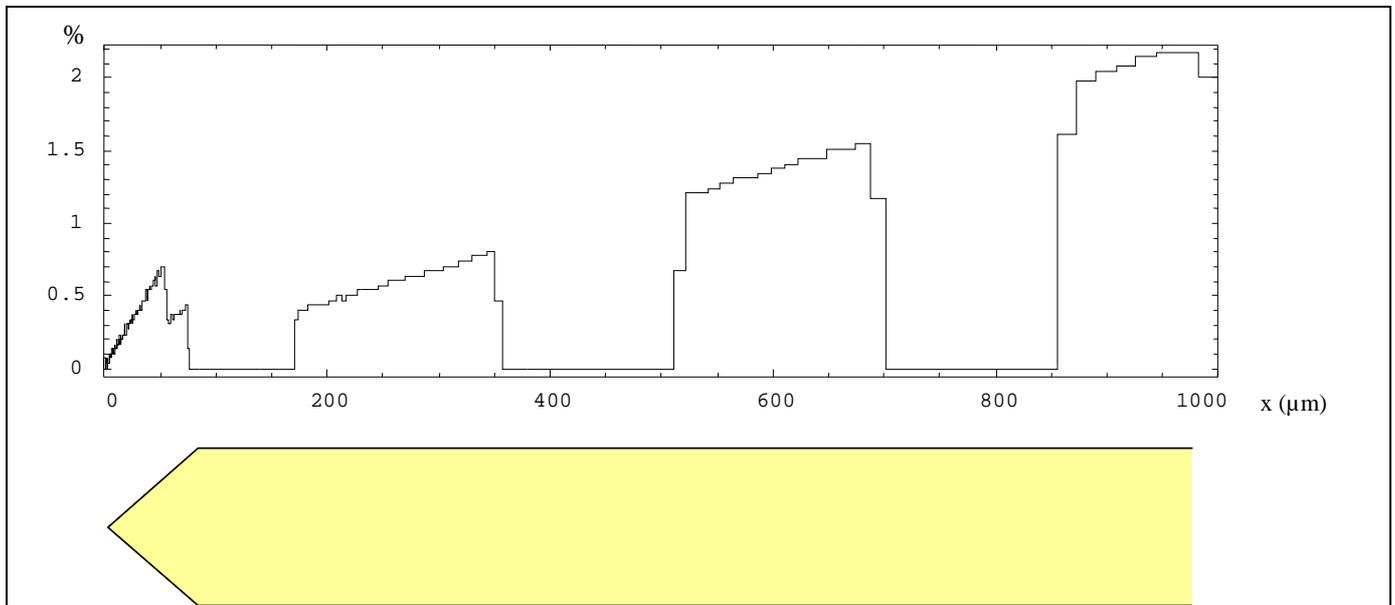


Figure 10 : Pourcentage de lumière dans une fibre de demi -angle 40°

On remarque que globalement la concentration des réflexions est toujours nulle à l'apex, puis augmente vers un premier maximum au voisinage de $50 \mu\text{m}$. Cette concentration principale concerne typiquement $200 \mu\text{m}$ de long pour des pointes effilées, mais se réduit progressivement pour des cônes plus ouverts. Les réflexions secondaires avec effet de caustique apparaissent également dans ces derniers cas.

1.3.2. Pointes réelles non coniques

Les pointes réelles ont des formes très variées qui dépendent de leur technique d'obtention. Nous reprenons ainsi les formes les plus couramment obtenues. A partir de clichés à une échelle connue, nous pouvons extraire les profils mathématiques par reconnaissance du contraste. Le profil est représenté par une ou plusieurs fonctions polynomiales, dont le degré dépend de la forme (typiquement jusqu'à 9) et aisément utilisable du point de vue numérique. Le calcul des réflexions optiques s'effectue ensuite de la même manière que dans les cônes parfaits.

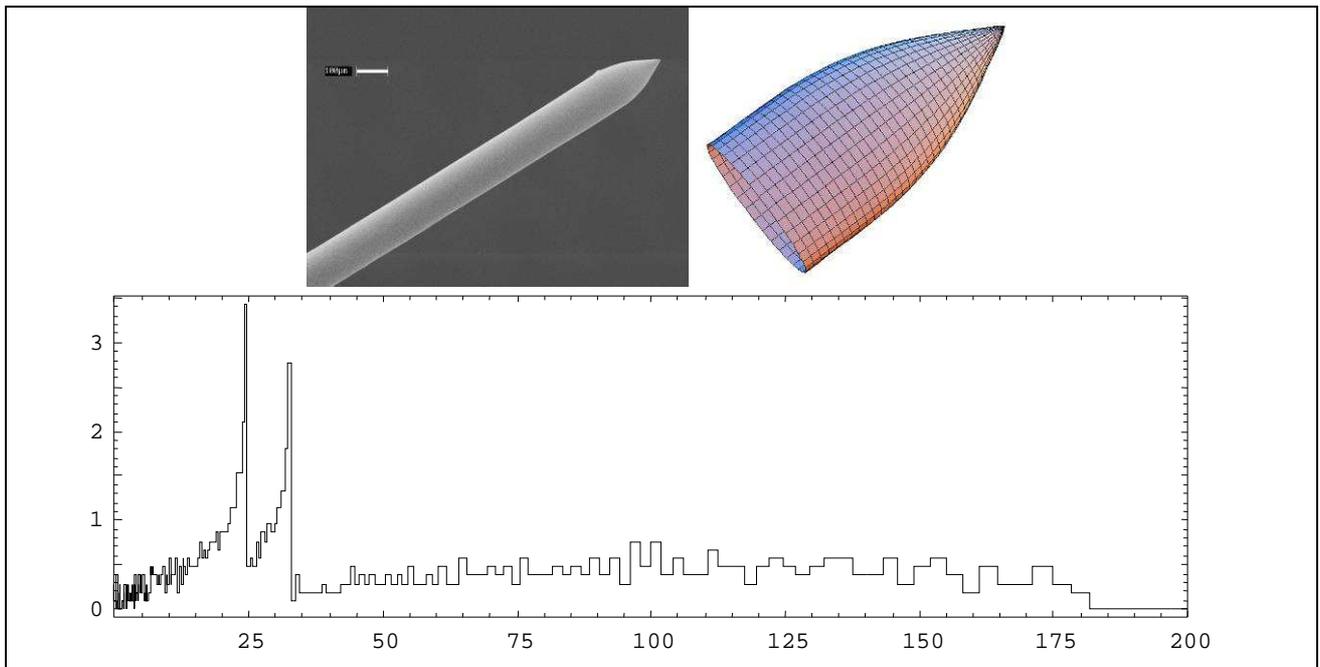


Figure 11 : Pointe non retouchée A

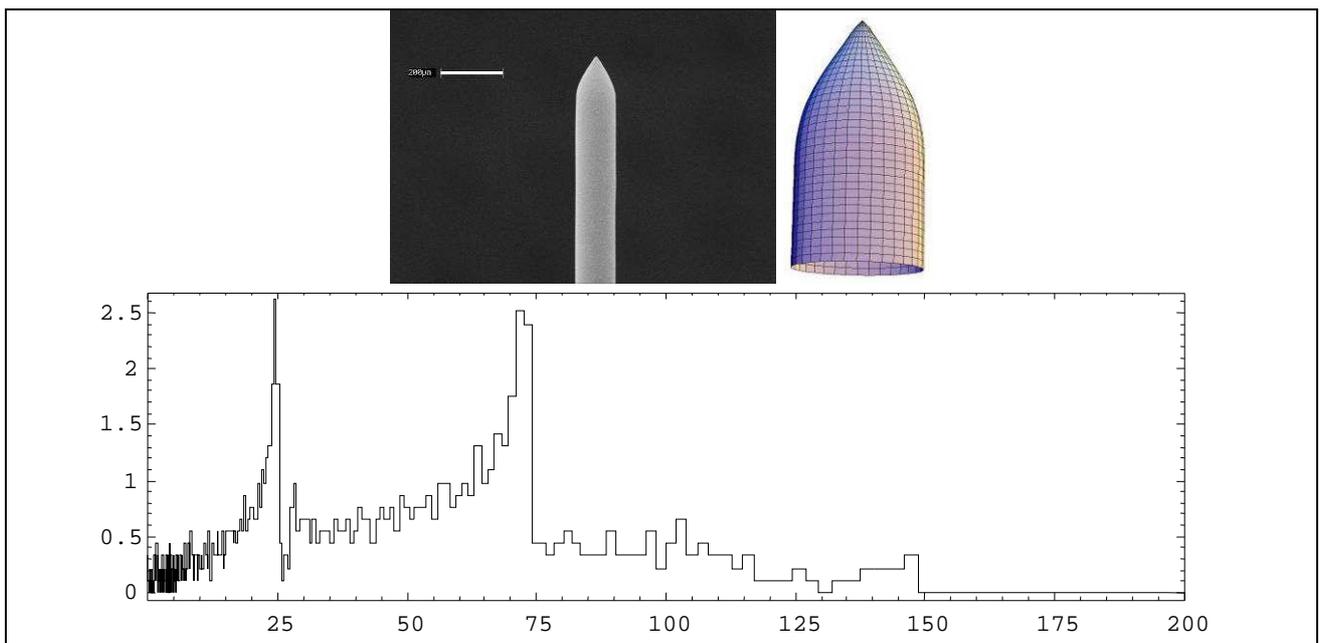


Figure 12 : Pointe non retouchée B

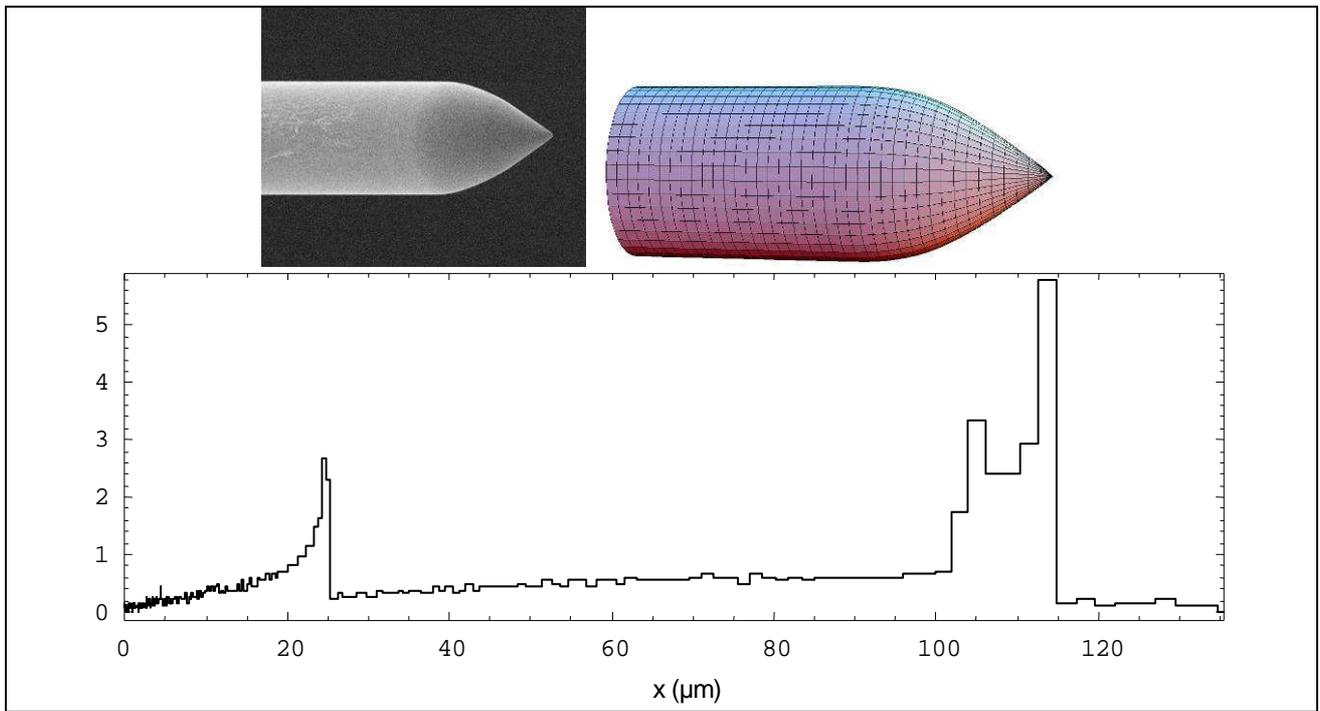


Figure 13 : Pointe retouchée C

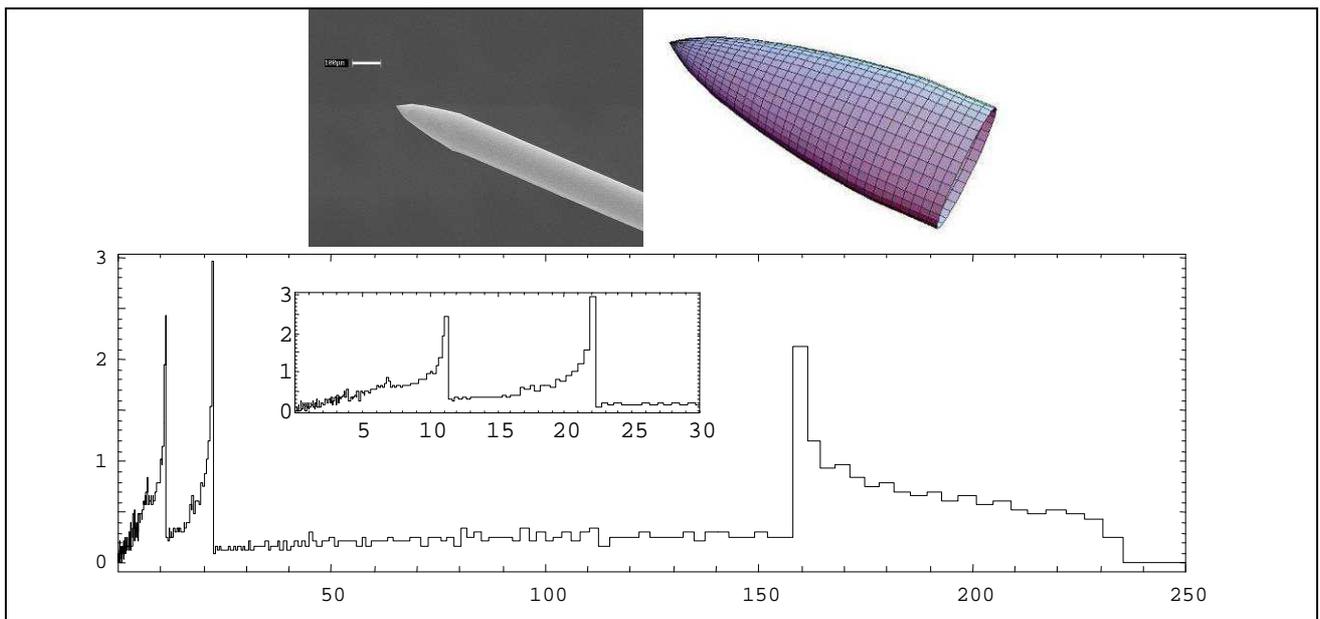


Figure 14 : Pointe retouchée D

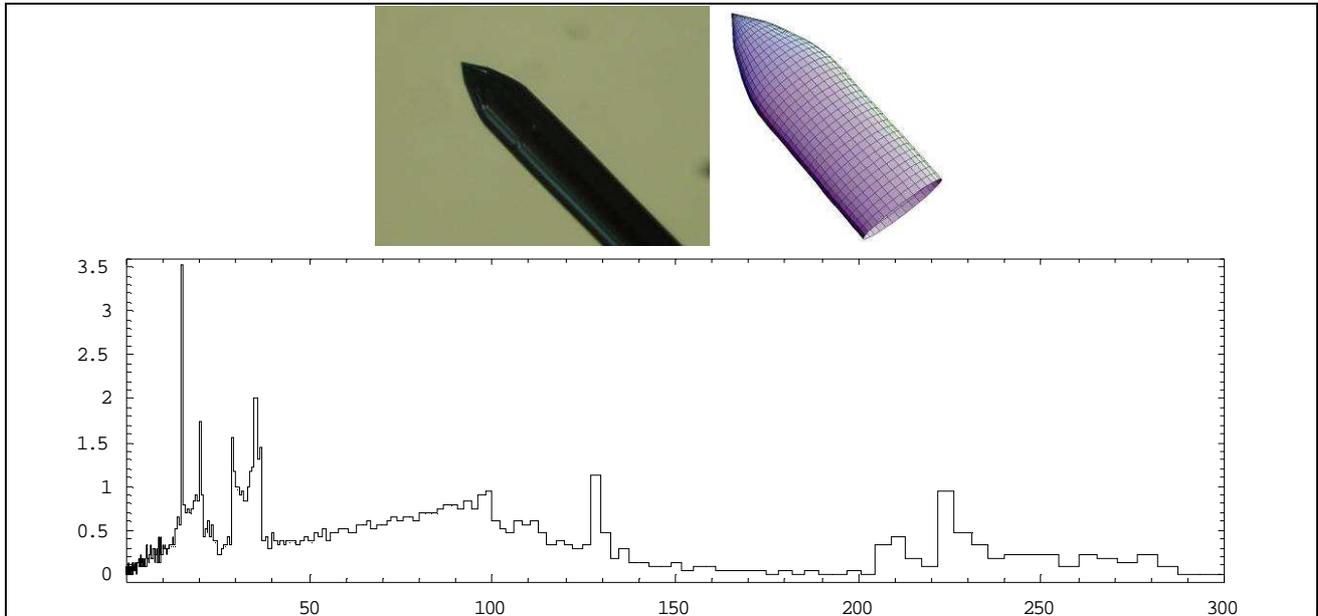


Figure 15 : Pointe retouchée E

Il est intéressant de noter la similitude entre ces diverses densités de réflexions (figure 11 à 15), avec une particularité que l'on retrouve dans le cas des cônes pour les fibres C, D et E. En effet, celles-ci ont été retouchées par un polissage de finition, de sorte que leur extrémité présente un cône et pour les deux dernières, une légère rupture de pente. Il en résulte un effet de concentration supplémentaire que l'on observe au voisinage de 100 et 200 μm .

Toutefois, d'une manière générale, l'essentiel des réflexions se situe dans la première centaine de microns, avec en particulier un à deux pics que l'on peut tenter d'expliquer par la forme générale des pointes qui s'apparente à celle d'un miroir parabolique.

Les fibres plastiques sont obtenues par attaque chimique. Les profils généralement obtenus sont très effilés malgré un apex assez grossier, le demi angle moyen étant de 4° environ. Leur diamètre est le double de celui des fibres en silice soit 250 μm . À partir des images suivantes (figure 16), on opère de la même manière.

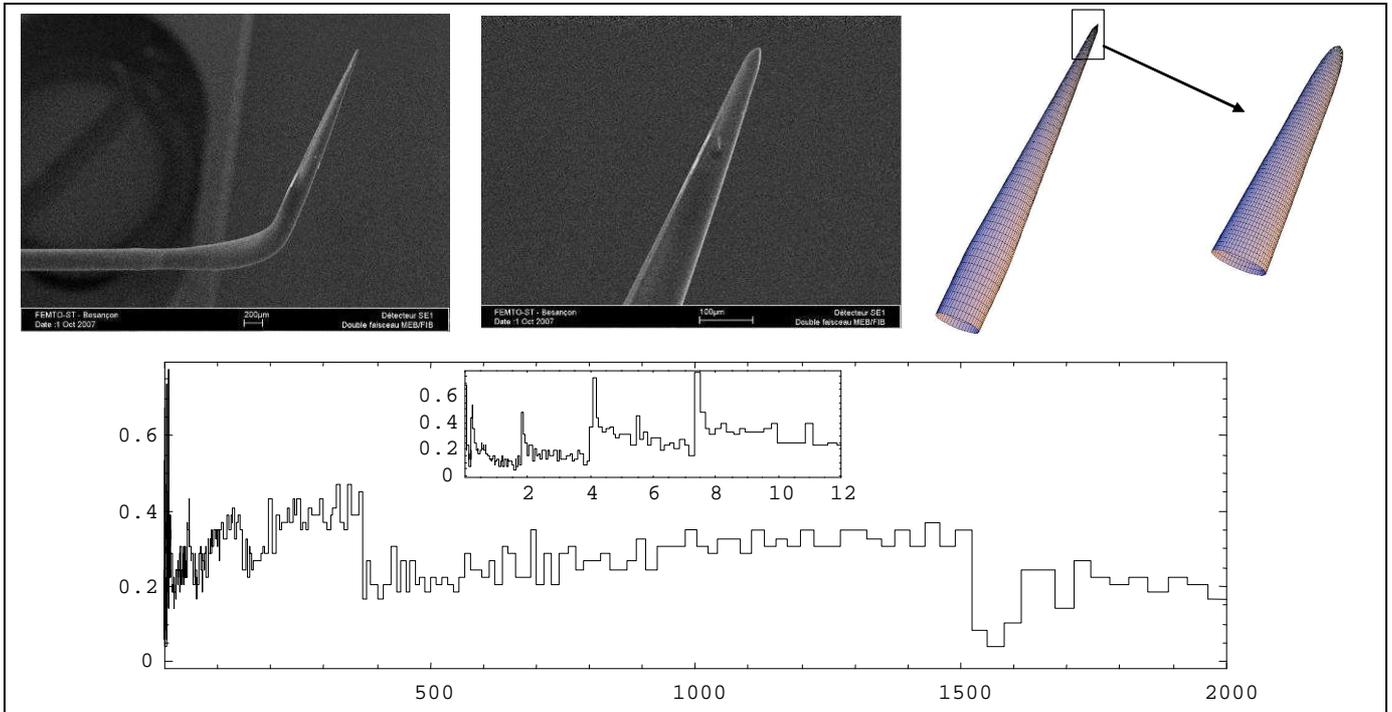


Figure 16 : Fibre Plastique

On constate d'une part que la longueur de la pointe entraîne un étalement des réflexions comparable à celui des cônes de faible demi-angle. D'autre part, on retrouve les effets de concentration localisés situés dans les dix premiers microns de l'apex puisque celui-ci est à fort rayon de courbure. Cette distribution, très uniforme sur toute la partie conique, soit dans ce cas 2 mm environ, aura une grande importance dans le calcul de la distribution de puissance lumineuse puis de la température.

1.4. Distribution de la puissance absorbée

Les résultats précédents ne sont pas assez significatifs pour établir un bilan thermique exact des pointes. En effet, ils ne tiennent pas compte de la distribution de densité de puissance radiale à l'entrée des pointes. Rappelons que, de façon identique à la discrétisation des pointes, nous avons découpé l'onde lumineuse en rayons discrets, avec un pas de $0,1 \mu\text{m}$ sur toute la section. Pour calculer la répartition de puissance générée par ces réflexions, on affecte à chaque rayon lumineux un « poids » énergétique (P_i), permettant d'en déduire la puissance absorbée à chaque réflexion, que l'on retranche à la fraction réfléchie, et ainsi de suite...

La fraction de puissance incidente, dégradée en chaleur, est liée à la fraction non réfléchie ($1-R$) qui dépend de la nature du métal et sa température, de l'angle d'incidence, de la longueur d'onde du rayonnement et de sa polarisation. Les fibres n'étant pas à maintien de polarisation, nous considérons que le rayonnement n'est pas polarisé.

Par ailleurs, comme pour les autres paramètres, nous admettrons que la valeur de l'absorptivité ne varie pas sur le domaine de température considéré. En revanche nous prendrons en considération l'angle de réflexion pour lequel on note une augmentation sensible

mais néanmoins modérée au voisinage de l'angle de Brewster (80°), puisque ce type de courbe représente la moyenne entre les courbes de polarisation parallèle et normale.

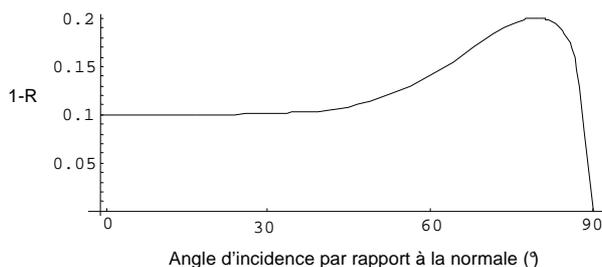


Figure 17: Dépendance de l'absorptivité avec l'angle d'incidence pour une valeur fixée à 0,1 en incidence normale

Selon le métal déposé, cette absorptivité peut être très différente. Ainsi pour une longueur d'onde de 532 nm et en incidence normale, les données sur l'aluminium indiquent 0,078 et 0,33 pour le chrome. Ce facteur 4 a évidemment une grande importance sur le niveau d'échauffement qui en résulte ([121]).

Comme nous l'avons constaté sur les images de la figure (5), les fibres en silice guident la lumière au niveau du cœur. Ainsi la forme du faisceau est proche d'une distribution gaussienne classique (mode TEM00), avec un rayon caractéristique à l'entrée des pointes qu'il est possible de faire varier.

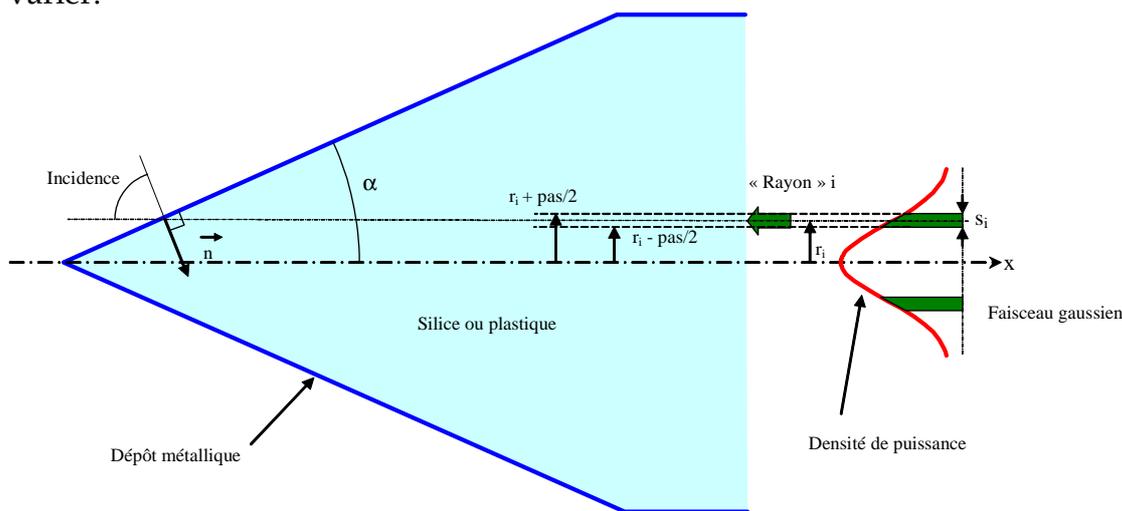


Figure 18 : Paramètres de la géométrie du cône.

La densité de puissance lumineuse d'un faisceau à profil gaussien s'écrit :

$$I(r) = \frac{2P}{\pi r_0^2} e^{-\frac{2r^2}{r_0^2}} \quad (3.15)$$

- P : la puissance contenue dans tout le faisceau
- r_0 : le rayon caractéristique de celui-ci à $1/e^2$.

Par symétrie axiale, la discrétisation implique de tenir compte de la densité puissance intégrée à la fois sur la largeur du pas (dr) et le pourtour ($2\pi r$), on a donc naturellement la puissance portée par le rayon i :

$$P_i = 2\pi \int_{r_i-pas}^{r_i+pas} rI(r).dr = P \left(e^{-2\left(\frac{r_i-pas}{r_0}\right)^2} - e^{-2\left(\frac{r_i+pas}{r_0}\right)^2} \right) \quad (3.16)$$

Le cas des fibres en plastique est particulier puisque nous considérons que la distribution radiale est constante sur toute la section de rayon r_f . Le calcul est ainsi plus direct et revient à :

$$P_i = 2P \frac{r_i}{r_f^2} pas \quad (3.17)$$

Les auteurs ont proposé différents choix dans la présentation des termes sources ; certains utilisent la puissance déposée par unité de surface de dépôt métallique, appelée « sideput density » ([122]), dont l'intérêt provient de la mise en évidence des zones susceptibles de subir les premiers dommages. Il en va de même pour l'utilisation des puissances par unité de volume en divisant le terme source par le volume de la tranche considérée. Il est toutefois plus parlant de tracer soit les termes P_i , soit ces mêmes termes divisés par la largeur de la tranche, qui, rappelons-le, n'est pas constante. Pour simplifier, nous traçons les fractions de puissance déposées dans chaque élément (P_i) par rapport à la puissance totale absorbée (et non injectée), en pourcentage.

1.5. Résultats sur fibres métallisées

Dans le problème considéré, les données thermophysiques sont considérées comme des constantes sur la gamme de température à laquelle sont soumises les pointes, soit autour de 350K. Le tableau ci-dessous (figure 19) indiquent les valeurs utilisées. La conductivité thermique des métaux en couches minces, dont l'épaisseur est de l'ordre de 150 nm, a été réduite conformément aux observations, notamment pour l'aluminium ([123]) dont la conductivité est typiquement inférieure de moitié comparée aux valeurs du matériau massif.

	k (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	c (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	ρ (kg.m ⁻³)	a (m ² .s ⁻¹)
Aluminium	170	920	2700	6,8 10 ⁻⁵
Chrome	45	470	7100	1,4 10 ⁻⁵
Silice (SiO ₂)	1,5	750	2200	9 10 ⁻⁷
Plastique (PMMA)	0,3	100	2100	1,4 10 ⁻⁶

Figure 19 : Propriétés des matériaux constituant la pointe et les dépôts.

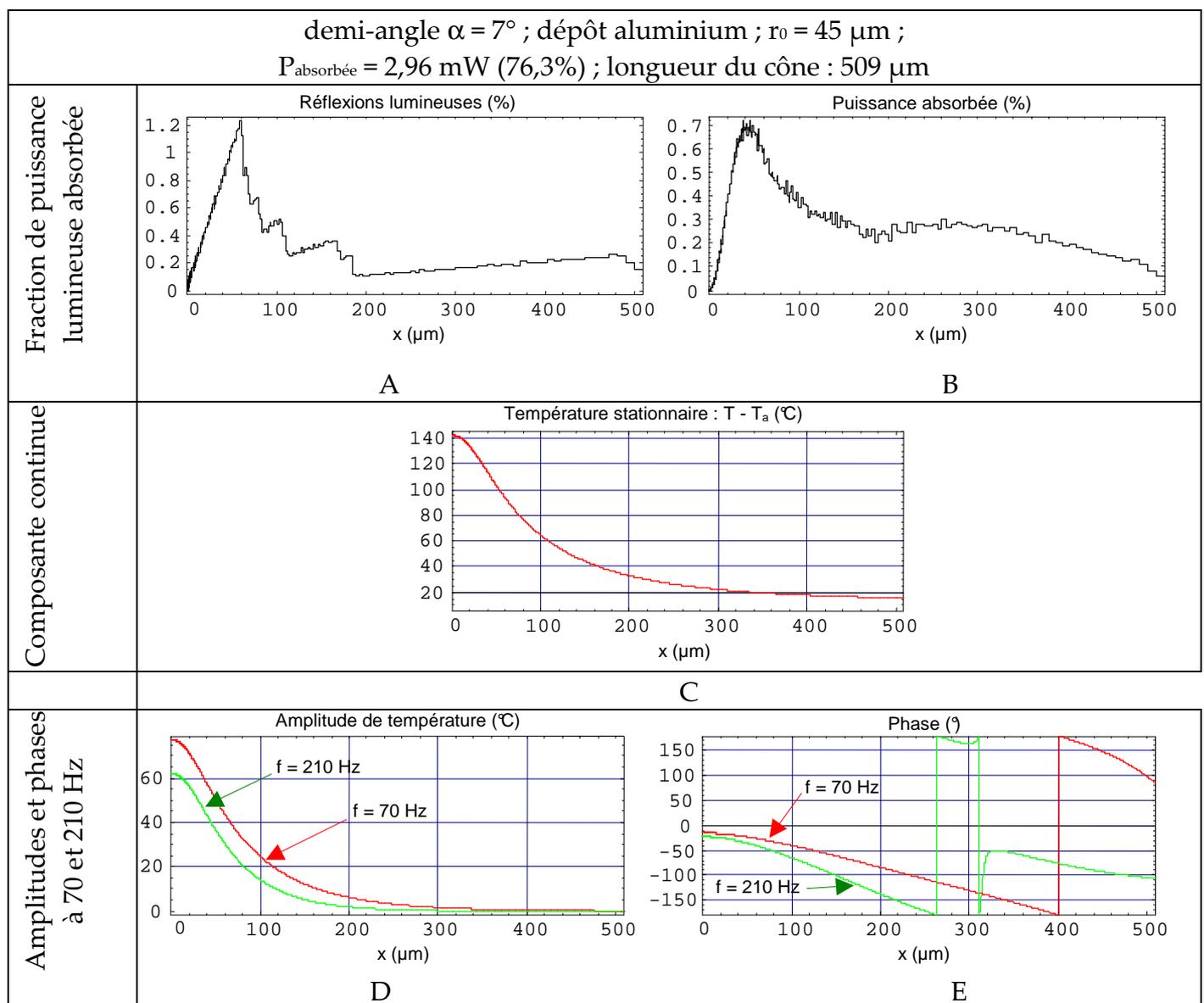
La question la plus délicate réside dans l'estimation du coefficient d'échange externe (convection) h . Différentes études ont été publiées au sujet des effets de convection naturelle autour de cylindres, mais assez peu concernent les fils de faible diamètre qui représentent les cas particuliers des anémomètres à fil chaud ou des sondes à vide ([124], [125], [126], [127]).

Les corrélations disponibles permettent de déterminer une valeur approchée du coefficient convectif autour de la partie pleine de la fibre (diamètre 125 μm), typiquement comprise entre 100 et 200 W.m⁻².K⁻¹. Toutefois, le cas des pointes est moins évident car il n'existe aucune corrélation. D'une façon générale, l'augmentation du coefficient h lorsque la dimension caractéristique de l'objet décroît est clairement établie ([126],[127]). En extrapolant au voisinage

du micromètre, on atteint une valeur de plusieurs milliers de $W.m^{-2}.K^{-1}$. L'expérience des travaux précédents nous conduit à reprendre les valeurs de $2000 W.m^{-2}.K^{-1}$ à l'apex, et $100 W.m^{-2}.K^{-1}$ autour de la fibre pleine ([128],[47]). Entre ces deux valeurs extrêmes, le long de la pointe, la variation du coefficient d'échange est supposée linéaire.

1.5.1. Pointes coniques

Afin d'observer les différences de comportement thermique en fonction des paramètres principaux de façon synthétique, nous donnons deux exemples caractéristiques de résultats concernant deux pointes de silice, pour 2 demi-angles de cône (7° et 40°), deux rayons caractéristiques de faisceau gaussien, pour une couches métalliques d'aluminium (épaisseur 150 nm). Ces résultats sont illustrés ci-dessous (figure 20 et 21), on notera que les distributions de puissances lumineuses et les dissipations de chaleur sont très différentes.



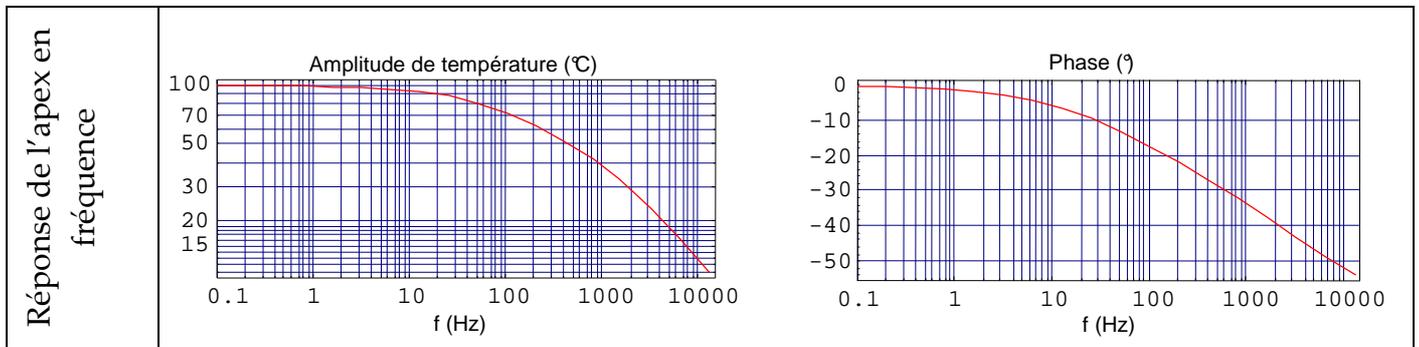


Figure 20 : Caractéristiques du comportement thermique d'une fibre ayant un demi angle = 7°.

Le cas traité est représentatif d'une pointe effilée, dans laquelle la source de chaleur est très étendue (graphiques A et B), typiquement au delà du cône dont la longueur est de 509 μm . Le graphique C montre la distribution de température stationnaire (cas du régime permanent correspondant à une fréquence f nulle). Dans le graphique D, les amplitudes de température (valeurs demi-crêtes) en régime périodique correspondent aux fréquences 70 et 210 Hz. Il s'agit des amplitudes de l'oscillation de la température autour de la valeur statique.

Le graphique E donne la répartition de la phase de ce signal périodique, en degrés. On remarque que les profils sont fortement décroissants, et que le maximum des températures est d'une façon générale (mais pas systématique) sur l'apex. Les amplitudes de température décroissent lorsque la fréquence augmente, et les phases diminuent plus rapidement. Le plus important est de noter la présence et le déplacement avec la fréquence de sauts de phase, indiquant la présence d'une source, par définition en déphasage nul, qui s'additionne à la décroissance linéaire du régime diffusif pur, provenant de la zone plus chaude. Ces sauts de phase ont été mesurés dans des travaux précédents, et démontrent bien la présence du terme source à des distances très importantes de l'apex.

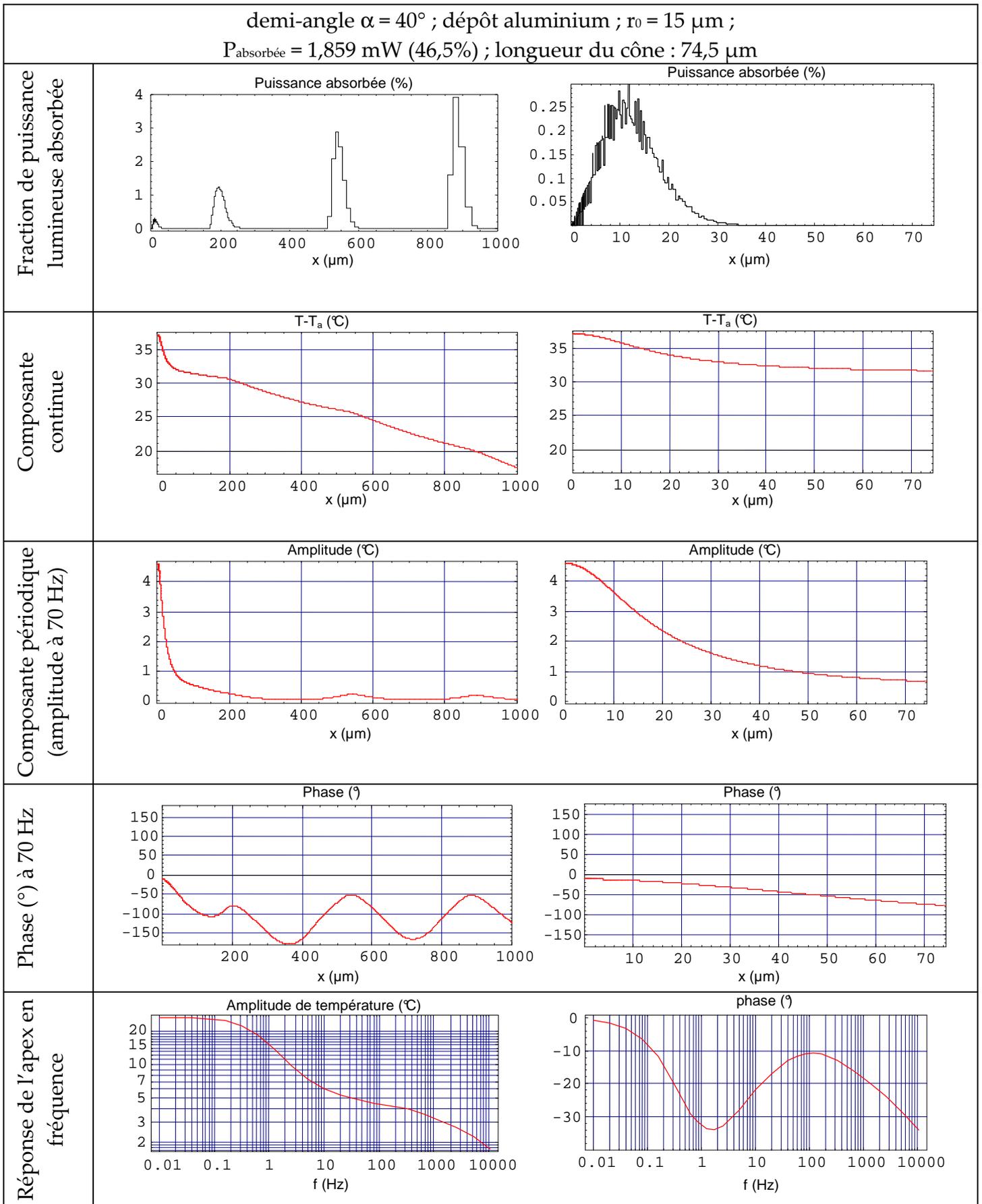


Figure 21 : Caractéristiques du comportement thermique d'une fibre ayant un demi angle de 40° .

Les graphiques précédents (figure 21) montrent bien la relation entre le terme source et les pics de phase situés aux mêmes positions le long de la pointe. Par ailleurs, la décroissance de la température statique s'étend sur une distance de l'ordre du millimètre, avec un pic de température sur les cinquante premiers microns. Ce type de pic reste extrêmement difficile à mesurer, même au moyen d'un microthermocouple, dès lors que la dimension de ce dernier est comparable à celle de la pointe, induisant un refroidissement lors du contact. Enfin, la réponse thermique en fréquence, qui paraît très proche d'un premier ordre pour les pointes à faible angle, avec une fréquence de coupure proche du kilohertz, s'en éloigne fortement pour les pointes à angle élevé. La masse en présence en est évidemment la cause, réduisant ainsi la dynamique de façon claire.

D'une manière générale, les profils de température (statique ou périodique) sont semblables du point de vue qualitatif selon que le dépôt métallique est constitué d'aluminium ou de chrome. Pour confirmer la faible transmittivité constatée dans les fibres de type SNOM, nous avons tracé la fraction de puissance lumineuse absorbée (dégradée en chaleur) en fonction de l'angle du cône et du métal déposé (figure 22). Cette fraction est pratiquement invariante avec le rayon caractéristique du faisceau gaussien r_0 .

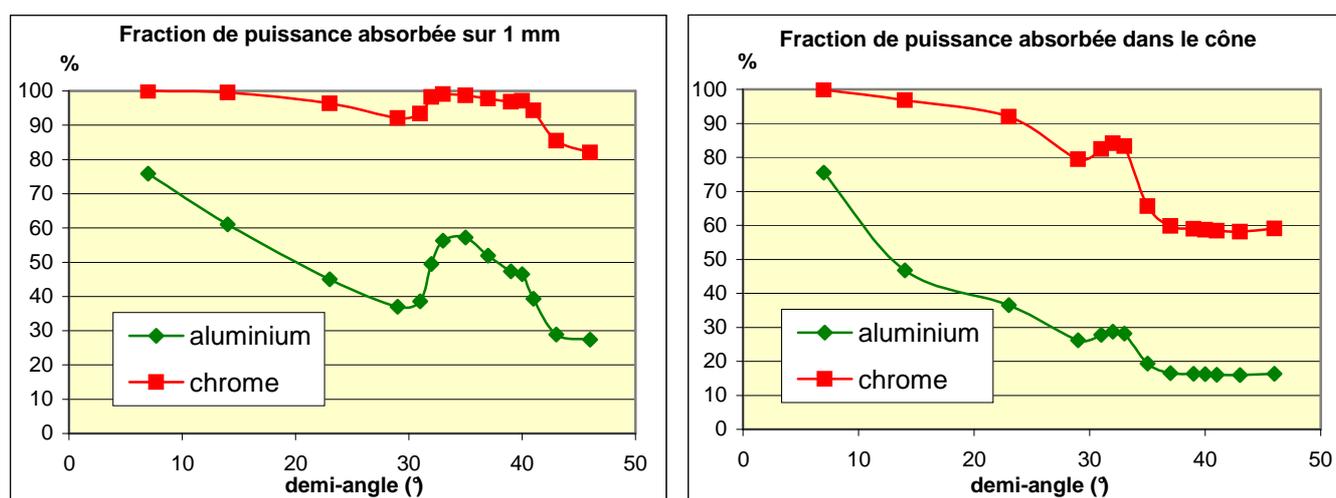


Figure 22 : Fraction de puissance absorbée en fonction de l'angle du cône.

On constate que pour les pointes effilées, métallisées au chrome, dans pratiquement tous les cas, plus de 90% de la lumière est convertie en chaleur sur le premier millimètre. Il apparaît clair que le couplage optique sera meilleur sur des pointes à cône très ouvert. Il semble également que les effets de caustique soient la cause d'une augmentation importante de cette proportion autour d'une valeur angulaire de 33° . Une autre caractéristique importante des pointes est la température de l'apex dépendant de la puissance d'entrée. Pour les mêmes conditions de simulation, le tableau suivant (figure 23) résume les valeurs obtenues :

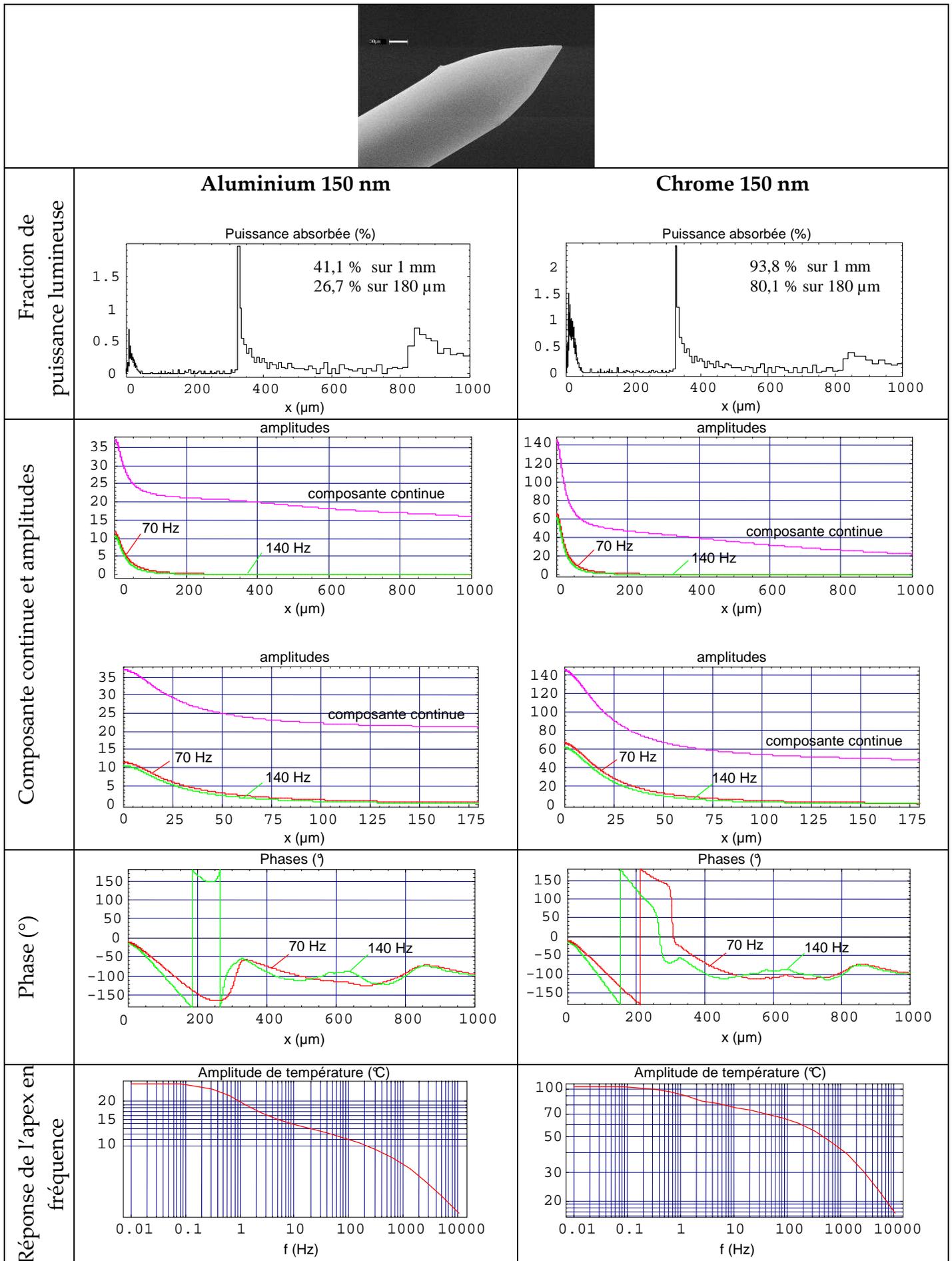
Valeurs en °C / milliWatt	$r_0 = 15 \mu\text{m}$		$r_0 = 30 \mu\text{m}$		$r_0 = 45 \mu\text{m}$	
	Aluminium	Chrome	Aluminium	Chrome	Aluminium	Chrome
3,5°	156,6	155,2	108,2	74,5	82,4	45
7°	66,1	115	46,1	62,6	35,5	41,5
23°	13,6	50,7	11	34,8	9,7	27,8
40°	9,3	31,7	8,6	26,4	9,1	23,9

Figure 23 : Evolution de la température de l'apex en fonction de la valeur de demi-angle du cône.

Il va de soi que ces valeurs sont indicatives puisqu'en toute rigueur, le coefficient d'échange h ainsi que les coefficients d'absorption dépendent de la température. On remarque toutefois un changement de comportement entre les pointes effilées et les cônes très ouverts. La quantité de réflexions étant plus faible pour ces derniers, les élévations de température sont proportionnelles aux coefficients d'absorption. Lorsque l'angle diminue, une proportion importante de la puissance incidente est dissipée loin de l'apex (voir fibre plastique figure 16). Il en résulte un étalement de la puissance absorbée sur une distance de plusieurs millimètres. Les fibres étirées ont un demi-angle de cône proche de 4°, nous retrouvons ainsi les niveaux de température cités dans la littérature pour lesquels il y a risque de destruction de l'apex, soit approximativement 400°C. Une puissance de l'ordre de 4 mW est alors suffisante.

1.5.2. Pointes réelles non coniques

Nous donnons ici une série de résultats de simulations effectuées sur les pointes les plus représentatives en reproductibilité des formes obtenues par polissage (pointes précédentes notées A, B, E et pointe plastique), sur lesquelles 150 nm d'aluminium (colonne de gauche) ou 150 nm de chrome (colonne de droite) a été déposée. Dans ces simulations, nous avons fixé arbitrairement une puissance lumineuse d'entrée nette égale à 4 mW, avec un rayon caractéristique du faisceau gaussien de 15 μm , valeur la plus probable. Les amplitudes de température périodique sont tracées en valeurs efficaces.



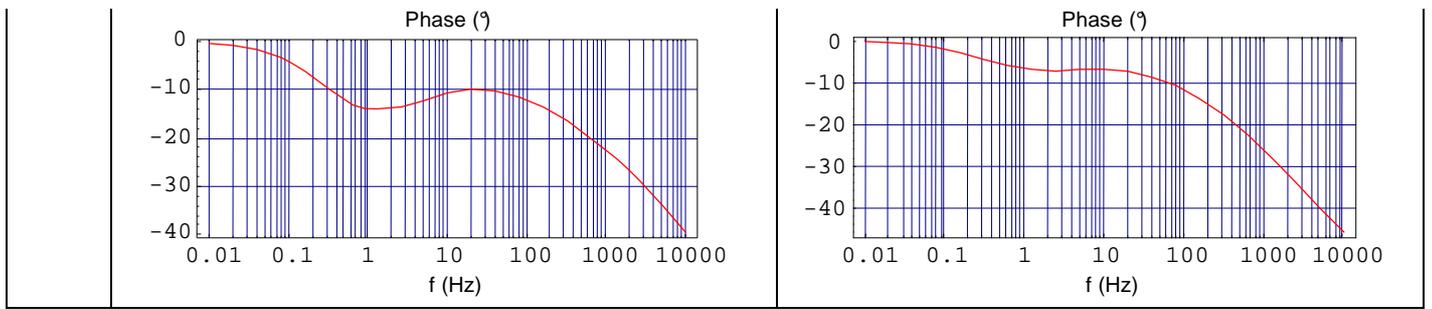
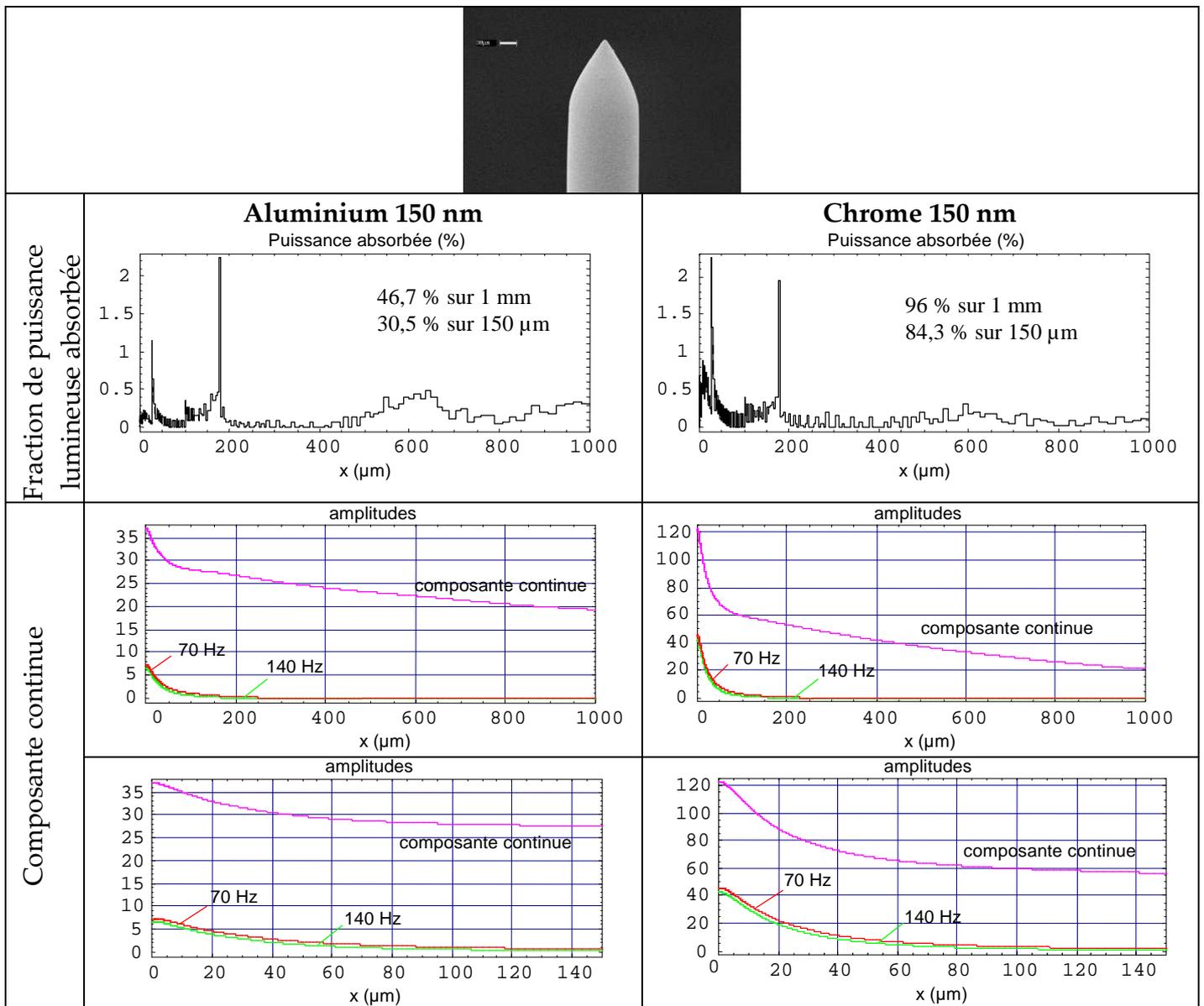


Figure 24 : Pointe non retouchée A

Il est intéressant de noter la différence entre l'aluminium et le chrome au niveau des composantes continues de température. Toute la puissance pour le chrome est dissipée sur les quelques premiers micromètres de la pointe. L'aluminium reste beaucoup plus stable au niveau de sa composante continue et diffuse ainsi beaucoup plus en surface mais sa bande passante devient beaucoup plus limitée du fait de ce stockage d'énergie sur une plus grande surface.



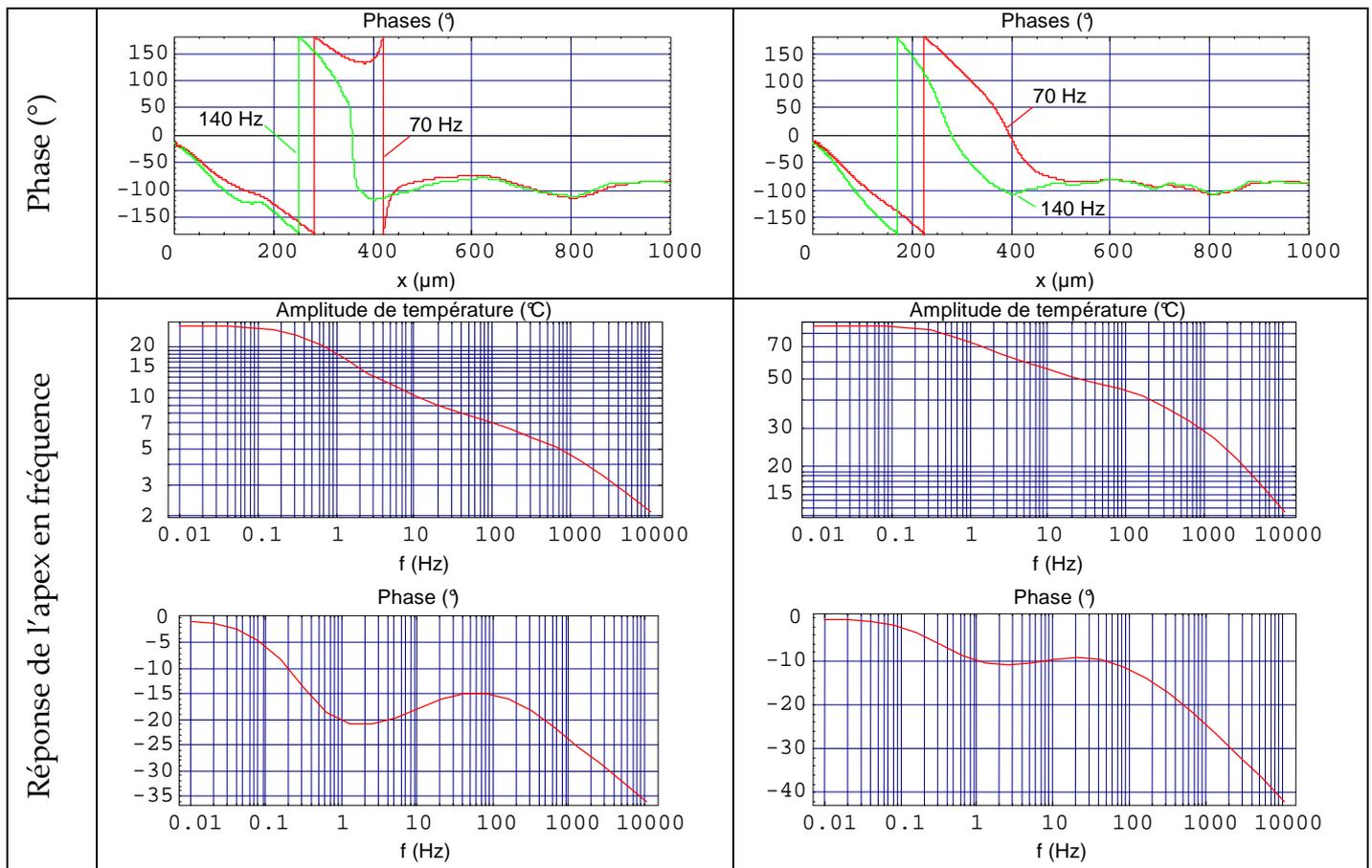


Figure 25 : Pointe non retouchée B

Cette pointe beaucoup plus courte au niveau du cône confirme le stockage d'énergie emmagasinée par cette première couche d'aluminium.

Sur les deux tableaux suivants, nous avons dans le premier cas une pointe retouchée plus finement sur le cône et nous observons que cette rupture d'angulation provoque un lissage des courbes. Ceci peut s'expliquer par les réflexions lumineuses qui se trouvent plus confinées à l'extrémité de la pointe, notamment dans la simulation avec le chrome. Dans le deuxième cas, nous avons une pointe plastique qui s'avère ressemblée aux pointes de fibres optiques étirées avec une répartition lumineuse sur le corps du cône et une caractéristique assimilable à un premier ordre.

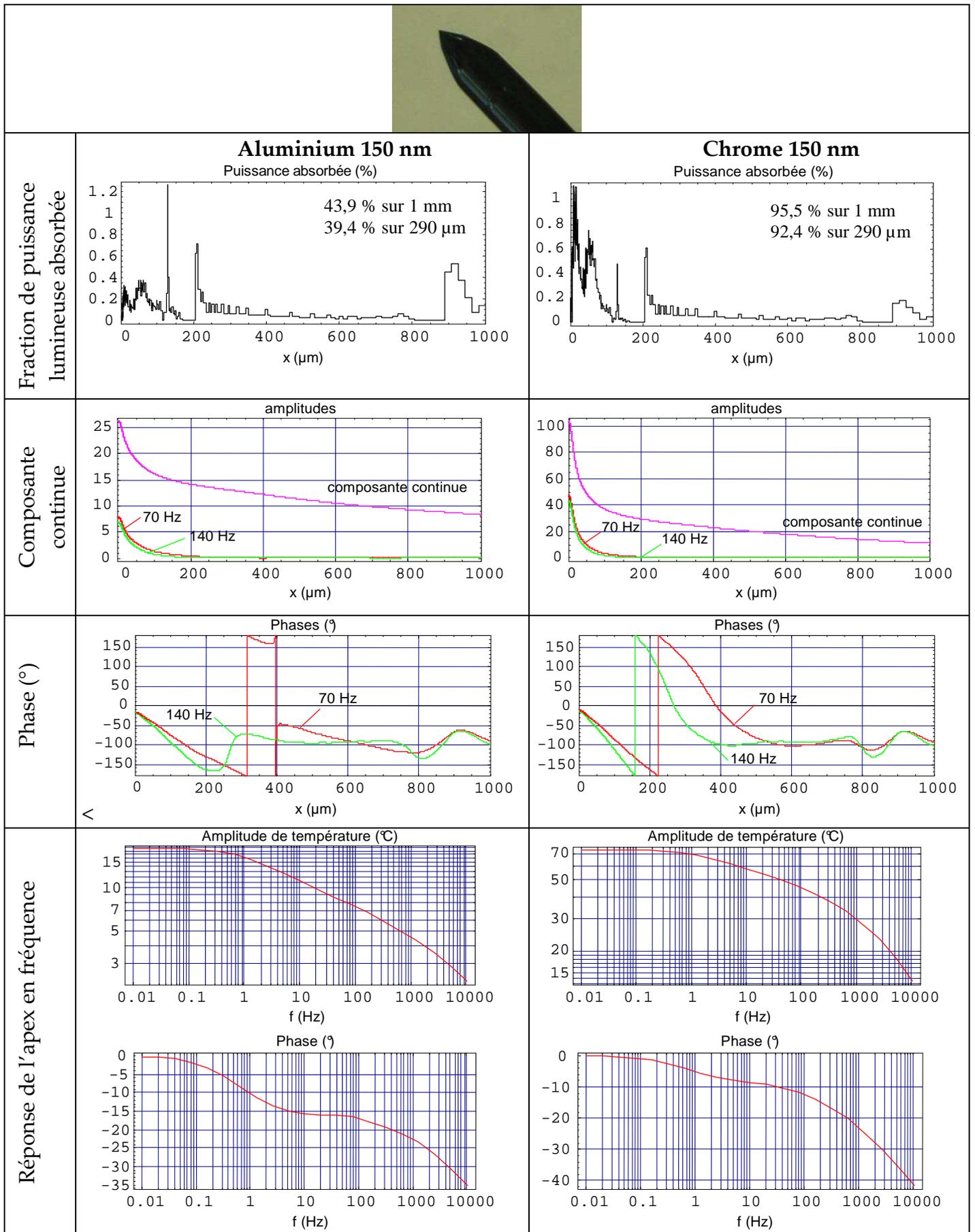


Figure 26 : Pointe retouchée E.

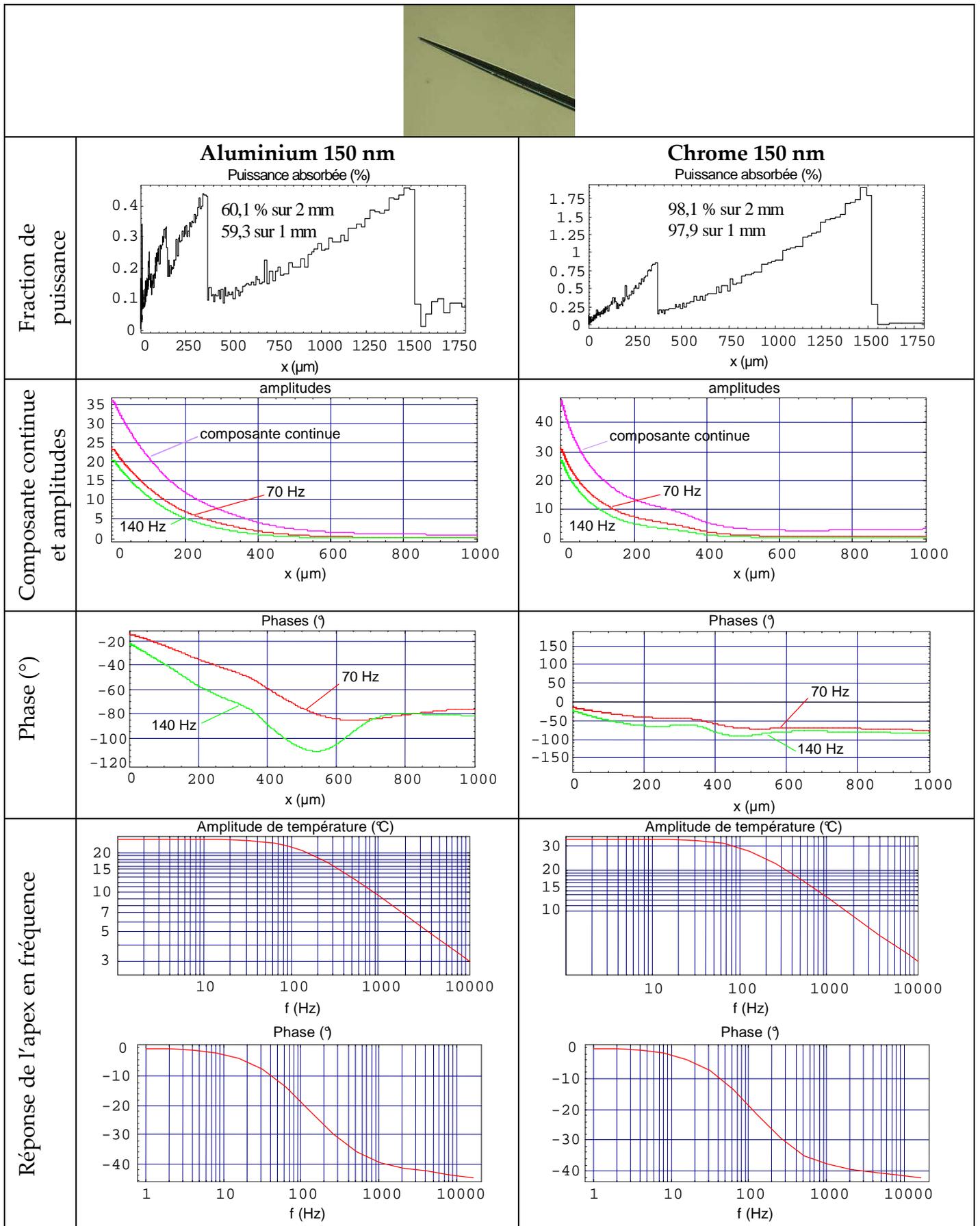
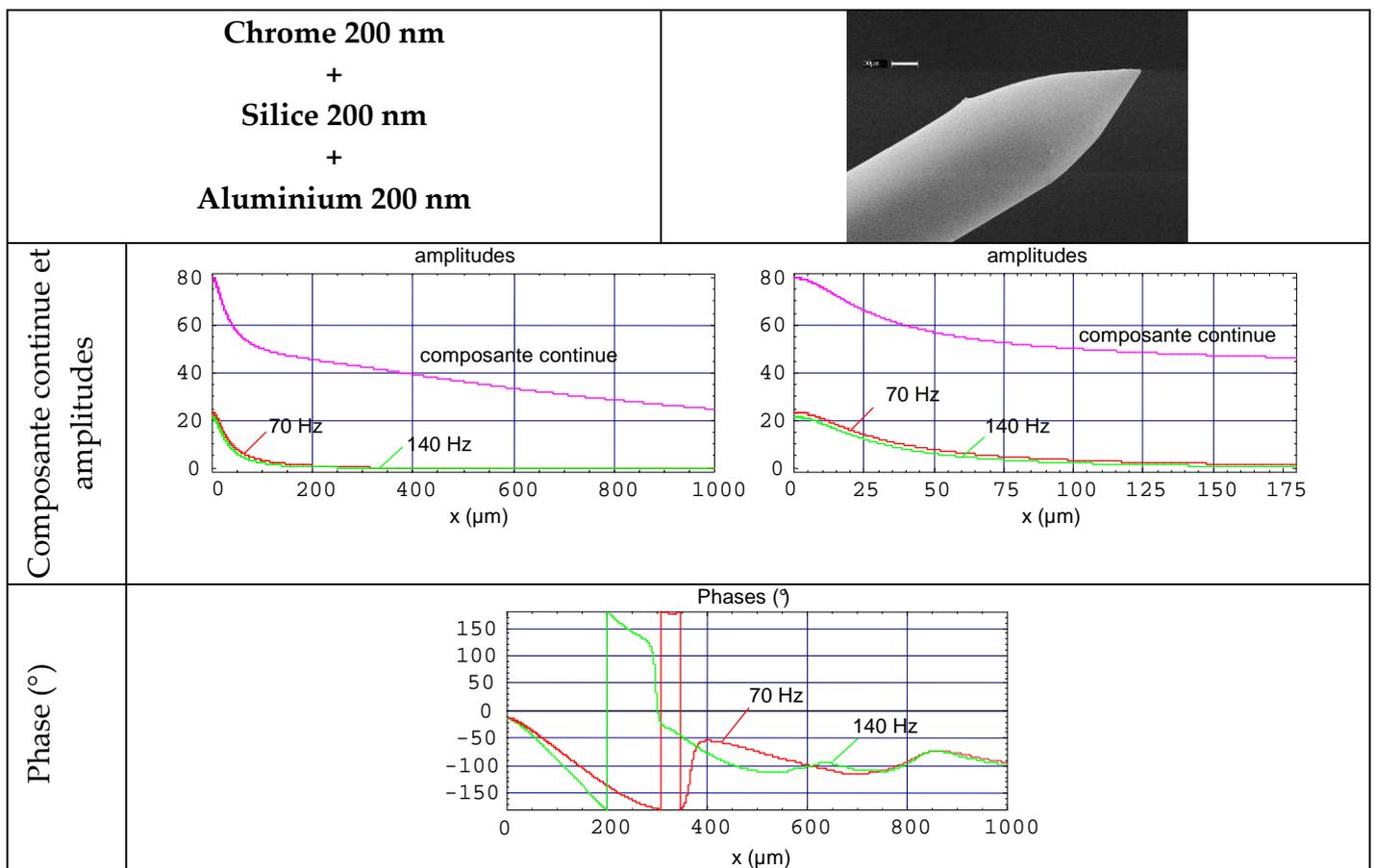


Figure 27 : Pointe plastique

1.6. Résultats sur pointes multicouches

La modélisation des fibres équipées de leur jonction thermoélectrique peut être faite en superposant les couches déposées. Seules les dimensions externes et les caractéristiques thermophysiques sont modifiées. Celles-ci sont calculées en considérant un matériau équivalent dont la conductance est la somme des différentes conductances (résistances thermiques en parallèle). Les épaisseurs sont toutes prises égales à 200 nm, il est important de noter que la silice, isolante, a peu d'influence de sorte que son remplacement par une couche plus épaisse de résine (Duraseal) ne modifie pas le résultat de façon significative. Seules les deux couches de métal sont importantes, et en particulier l'ordre des dépôts. D'une manière générale, le chrome est déposé en premier car il est plus facilement oxydable que l'aluminium. Il en résulte un comportement thermique intermédiaire aux dépôts d'aluminium ou de chrome seuls. Le chrome absorbe massivement la lumière incidente, entraînant un niveau de température important, mais l'aluminium contribue à dissiper la chaleur, de sorte que les courbes sont assez proches qualitativement des résultats relatifs à l'aluminium seul, y compris au niveau de la bande passante. En inversant l'ordre de dépôt, le résultat est semblable mais avec des températures plus faibles dans un rapport typiquement identique à celui des facteurs d'absorption chrome/aluminium, soit environ 4.



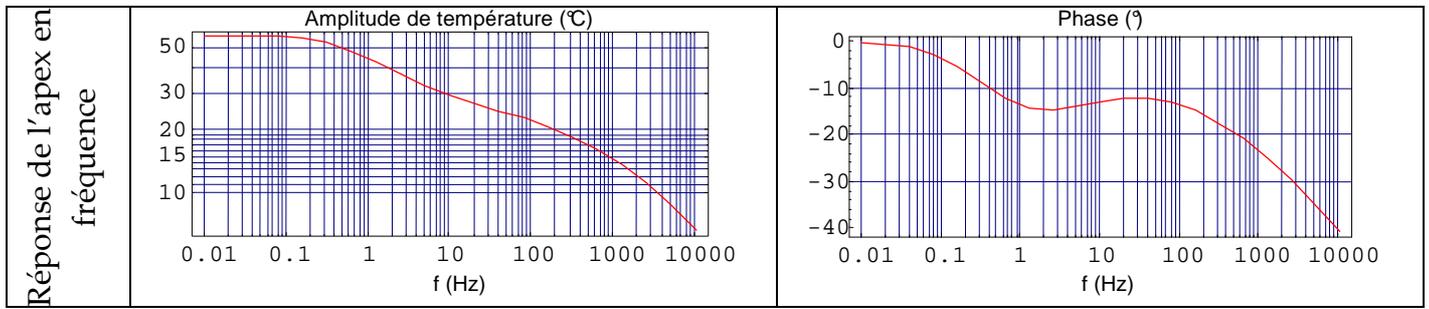


Figure 28 : Thermocouple sur pointe de type A.

Nous observons bien la similitude de ces courbes avec le comportement d'une fibre métallisée à l'aluminium. Mais, comme nous le citons précédemment, le chrome déposé en premier permet au préalable l'élévation de température du fait d'une plus grande concentration de réflexions lumineuses.

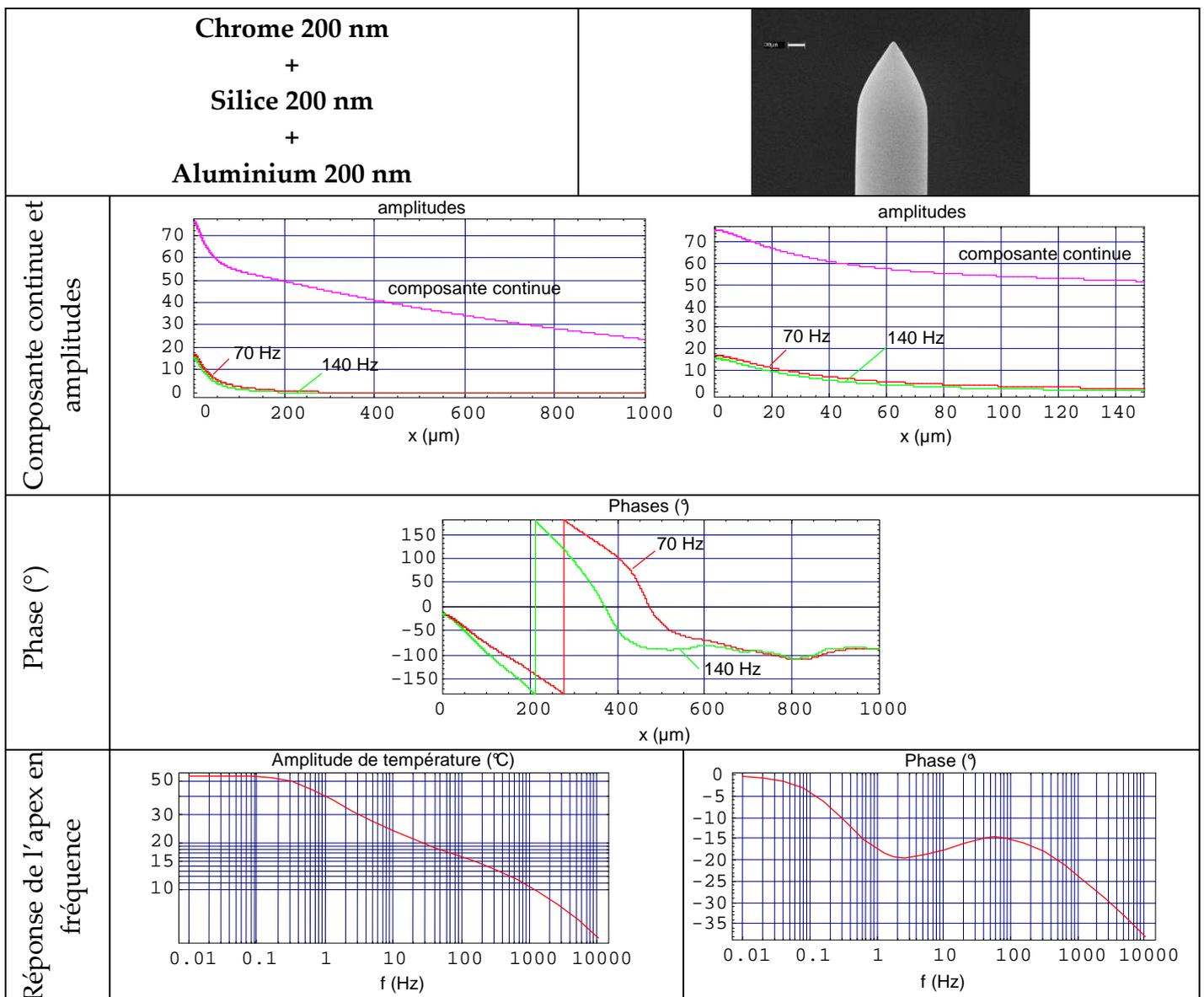


Figure 29 : thermocouple sur pointe de type B

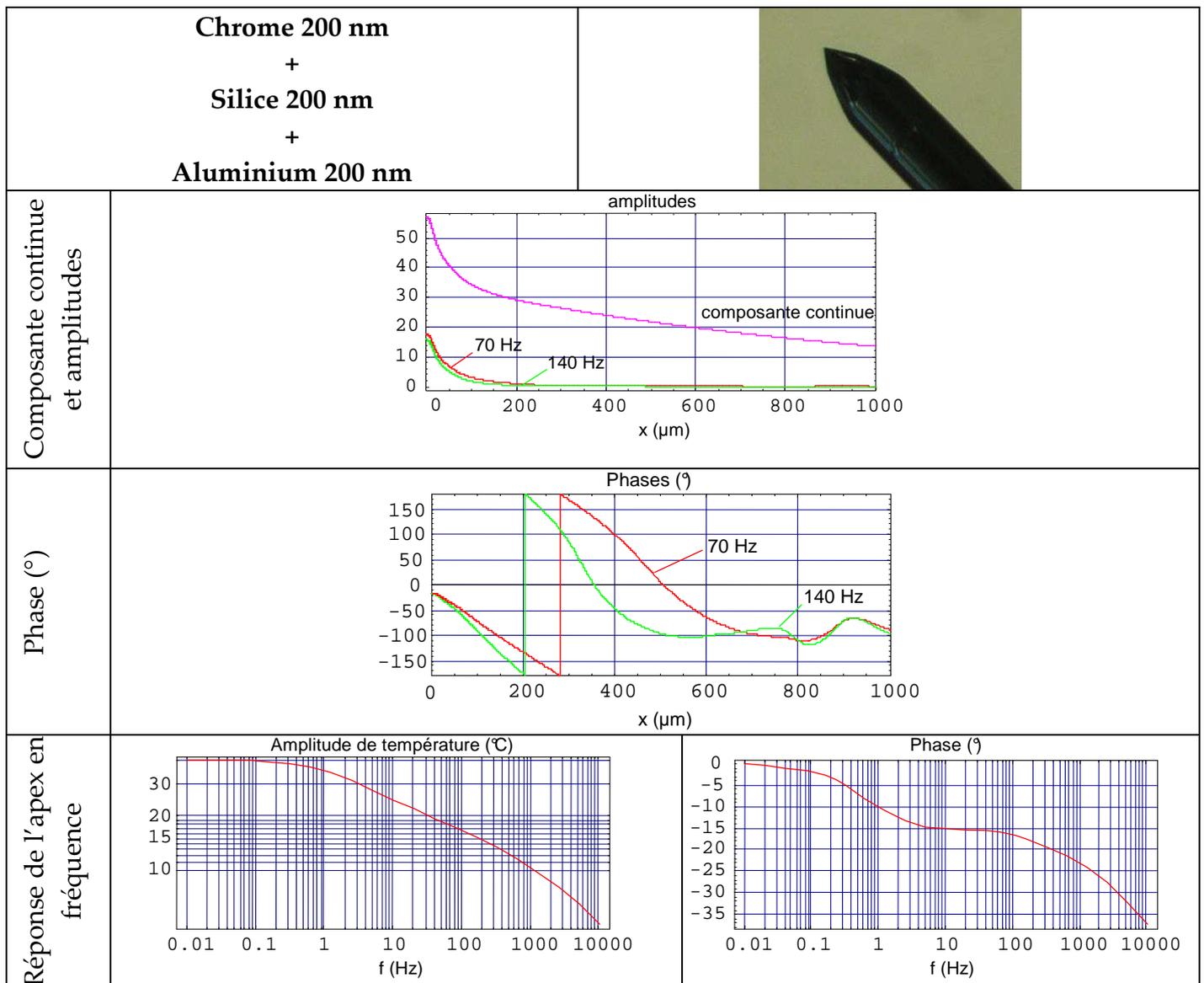


Figure 30 : Thermocouple sur pont de type E.

L'allure sur la pointe retouchée est identique aux deux précédentes en confirmant le fait que la rupture de l'angulation permet un lissage global des caractéristiques.

Le comportement sur une pointe plastique reste identique avec plusieurs couches car que ce soit du chrome ou que ce soit de l'aluminium, la première simulation n'avait pas mis en évidence de différence notable. Ceci confirme la répartition le long du corps du cônes réflexions lumineuses.

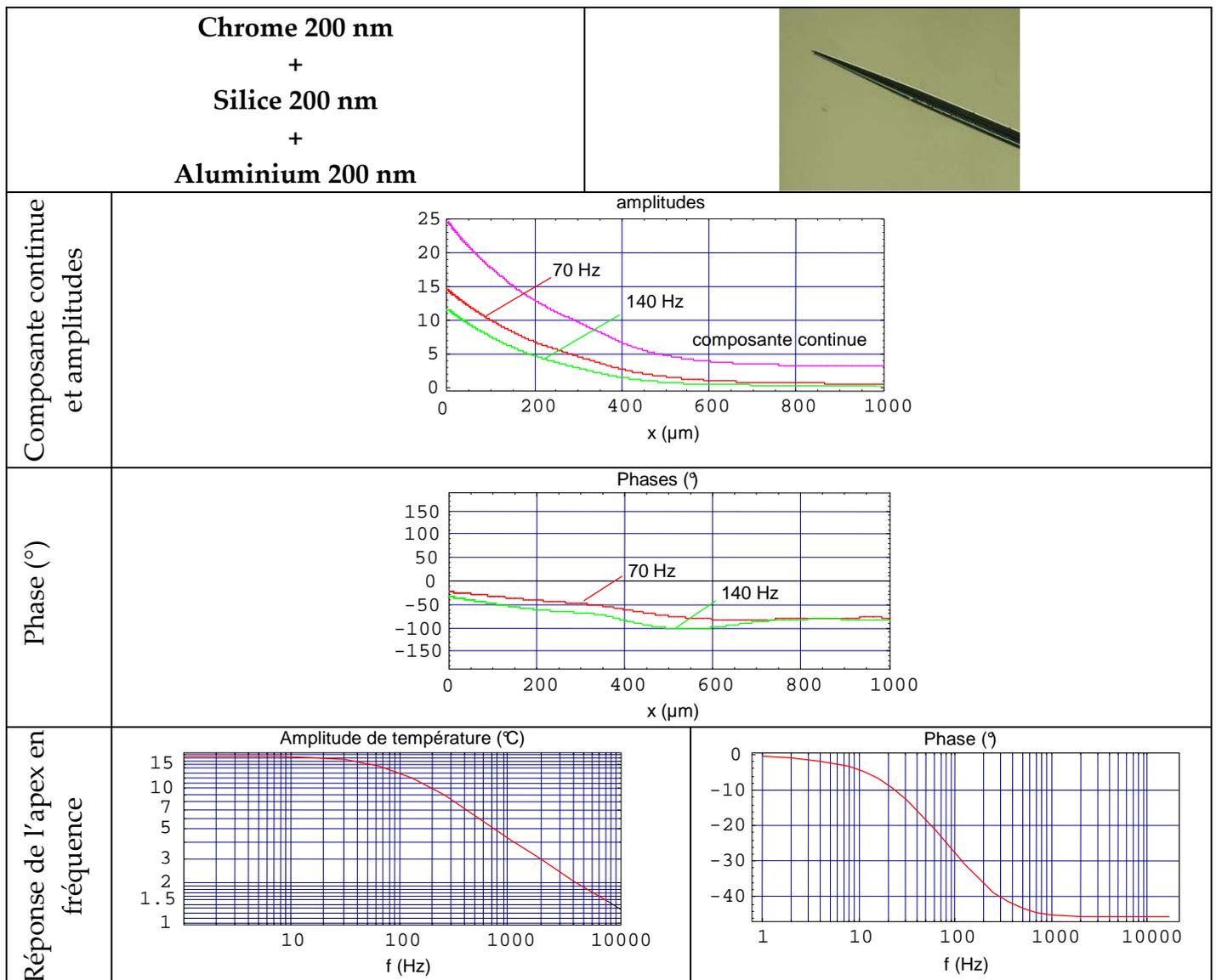


Figure 31 : Thermocouple sur pointe plastique.

2. Mesure du profil de température

2.1. Principe de la mesure

Les simulations précédentes nous ont permis d'obtenir les profils axiaux de température selon les différentes géométries de cônes réalisées. Afin de pouvoir comparer à la fois avec les simulations mais aussi les mesures présentées ([116]), nous avons effectué une série de mesures de température le long du profil de certaines pointes. Nous utilisons pour cela un microthermocouple de type S (1,3 μ m) identique à celui que nous avons déjà présenté, mais sans qu'il soit nécessairement en forme de bras souple. A l'aide du laser YAG, utilisé précédemment, nous injectons un flux lumineux dans le cœur de la fibre provoquant le dégagement de chaleur attendu.

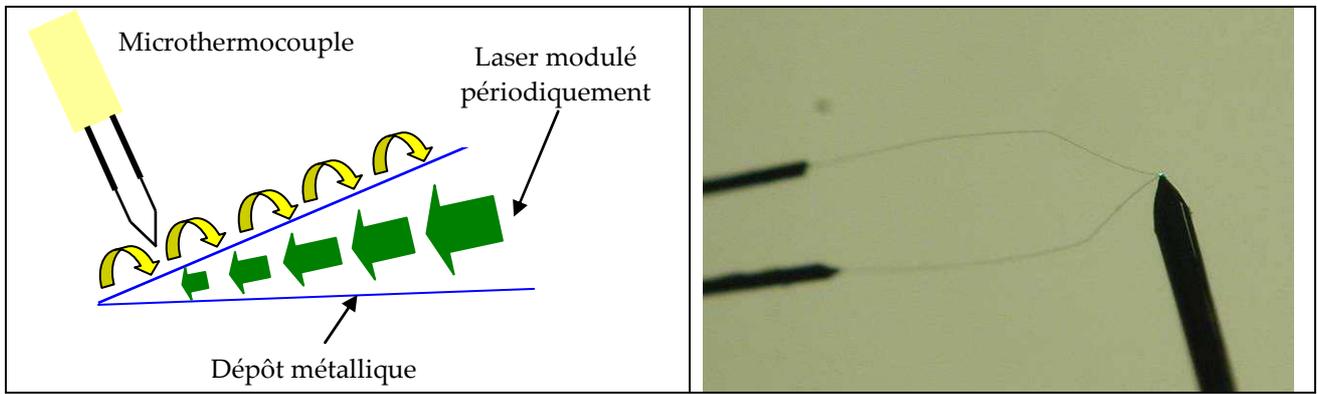


Figure 32 : Principe de la mesure du profil de température le long du cône de la pointe.

Le thermocouple est déplacé de $10\mu\text{m}$ en $10\mu\text{m}$ le long de la fibre depuis l'apex. La figure 25 explique le principe de la mesure. Pour imposer un régime d'excitation périodique, le faisceau injecté dans la fibre est modulé périodiquement à l'aide d'un disque à secteurs (choper). Le signal thermoélectrique est envoyé parallèlement à un voltmètre de précision pour mesurer la composante continue, et à un amplificateur à détection synchrone qui extrait l'amplitude et la phase.

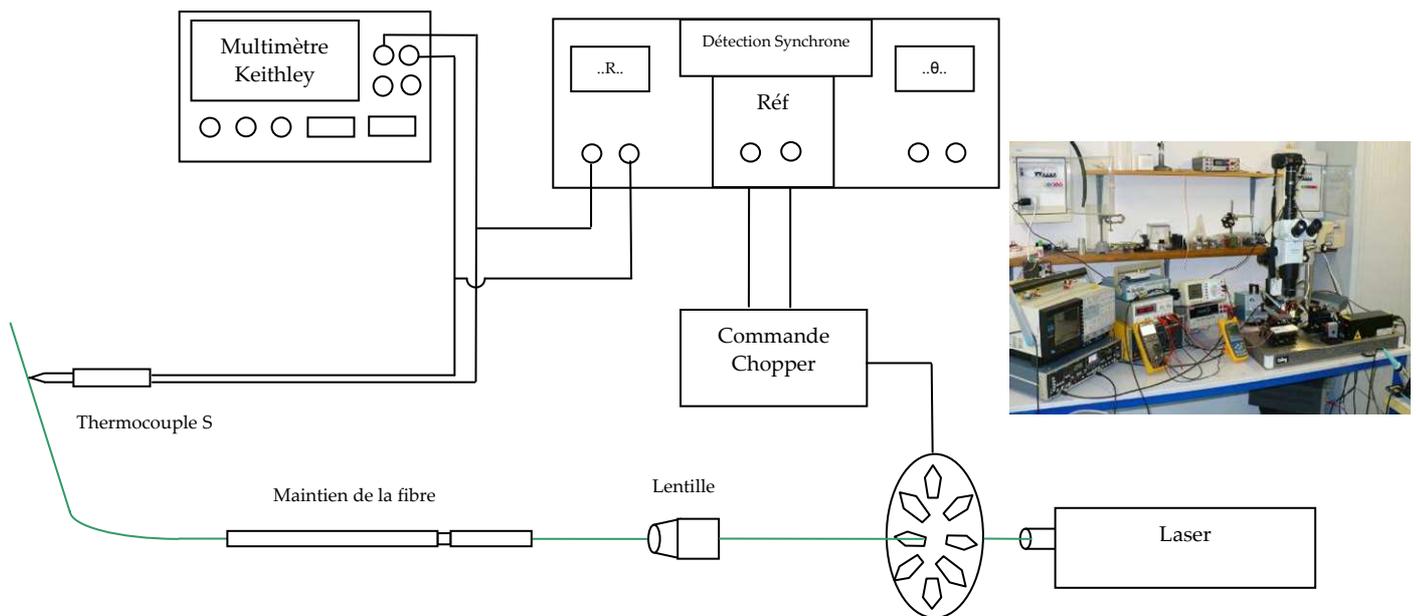


Figure 33 : Chaîne de mesure du profil de température.

2.2. Profil de température pour les différentes pointes réelles

Nous reprenons les pointes A, B, E et la pointe plastique sur lesquelles nous avons effectué les simulations. Afin d'alléger les graphiques, il ne nous semble pas nécessaire de superposer celles-ci avec les mesures. Tout d'abord, remarquons qu'il est difficile de mesurer les amplitudes de température au-delà du cône le long de la fibre car celles-ci deviennent trop faible. Ensuite, rappelons que le coefficient h , dont la valeur est estimée, représente finalement le cœur de la problématique au niveau des conditions d'emploi de ces sondes.

Sa valeur représente en effet le paramètre de couplage avec le milieu extérieur ou la surface en contact le cas échéant.

De la même manière, les épaisseurs réelles des différentes couches et leurs caractéristiques thermophysiques conditionnent également la diffusion de la chaleur. De même, la qualité de couplage optique du faisceau laser dans la fibre, la stabilité du laser, sont autant de facteurs que nous ne maîtrisons pas encore dans nos montages.

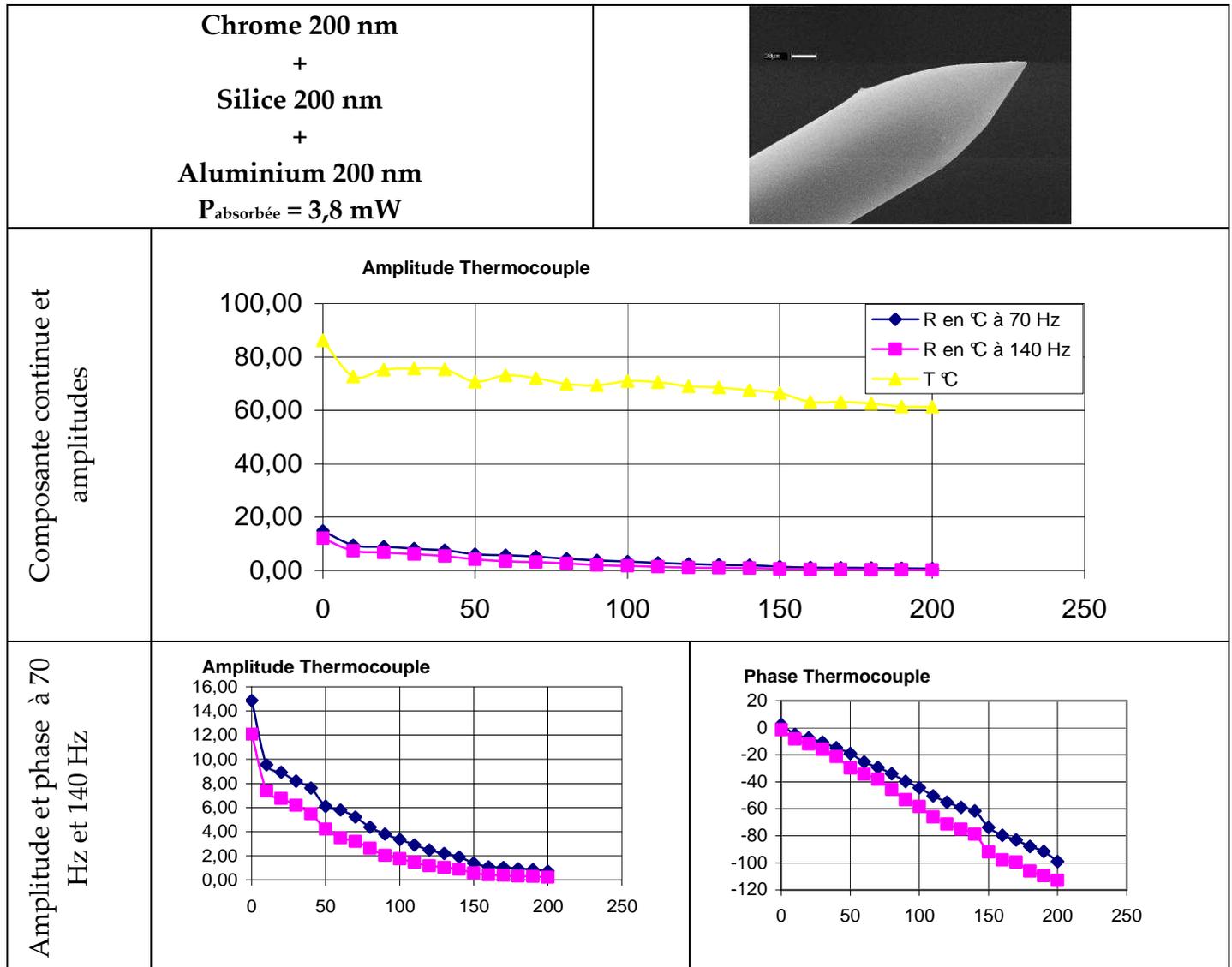


Figure 34 : Mesure du comportement thermique sur la fibre de type A.

Les courbes montrent bien une décroissance exponentielle de l'amplitude et de la phase. La phase décroît linéairement conformément au phénomène de diffusion en régime périodique.

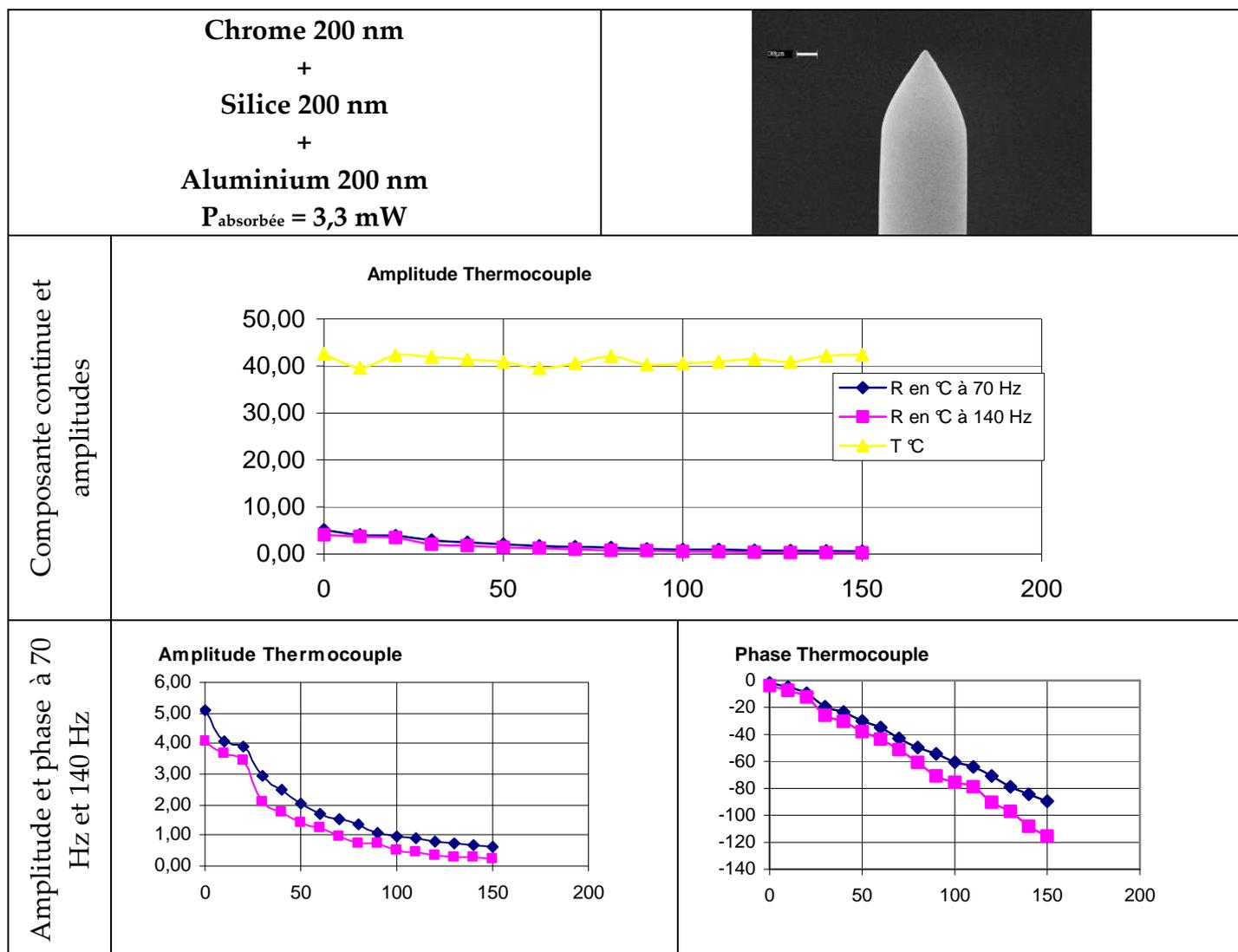


Figure 35 : Mesure du comportement thermique sur la fibre de type B.

Sur cette pointe de type B, nous pouvons observer que les valeurs d'amplitude sont plus faibles que les résultats simulés. Ceci s'explique en partie car la puissance absorbée est plus faible que celle prise au niveau de la modélisation.

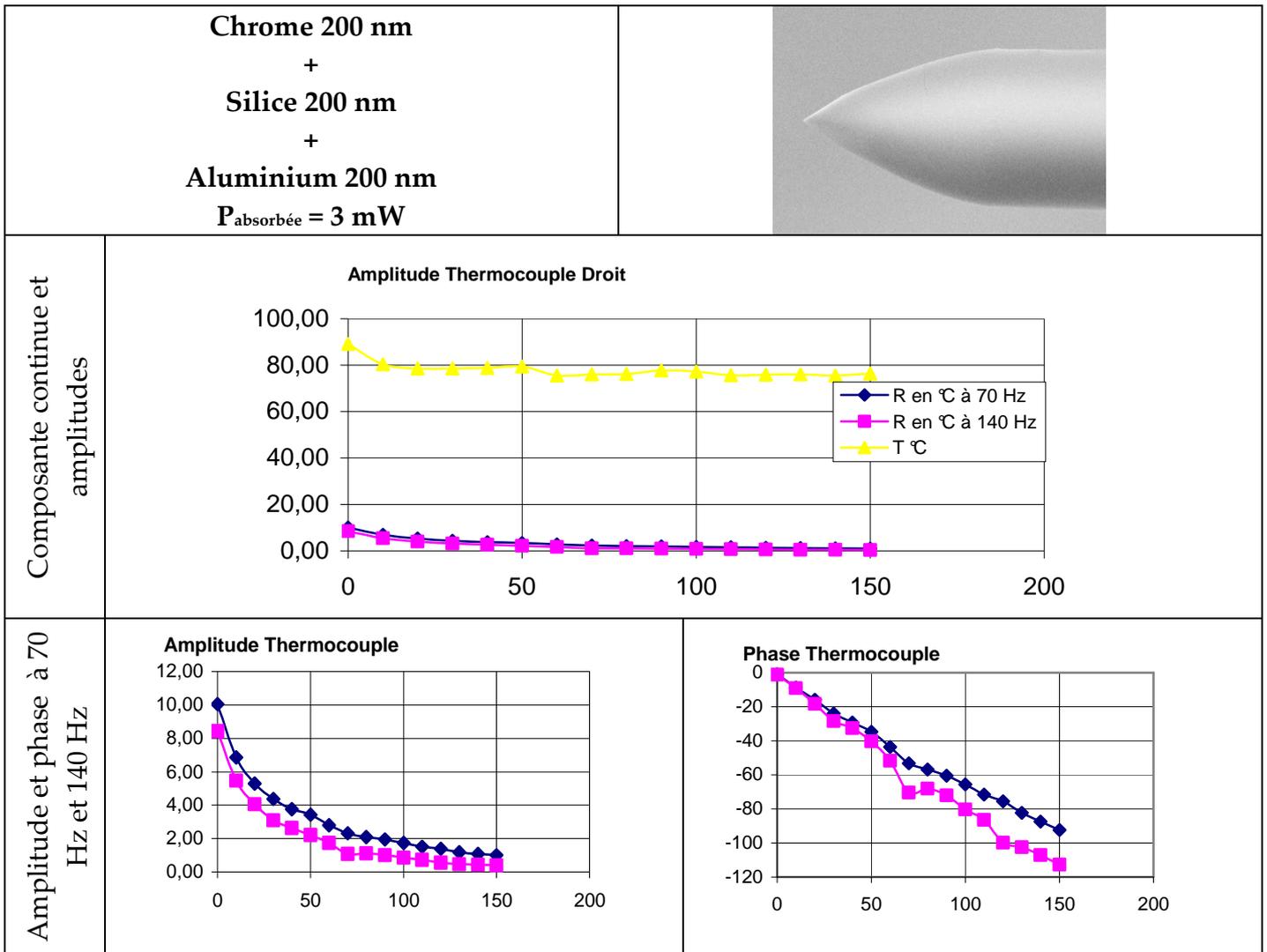


Figure 36 : Mesure du comportement thermique sur la fibre de type E.

Sur cette pointe de type E, la puissance étant plus concentrée sur l'extrémité, nous observons une décroissance de l'amplitude plus rapide sur les cinquante premiers microns du cône. Nous observons également une différence plus grande entre amplitude et composante continue, s'expliquant toujours en partie par ce polissage de finition réalisant ainsi la pointe en deux temps.

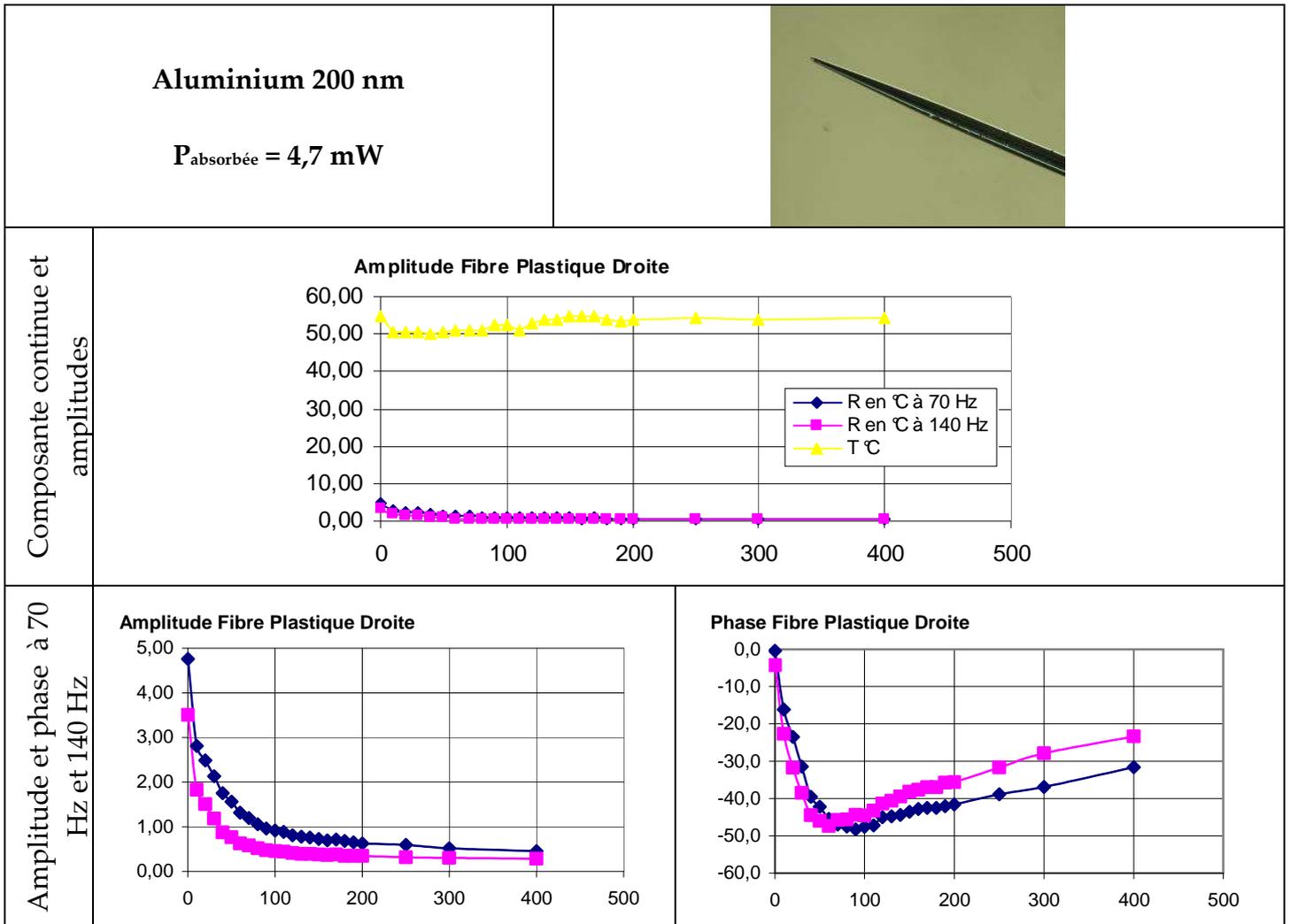


Figure 37 : Mesure du comportement thermique sur la fibre plastique.

Les trois profils sur des pointes de silice (figure 34 à 36) ont donc des comportements similaires et la simulation met bien en évidence les mêmes décroissances de température et les mêmes rapports entre la composante continue de la température et les amplitudes à 70 et 140 Hz. Nous pouvons donc confirmer qu'un cône court emmagasine beaucoup plus d'énergie au vu de la faible décroissance de la température statique, que des pointes effilées. Notons enfin qu'il n'a pas été possible de faire un thermocouple sur des pointes plastiques du fait de la cuisson nécessaire de la résine de silice. Notons également le comportement de la phase pour une pointe plastique avec une asymptote apparente pour une valeur de 45° (voir la modélisation - figure 31). Ce comportement confirme la présence du terme source tout le long du corps de la fibre et pas uniquement dans le cône.

3. Réponse thermoélectrique des sondes

3.1. Mesure des bandes passantes

Afin de mieux caractériser les thermocouples déposés sur les fibres optiques, nous pouvons mesurer également leur réponse en fréquence, le laser étant modulé au niveau de son alimentation par le signal carré d'un générateur basse fréquence tel qu'indiqué sur la figure 38. Le signal est issu du thermocouple déposé sur l'apex que l'on traite par détection synchrone pour en extraire l'amplitude et la phase. On peut ainsi comparer cette mesure aux simulations pour lesquelles les valeurs tracées correspondaient à la température du premier élément de la pointe. Cette hypothèse est largement discutable puisqu'il est illusoire de considérer la jonction thermoélectrique réelle comme une entité ponctuelle, située sur l'apex. Là aussi, l'intérêt est autant dans la validation du modèle thermique que dans la superposition des courbes théoriques et expérimentales.

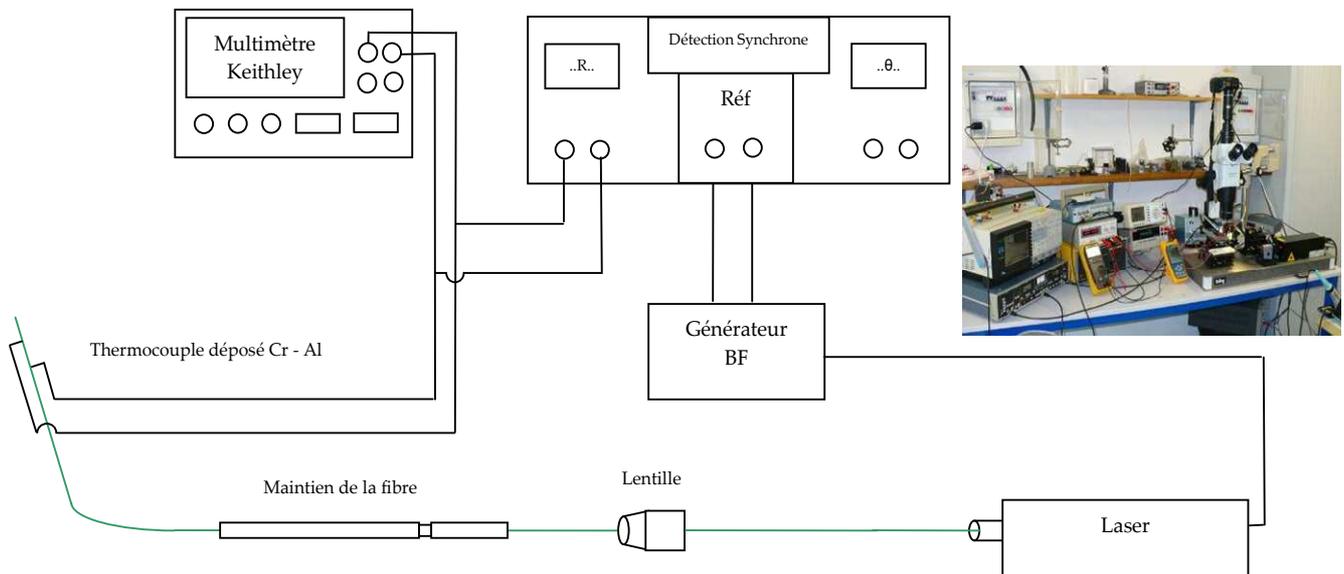
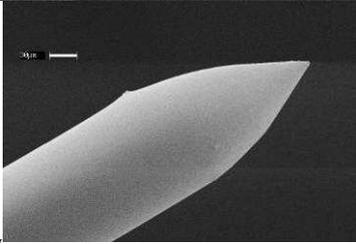
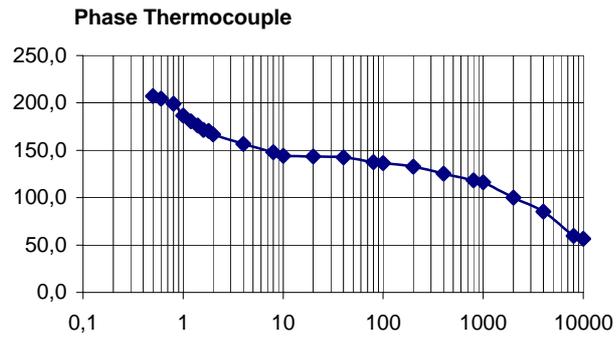
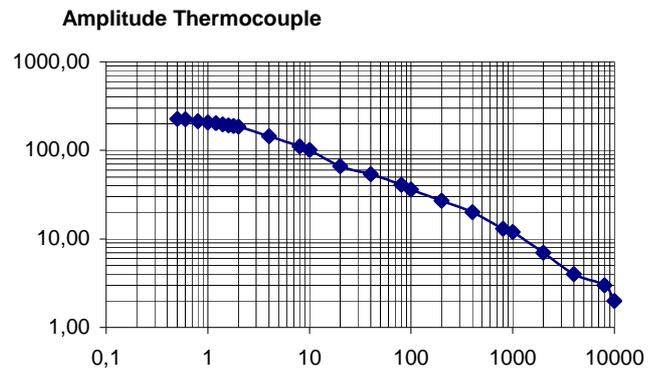


Figure 38 : Montage permettant de mesurer la bande passante

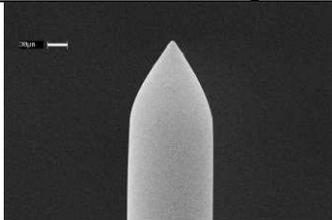
Nous présentons ci-dessous les résultats obtenus sur différents types de sondes et notamment celles que nous avons déjà exploitées plus haut.



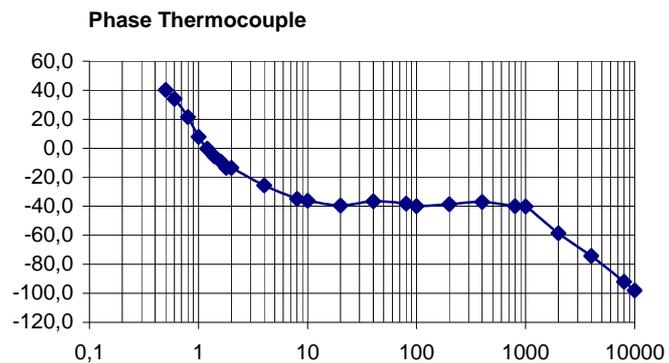
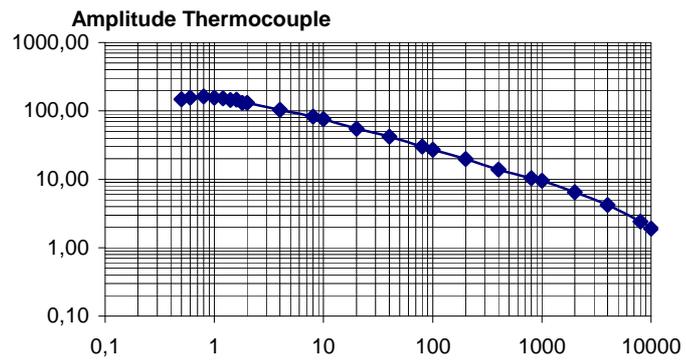
Dégagement naturel de l'isolant Duraseal pour un thermocouple Cr - Al - Type A



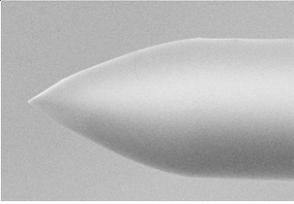
Bande passante thermique de la sonde. Fréquence de coupure (-3 dB) : 3 Hz



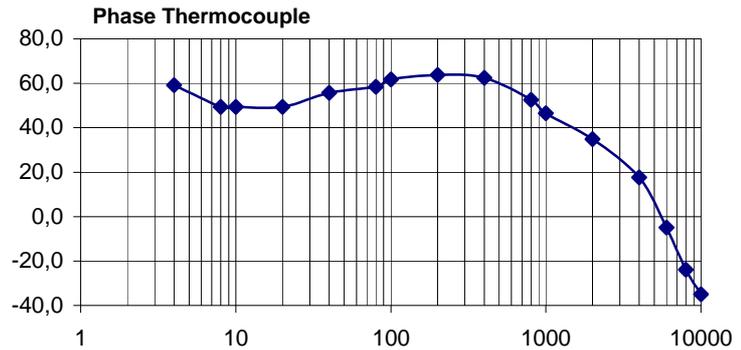
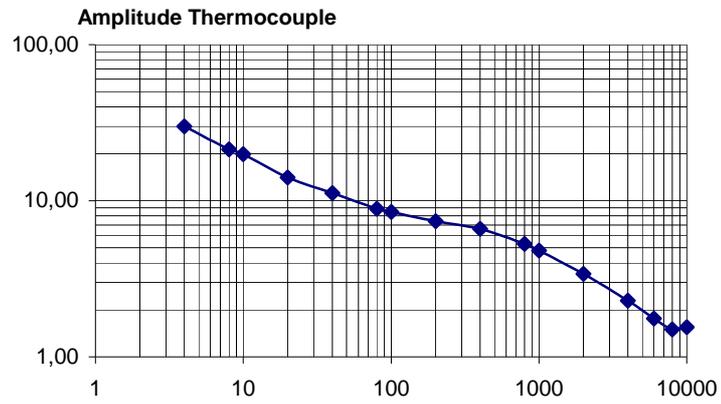
Isolant Duraseal dégagé par une coupe à l'extrémité au FIB pour un thermocouple Cr - Al - Type B



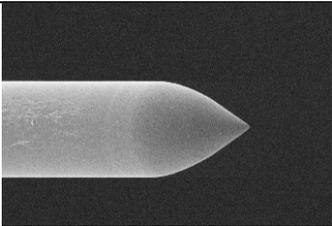
Bande passante thermique de la sonde. Fréquence de coupure (-3 dB) : 4 Hz



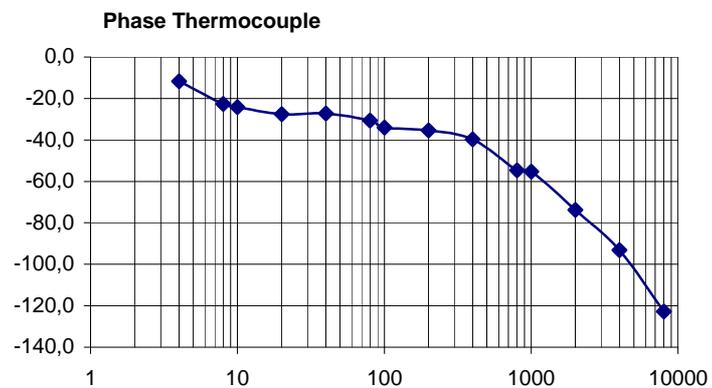
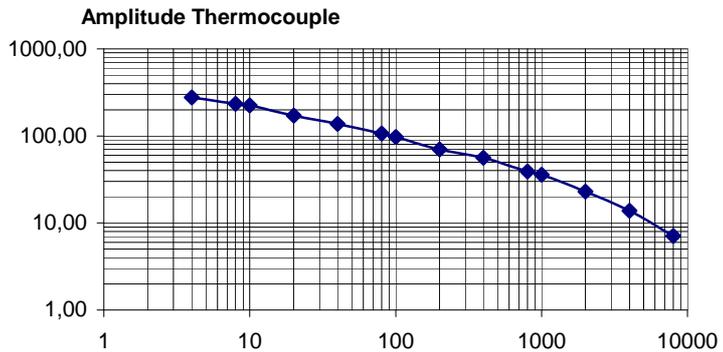
Isolant Duraseal dégagé par une coupe à l'extrémité au FIB pour un thermocouple Cr - Al - Type E



Bande passante thermique de la sonde. Fréquence de coupure (-3 dB) : 10 Hz



Fibre avec une couche de Silice (par évaporation) pour un thermocouple Cr - Al



Bande passante thermique de la sonde. Fréquence de coupure (-3 dB) : 8 Hz

Figure 39: Bande passante des différents thermocouples réalisés.

Les différents résultats montrent que la fréquence de coupure (à -3dB) est de l'ordre de 2 à 10 Hz, ce qui peut correspondre à des thermocouples bifilaires d'une dizaine de microns. Pour mémoire, rappelons que tout capteur ne peut être caractérisé, d'un point de vue temporel, que dans la situation exacte de sa mise en œuvre. Le tableau suivant (figure 40) regroupe les constantes de temps τ ainsi que les fréquences de coupure de microthermocouples de type K et S, obtenues en environnement convectif libre ou purement radiatif par excitation lumineuse.

Type	Diamètre (μm)	Environnement radiatif		Environnement convectif libre	
		Constante de temps τ	Fréquence de coupure (Hz)	Constante de temps τ	Fréquence de coupure (Hz)
K	50	80 ms	2	-	-
	25	30 ms	5	30 ms	5
	12,7	8 ms	20	10 ms	16
	7.6	3 ms	53	5 ms	32
S	5	1250 μs	125	980 μs	160
	1,27	180 μs	880	350 μs	450
	0,5	70 μs	2300	180 μs	900

Figure 40 : Constantes de temps des micro thermocouples en fils K et S d'après [129] et [130].

Il semble difficile d'assimiler les réponses des thermocouples déposées sur fibre à des évolutions caractéristiques d'un premier ordre tout du moins dans le cas des cônes courts à fort demi-angle (entre 30° et 40°).

Néanmoins, les bandes passantes théoriques et expérimentales possèdent la même allure générale. En terme de phase, nous observons, sur les courbes de la figure 39, deux pentes ainsi qu'un plateau plus ou moins plat. De même sur les amplitudes, nous pouvons assimiler le début de la courbe au plateau d'un premier ordre mais il est évident que cela ne suffit pas pour aller plus loin dans ces constatations. En définitive, il conviendrait de faire une étude pour déterminer l'ordre de ce capteur de température.

Dans ce qui suit, nous avons donc soumis le capteur à une température connue afin de déterminer sa sensibilité.

3.2. Sensibilité de la sonde

Dans le chapitre 2, nous avons mesuré les différents pouvoirs thermoélectriques de couples de matériaux. Le couple Cr-Al a révélé un PTE d'environ $12\mu\text{V}/^\circ\text{K}$. Pour corrélérer ces résultats à ceux des sondes réalisées, il convient de procéder à un étalonnage statique de celles-ci. Après de nombreux essais avec des dispositifs de dimensions et de formes différentes, nous avons finalement choisi un dispositif chauffant sous la forme d'un cylindre de cuivre de faible diamètre, chauffé de l'extérieur par un enroulement de fil de chromel, alimenté en courant continu.

Ce montage (figure 41) permet d'obtenir une distribution de température homogène sur la majeure partie du cylindre. Son diamètre intérieur est de 2 mm et son épaisseur de 1 mm, il est noyé dans une résine de plastique à base de PMMA, donc très isolante. Le conducteur est lui, noyé dans une couche de céramique durcie par cuisson. Par effet de diffusion de la chaleur dans le cuivre, et la très bonne isolation thermique de l'ensemble, nous obtenons un puits de chaleur comparable à un four d'étalonnage dans lequel nous pouvons introduire les thermocouples déposés sur fibres.

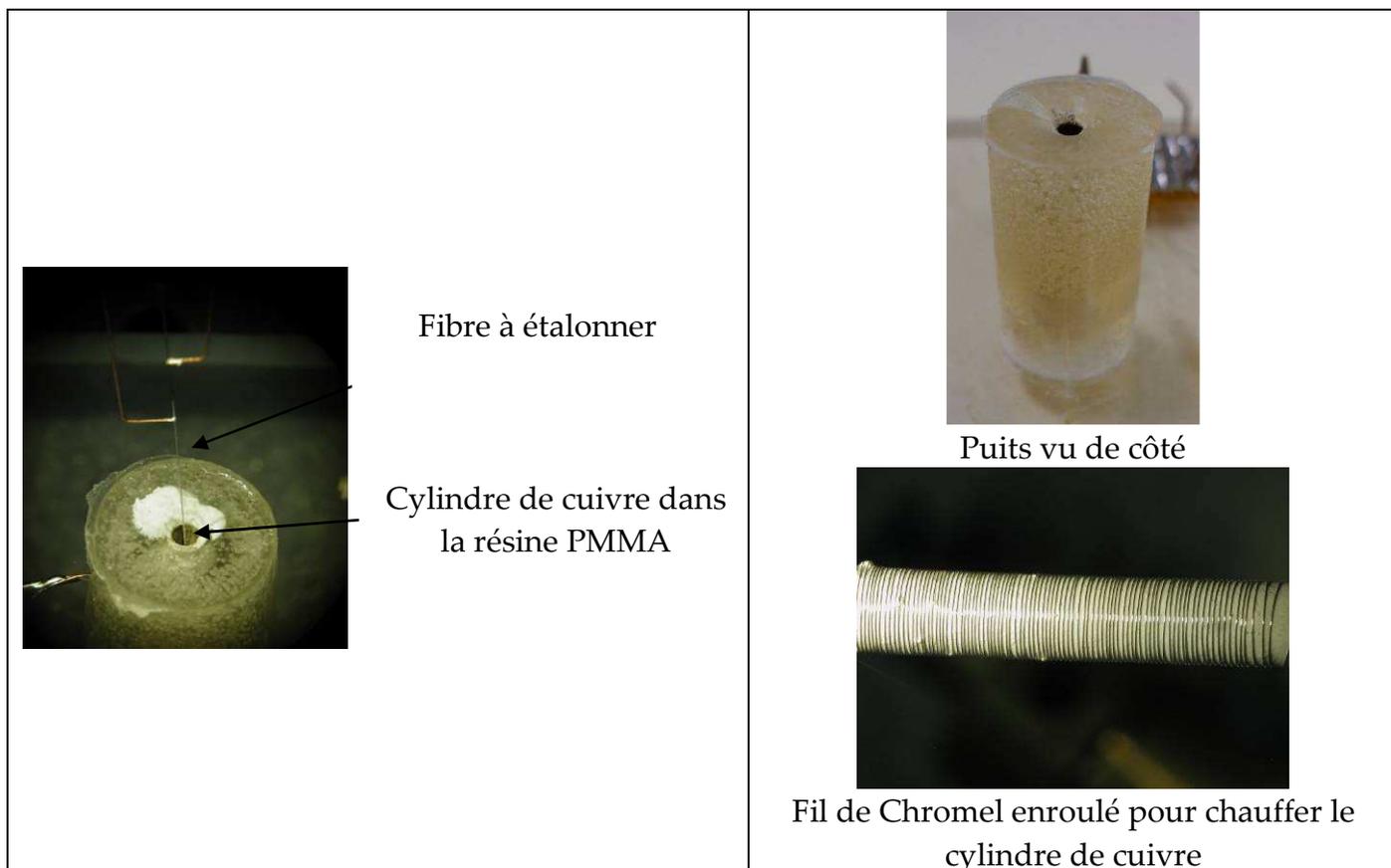
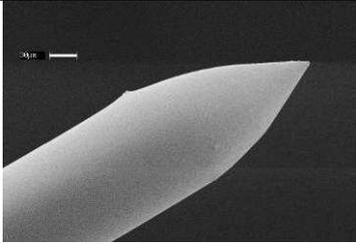
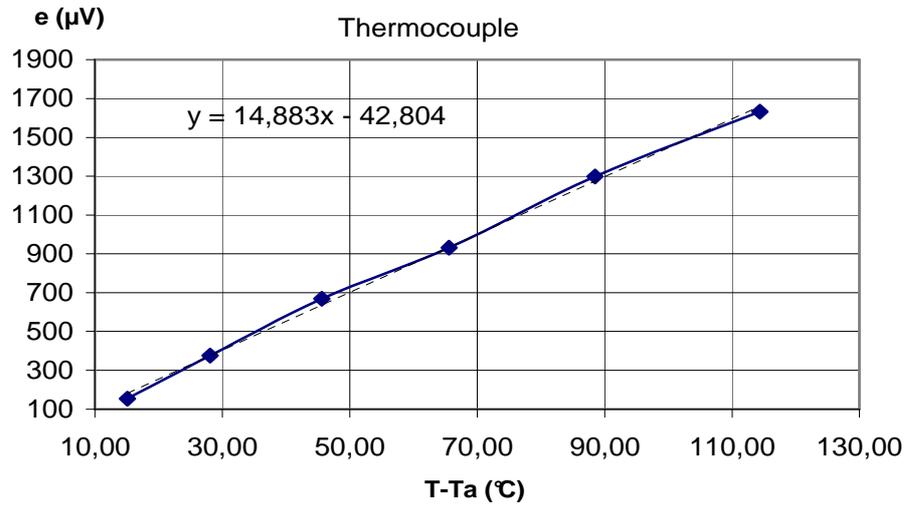


Figure 41 : Puits de chaleur permettant l'étalonnage en sensibilité.

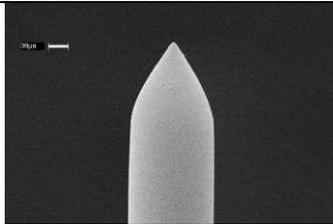
Nous avons donc mesuré les différentes sensibilités des couples réalisés sur les fibres optiques ainsi que les couples réalisés sur des pointes de constantan (figure 42 et 43).



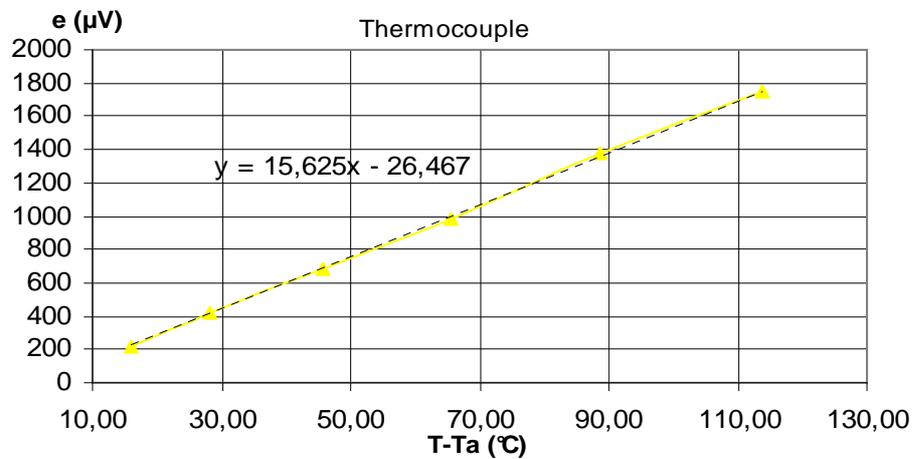
Dégagement naturel de l'isolant Duraseal pour un thermocouple Cr - Al - Type A



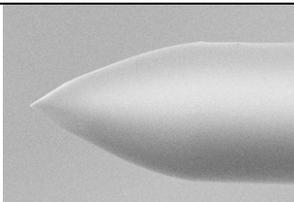
Sensibilité de la sonde : $14,8 \mu\text{V} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$



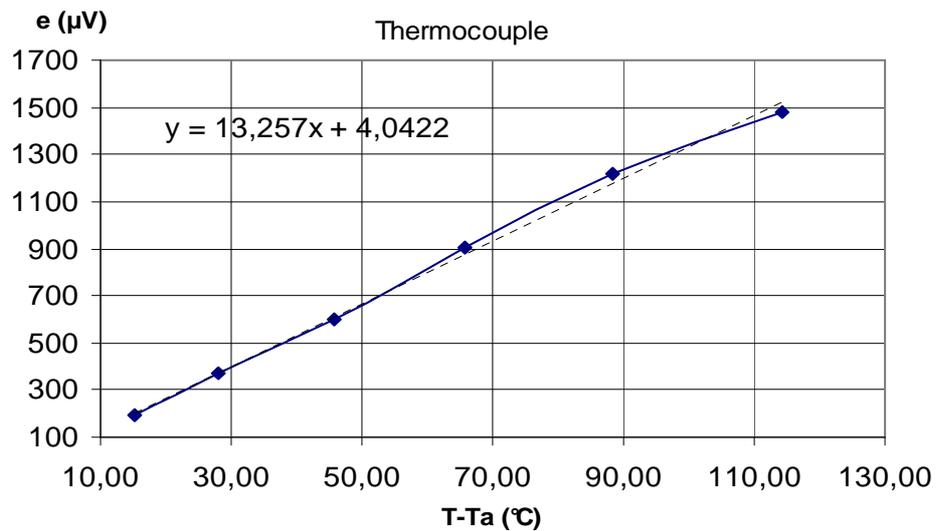
Isolant Duraseal dégagé par une coupe à l'extrémité au FIB pour un thermocouple Cr - Al - Type B



Sensibilité de la sonde : $15,6 \mu\text{V} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$



Isolant Duraseal dégagé par une coupe à l'extrémité au FIB pour un thermocouple Cr - Al - Type E



Sensibilité de la sonde : $13,3 \mu\text{V} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$

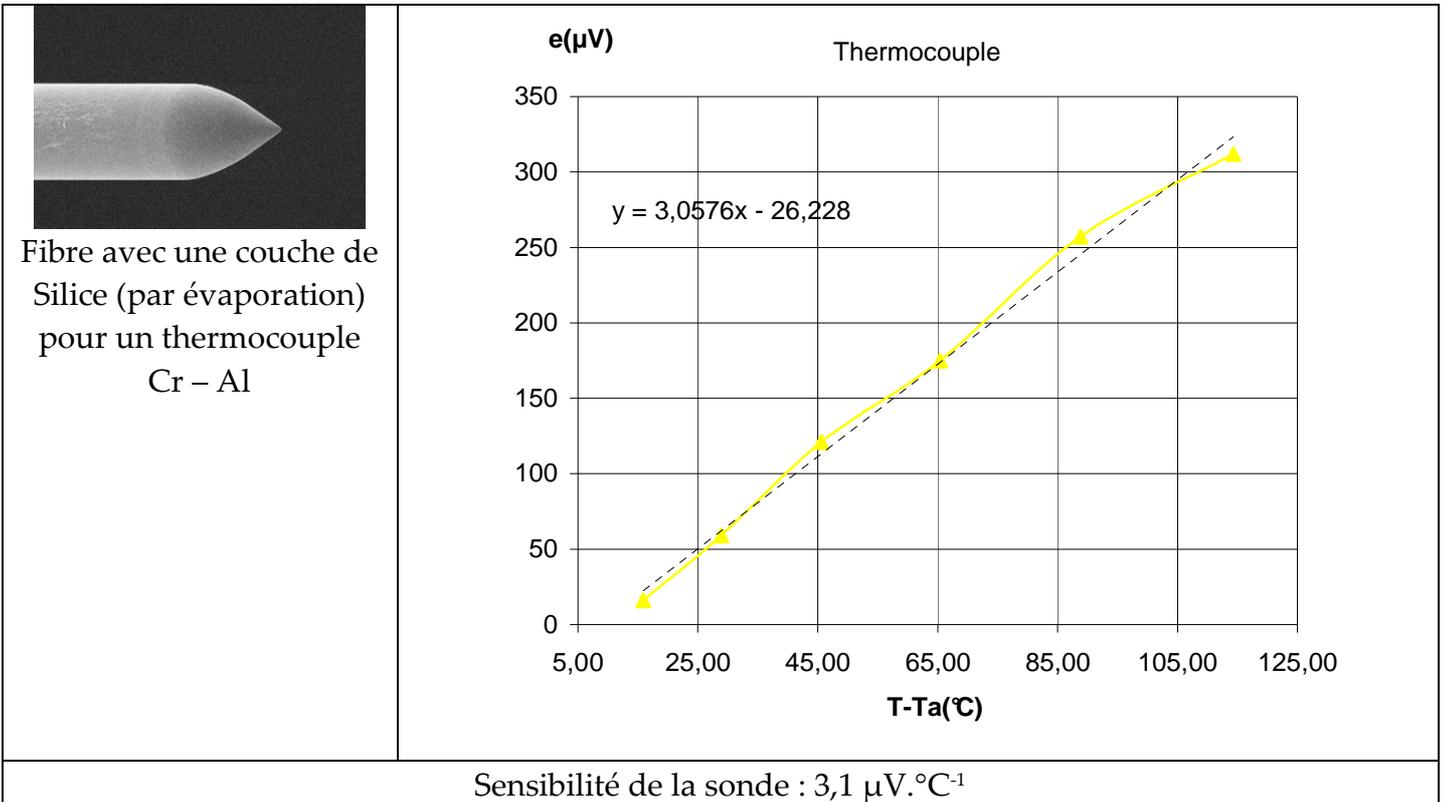
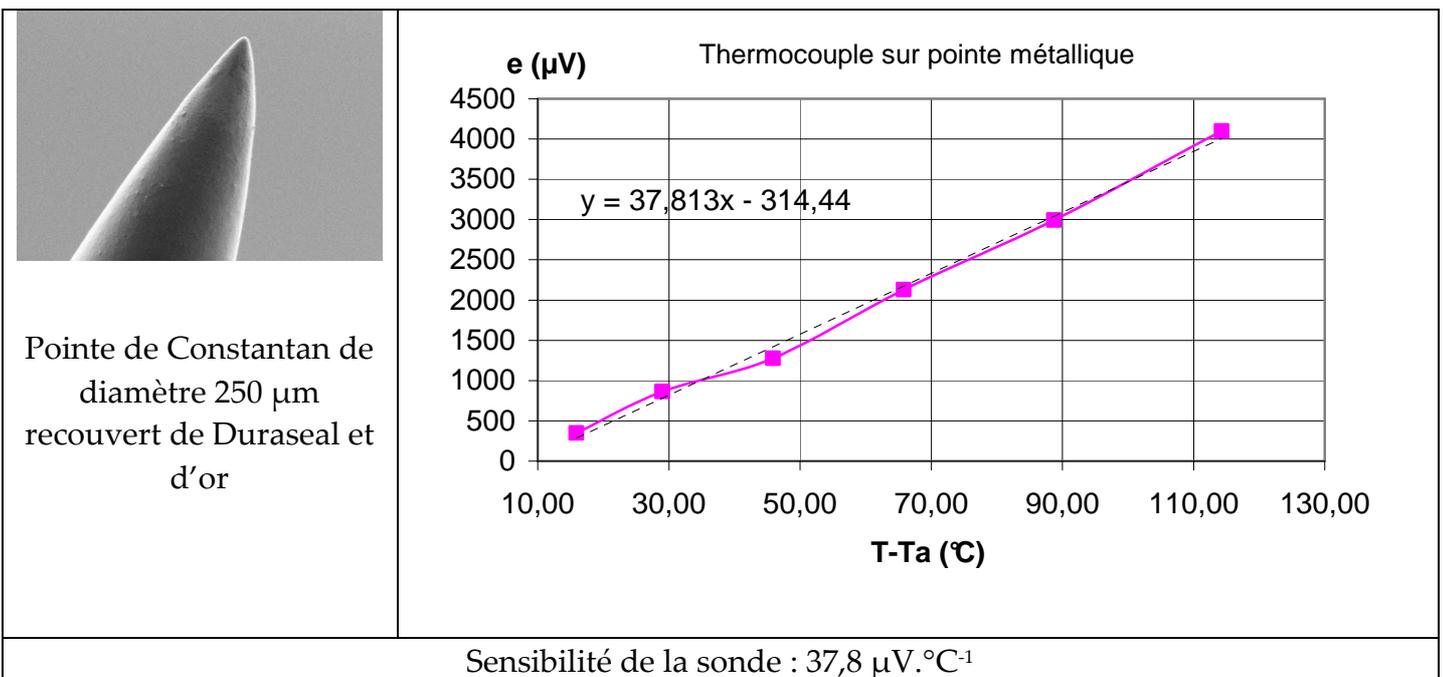


Figure 42 : Sensibilité de sondes sur fibres optiques.

Les valeurs de sensibilité mesurées sur les fibres optiques réalisées avec un couple Cr-Al sont comparables à celles mesurées pour le même couple sur lames minces. Les écarts observés sont imputables à la géométrie du substrat, et aux épaisseurs résultantes qui ne sont pas homogènes de l'apex au corps de la fibre. Notons l'écart plus grand avec la fibre recouverte de silice évaporée expliquait par une jonction plus localisée avec cette coupe au FIB.



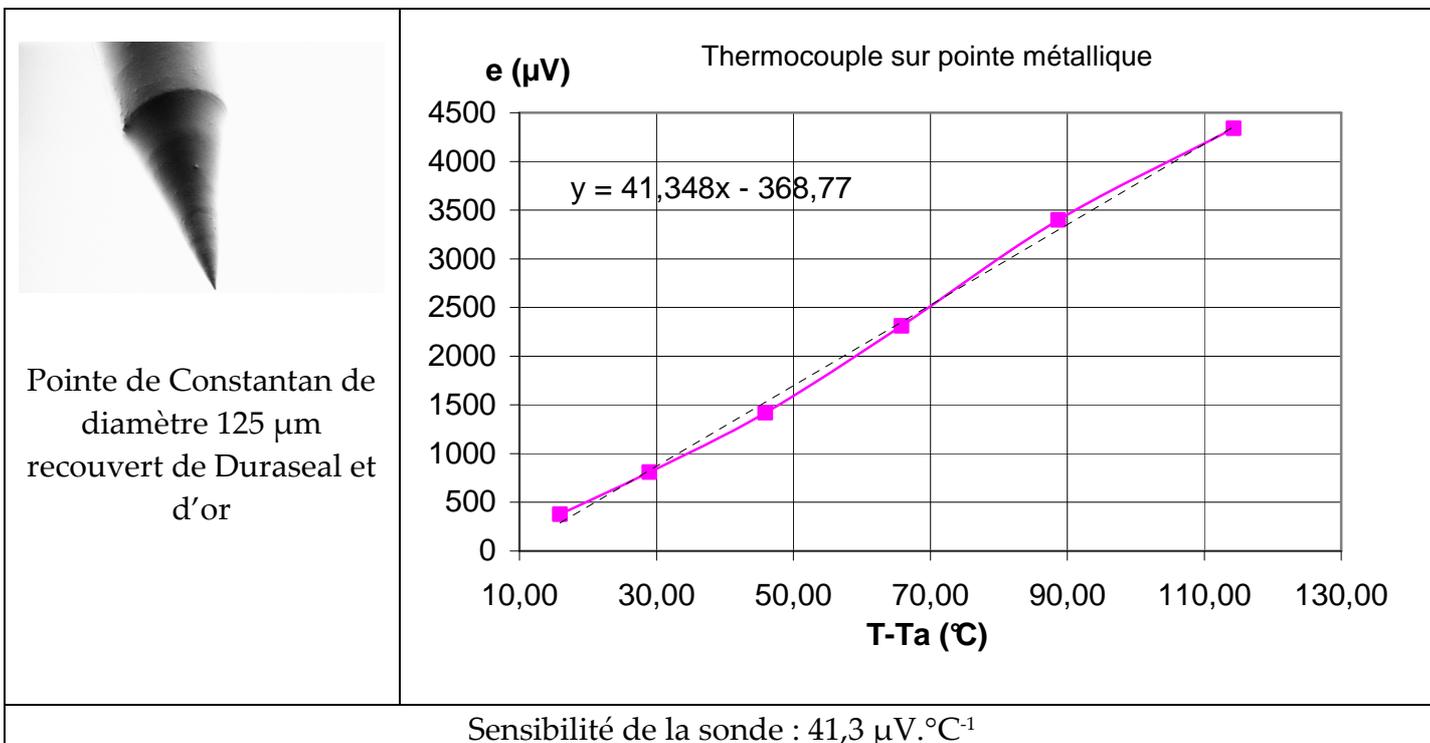


Figure 43 : Sensibilité de sondes métalliques.

L'observation de ces sensibilités montrent que nous nous rapprochons très nettement de la valeur « bulk » du pouvoir thermoélectrique du couple Cst-Au de 39,1 $\mu\text{V}\cdot^{\circ}\text{C}^{-1}$. Ceci s'explique aisément du fait que nous avons déjà un métal massif : la pointe en constantan. Ce fort PTE est intéressant car il est possible de détecter plus facilement des variations de température et son utilisation en mode dit « passif » en sera plus précis.

4. Utilisation des sondes en mode passif

Après avoir fait les étalonnages et effectué des tests visant à caractériser les différentes sondes, il est ensuite indispensable de les mettre en œuvre dans des situations pour lesquelles elles sont prévues, en particulier le contact. Dans ce type de situation, il est néanmoins nécessaire d'aborder à nouveau un principe d'étalonnage très spécifique.

Celui-ci nous permettra de donner une information objective sur la qualité d'une sonde de contact, au travers de sa résistance thermique propre. L'intérêt de cette approche sera de pouvoir tester n'importe quelle sonde et finalement d'établir progressivement un comparatif sur le principe du « benchmark ».

4.1. La mesure par contact

D'une façon générale, le comportement d'une sonde dépend du bilan de puissance entre la jonction et le milieu extérieur (environnement) dans lequel on retrouve des propriétés internes (celles du capteur) et externes (celles de l'environnement). Lorsqu'on aborde la problématique du contact, des difficultés supplémentaires apparaissent en raison des phénomènes mis en jeu dans le contact. Nous n'aborderons pas celui-ci en particulier mais simplement nous essaierons de quantifier la résistance ou la conductance globale entre une sonde et une surface de température différente. La sonde peut fonctionner en mode actif (fibre optique) ou passif (pointe métallique), selon qu'une puissance est apportée par la sonde elle-même ou non ; on génère ainsi un écart de température indispensable à la mesure.

A l'aide de dispositifs conçus par des collègues de l'IMT de Neuchâtel, au laboratoire SAMLAB du professeur Nico F. de Rooij, nous avons mis au point une procédure d'étalonnage permettant de quantifier les différentes résistances thermiques mises en jeu lors d'un contact passif entre une sonde et une surface étalon, constituée par la membrane d'une micro-plaque chauffante. La procédure concerne donc spécifiquement les capteurs passifs.

Toute mesure de température de surface entraîne une erreur systématique que l'on doit à la conjonction de plusieurs phénomènes. Cette erreur est généralement quantifiée par un paramètre appelé « réponse thermique » par les anglo-saxons, ou encore : τ . On la définit très simplement comme le rapport entre la température du capteur (celle qu'il indique, soit T_p) et la température de surface vraie (T_s), c'est-à-dire avant le contact. Ces deux températures sont indiquées en valeurs relatives par rapport à notre référence : la température ambiante (T_a). τ , coefficient d'incertitude, est donné par la relation :

$$\tau = \frac{T_p - T_a}{T_s - T_a} \quad (3.18)$$

Ce rapport, extrêmement simple, définit à lui seul l'ensemble du contact thermique, pour lequel interviennent les caractéristiques de l'objet, celles de la sonde mais également celles de l'environnement. Les résultats publiés par Shi et ses collègues ([131]) ont démontré l'impact du type de surface sur cette réponse, et les travaux publiés par Gomes ([114]), ou Lefèvre ont mis en évidence l'influence de la nature du fluide ambiant (air sec, air humide ou vide partiel).

Quoiqu'il en soit, la quantification de ces phénomènes est encore loin d'être achevée ([113]), et il nous semble tout aussi important de caractériser une sonde destinée à la mesure par contact de manière suffisamment objective pour être comparée avec d'autres types de sonde.

En résumé, lors d'un contact sur une surface initialement à T_s , plusieurs phénomènes sont impliqués :

- le refroidissement de la surface entraînant une macrocontraction des lignes de flux,
- l'écart de température entre la sonde et la surface due à l'imperfection du contact thermique,
- un effet d'ailette entre le capteur et l'ambiance.

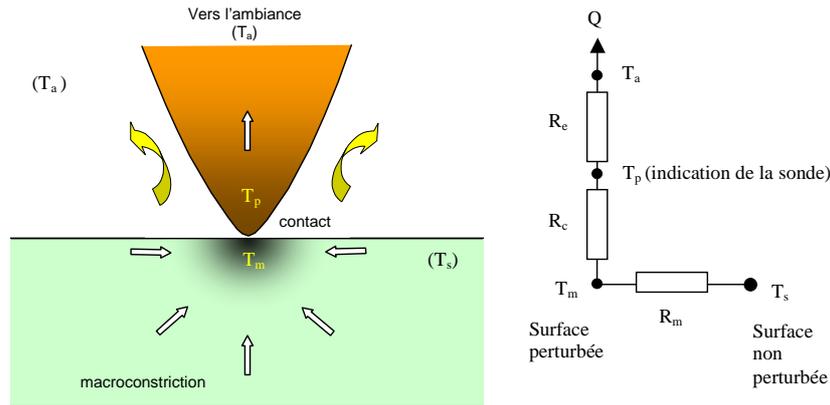


Figure 44 : Schématisation du flux transféré lors d'un contact sonde-surface, et des résistances associées

Ainsi, on schématise très simplement ces effets, quelle que soit la surface. En associant les températures au flux transféré, on peut en déduire les différentes résistances thermiques, puisque :

$$Q = \frac{T_s - T_m}{R_m} = \frac{T_m - T_p}{R_c} = \frac{T_p - T_a}{R_e} \quad (3.19)$$

Avec :

- T_m : la température de surface modifiée par le contact,
- T_p : la température indiquée par le capteur,
- T_a : la température ambiante,
- R_m : la résistance de macrocontraction,
- R_c : la résistance de contact,
- R_e : la résistance du capteur (ailette).

On peut noter que T_s reste inchangée à une distance suffisante du point de contact.

L'expression 3.19 du flux de chaleur Q conduit à une formulation de la réponse du capteur sous la forme :

$$\tau = \frac{R_e}{R_e + R_c + R_m} \quad (3.20)$$

La difficulté pour la détermination de τ consiste à pouvoir à la fois mesurer les trois températures et le flux de chaleur impliquée dans le contact de la sonde. Pour cela, il est encore nécessaire de concevoir un dispositif spécifique, en déviant un microsystème de son utilisation courante. Pour des raisons pratiques, nous avons mis en œuvre une microplaque chauffante (figure 45) initialement conçue pour former la partie active d'un capteur de gaz à oxydes métalliques développé à l'IMT de Neuchâtel ([132],[133]). Cette partie active est intégrée à une membrane en nitrure de silicium d'épaisseur 750 nm obtenue en deux couches superposées (LPCVD) entre lesquelles une résistance chauffante en platine a été déposée (épaisseur 220 nm). Le design de cette résistance chauffante a été conçu de façon à ce que la valeur de la résistance soit de l'ordre de 100 ohm à température ambiante, en couvrant une surface dont la température pourra être chauffée de façon homogène. Sur la face supérieure, deux électrodes interdigitées en platine sont déposées pour la mesure de résistivité du composé utilisé pour la détection de gaz (WO_2 par exemple). Ce matériau n'est pas présent dans le dispositif que nous utilisons.

Le design de la résistance chauffante étant protégé commercialement, nous ne donnerons dans ce document, que son allure générale. Enfin, la face opposée du « wafer » est finalement dégagée par attaque chimique anisotrope (KOH). Il reste donc la membrane suspendue, servant de support matériel à la partie active, tout en minimisant le pont thermique vers le substrat silicium.

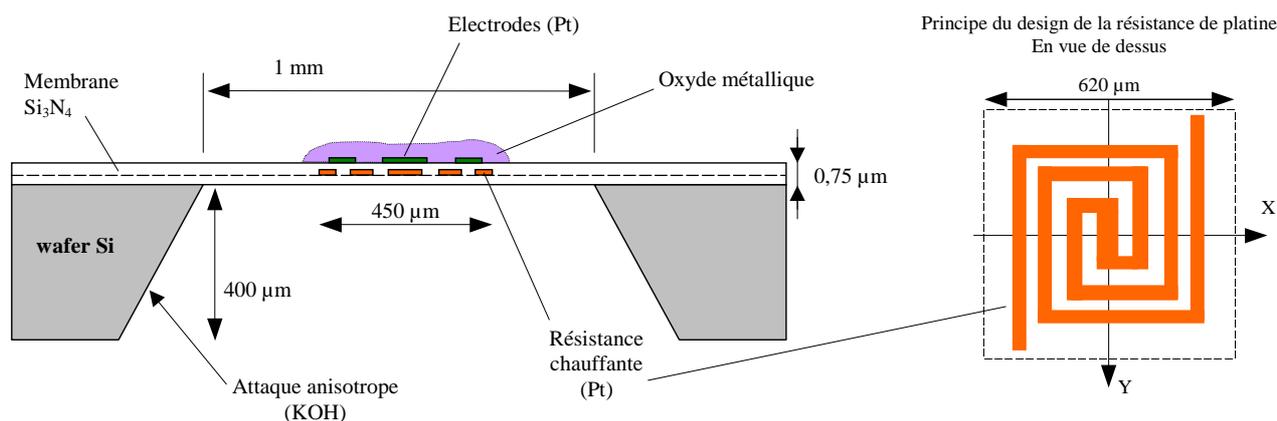


Figure 45 : Micro-plaque chauffante utilisée pour étalonner les sondes de contact

L'intérêt d'un tel microsystème chauffant réside dans ses qualités thermo-mécaniques. La zone chauffée de façon très homogène est isolée thermiquement et de faible masse. Pour ordre de grandeur, 40 mW suffisent à la maintenir à une température de 350°C. Le nitrure de silicium (low stress) a le double avantage d'une grande robustesse lui permettant de fonctionner sans dommage au delà de 800°C, mais aussi d'être isolant thermiquement, même si actuellement, on peut lui préférer les polyimides ([134]).

Ce dispositif chauffant est extrêmement facile à contrôler par sa tension d'alimentation (et le courant résultant), de sorte que la puissance consommée peut être ajustée ou mesurée au microwatt près. La valeur de la résistance de l'élément chauffant donne une indication précise de sa température moyenne. En conséquence, la moindre perturbation du bilan thermique de la zone chauffée, par exemple la mise en contact d'une sonde, est parfaitement mesurable. En supposant qu'après contact, le bilan thermique de la membrane soit inchangé, ou ajusté au

même niveau, la mesure de la puissance dissipée par la sonde en contact est directe. Il reste à extraire les différentes températures nécessaires au calcul des résistances.

Supposons, dans un premier temps, que la température de surface du dispositif soit connue. Il s'agit de la température de la zone de contact, initialement appelée T_s , puis T_m après contact. Elle se situe au centre de la membrane, sur une des deux électrodes en platine. La figure 46 décrit le principe de l'étalonnage de contact.

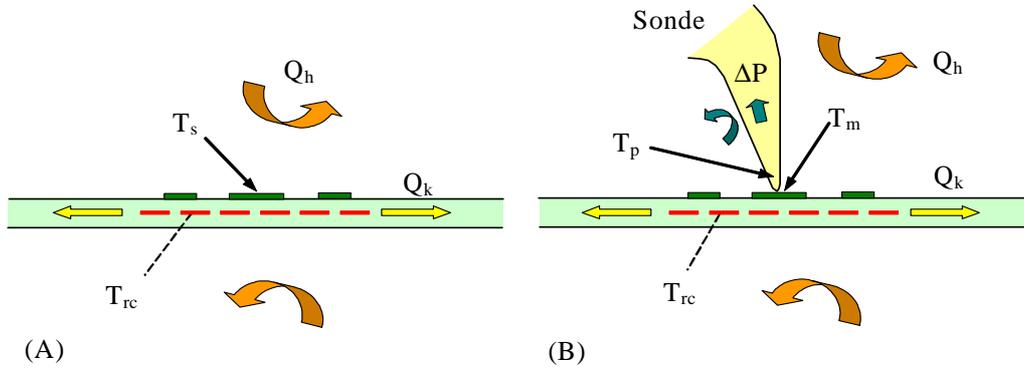


Figure 46 : Configuration idéale d'un étalonnage de contact

Initialement (schéma A), on connaît la température de surface au point de contact avant celui-ci (T_s) et la température moyenne de la résistance chauffante au sein de la membrane (T_{rc}). Celle-ci résulte du bilan complet de la membrane dans laquelle on trouve la conduction vers le substrat de silicium et la dissipation convective (et radiative). On peut donc aisément admettre qu'après une perturbation localisée (point de contact), une valeur donnée de T_{rc} garantit des termes dissipatifs de conduction et convection-rayonnement (Q_h et Q_k) identiques puisque ce sont des grandeurs globales et non locales, intégrant l'ensemble des contributions sur une zone de 1 mm^2 .

En conséquence, après le contact (schéma B), on ajuste l'alimentation du dispositif de façon à maintenir constante la valeur de T_{rc} , autrement dit la résistance du conducteur (R_{rc}), donnée par le rapport tension/courant.

Si l'on revient au bilan de la membrane, on peut ainsi écrire :

$$P_0 = Q_k + Q_h = u_0 \cdot i_0 \quad (3.21)$$

et

$$u_0 / i_0 = R_{rc} \propto T_{rc} \quad (3.22)$$

- P_0 : la puissance électrique qui alimente la résistance de platine,
- Q_k et Q_h : puissances dissipées par conduction dans la membrane et par convection vers l'air.

Compte tenu du niveau de température (100°C typiquement), le rayonnement est soit négligé, soit intégré au coefficient d'échange convectif. Après la mise en contact de la sonde à calibrer, on ajuste la tension d'alimentation afin de maintenir la température moyenne de la résistance de platine (T_{rc}) au même niveau. Le bilan dissipatif de la membrane étant, de ce fait, supposé inchangé, on a :

$$P_1 = Q_k + Q_h + \Delta P = (u_0 + \Delta u) \cdot (i_0 + \Delta i) \quad (3.23)$$

avec

$$\frac{u_0 + \Delta u}{i_0 + \Delta i} = \frac{u_0}{i_0} = R_{rc} \quad (3.24)$$

et

$$\Delta P = P_l - P_0 \quad (3.25)$$

Cette valeur ΔP correspond bien à la puissance thermique dissipée par la sonde au contact.

On peut donc quantifier la résistance thermique de la sonde (R_e) par le rapport :

$$R_e = \frac{T_p - T_a}{\Delta P} \quad (3.26)$$

- T_p et T_a : températures de la sonde et de l'air ambiant.

La résistance thermique de contact R_c est accessible de la même manière à partir de l'écart de température entre la sonde et la surface, soit :

$$R_c = \frac{T_m - T_p}{\Delta P} \quad (3.27)$$

Enfin, la résistance de macrostriction, caractérisant le refroidissement local de la membrane est calculée par :

$$R_m = \frac{T_s - T_m}{\Delta P} \quad (3.28)$$

La principale difficulté consiste à mesurer les températures de surface T_s et T_m au lieu du contact. Avant d'envisager de développer un microsystème dédié à ce type de mesure qui pourrait intégrer une jonction ou une série de jonctions thermoélectriques au centre de la membrane, nous avons utilisé le dispositif aimablement fourni par l'IMT. Nous avons ainsi adapté notre approche en effectuant une série de mesures préalables. Celles-ci ont consisté à étalonner un microthermocouple de type S, destiné également à la mesure par contact, mais de faible dimension. Il s'agit d'une sonde que nous avons présenté dans le chapitre 1, obtenue en soudant des fils de diamètre $1,3 \mu\text{m}$. Par une procédure identique mais plus longue, qui est détaillée en annexe 3, nous avons mesuré sa propre réponse thermique sur le même dispositif chauffant. Cette sonde peut ainsi être utilisée de façon permanente, à défaut de mieux, pour les procédures d'étalonnage des autres sondes qui, d'une façon générale sont de dimensions plus importantes. Nous considérerons ainsi que la présence de ce microthermocouple ne perturbe pas la mesure puisqu'il reste au contact pendant toute la procédure.

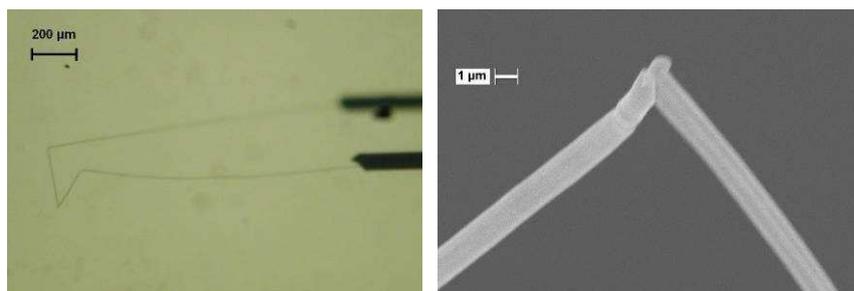


Figure 47 : Sonde étalon pour la mesure des températures de surface (T_s et T_m).

Cet étalonnage préalable a été effectué à plus haute température, afin d'augmenter la sensibilité des mesures, nous rappelons les principaux résultats dans le tableau suivant, à partir duquel nous en déduisons une valeur de la réponse thermique τ à plus faible température, que nous gardons à 0,92.

$T_p - T_a$ (K)	P (mW)	ΔP (μ W)	R_e (10^6 KW^{-1})	R_c (10^5 KW^{-1})	R_m (10^4 KW^{-1})	$T_s - T_a$ (K)	τ
227.3	28.5	98	2.32	1.66	3.47	246.6	0.920
362.1	49.6	163	2.22	1.54	3.31	392.7	0.922
483.3	71.5	190	2.54	1.62	3.31	520.4	0.929

Des mesures de distribution surfacique de la température de surface ont été effectuées avec ce capteur sur cette membrane pour des niveaux de températures différents. Les deux images suivantes montrent bien l'homogénéité thermique de la zone centrale sur un cercle de diamètre 300 μ m environ.

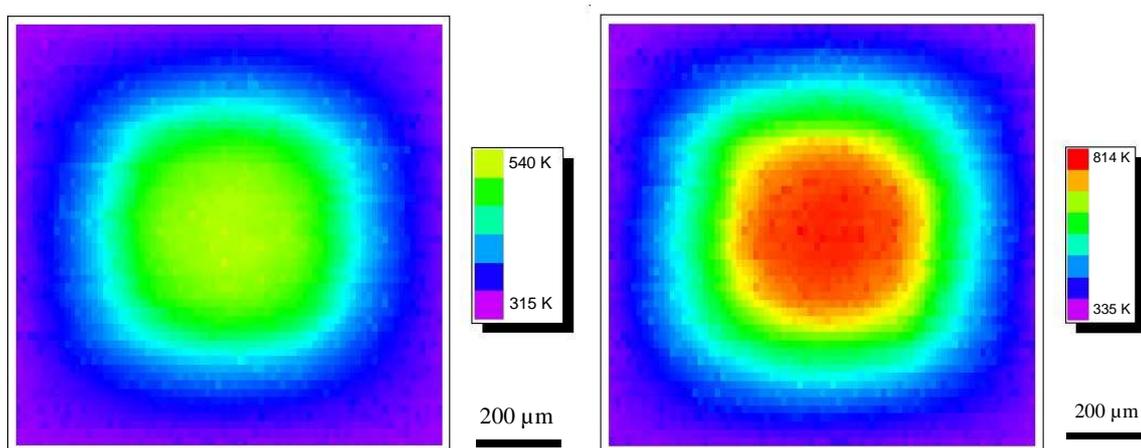


Figure 48 : Distribution surfacique de la température de la microplaque chauffante (membrane $1 \times 1 \text{ mm}^2$) sous 30 mW (gauche) et 75 mW (droite). Sonde étalon de 1,3 μ m.

4.2. Etalonnage

Le principe mis au point pour l'étalonnage de contact sera donc le suivant. Le microthermocouple étalon est en contact permanent au centre du dispositif ; il nous informe de la température de surface supposée vraie à tout moment, T_s avant contact d'une sonde, puis T_m après contact.

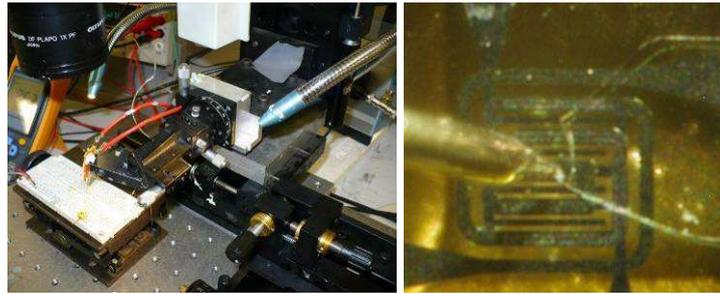
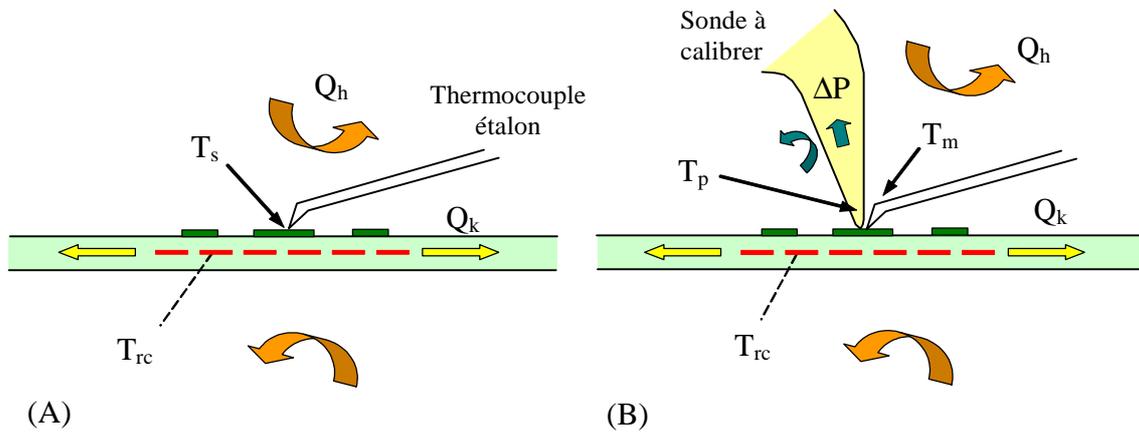


Figure 49 : Configuration réelle d'étalonnage d'une sonde.

La sonde testée nous informe de sa propre température, T_p . Les tests ont été effectués sur 6 sondes caractéristiques : quatre sondes métalliques constantan-or avec couche diélectrique en résine Duraseal déposées par trempage, dont deux obtenues à partir de fils de $125\ \mu\text{m}$ de diamètre, et deux de $250\ \mu\text{m}$; une fibre optique avec une couche isolante en résine (Duraseal), et une fibre avec dépôt de silice en couche mince, cette dernière ayant été attaquée au FIB pour le dégagement de la jonction qui est donc située au niveau de l'apex. Les résultats des mesures sont synthétisés dans le tableau 50 suivant :

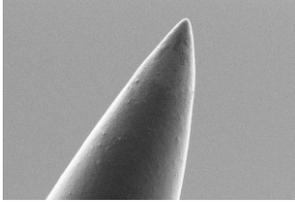
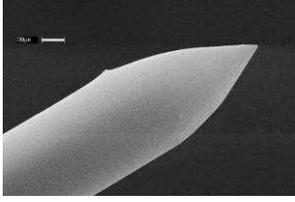
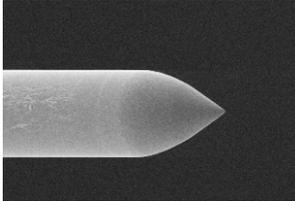
Type de sonde	T_s (°C)	T_m (°C)	P_0 (mW)	ΔP (mW)	R_e (°C/W)	R_c (°C/W)	R_m (°C/W)	τ
 Métal constantan-or 125 μm	107,7	76	8,67	1,26	14771	25863	25236	0,224
Métal constantan-or 125 μm	108,7	76,4	8,65	1,42	14754	22151	22710	0,247
 Métal constantan-or 250 μm	111,1	76,9	8,68	1,84	8492	19177	18647	0,183
Métal constantan-or 250 μm	110,7	68	8,67	2,1	7793	12416	20289	0,192
 Fibre silice Cr-Duraseal-Al (trempage)	107,9	84,8	8,79	0,84	56133	13590	27394	0,578
 Fibre silice Cr-SiO ₂ -Al (couches minces et attaque FIB)	105,7	85,3	9,36	0,79	42591	35183	25994	0,41

Figure 50 : Mesures des puissances et calculs des différentes résistances.

Ces valeurs sont indicatives puisque même si l'étalonnage de la sonde de surface permet de limiter les incertitudes sur la température de surface, les erreurs dues à un positionnement relatif effectué manuellement avec la sonde de contact testée peuvent être significatives.

Ce type de problème pourra être minimisé ensuite avec le développement d'un microsystème intégrant une mesure de température surfacique. Quoiqu'il en soit, la

comparaison entre différents types de sondes de contact est possible. Les valeurs les plus significatives dans ce tableau concernent les résistances propres des sondes : R_c . Sans surprise, cette valeur est d'autant plus faible que la sonde est massive. R_m est sensiblement constante, tout au moins pour un type de sonde donné, en revanche le contact caractérisé par la résistance R_c montre clairement les variations les plus significatives. C'est malheureusement une des conséquences de la variabilité de la forme des apex, ainsi que de la dimension réelle de la jonction thermoélectrique, qui pour l'instant, ne sont pas suffisamment maîtrisées et reproductibles.

Les fibres silice sont évidemment les sondes de contact les moins intrusives, à l'exception de notre microthermocouple étalon. Enfin, la différence notable entre les deux pointes de silice est assez inattendue puisque le positionnement de la jonction sur l'apex de la dernière n'a semble-t-il pas amélioré le comportement global, bien au contraire. Cette observation est très importante puisqu'elle tend à nous indiquer l'importance moindre de cette caractéristique de localisation devant celle de la forme globale de la pointe. Par ailleurs, ceci tendrait à confirmer que le transfert de chaleur par contact pur reste minoritaire devant le transfert global pointe-surface via l'air.

Une première conclusion s'impose : vouloir localiser la jonction strictement sur l'apex n'est pas le plus important. La forme et la nature, c'est-à-dire au final la résistance thermique, d'une sonde constitue alors la problématique majeure.

Pour illustrer la hiérarchie indiquée par le tableau, nous avons effectué un balayage au dessus de la microplaque chauffante à la température indiquée, soit environ 110°C , avec trois sondes dont le microthermocouple. Il s'agit d'un déplacement latéral sans contact, à une distance constante de $5\ \mu\text{m}$. Le résultat est tracé dans le graphique figure 51.

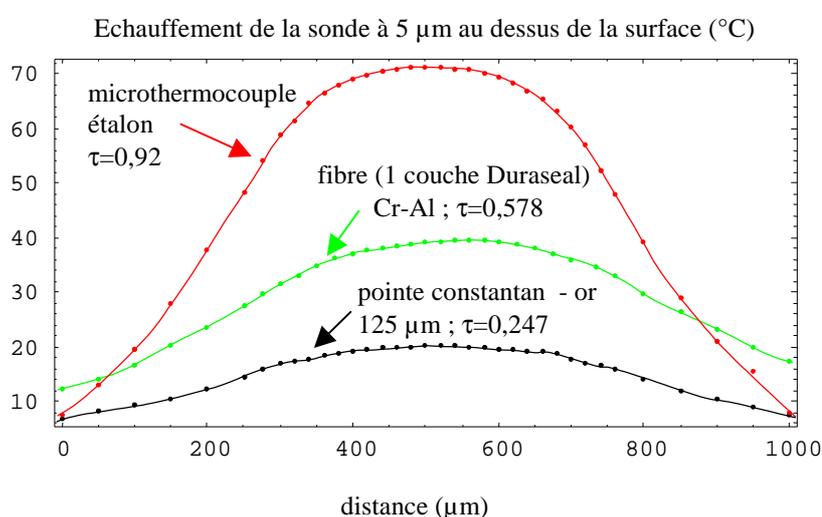


Figure 51 : Profil de température à $5\ \mu\text{m}$ au dessus de la micro-plaque chauffante avec différentes sondes.

Ces mesures mettent bien en évidence, qu'une fibre optique a une meilleure résolution qu'une pointe métallique pour la détection d'un champ de température.

5. Utilisation des sondes en mode actif

Le grand avantage des fibres optiques par rapport aux sondes passives réside dans la possibilité d'amener son propre échauffement. N'ayant pas d'équipement permettant d'étudier

précisément les effets de transfert à faible distance, nous ne pouvons qu'effectuer quelques tests dans ce mode de fonctionnement, avec des déplacements manuels dont la résolution est limitée à 5 μm . En voici deux exemples.

5.1. Effet de la distance sonde-surface

L'application majeure qui sous-tend ce travail est liée à la possibilité d'effectuer de l'imagerie de champ-proche thermique, le mode topographique étant aisément accessible. Le graphique ci-dessous (figure 52) illustre la réponse normalisée de la sonde à fibre optique + 1 couche de Duraseal dont les caractéristiques sont présentés juste avant. La puissance injectée dans la fibre est d'environ 2 mW, puissance permettant à la jonction déposée d'indiquer une température de 42 °C. En maintenant constante cette puissance, nous avons mesuré l'effet de refroidissement dû à l'approche vers deux types de surfaces : un substrat en silicium et la membrane en nitrure de silicium de la micro-plaque chauffante.

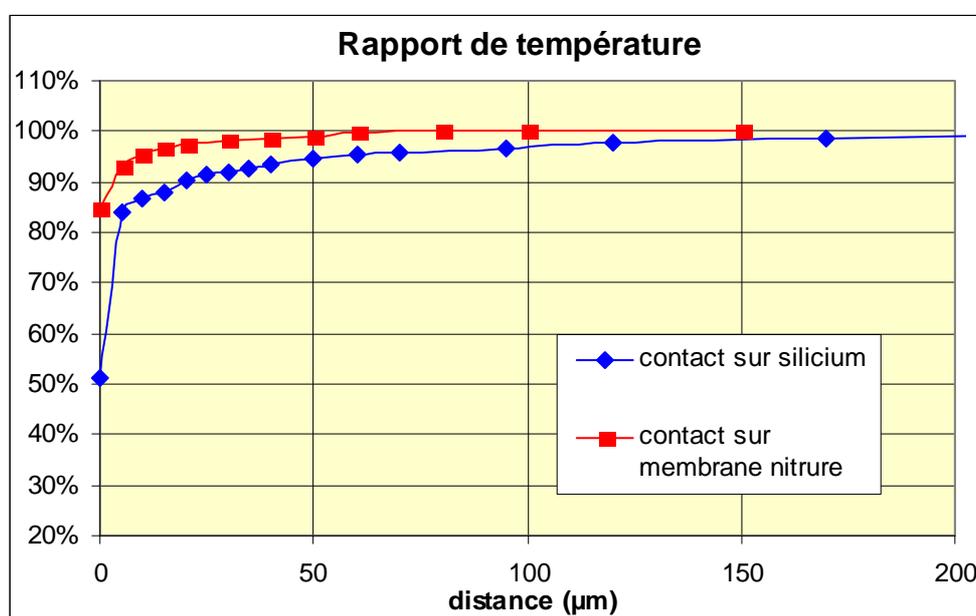


Figure 52 : Refroidissement de la surface lors de l'approche de la fibre optique.

On constate une réduction progressive de la température de la sonde en dessous d'une distance de 300 μm . La pente augmente à moins de 50 μm , et enfin à moins de 5 μm , une variation brusque de type exponentielle est notée jusqu'au contact. La température de contact est alors dépendante de la nature du substrat. La chute de température de la jonction est de 15 % pour la membrane de nitrure et de 50 % pour une surface de silicium. Les autres sondes réalisées montrent toutes un comportement identique.

Enfin, notons que le trempage dans une goutte d'eau entraîne une décroissance de température spectaculaire de l'ordre de 80 %. En mode d'excitation périodique, le résultat est du même ordre mais cependant moins intense. A 70 Hz, par exemple et toujours dans l'eau, l'amplitude chute de 58 % et la phase n'augmente que d'un degré seulement.

Il est évident que des investigations sont maintenant à entreprendre pour observer ces phénomènes de transfert à faible distance.

5.2. Mesure de débit d'air dans un mini-canal

Hormis les applications de champ proche, il va de soi qu'une série d'applications plus courantes sont accessibles. Comme tout capteur à effet thermique, il est possible de déduire, après étalonnage adéquat, la vitesse d'un fluide, le débit dans un micro canal, voire mesurer un vide, exactement comme avec les sondes à thermocouples ou à effet Pirani.

L'exemple ci-dessous consiste à mesurer l'effet d'une vitesse ou d'un micro-débit gazeux circulant dans un capillaire, sur la température de la sonde sur fibre optique, toujours à puissance injectée constante. Lorsque le débit augmente, nous observons la décroissance de la température et une variation de la phase du signal pour des débits allant de 0 à 300 Nml.min⁻¹. Ceci représente une gamme de vitesse débitante de 0 à 1,1 m/s.

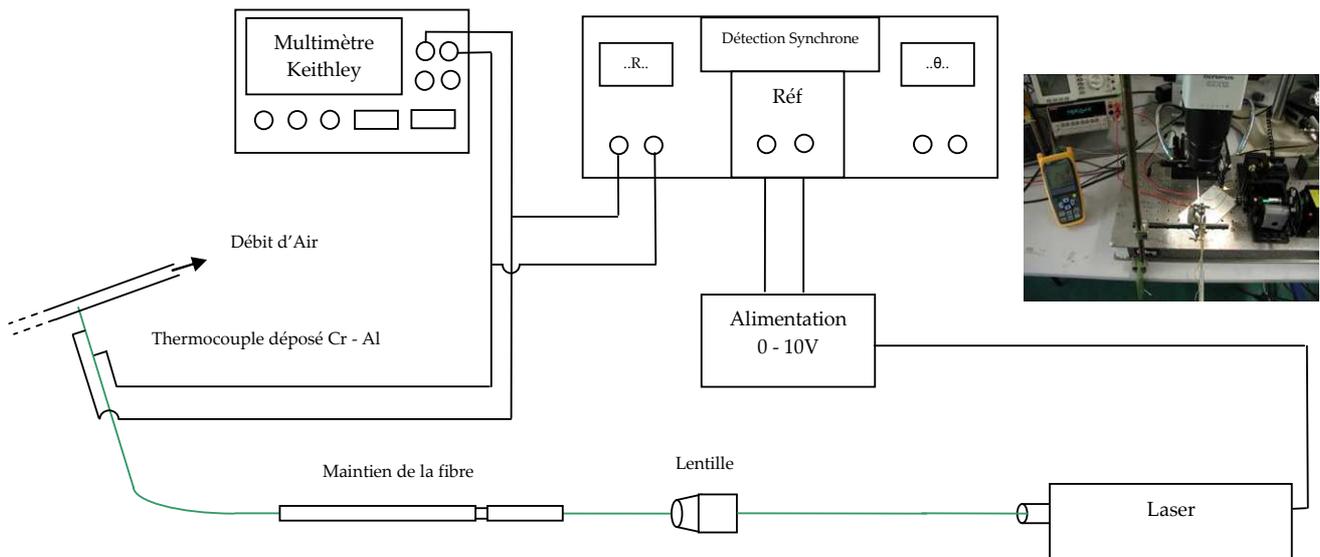


Figure 53 : Mesure du débit d'air dans un capillaire.

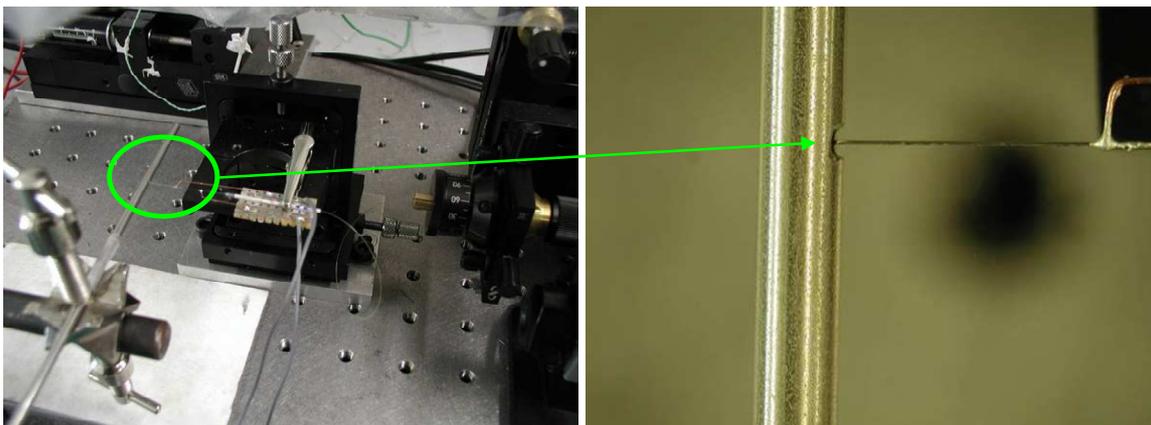


Figure 54 : Montage de la mesure d'air.

Compte tenu de la bande passante de la sonde, et de la sensibilité assez réduite déjà observée lors du trempage dans une goutte d'eau, il n'est pas possible de travailler à des fréquences importantes. Par conséquent, Une fois la pointe insérée dans le capillaire, nous avons mesuré la différence d'amplitude et de phase du signal avec des fréquences de signal d'entrée variant de 2 à 4 Hz.

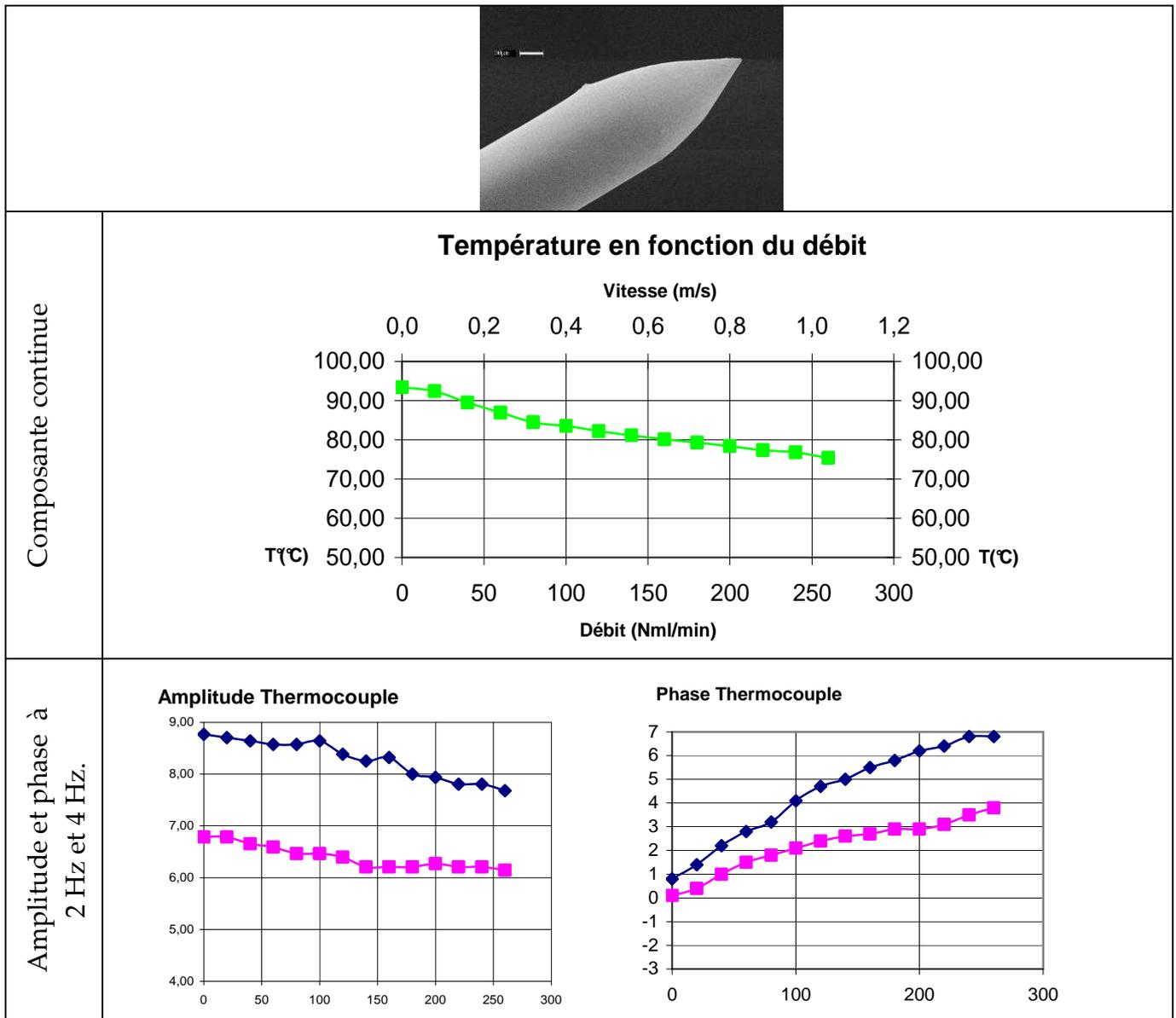


Figure 55 : Décroissance de la température lors de mesure de débit

Sur les courbes suivantes, nous observons bien la décroissance de la composante continue lorsque le débit d'air augmente ainsi que l'augmentation du déphasage. Néanmoins, la différence observée n'est pas assez importante pour repérer finement des débits bien précis. Ceci confirme que la pointe est trop massive pour observer de plus amples variations.

Conclusion

Les mesures réalisées sur les différentes fibres optiques permettent de mettre en évidence plusieurs points. Tout d'abord, nous obtenons leurs comportements thermiques au niveau du cône et de l'apex. Le modèle rend bien compte des observations que nous avons faites au préalable sur la différence de température atteinte selon que le dépôt métallique soit de l'aluminium ou du chrome. Cet effet, peu important dans les pointes effilées, le devient pour les cônes très ouverts. A l'inverse, mais nous n'avons pas pu le confirmer par l'expérience, les pointes effilées sont plus sensibles à la qualité de l'injection, et en particulier au diamètre

caractéristique du faisceau dans le cœur. Par ailleurs, la fraction de puissance absorbée est d'autant plus importante que l'angle du cône est faible, ce qui confirme les remarques des opticiens du champ proche à propos de la faible transmittivité des sondes à fibre. A l'inverse, et d'une façon générale, il est extrêmement facile de générer la quantité de chaleur nécessaire à un fonctionnement en sonde thermique active.

La mesure des pouvoirs thermoélectriques montre bien une similitude entre les réponses des couples sur pointes et les dépôts sur lames minces. Le choix du couple chrome-aluminium sera toutefois à confirmer dans le temps. Ce choix est évidemment lié aux qualités d'adhésion de ces deux matériaux en plus de leur compatibilité thermoélectrique.

La bande passante des thermocouples sur sondes donne enfin une indication très utile de leur comportement global. Les fréquences de coupure (fixées à -3 dB) sont généralement assez faibles, et se situent entre 2 Hz et 10 Hz, en accord avec les calculs. Ceci est dû évidemment à la forme large de ces pointes qui implique une masse importante dans le phénomène de transfert thermique mais en revanche, elles sont extrêmement robustes.

Le point important de ce chapitre nous semble être l'aspect calibration qui, à nos yeux, revêt un caractère tout aussi important que le développement d'une sonde. L'étude du contact passe par le développement d'un système dédié, permettant de qualifier tout type de sonde de contact. Le dispositif utilisé (micro-plaque chauffante) représente une première étape dans cette approche. Les résultats présentés indiquent très bien la hiérarchie attendue entre les microthermocouples, les pointes en silice et les pointes métalliques, et expliquent de façon claire la disparition des pointes dans la littérature.

CONCLUSION GENERALE & PERSPECTIVES

Cette thèse avait pour objectif le développement microtechnique d'une sonde locale de température. A la base de ces travaux, L. Thiery avait contribué au développement d'un type de sonde très peu reproductible en petite série et assez fragile dans sa conception ou son utilisation.

Le premier chapitre a permis de situer l'environnement de cette sonde dans lequel ses applications étaient envisagées. Elles se trouvent naturellement dans le domaine des investigations de champ proche, en particulier optique, thermique et topographique par effets de forces. Les investigations thermiques de champ proche représentent encore à ce jour un vaste terrain d'étude tant l'offre actuelle des techniques expérimentales est insuffisante, ou en tout cas manque de complémentarité. En regard de ces techniques, la demande de compréhension des phénomènes de transport à faible échelle ne cesse de s'accroître. La température est donc la principale grandeur permettant d'accéder à cette connaissance.

L'intérêt du premier chapitre était de poser la problématique des différentes techniques existantes actuellement pour réaliser ce type d'objet. Plusieurs techniques se dégagent entre les technologies du tout « couches minces », du matériau « massif » ou de l'hybridation des deux. Chacune de ces technologies offrent des avantages et des inconvénients. Ainsi sur cette base, nous avons pu dégager un « cahier des charges » précisant les principales caractéristiques que la sonde, dédiée à nos applications, devait posséder.

Une des conclusions les plus évidentes à nos yeux consiste à reprendre l'utilisation des fibres optiques, taillées en pointes. Tout d'abord, elles sont obtenues dans un matériau diélectrique, donc thermiquement isolant, et autorise un apport de chaleur, par conversion du flux lumineux injecté, tirant ainsi profit des problèmes soulevés de façon insistante par les opticiens du champ proche.

Outre la maîtrise de sa mise en forme, la difficulté consiste à réaliser un capteur de température sur son extrémité. La jonction thermoélectrique est un choix logique compte tenu de la localisation de la mesure et de sa sélectivité. Une jonction semi-conductrice est sensible à d'autres phénomènes, notamment optiques, et un resistor est difficilement localisable. Toute la réalisation dans le deuxième chapitre repose sur la superposition de couches isolantes et conductrices pour former cette jonction.

Nous avons testé les différentes sensibilités de couples déposés en couches minces dont les valeurs du pouvoir thermoélectrique sont plus faibles d'un facteur deux en moyenne aux matériaux massifs.

Une grande partie du travail a toutefois consisté à rechercher des matériaux et des techniques offrant le minimum de contraintes afin d'être aisément transposables mais aussi autorisant une certaine reproductibilité. Dans cette approche, la connectique a également été une préoccupation. Les matériaux céramiques, du support prêt à l'emploi à la mise en forme d'une poudre en suspension dans un liant, ainsi que les résines à base de précurseurs de silice sont parmi les plus intéressants à mettre en œuvre. La mise en forme des pointes a consisté à reprendre la suggestion de certains auteurs sur la retouche de pointes par polissage, mais en la généralisant à toute la mise en forme. Cette technique est tout à fait réaliste, à condition de disposer d'un matériel adéquat, en l'occurrence deux polisseuses, pour l'ébauche et la finition. Par contre, sans étirage préalable, le cône obtenu est court : 150 à 200 μm . Il en résulte un comportement optique intéressant, mais thermique médiocre. Pour la mise en œuvre, notons que la possibilité de réaliser des sondes ayant une forme de levier (cantilever type AFM) a été explorée. Le résultat est acceptable malgré une perte moyenne de l'ordre de 50% de quantité de lumière parvenant dans la partie conique.

Dans le troisième chapitre, nous avons étudié les caractéristiques de quelques sondes réalisées aussi bien du point de vue théorique qu'expérimental en axant notre approche sur la notion d'étalonnage. Tout d'abord, le comportement thermique des pointes n'est pas modélisable de façon directe au moyen d'une solution simple de l'équation de la chaleur, mais au minimum par un système d'équations de type ailette, couplées entre elles par des équations de continuité (flux et température). Une pointe est finalement un système composite auquel on ne peut attribuer un comportement du premier ordre, ce qu'indique clairement les bandes passantes. La forme assez massive des cônes est évidemment préjudiciable à la caractéristique recherchée de faible intrusivité. Toutefois, le but initial de ce travail était évidemment beaucoup plus général et consistait à remettre à plat l'ensemble de la problématique technologique avant d'améliorer les points les plus faibles. Parmi ceux-ci, il est clair que nous avons noté que la non-localisation de la jonction ne jouait pas un rôle aussi gênant que l'angle important du cône. A mesure que cet angle sera réduit, par usinage ou étirage préalable, il faudra veiller à localiser la jonction, mais il apparaît clair que les transferts de chaleur pointe-surface s'établissent (en atmosphère ambiante) sur de grandes distances, supérieures à 100 μm . Ceci représente encore l'ensemble de la pointe.

Nous pouvons comparer les valeurs des différentes résistances caractérisant le contact, issues de la littérature avec les mesures que nous avons obtenues. Les valeurs présentées par [131] sont entre 3 et $4 \cdot 10^7 \text{ K.W}^{-1}$ pour une sonde dont le contact est réduit à une pointe pyramidale de rayon de courbure inférieure à 1 μm . [135] indique de 25000 à 100000 K.W^{-1} pour une sonde de type Wollaston. Les valeurs que nous avons obtenues sont situées autour de 20000 K.W^{-1} à plus ou moins 10000 près. En terme de contact, elles se situeraient ainsi globalement au niveau des sondes résistives de Wollaston. Il serait extrêmement intéressant néanmoins de pouvoir comparer les résistances externes, caractérisant la qualité thermique intrinsèque d'une sonde. A ce titre, les microthermocouples que nous utilisons, représentent ce qu'il y a de mieux, malgré leurs limitations, en terme de fragilité et de domaines d'utilisation. Nous travaillerons à l'amélioration de l'outil de calibrage, que nous proposons, pour être utilisé sur tous les types de sondes disponibles.

Pour finir, donnons quelques orientations pour la suite :

- La mise en forme par polissage peut être poursuivi à condition de pouvoir réduire très sensiblement l'angle des cônes au moins d'un facteur 4. Ceci ne posera pas de problème si le montage est scindé en deux parties : l'entraînement en rotation d'une part et le guidage de l'extrémité d'autre part.
- L'utilisation de fibres préalablement étirées est une autre solution.
- Pour obtenir des pointes de grande finesse, celles qui permettront d'atteindre les meilleures résolutions, il sera indispensable de revenir à un dépôt de silice par évaporation sous vide, les trempages en résine restant envisageables pour les pointes plus grossières, qui ont l'avantage d'être très robustes.
- La mise en forme en « cantilever » reste à exploiter pleinement, pour opérer en mode AFM avec une articulation naturelle et une hauteur d'investigation extrêmement intéressante tant du point de vue thermique que topographique.
- Les fibres plastiques sont en définitive les meilleures candidates pour améliorer la conductance thermique des supports. Cependant, nous n'avons pu obtenir de sonde fonctionnelle avec ce matériau pour des raisons de tenue en température. Les process utilisés imposent des niveaux de température trop élevés pour le PMMA. D'autres matériaux devront faire l'objet de test (le Kapton par exemple) à condition que leur mise en forme soit possible.

BIBLIOGRAPHIE

1. Williams, C.C. and H.K. Wickramasinghe, *Scanning thermal profiler*. Applied Physics Letters, 1986. **49**(23): p. 1587-1589.
2. Pivert, G., *Les microscopes optiques*. RBM News, 1995: p. M7-M9.
3. Davisson, C.J. and Calbick, Physical Review (2), 1931. **38**(585).
4. Ruska, 1932.
5. Ash, E.A. and G. Nicholls, *Super-resolution Aperture Scanning Microscope*. Nature, 1972. **237**: p. 510 - 512.
6. Binnig, G., et al., *Tunneling through a controllable vacuum gap*. Applied Physics Letters, 1982. **40**(2): p. 178-180.
7. Pohl, D.W., W. Denk, and M. Lanz, *Optical stethoscopy: image recording with resolution $\lambda/20$* . Appl. Phys. Lett., 1984. **44**: p. 651.
8. Betzig, E., et al., Biophys. J., 1986. **49**: p. 269-279.
9. Betzig, E., M. Isaacson, and A. Lewis, *Collection mode near-field scanning optical microscopy*. Appl. Phys. Lett., 1987. **51**(25): p. 2088.
10. Reddick, R.C., R.J. Warmack, and T.L. Ferrel, Physical Review B, 1989. **39**: p. 767.
11. Courjon, D., et al., Appl. Opt., 1990. **29**: p. 3734.
12. De Fornel, F., et al., *An evanescent field optical microscope*. Proc. Soc. Phot-Opt. Instrum. Eng., 1989. **1139**: p. 77-84.
13. Fischer, U.C., J. Vac. Sci. Technol., 1985. **B3**: p. 386.
14. Fischer, U.C. and D.W. Pohl, *Observation of single-particle plasmons by near-field optical microscope*. Phys. Rev. Lett., 1989. **62**(4): p. 458-461.
15. Bainier, C., et al., *Quelques méthodes de nano-usinage 3D, application à la réalisation de nanocollecteurs pour la microscopie en champ proche optique*. Nano et Microtechnologies, 2001. **1**(3-4): p. 333-351.
16. Quate, C., G. Binnig, and C. Gerber, *Atomic force microscope*. Physical Review Letters, 1986. **56**(9): p. 930-983.
17. Cretin, B., et al., *Mettallurgical applications of the thermoelastic microscope*. Thin Solid Films, 1992. **209**(1): p. 127-131.
18. Rosencwaig, A., *Thermal wave electron microscopy of metals*. Thin Solid Films, 1981. **77**(4): p. L43-L47.
19. Bocarra, A.C., D. Fournier, and J. Badoz, *Thermo-optical spectroscopy: Detection by "mirage effect"*. Phys. Rev. Lett., 1980. **56**(9): p. 130-132.
20. Cretin, B., et al., Journal de Physique IV, 1994. **4**(7): p. C7.7-C7.7.
21. Von Gutfeld, R.J. and R.L. Melcher, *20-MHz acoustic waves from pulsed thermoelastic expansions of constrained surfaces*. Applied Physics Letters, 1977. **30**(257).
22. Goodson, K.E. and M. Asheghi, *Near-field optical thermometry*. Microscale Thermophysical Engineering, 1997. **1**: p. 225-235.
23. Cretin, B., *Scanning near-field thermal and thermoacoustic microscopy: performances and limitations*. Superlattices and Microstructures, 2004. **35**(3-6): p. 253-268.

-
24. Farnault, E., *Contribution à l'étude d'un microscope thermoélastique fonctionnant en champ proche*, in *Franche-Comté*. 1996, Université de Franche-Comté: Besançon.
 25. Cavallier, B., *Microscopies photothermiques et thermoélastiques conventionnelles et à sonde locale: théorie et expérimentation*, in *Franche-Comté*. 2000, Université de Franche-Comté: Besançon.
 26. Patois, R., *Méthodes optiques et acoustiques pour les microscopies thermiques et thermoélastiques aux échelles micro- et nanométriques*, in *Franche-Comté*. 2003, Université de Franche-Comté: Besançon. p. 128.
 27. Dinwiddie, R., R. Pylkki, and P. West, *Thermal conductivity contrast imaging with a scanning thermal microscope*. *Thermal conductivity*, 1994. **22**: p. 668-677.
 28. Lefèvre, S., *Modélisation et élaboration des métrologies de microscopie thermique à sonde locale résistive*. 2004, Université de Poitiers: Poitiers. p. 216.
 29. Rangelow, I.W., et al., *Thermal nano-probe*. *Microelectronic Engineering*, 2001. **57-58**: p. 737-748.
 30. Nakabeppu, O., et al., *Scanning thermal imaging microscopy using composite cantilever probes*. *Applied Physics Letters*, 1995. **66**(6): p. 694-696.
 31. Heisig, S., et al., *Monolithic gallium arsenide cantilever for scanning near-field microscopy*. *Ultramicroscopy*, 1998. **71**(1-4): p. 99-105.
 32. Ciocan, R. and M. Tabib-Azar, *Transient thermography of semiconductors using the evanescent microwave microscope*. *Microscale Thermophysical Engineering*, 1999. **3**(4): p. 253-262.
 33. Bendersky, D., *A special thermocouple for measuring transient temperatures*. *Mechanical Engineering*, 1953. **75**(2): p. 117-121.
 34. Buttsworth, D.R., *Assessment of effective thermal product of surface junction thermocouples on millisecond and microsecond time scales*. *Experimental Thermal and Fluid Science*, 2001. **25**: p. 409-420.
 35. Donaldson, I.S. and R.A. Haslett, *A fast response surface thermocouple*. *J. Mechanical Engineering Sci.*, 1974. **16**(3): p. 174-177.
 36. Hostache, G., J.-P. Prenel, and R. Porcar, *Couples thermoélectriques à définition spatiotemporelle fine. Réalisation. réponse impulsionnelle de microjonctions cylindriques*. *Rev. Gén. Therm.*, 1986. **29**: p. 539-543.
 37. Secco, R.A. and R.F. Tucker, *Thermocouple butt-welding device*. *Rev. Sci. Instrum.*, 1992. **63**(11): p. 5485-5486.
 38. Majumdar, A., et al., *Thermal imaging by atomic force microscopy using thermocouple cantilever probes*. *Review of Scientific Instruments*, 1995. **66**(6): p. 3584-3592.
 39. Reed, R.P. and E.A. Ripberger, *Deposited thin film thermocouples of microscopic dimensions*. *Instrum. Soc. America*, 1972. **4**(3): p. 2209 - 2222.
 40. Wickramasinghe, H.K., *Progress in scanning probe microscopy*. *Acta Materialia*, 2000. **48**: p. 347-358.
 41. Forster, R. and E. Gmelin, *Thermal conductivity and diffusivity measurements in the sub- μm and sub- μs scale on centimeter area samples using a microthermocouple*. *Review of Scientific Instruments*, 1996. **67**(12): p. 4246-4255.
 42. Stopka, M., et al., *Surface investigations by scanning thermal microscopy*. *J. Vac. Sci. Technol. B.*, 1995. **13**(6): p. 2153-2156.

-
43. Nakabeppu, O., M. Igeta, and K. Hijikata, *Experimental study on point contact transport phenomena using the atomic force microscope*. *Microscale Thermophysical Engineering*, 1997. **1**: p. 201-213.
 44. Kakuta, N., et al. *Measurement of microscale bio-thermal responses by means of a micro-thermocouple probe*. in *Proceedings of the 23rd Annual EMBS International Conference*. 2001. Istanbul, Turkey.
 45. Fish, G., et al., *Ultrafast response micropipette-based submicrometer thermocouple*. *Review of Scientific Instruments*, 1995. **66**(5): p. 3300-3306.
 46. Thiery, L., et al. *Temperature profile measurements of near-field optical microscopy fiber tips by means of sub-micronic thermocouple*. in *Eurotherm Seminar n°57 "Microscale Heat Transfer"*. 1998. Poitiers, France: Int. J. Therm. Sci.
 47. Thiery, L. and N. Marini, *Thermal behaviour modelling of tapered optical fiber for scanning near-field microscopy*. *Ultramicroscopy*, 2003. **94**(1): p. 49-69.
 48. Shi, L., *Mesoscopic thermophysical measurements of microstructures and carbon nanotubes*, in *California*. 2001, University of Berkeley.
 49. Lee, D.W., T. Ono, and M. Esashi, *Fabrication of thermal microprobes with a sub-100 nm metal-to-metal junction*. *Nanotechnology*, 2002. **13**: p. 29-32.
 50. Thiery, L., C. Bainier, and M. Spajer. *New opto-thermal probes on near optical fiber tips*. in *OPTO 2002*. 2002. Erfurt, Germany: International Conference Proceedings.
 51. Suzuki, Y., *Novel microcantilever for scanning thermal imaging microscopy*. *Jpn. J. Appl. Physics*, 1996. **35**: p. L352-L534.
 52. Luo, K., et al., *Sensor nanofabrication, performance, and conduction mechanisms in scanning thermal microscopy*. *Journal Vac. Sci. Technolo. B*, 1997. **15**(2): p. 349-360.
 53. Zhang, Y., et al., *A thermal microprobe fabricated with wafer-stage processing*. *Review of Scientific Instruments*, 1998. **69**(5): p. 2081-2084.
 54. Mills, G., et al., *Scanning thermal microscopy using batch fabricated thermocouples probes*. *Appl. Phys. Letter*, 1998. **72**(22): p. 2900-2902.
 55. Li, M.H., J.J. Wu, and B. Gianchandani, *Surface micromachined polyimide scanning thermocouple probes*. *Journal of Microelectromechanical systems*, 2001. **10**(1): p. 7.
 56. Shi, L., et al., *Design and Batch Fabrication of probes for sub-100nm Scanning Thermal Microscopy*. *Journal of Microelectromechanical systems*, 2001. **10**(3): p. 9.
 57. Oliva, A.I., A.G. Romero, and J.L. Pena, *Electrochemical preparation of tungsten tips for scanning tunneling microscope*. *Review of Scientific Instruments*, 1996. **67**: p. 5.
 58. Ducourtieux, S., *Microscopie optique en champ proche sans ouverture: développement d'un instrument et application à l'étude de nanostructures*, in *Paris*. 2001, Université de Paris 6: Paris. p. 163.
 59. Bryant, P.J., et al., *Technique for shaping scanning tunneling microscope tips*. *Review of Scientific Instruments*, 1987. **58**(6): p. 1.
 60. Grossel, P., F. Depasse, and N. Trannoy, *Sample tip thermal coupling in modulated laser surface excitation*. *Int. J. Engng. Sci.*, 1997. **35**(7): p. 699-709.
 61. Luo, K., et al., *Nanofabrication of sensors on cantilever probe tips for scanning multiprobe microscopy*. *Appl. Phys. Letter*, 1996. **68**(3): p. 325-327.
 62. Nakamura, Y., Y. Mera, and K. Maeda, *A reproducible method to fabricate atomically sharp tips for scanning tunneling microscopy*. *Review of Scientific Instruments*, 1999. **70**(8): p. 4.
-

-
63. Lim, Y.M. and S.H. Kim, *Diameter control of an extremely thin cylindrical microprobe by electrochemical etching*. Review of Scientific Instruments, 2000. **71**(5): p. 3.
 64. Schwartz, R.W., T. Schneller, and R. Waser, *Chemical solution deposition of electronic oxide films*. Comptes Rendus Chimie, 2004. **7**: p. 433-461.
 65. Liu, G.-Y., *Lecture 4: Scanning Tunneling Microscopy*. Springer, 2000: p. 28.
 66. Kerfriden, S., et al., *Short Communication: The electrochemical etching of tungsten STM tips*. Electrochimica Acta, 1998. **43**(12-13): p. 1939-1944.
 67. Kazinczi, R., et al., *Novel methods for preparing EC STM tips*. Appl. Phys. A., 1998. **66**: p. S535-S538.
 68. Cavallini, M. and F. Biscarini, *Electrochemically etched nickel tips for spin polarized scanning tunneling microscopy*. Review of scientific Instruments, 2000. **71**(12): p. 4457-4460.
 69. Held, T., et al., *Method to produce high-resolution scanning near-field optical microscope probes by bevelling optical fibers*. Review of Scientific Instruments, 2000. **71**(8): p. 3118-3122.
 70. Binh, V.T., et al., *Sharpening of metal tips by heat treatment in vacuum*. J. Phys. E.: Sci. Instrum., 1976. **9**: p. 377 - 381.
 71. Wong, P.K., T.-H. Wang, and C.-M. Ho. *Optical fiber tip fabricated by surface tension controlled etching*. in *Solid-state Sensor, Actuator and Microsystems Workshop*. 2002. Hilton Head Island.
 72. Thiery, L. *Analyses expérimentale et théorique des effets opto-thermiques dans les pointes "SNOM"*. in *4ème Colloque SF μ -CFMCP-CFM*. 2000. Toulouse.
 73. Lienhard IV, J.H., *A Heat Transfer Textbook*. Third edition ed. 2004: Ph Logiston Press.
 74. Majumdar, A., J.P. Carrejo, and J. Lai, *Thermal imaging using the atomic force microscope*. Applied Physics Letters, 1993. **62**(20): p. 2501-2503.
 75. Gupta, A., et al., *Selective-area and lateral overgrowth of chromium dioxide (CrO₂) films by chemical vapor deposition*. Applied Physics Letters, 1999. **75**(19): p. 2996-2998.
 76. Long, Z.L., Y.C. Zhou, and L. Xiao, *Characterization of black chromate conversion coating on the electrodeposited zinc-iron alloy*. Applied Surface Science, 2003. **218**: p. 123-136.
 77. Thiery, L., M. Spajer, and C. Bainier. *3D nano-fabrication of opto-thermal probes by means of a focused ion beam (FIB)*. in *5ème Congrès Franco-Japonais, 3ème Congrès Europe-Asie, Mecatronics*. 2001. Besançon, France.
 78. Infos, *Description des modes de dépôts PVD et CVD*. 2004. p. 269 - 290.
 79. Point, S., et al., *Procédé de dépôt de structures nanométriques métalliques*. 2002: p. 4.
 80. Schmidt, H. and M. Mennig. *Wet Coating Technologies for Glass*. <http://www.solgel.com/articles/Nov00/mennig.htm> 2000 [cited 2007].
 81. Eberle, A. and A. Reich, *Angle-dependent dip-coating technique (ADDC) an improved method for the production of optical fibers*. Journal of Non-Crystalline Solids, 1997. **218**: p. 156-162.
 82. Weinstein, S.J. and K.J. Ruschak, *Dip coating on a planar non-vertical substrate in the limit of negligible surface tension*. Chemical Engineering Science, 2001. **56**: p. 4957-4969.
 83. Kuznetsov, A.V. and M. Xiong, *Effect of Evaporation on thin films deposition in dip coating process*. International Comm. Heat Mass Transfer, 2002. **29**(1): p. 35-44.
 84. Lennon, E., *Microfluxmètre réalisé par des procédés de gravure et d'électrodéposition: vers une application à la microscopie thermique*, in 38. 2003, UFR Joseph FOURIER: Grenoble. p. 134.
 85. Kozuka, H., S. Takenaka, and S. Kimura, *Nanoscale radiative striations of sol-gel-derived spin-coating films*. Scripta Materiala, 2001. **44**: p. 1807-1811.
-

-
86. Haas, D.E., et al., *Effect of solvent evaporation rate on "skin" formation during spin coating of complex solutions*. SPIE Proceedings, 2000. **3943**: p. 280-284.
 87. Granier, A. and A. Goulet, *Dépôts de Films diélectriques Siliciés par plasma (PECVD)*. Matériaux, 2002: p. 4.
 88. Martin, S., et al., *Dépôt de couche mince par décharge luminescente à la pression atmosphérique*. Matériaux, 2002: p. 5.
 89. Ledren, S., *Chap 2 - Etude biblio - Choix des techniques et des matériaux*. 2002.
 90. Choi, Y., M. Kim, and S.C. Kwon, *Charaterization of chrome layer formed by pulse plating*. Surface & Coatings Technology, 2003. **169-170**: p. 81-84.
 91. Yin, K.-M. and C.M. Wang, *A study on the deposit uniformity of hard chromium plating on the interior of small-diameter tubes*. Surface & Coatings Technology, 1999. **114**: p. 213-223.
 92. Lee, D.-S. and T.-K. Liu, *Preparation of TiO₂ Sol using TiCl₄ as a precursor*. Journal of Sol-Gel Science and Technology, 2002. **25**: p. 121-126.
 93. Yang, P., et al., *Photoluminescence characteristics of Ti₂S₃ nanoparticles embedded in sol-gel derived silica xerogel*. Optical Materials, 2003. **23**: p. 513-518.
 94. Que, W., et al., *Sol-Gel derived hard optical coatings via organic / inorganic composites*. Composites science and technology, 2003. **63**: p. 347-351.
 95. Sivakumar, S., et al., *Sol-gel synthesis of nanosized anatase from titanyl sulfate*. Materials Letters, 2002. **57**: p. 330-335.
 96. Visovsky, N., L. Ukrainczyk, and S.B. Dawes, *Fabrication of micrometer and nanometer scale structures in silica sol-gel films using electron beam writing methods*. J. Vac. Sci. Technologies B, 2002. **20(3)**: p. 932-935.
 97. Liquiang, J., et al., *The preparation and characterization of nanoparticle TiO₂/Ti films and their photocatalytic activity*. Journal of physics and chemistry of solids, 2003. **64**: p. 615-623.
 98. Chan, C.M., G.Z. Cao, and T.G. Stoebe, *Net shape ceramic microcomponents by modified sol-gel casting*. Microsystem Technologies, 2000. **6**: p. 200-204.
 99. Huczko, A., *Template-based synthesis of nanomaterials*. Applied Physics A, 2000. **70**: p. 365-376.
 100. Tätte, T., et al., *Transparent and conductive Sb-doped tin oxide SPM tips prepared by sol-gel method*. Materials Science & Engineering, 2001. **19**: p. 101-104.
 101. Fakhfour, V., S. Jiguet, and J. Brugger, *Surface Micromachining of Polyureasilazane Based Ceramic-MEMS*. Advances in Science and Technology, 2006. **45**: p. 1293-1298.
 102. Thiery, L. *Microsondes thermiques sur pointes de fibre optique pour champs proches (SNOM)*. in GDR Microthermique. 2002.
 103. Sreenivas, K., et al., *Investigation of Pt/Ti bilayer metallization on silicon for ferroelectric thin film investigation*. Journal Applied Physics, 1994. **75(1)**: p. 232-239.
 104. Bernhardt, G., et al., *Performance of Zr and Ti adhesion layers for bonding of platinum metallization to sapphire substrates*. Sensors and Actuators, 2001. **77**: p. 368-374.
 105. Wrbanek, J.D., et al., *Development of Thin Film Ceramic Thermocouples for High Temperature Environments*. 2004, NASA. p. 16.
 106. Scarioni, L. and E.M. Castro, *Thermoelectric power in thin film Fe-CuNi alloy (type J) couples*. Journal of applied physics, 2000. **87(9)**: p. 3.
 107. Thiery, L. and C. Bainier. *Thin-film thermocouple micro-machined on the apex of a scanning near-field optical microscope fiber tip*. in International Interdisciplinary Research Exchange
-

-
- Symposium*. 2002. Tokyo, Japan (Poster). Invitation de la Japan Science and Technology Corporation (JST).
108. Gomes, S., et al., *D.C scanning thermal microscopy: Characterization and interpretation of the measurement*. *Int. J. Therm. Sci.*, 2001. **40**: p. 949-958.
 109. Chen, F., et al., *Low-frequency ac measurements of the Seebeck coefficient*. *Review of Scientific Instruments*, 2001. **72**(11): p. 4201-4206.
 110. Forney, L.J. and G.C. Fralick, *Two-wire thermocouple: Frequency response in constant flow*. *Review of Scientific Instruments*, 1994. **65**(10): p. 3252-3257.
 111. Fralick, G.C. and L.J. Forney, *Frequency response of a supported thermocouple wire: Effects of axial conduction*. *Review of Scientific Instruments*, 1993. **64**(11): p. 3236-3244.
 112. Calzona, V., et al., *A new technique to obtain a fast thermocouple sensor for thermal diffusivity measurements in an extended temperature range*. *Review of Scientific Instruments*, 1993. **64**(12): p. 3612-3616.
 113. Majumdar, A., *Scanning thermal microscopy*. *Ann. Rev. Master. Sci.*, 1999. **29**: p. 505-585.
 114. Gomes, S., N. Trannoy, and P. Grossel, *D.C thermal microscopy: study of the thermal exchange between a probe and a sample*. *Meas. Sci. Technol.*, 1999. **10**: p. 805-811.
 115. Stern, E.A., et al., *Simple method for focusing X-rays using tapered capillaries*. *Applied Optics*, 1988. **27**(24): p. 5135-5139.
 116. Thiery, L., et al. *Temperature profile measurements of near-field optical microscopy fiber tips by means of sub-micronic thermocouple*. in *Eurotherm Seminar n°57 "Microscale Heat Transfer"*. 2000. Poitiers, France: *Int. J. Therm. Sci.*
 117. Yakobson, B.I. and M.A. Paesler, *Tip optics for illumination NSOM: extended-zone approach*. *Ultramicroscopy*, 1995. **57**: p. 204-207.
 118. Novotny, L. and C. Hafner, *Light propagation in a cylindrical waveguide with a complex, metallic, dielectric function*. *Physical Review E*, 1994. **50**(5): p. 4094-4106.
 119. Castiaux, A., et al., *Electromagnetic fields in two-dimensional models of near-field optical microscope tips*. *Ultramicroscopy*, 1995. **60**: p. 1-9.
 120. Thiery, L., et al., *Distribution of light density inside metal coated micrometer-size optical tapers*. *Optical Engineering*, 2001. **40**(6): p. 1010-1015.
 121. Lide, D.R., *Handbook of Chemistry and Physics*. CRC, 1991-1992.
 122. Yakobson, B.I., et al., *Thermal / Optical effects in NSOM probes*. *Ultramicroscopy*, 1995. **61**: p. 179-185.
 123. Boiko, B.T., A.T. Pugachev, and V.M. Bratsychin, *Thin Solid Films*. Vol. 17. 1973. P157.
 124. Knudsen, J.G. and D.L. Katz, *Fluid dynamics and heat transfer*, ed. M.G.-H.B. Co. 1958.
 125. Andrews, G.E., D. Bradley, and G.F. Hundy, *Int. J. Heat Mass Transfer*, 1972. **15**: p. 1765-1786.
 126. Olivari, D. and M. Carbonaro, *Von Karman Institut for Fluid Dynamics*, ed. C.V. Annual Lecture series. 1994.
 127. Morgan, V.T., *Heat Transfer Engineering*. 1997. **18**(1): p. 25-33.
 128. Thiery, L., *Microsondes thermoélectriques*, in *Techniques de l'Ingénieur R2765*. R2765.
 129. Thiery, L., *Application des microcapteurs thermoélectriques en métrologie opto-thermique et en microscopie photothermique*, in 90. 1994, UFR STGI: Belfort. p. 156.
 130. Lanzetta, F., *Etudes des transferts de chaleur instationnaires au sein d'une machine frigorifique de Stirling*, in 90. 1997, Franche Comté: Belfort. p. 150.
-

-
131. Shi, L. and A. Majumdar, *Thermal transport mechanisms at nanoscale point contacts*. Journal of heat transfer, 2002. **124**: p. 329-337.
 132. Briand, D., et al., *Design and Fabrication of High Temperature Micro-Hotplates for Drop-Coated Gas Sensors*. Sensors and Actuators B, 2000. **68**: p. 223-233.
 133. Briand, D., et al., *Thermal Optimization of Micro-Hotplates That Have a Silicon Island*. J. Micromech. Microeng., 2002. **12**: p. 971-978.
 134. Thiery, L., et al., *Thermal Contact Calibration between a Thermocouple Probe and a Micro-Hotplate*. Journal Heat transfer, 2007.
 135. Lefèvre, S., S. Volz, and P.-O. Chapuis, *Nanoscale heat transfer at contact between a hot tip and a substrate*. International journal of heat and mass transfer, 2006. **49**: p. 251-258.
 136. Handbook, *Handbook of optics and physics*.

LIENS ET SITES INTERNET

Constructeurs, Fournisseurs, Distributeurs et Revendeurs de Capteurs :

- Fournisseurs de fils pour microthermocouple (liste non exhaustive) :
 - Tout ce qui existe de plus fin, y compris les fils de Wollaston
<http://francocorradi.com/>
 - Fournitures de thermométrie, fils divers, borniers de connexion, et isolateurs en céramique : <http://www.omega.fr>
 - Fournisseur spécialisé en thermométrie : <http://www.tcdirect.fr>
 - Captec : <http://home.nordnet.fr/~pithery/>
 - Testo : <http://www.testo.de/FR/fr/>
 - Thermocoax : http://www.thermocoax.com/defaults_f.htm
 - Capteurs de pression et débitmètres : <http://www.bronkhorst.com/>
 - Micro et nano-calorimètres, débitmètres, capteurs de gaz : <http://www.xensor.nl>
 - Radiomètre (IR) : <http://www.smartec.fr/>
 - Final Matériaux ou Cotronics : <http://www.final-materials.com>
 - Dupont de Nemours : <http://www.dupont.com>

Matériel pour microscopie de champ proche :

- NanoAndMore France : <http://www.nanoandmore.fr>
- Nanonics Imaging Limited : <http://www.nanonics.co.il/main/>
- NANOSENSORS™ : <http://www.nanosensors.com> ou <http://www.nanoworld.com>
- Veeco Instruments : <http://www.veeco.com>

Autres Sites :

- Photo et Principe du MEB : <http://tigre.mssmat.ecp.fr/materiaux/meb/meb.html>
- Convertisseur d'unité : <http://www.ex.ac.uk/cimt/res2/calcs/calaindx.htm>
- Société Française de Thermique (SFT) : <http://www.sft.asso.fr/>
- Réseau de recherche en micro et nano-technologies (RMNT) :
<http://www.rmnt.org>
- <http://www.nanotechnologyinstitute.org>
- <http://www.nano.unr.edu/KeyTopics/technology/tools/afm.asp>
- Site d'entrée de l'équipe de Li Shi à Austin (Texas) :
http://www.me.utexas.edu/~lishi/Group_pages/lab.htm
- Laboratoire de nano-ingénierie à Berkeley : <http://www.nano.me.berkeley.edu/>
- Université de Glasgow, AFM Group :
<http://www.elec.gla.ac.uk/groups/nano/afm/AfmPage.html>
- Université de Lancaster :
<http://www.lancs.ac.uk/users/spc/research/condmatt/micro/micro.html>

TABLE DES FIGURES

Chapitre 1 :

Figure 1 : Microthermocouple type S	19
Figure 2 : Principe du microscope à balayage en champ proche	23
Figure 3 : Principe du STM	24
Figure 4 : Ouvertures émettrices en (1972 Ash[5]; 1983 Pohl[7]; 1986 Betzig[8])	25
Figure 5 : Ouverture collectrice (1987 Betzig[9])	25
Figure 6 : Technique du stylet (1989 Reddick[10], Courjon[11] et De Fornel[12])	26
Figure 7 : Ouverture émettrice-réceptrice (1985 Fischer[13]) et principe de l'antenne (1989 Fischer[14])	26
Figure 8 : Fibre optique métallisée.....	27
Figure 9 : Sonde thermoélectrique sur son support PZT (IBM Williams).....	29
Figure 10 : Principe de l'AFM(1986 Quate[16]).....	29
Figure 11 : Evolution de la force selon la distance	30
Figure 12 : Pointe levier d'un AFM (silicium).....	30
Figure 13 : Interactions à courte et moyenne distance entre une pointe et la surface d'un objet	31
Figure 14 : Principe du microscope acoustique en champ proche (1992 Cretin[17])	33
Figure 15 : Principe des effets photothermiques	34
Figure 16 : Détections photoacoustiques (a) par capteur piézoélectrique, (b) par microphone dans une enceinte.....	35
Figure 17 : Détection de la réflectivité	36
Figure 18 : Principe de l'effet mirage	36
Figure 19 : Détection des déformations par réflexion de faisceaux sondes	37
Figure 20 : Autres moyens de détection de la température	38
Figure 21 : Image de la sonde SThM d'un Topometrics(2003 Lefèvre[28]).....	39
Figure 22 : Effet Seebeck.....	41
Figure 23 : Effet Peltier	41
Figure 24 : Effet Thomson.....	42
Figure 25 : Adaptation du dispositif de soudage par décharge capacitive aux fils Wollaston.....	46
Figure 26 : Microthermocouple type S de type « cantilever » pour la mesure de température de contact.....	46
Figure 27 : Description de la première technique de dépôt par évaporation sous vide d'un couple thermoélectrique sur un microfil de quartz ..	47
Figure 28 : Dépôts en trois étapes sur une pointe obtenue après l'étirage d'un microfil de quartz	48
Figure 29 : Principes d'élaboration de thermocouples sur pointe métallique :	49
Figure 30 : Micro-pipette médicale obtenue par étirage (a), et munie d'un thermocouple de surface (b).....	51
Figure 31 : Sonde de type micropipette de la firme Nanonics Imaging Limited (1995 Fish[45]).....	51
Figure 32 : Principe de réalisation d'un nano-thermocouple sur pointe de fibre optique de type champ-proche(Thiery[50]).....	53
Figure 33 : Technique de microfabrication du premier micro-thermocouple sur wafer silicium en fabrication collective (Suzuki[51]).....	55
Figure 34 : Principe de dégagement de la pointe pour obtenir une jonction au sommet d'une pyramide de nitrure de silicium	56
Figure 35 : Principe de la première pointe intégrant une jonction thermoélectrique locale par une technologie collective sur silicium	57
Figure 36 : Principe des couches sacrificielles permettant d'obtenir un support totalement isolant.....	58
Figure 37 : Vue simplifiée de la sonde sur polyimide de Li[55].....	59
Figure 38 : Nanosonde thermoélectrique développée à l'université de Berkeley (Shi[56]).....	60
Figure 39 : Procédé développé par Lee et ses collègues à l'université de Tohoku (Japon - 2001 Lee[49]).....	61

Chapitre 2 :

Figure 1 : Polissage mécanique des fibres optiques	67
Figure 2 : Exemple de pointe en tungstène de \varnothing à la base = 250 μ m et 500nm à l'extrémité.....	68
Figure 3 : Principe de l'attaque de pointe dans un bain électrolytique	69
Figure 4 : Pointe attaqué par un ménisque liquide.....	69
Figure 5 : Différence entre un fil et un anneau comme électrode de référence	70
Figure 6 : Attaque chimique d'une pointe en tungstène	71
Figure 7 : Evolution de la forme de la pointe selon la tension imposée	72
Figure 8 : Attaque chimique de pointes métalliques	73
Figure 9 : Caractéristiques de la fibre optique.....	74
Figure 10 : Etireuse SUTTER P2000 du LOPMD	74
Figure 11 : Attaque HF des fibres optiques	75
Figure 12 : Fibre usinée avec une polisseuse (Held[70]).....	75
Figure 13 : Polisseuse Lamplan	76
Figure 14 : Paramètres d'usinage	77
Figure 15 : Porte-fibre et son système de mise en rotation.....	78
Figure 16 : Position du point de contact entre la fibre et le plateau.....	78
Figure 17 : Limites de la polisseuse Lamplan.....	79

Figure 18 : Usinage en fonction du temps.....	79
Figure 19 : Influence de l'angle d'inclinaison.....	80
Figure 20 : A gauche, pointe appuyée et à droite pointe en contact visuel.....	81
Figure 21 : Pointe avec un cône de 200 μm	81
Figure 22 : A gauche, fibre avec un cône de 150 μm et à droite un zoom sur l'apex.....	82
Figure 23 : Evolution de l'apex après la deuxième phase de polissage.....	83
Figure 24 : Polissage de fibre étirée type 1.....	84
Figure 25 : Polissage de fibre étirée type 2.....	84
Figure 26 : Propagation dans une fibre optique plastique.....	85
Figure 27 : Fibre plastique attaquée chimiquement avec un apex de 1 μm	85
Figure 28 : Attaque chimique des fibres plastiques.....	86
Figure 29 : Fibre optique plastique attaquée chimiquement.....	86
Figure 30 : Thermocouple de type S de diamètre 1,3 μm , formé en cantilever.....	87
Figure 31 : Pointe polie puis pliée en microlevier.....	87
Figure 32 : Photo du montage de mise en forme du microlevier.....	87
Figure 33 : Principe du microlevier créé par micro chalumeau.....	88
Figure 34 : Transmission visible d'un faisceau laser à 532 nm après cintrage.....	88
Figure 35 : Pointe cintrée d'une fibre en polymère (PMMA).....	88
Figure 36 : Principe du fil chaud d'Inconel pour plier les fibres plastiques.....	89
Figure 37 : Sonde thermocouple sur fibres optiques.....	91
Figure 38 : Dépôt par évaporation d'un diélectrique puis de la couche métallique sur une pointe de type STM.....	93
Figure 39 : Dépôt par trempage (dip-coating).....	94
Figure 40 : Principe du spin-coating.....	94
Figure 41 : Caractéristiques résumées de la silice « Duraseal® ».....	97
Figure 42 : Résine de silice « Duraseal® » déposée par trempage sur une pointe métallique. Epaisseur mesurée : 1,8 à 2,5 μm	97
Figure 43 : Evolution de l'épaisseur selon la dilution du Duraseal® déposé sur des fibres de silice de diamètre 125 μm	97
Figure 44 : Apex dégagé sur une pointe métallique de 125 μm	98
Figure 45 : Photos de cônes avant et après 2 trempages et coupe au FIB.....	98
Figure 46 : Couches de TEOS déposées sur pointes métalliques.....	99
Figure 47 : Polymérisation du Tetrafluoroéthylène.....	99
Figure 48 : Teflon déposé sur pointe métallique.....	100
Figure 49 : Mise en évidence de l'épaisseur de Teflon® après polissage de l'extrémité de la pointe.....	101
Figure 50 : Couche de Polyuréthane déposée sur pointe métallique.....	102
Figure 51 : Couche de vernis déposée sur pointe métallique.....	102
Figure 52 : Comparaison des épaisseurs des isolants déposés par centrifugation.....	103
Figure 53 : Fil métallique de 125 μm recouvert de Duraseal® et poli sur l'extrémité pour observer la couche de 3 μm	104
Figure 54 : Epaisseur du Duraseal® selon le diamètre de fils de constantan.....	105
Figure 55 : Evolution de l'épaisseur de Duraseal®.....	105
Figure 56 : Synoptique d'évaporation.....	107
Figure 57 : Tableau des différents pouvoirs thermoélectriques des métaux.....	108
Figure 58 : Tableau de synthèse des couples déposés pour sondes locales.....	109
Figure 59 : Couches déposées sur lame de verre.....	110
Figure 60 : Montage général pour l'étalonnage des couches minces.....	111
Figure 61 : Blocs de cuivre après usinage – thermocouple type K affleurant (50 μm).....	112
Figure 62 : Dispositif en fonctionnement.....	112
Figure 63 : Réponse thermoélectrique des couples déposés.....	113
Figure 64 : Les étapes de la réalisation.....	114
Figure 65 : Dégagement naturel par retrait.....	114
Figure 66 : Photo du principe de la connectique.....	115
Figure 67 : Ensemble de maintien des pointes pour l'évaporation.....	116
Figure 68 : Principe de la jonction sur l'apex.....	116
Figure 69 : Les étapes de la fabrication.....	117
Figure 70 : Etapes de la jonction.....	118
Figure 71 : Photo de fibres pliées en cantilever.....	118
Figure 72 : Dépôt étagé et connectique des couches après dépôt.....	119
Figure 73 : Assemblage dans la gaine céramique.....	120
Figure 74 : Mise en céramique de la pointe.....	120
Figure 75 : Montage de maintien des gaines céramiques.....	121
Figure 76 : Première métallisation.....	121
Figure 77 : Dépôt du Duraseal.....	122
Figure 78 : Deuxième couche métallique déposée.....	122
Figure 79 : La connectique de la jonction.....	123
Figure 80 : Vue des épaisseurs déposées sur la sonde au FIB.....	124
Figure 81 : Principe de la coupe au FIB.....	125
Figure 82 : Jonction thermoélectrique avec du Duraseal® ou de la silice.....	126

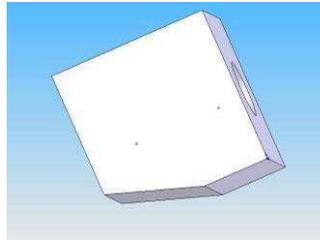
Chapitre 3 :

Figure 1 : Mesure du profil de température d'une fibre sur l'apex avec un thermocouple S.	127
Figure 2 : Discrétisation de la pointe en tranche de largeur élémentaire.	129
Figure 3 : Définition de chaque tranche.	130
Figure 4 : Structure géométrique réelle et interfaces entre éléments.	131
Figure 5 : Répartition lumineuse dans une fibre plastique et une fibre silice.	133
Figure 6 : Pourcentage de lumière dans une fibre de demi-angle $4,5^\circ$	134
Figure 7 : Pourcentage de lumière dans une fibre de demi -angle 7°	135
Figure 8 : Pourcentage de lumière dans une fibre de demi -angle 14°	135
Figure 9 : Pourcentage de lumière dans une fibre de demi -angle 28°	135
Figure 10 : Pourcentage de lumière dans une fibre de demi -angle 40°	136
Figure 11 : Pointe non retouchée A.	137
Figure 12 : Pointe non retouchée B.	137
Figure 13 : Pointe retouchée C.	138
Figure 14 : Pointe retouchée D.	138
Figure 15 : Pointe retouchée E.	139
Figure 16 : Fibre Plastique.	140
Figure 17 : Dépendance de l'absorptivité avec l'angle d'incidence pour une valeur fixée à 0,1 en incidence normale.	141
Figure 18 : Paramètres de la géométrie du cône.	141
Figure 19 : Propriétés des matériaux constituant la pointe et les dépôts.	142
Figure 20 : Caractéristiques du comportement thermique d'une fibre ayant un demi angle = 7°	144
Figure 21 : Caractéristiques du comportement thermique d'une fibre ayant un demi angle de 40°	145
Figure 22 : Fraction de puissance absorbée en fonction de l'angle du cône.	146
Figure 23 : Evolution de la température de l'apex en fonction de la valeur de demi-angle du cône.	147
Figure 24 : Pointe non retouchée A.	149
Figure 25 : Pointe non retouchée B.	150
Figure 26 : Pointe retouchée E.	151
Figure 27 : Pointe plastique.	152
Figure 28 : Thermocouple sur pointe de type A.	154
Figure 29 : thermocouple sur pointe de type B.	154
Figure 30 : Thermocouple sur pointe de type E.	155
Figure 31 : Thermocouple sur pointe plastique.	156
Figure 32 : Principe de la mesure du profil de température le long du cône de la pointe.	157
Figure 33 : Chaîne de mesure du profil de température.	157
Figure 34 : Mesure du comportement thermique sur la fibre de type A.	158
Figure 35 : Mesure du comportement thermique sur la fibre de type B.	159
Figure 36 : Mesure du comportement thermique sur la fibre de type E.	160
Figure 37 : Mesure du comportement thermique sur la fibre plastique.	161
Figure 38 : Montage permettant de mesurer la bande passante.	162
Figure 39 : Bande passante des différents thermocouples réalisés.	164
Figure 40 : Constantes de temps des micro thermocouples en fils K et S d'après Thiery[130] et Lanzetta[131].	165
Figure 41 : Puits de chaleur permettant l'étalonnage en sensibilité.	166
Figure 42 : Sensibilité de sondes sur fibres optiques.	168
Figure 43 : Sensibilité de sondes métalliques.	169
Figure 44 : Schématisation du flux transféré lors d'un contact sonde-surface, et des résistances associées.	171
Figure 45 : Micro-plaque chauffante utilisée pour étalonner les sondes de contact.	172
Figure 46 : Configuration idéale d'un étalonnage de contact.	173
Figure 47 : Sonde étalon pour la mesure des températures de surface (T_s et T_m).	175
Figure 48 : Distribution surfacique de la température de la microplaque chauffante sous 30 mW (gauche) et 75 mW (droite).	175
Figure 49 : Configuration réelle d'étalonnage d'une sonde.	176
Figure 50 : Mesures des puissances et calculs des différentes résistances.	177
Figure 51 : Profil de température à $5 \mu\text{m}$ au dessus de la micro-plaque chauffante avec différentes sondes.	178
Figure 52 : Refroidissement de la surface lors de l'approche de la fibre optique.	179
Figure 53 : Mesure du débit d'air dans un capillaire.	180
Figure 54 : Montage de la mesure d'air.	180
Figure 55 : Décroissance de la température lors de mesure de débit.	181

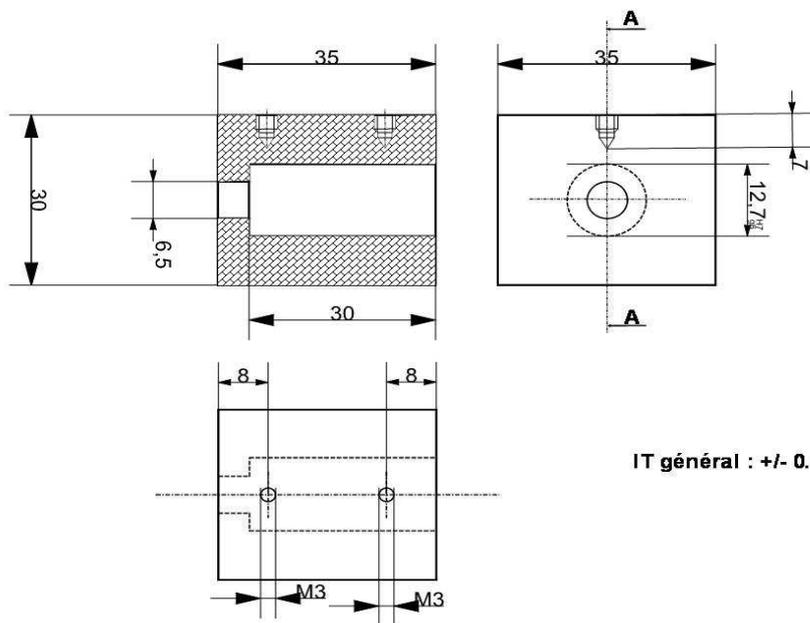
ANNEXE 0 : PROPRIETES PHYSIQUES DES THERMOCOUPLES

Propriétés	J	T	K	R	S
Temp. Maxi °C	1490	1083	1399	1860	1850
Résistivité $\mu\Omega.cm$ à 0°C	9.67	1.724	29.4	19.6	18.9
Résistivité $\mu\Omega.cm$ à 20°C	51.5	9.38	169	114.3	110.7
Coef de Temp. $\Omega./\Omega.^{\circ}C$	$65 * 10^{-4}$	$4.3*10^{-4}$	$23.9*10^{-4}$	$15.6*10^{-4}$	$16.6*10^{-4}$
Conductivité $Cal/cm/s.cm^{2^{\circ}C}$	$11.7*10^{-6}$	$16.6*10^{-6}$	$12.0*10^{-6}$	$9.0*10^{-6}$	$9.0*10^{-6}$
Capacité therm. $Cal/g.^{\circ}C$	0.162	0.901	0.071	0.088	0.090
Densité g/cm^3	7.86	8.92	8.60	19.61	19.97

ANNEXE 1 : PLAN DU BLOC PORTE MANDRIN

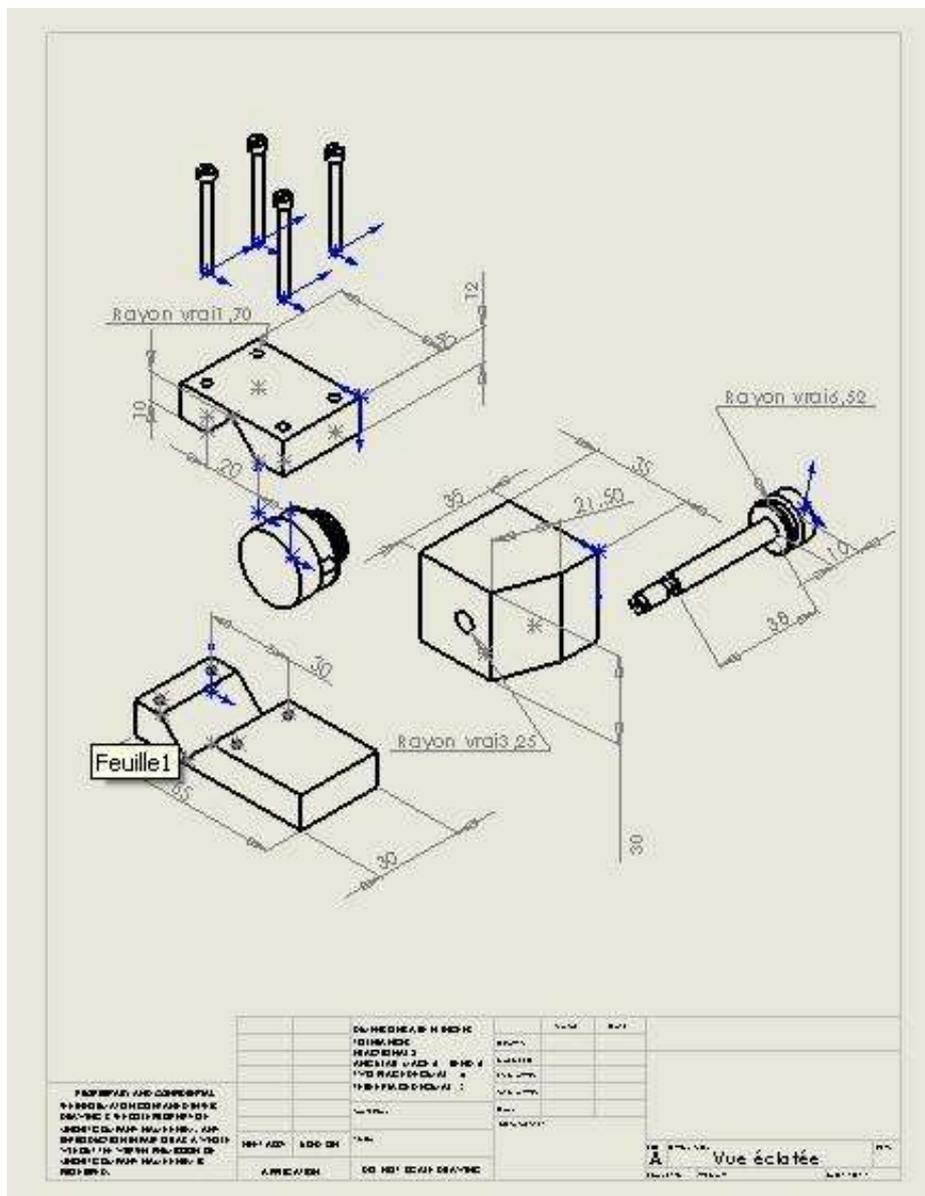
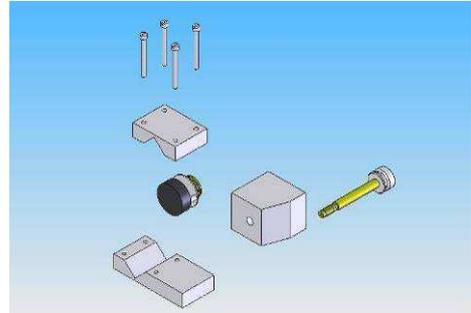
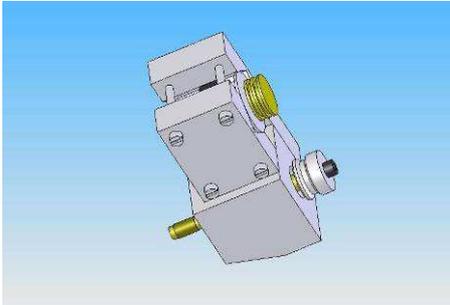


A - A



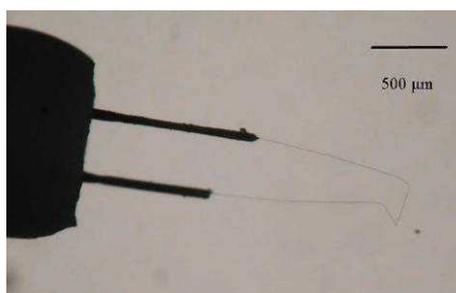
		5%			Échelle 1:1	
	\$ALDate_8\$		Date	Nom		
	\$ALDate_7\$	Conçu	27/02/2006	Toullier Sébastien		
	\$ALDate_6\$	Vérifié				
	\$ALDate_5\$	Vérifié				
	\$ALDate_4\$					
	\$ALDate_3\$	CREST		01	Page	1
	\$ALDate_2\$				1 Pages	
	\$ALDate_1\$					
tat	Modif.	Date	Nom	Rempl.	Rempl. par	

ANNEXE 2 : VUE ECLATEE DU MONTAGE MOTEUR ET MANDRIN



ANNEXE 3 : ETALONNAGE DU MICROTHERMOCOUPLE S POUR LES MESURES SUR MICROPLAQUE CHAUFFANTE.

Ce microthermocouple (figure 1) représente dans ce travail notre référence pour la mesure à tout instant de la température de surface de la membrane de la micro-plaque chauffante.



*Figure 1 : Thermocouple cantilever de type S (Pt-PtRh10%) pour la mesure de température de contact.
Diamètre des fils : 1,3 μm .*

La description des résistances thermiques en présence lors d'un contact thermique entre une sonde quelconque et une surface chaude a été effectuée au chapitre 3. Toutefois, dans le cas du contact unique de ce microthermocouple, l'estimation correcte de chacune des résistances thermiques nécessite de développer une série de procédures complémentaires.

Procédure n°1 :

Rappelons que la réponse thermoélectrique du couple est connue. L'étape suivante consiste donc à effectuer une série de mesures de température sur une surface dont la température est connue avec une incertitude la plus faible possible.

Pour cela, on utilise un conducteur massif en platine dont la température est ajustée à partir du courant que l'on fait circuler à l'intérieur. Son diamètre est de 70 μm , pour une longueur de quelques centimètres, ce qui représente une masse très supérieure, donc insensible thermiquement à la présence d'une jonction thermoélectrique de la dimension de notre microthermocouple.

Pour connaître à chaque instant la température de surface du platine, une jonction fine (identique au microthermocouple que l'on étalonne) est soudée à sa surface au moyen d'une décharge électrique. On peut supposer que sa résistance de contact est ainsi réduite à une valeur proche de zéro. La mesure consiste à venir se poser dans le voisinage immédiat de la jonction soudée, sans nécessairement être au contact l'une de l'autre.

La différence de température mesurée entre les deux sondes, identiques, permet d'estimer le rapport entre les résistances externe et de contact. En effet, si la résistance de contact de la jonction soudée est bien négligeable, alors on peut affirmer que la température de surface modifiée (T_m) est égale à la température de cette jonction soudée, notée T_{p1} . De son côté, le contact de la seconde jonction indique une valeur T_{p2} , forcément différente de T_m compte tenu de l'existence, dans ce cas, d'une résistance de contact.

L'expression du flux de chaleur :

$$Q = \frac{T_s - T_m}{R_m} = \frac{T_m - T_p}{R_c} = \frac{T_p - T_a}{R_e} \quad (\text{A3.1})$$

Peut ici être dérivée de la façon suivante, selon le schéma précédent :

$$\frac{T_s - T_m}{R_m} = \frac{T_m - T_{p2}}{R_c} = \frac{T_{p2} - T_a}{R_e} \quad (\text{A3.2})$$

T_s étant bien la température de surface avant le contact.

Puisqu'au niveau du capteur soudé, on a $T_m = T_{p1}$, on peut déduire de la seconde égalité :

$$\frac{T_{p1} - T_{p2}}{R_c} = \frac{T_{p2} - T_a}{R_e} \quad (\text{A3.3})$$

ainsi que le rapport :

$$\phi = \frac{T_{p1} - T_{p2}}{T_{p2} - T_a} = \frac{R_c}{R_e} \quad (\text{A3.4})$$

qui caractérise le contact dans des conditions données de température, d'environnement et de force d'appui, celles qui seront reproduits ci-après dans la seconde procédure.

R_e et R_c dépendent évidemment de la température. R_c est complexe, aussi nous ne l'analyserons pas en détail, simplement d'une façon globale. Sa valeur inclut différentes contributions, celles des conductions gazeuses et du film liquide à basse température (inférieure à 90°C), de rayonnement à plus haute température (au delà de 400°C).

Sauf en fonctionnant sous vide ou en atmosphère sèche et à faible température, la contribution du contact pur solide-solide dans le transfert de chaleur reste minoritaire, surtout si l'objet chauffé est de taille importante ([114], [119], [120], [136]).

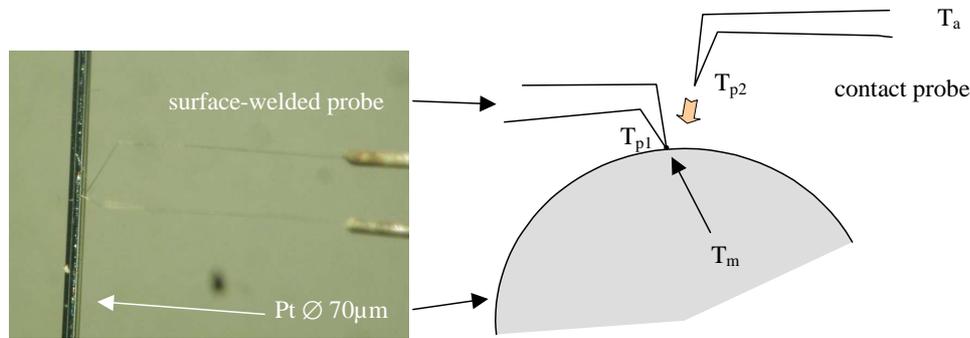


Figure 2 : Principe de la mesure du rapport ϕ .

Procédure n°2 :

Les paramètres qui manquent sont extraits d'une seconde procédure dans laquelle on utilise la microplaque chauffante. On rappelle que la température moyenne de la résistance chauffante en platine est notée T_{rc} . Elle correspond à une valeur moyenne qui définit le bilan thermique globale de la membrane. Hors contact, l'équilibre thermique de la membrane comporte deux termes dissipatifs, Q_k pour la conduction et Q_h pour la convection (et radiation).

Après le contact d'une sonde, l'accès à la puissance dissipée seulement par cette sonde n'est possible que si les termes dissipatifs mentionnés sont inchangés. En prenant comme valeur de référence la température moyenne T_{rc} comme caractéristique du bilan dissipatif, et compte tenu du fait que les perturbations engendrées par le posé d'une sonde n'est que locale, alors il suffit d'asservir la puissance électrique du dispositif chauffant de façon à maintenir constante la valeur de T_{rc} , autrement dit le rapport tension/intensité, pour que le bilan global soit inchangé. Ainsi, la variation de la puissance correspond implicitement à la puissance dissipée par le contact seul de la sonde. La figure suivante décrit le principe de l'étalonnage.

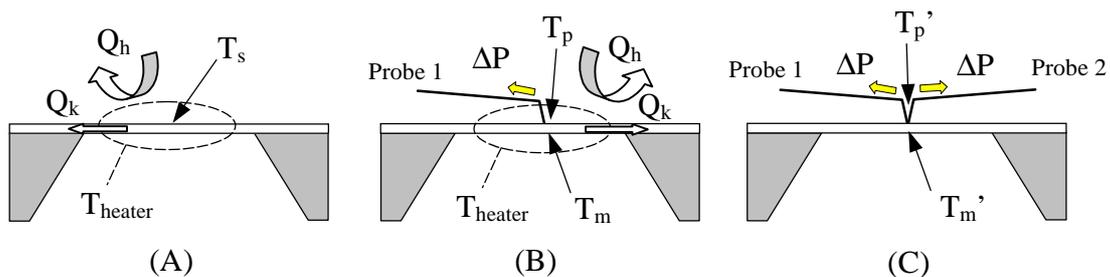


Figure 3 : Etalonnage de contact sur une micro-plaque chauffante. (A) température de surface initiale T_s , (B) température de surface modifiée T_m , (C) double contact pour lequel le capteur (T_p) et la valeur modifiée (T_m) subissent une seconde modification (T_p' and T_m').

Au final, puisque la membrane n'est pas équipée d'un capteur de température, nous avons besoin d'effectuer les mesures en deux temps successifs, au moyen de deux capteurs identiques. Ce second capteur permet de mesurer le refroidissement de la membrane et d'en déduire la valeur de la résistance de macrostriction R_m .

Si l'on revient au bilan globale, on peut ainsi noter que :

$$P_0 = Q_k + Q_h = u_0 i_0$$

Et

$$u_0 / i_0 = R_{rc} \propto T_{rc}$$

P_0 représente la puissance électrique fournie, Q_k et Q_h sont les pertes par conduction et convection-radiation respectivement. Après le premier contact, on ajuste la puissance de façon à rétablir la température moyenne T_{rc} . Ainsi, le bilan thermique devient :

$$P_1 = Q_k + Q_h + \Delta P = (u_0 + \Delta u).(i_0 + \Delta i) \quad (A3.5)$$

avec

$$\frac{u_0 + \Delta u}{i_0 + \Delta i} = \frac{u_0}{i_0} = R_{rc}$$

Et

$$\Delta P = P_1 - P_0$$

Cette valeur de ΔP correspond à la chaleur dissipée par le capteur en contact avec la surface. Ainsi, la résistance qui caractérise le capteur R_e est donnée par :

$$R_e = \frac{T_p - T_a}{\Delta P} \quad (A3.6)$$

où T_p et T_a sont respectivement les températures donnée par le capteur et l'ambiance.

Ensuite, la relation obtenue lors de la première procédure donne la résistance de contact par :

$$R_c = \phi R_e \quad (A3.7)$$

Après le second contact, le capteur indique T_p' . Nous en déduisons l'effet de macrostriction, ou l'effet de refroidissement du dispositif avec :

$$R_m = \frac{T_p - T_p'}{\Delta P} \quad (A3.8)$$

La réponse thermique globale τ se déduit du rapport des résistances $\left(\frac{R_e}{R_e + R_m + R_c} \right)$ et la température de surface de la membrane T_s est telle que :

$$T_s = T_a + \frac{T_p - T_a}{\tau} \quad (A3.9)$$

Résultats :

En préalable, une série de mesures a été effectuée pour extraire les valeurs du rapport ϕ sur le conducteur de platine décrit précédemment. Au cours de ces mesures, la force de contact

a été maintenue entre 20 et 30 nN, par observation de la flexion des fils dont les modules de Young sont connus. Le résultat apparaît sur la figure 4 où l'on peut noter qu'à faible température (inférieure à 90°C) la probable présence d'un ménisque d'eau autour de la zone de contact favorise le transfert de chaleur puisque ϕ décroît notablement.

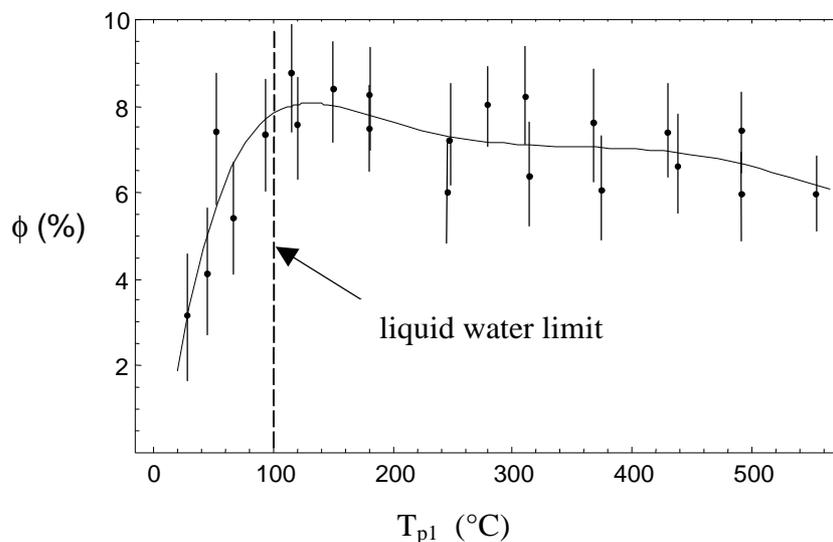


Figure 4 : Réponse thermique ϕ en fonction de la température de surface d'un fil de platine de diamètre 70 μm chauffé par effet Joule.

La seconde série de mesures a été effectuée sur deux micro-plaques chauffantes, dont les membranes sont d'épaisseurs différentes (0,75 et 1 μm). Pour chacune d'elles, trois puissances ont été testées, afin d'atteindre trois niveaux identiques de température, c'est pourquoi les puissances ne sont pas identiques selon la membrane.

Les résultats sont présentés dans le tableau suivant :

Membrane thickness	$T_p - T_a$ (K)	ϕ (%)	P (mW)	ΔP (μW)	R_e (10^6KW^{-1})	R_c (10^5KW^{-1})	R_m (10^4KW^{-1})	$T_s - T_a$ (K)	τ
0.75 μm	227.3	7.2	28.5	98	2.32	1.66	3.47	246.6	0.920
	362.1	7	49.6	163	2.22	1.54	3.31	392.7	0.922
	483.3	6.4	71.5	190	2.54	1.62	3.31	520.4	0.929
1 μm	227.7	7.2	30	102	2.23	1.6	2.45	246.6	0.923
	354.4	7	50.9	165	2.15	1.49	2.42	383.1	0.925
	481.5	6.4	75.1	225	2.14	1.37	2.49	517.8	0.930

Ces résultats indiquent bien une relative constance des réponses obtenues pour ce microthermocouple et de leur résistance associée. De même, les valeurs des résistances de macrostriction des membranes sont relativement invariantes.

RESUME

L'évolution vers le monde des nanotechnologies croît actuellement très rapidement. Ces technologies sont présentes dans de nombreux secteurs d'activités allant de l'automobile à la recherche, mais sont encore bien méconnues dans leurs aspects fondamentaux du domaine industriel et scientifique. Nombreux sont les process industriels faisant appel à la température : chauffage, cuisson, traitement thermique, fusion, etc. Les procédés mis en œuvre pour la contrôler et la réguler forment un ensemble complet, la chaîne de mesure thermique. En première ligne, au cœur du process, le capteur constitue l'élément sensible de cette chaîne.

Depuis un demi siècle, les techniques de microscopies évoluent pour caractériser la matière et comprendre les phénomènes locaux. Afin de mieux maîtriser cette compréhension les microscopies thermiques ont vu le jour pour déterminer également à l'échelle locale la température afin de connaître le niveau d'énergie. La sonde utilisée est également au cœur du problème.

La conception jusqu'au développement de cette nouvelle sonde s'appuie sur des technologies hybrides basées sur des techniques de dépôts en salles blanches ainsi que sur des techniques classiques d'élaboration de thermocouples. La sonde réalisée, certes intrusive, permet d'allier la mesure de températures aux contacts de matériaux et d'offrir la possibilité d'être une sonde active. Elle pourra notamment compléter les sondes actuellement proposées en microscopie de champ proche.

Mots Clés : Sonde locale, Thermocouple, Pointe, Champ proche, Micro-Fabrication

ABSTRACT

The evolution towards the world of the nanotechnologies currently increases very quickly. These technologies are in many industry domains but some of them are unknown for their fundamental aspects by the industrial and scientific field. Many of the industrial processes need the temperature information: heating, cooking, heat treatment, fusion, etc. The processes for controlling and regulating temperature are included in the thermal measuring equipment. In first case, in the middle of the process, the sensor constitutes the sensitive element of this chain.

For half a century, the microscopy techniques develop to characterize the material and understand the local phenomena. In order to manage this understanding, the thermal microscopies have emerged to determine at the nano-scale the temperature to know the energy level. The probe is also at the heart of the problem.

The design until the development of this new probe is based on the hybrid technologies based on deposit techniques in clean rooms, and on traditional techniques of making of thermocouples. The produced probe, certainly intrusive, makes it possible to combine the temperature measurement with contact various materials, and making it possible to be an active probe. In particular, it (this probe) will be able to supplement the probes currently proposed in near field microscopy.

Keywords : Local Probe, Thermocouple, Tip, Near Field, Microfabrication