

## Le microscope thermique à sonde locale

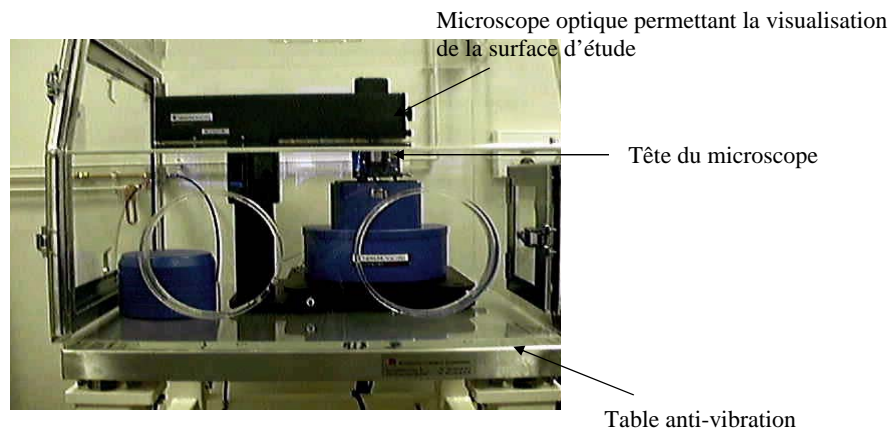
**CETHIL Centre de Thermique de Lyon INSA/UCBL**  
Equipe TIM Transferts aux Interfaces et dans les Matériaux

UMR CNRS 5008

*Correspondants : S. GOMES, M. RAYNAUD*

**Tél : 04 72 43 64 28 E-mail : severine.gomes@insa-lyon.fr**

Le microscope thermique à sonde locale dont dispose le Centre de Thermique de Lyon est le microscope CP Recherche de ThermoMicroscope. Son principe de fonctionnement repose sur celui d'un microscope à force atomique (AFM : Atomic Force microscope) utilisé en mode « contact - force constante » et équipé d'une pointe-sonde thermique.



*Photographie du microscope à champ proche  
CP Recherche ThermoMicroscope*

Le principe de fonctionnement de l'AFM est basé sur la détection des forces interatomiques s'exerçant entre une pointe associée à un microlevier de constante de raideur fixée, et la surface d'un échantillon (conducteur, semi-conducteur, isolant).

La figure 1 présente les éléments essentiels de l'AFM utilisé. Comme pour de nombreux AFM commerciaux, les mouvements verticaux du microlevier provoqués par l'interaction pointe-échantillon sont détectés optiquement. Le dispositif de détection est constitué :

- d'une diode laser (caractéristiques : longueur d'onde 600-700 nm et puissance maximum délivrée 0.2 mW),
- d'un miroir,
- et d'un photodétecteur à quatre quadrants.

Le faisceau laser est focalisé sur le dessus du microlevier. Ce dernier le réfléchit vers le miroir qui à son tour le réfléchit vers le photodétecteur. Les variations d'intensité reçue par le photodétecteur traduisent les déplacements en Z du microlevier qui peuvent être mesurées après étalonnage de la réponse du système de détection en fonction de la déflexion du microlevier.

Un tube piézoélectrique supporte l'échantillon. Composé de pièces de céramiques piézo-électriques découplées physiquement et électriquement les unes des autres, il permet les déplacements latéraux (en X,Y) et verticaux (en Z) de l'échantillon par rapport à la pointe dont le support reste fixe.

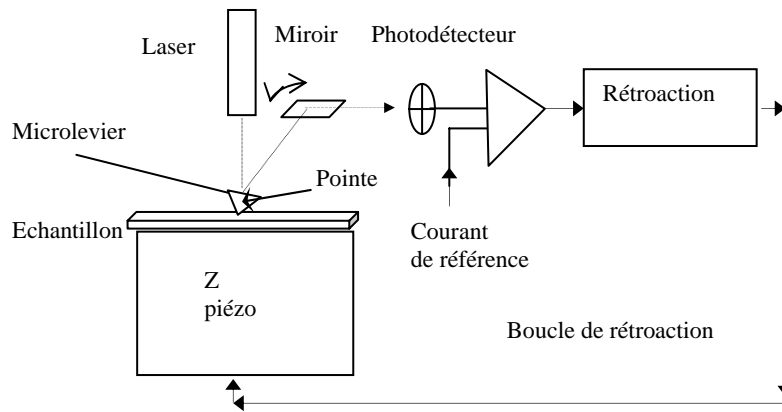


Figure 1 : Schéma du principe de fonctionnement de l'AFM en mode force constante.

Le balayage de la surface par la pointe dans les directions horizontales X, Y et le déplacement de la pointe dans la direction verticale Z résultent de l'application d'une tension au piézo-électrique approprié. Les portées du tube que nous utilisons sont de  $5\ \mu\text{m}$  en X et Y et de  $2.5\ \mu\text{m}$  en Z.

Pour une performance maximale de l'appareil, le microscope est placé sur une table 'anti-vibration' qui l'isole de toutes les fréquences provenant du sol supérieures à  $1,5\text{Hz}$  et son local est climatisé.

Comme précisé auparavant, l'AFM est utilisé en mode « contact - force constante » dans la configuration du SThM. La pointe et l'échantillon sont alors suffisamment rapprochés pour que l'on admette que le contact est réalisé et que la pointe détecte des forces dont la composante dominante est d'origine répulsive.

Lorsque la pointe est engagée au contact de la surface d'un échantillon, la force pointe-échantillon (la déflexion du microlevier) correspond à une valeur particulière du courant en sortie du photodétecteur : le courant de référence fixé par l'opérateur. Durant le balayage de la surface de l'échantillon par la pointe, une boucle d'asservissement contrôle activement le scanner piézo-électrique Z pour redresser la déflexion du bras de levier de telle sorte que le courant en sortie du photodétecteur corresponde à celui de référence. La topographie de la surface est ainsi obtenue de façon précise puisque les variations de la tension  $V_z$  du tube piézo-électrique sont directement proportionnelles aux variations de hauteur de la surface.

L'élément clé de tout SThM est la sonde microthermique. La pointe utilisée a été inventée par *Dinwiddie et al* en 1994. Elle est constituée d'un bras de levier ayant en son extrémité une sonde constituée d'un élément thermorésistif (Figure 2).

Le bras de levier est fabriqué à partir d'un fil de type Wollaston : fil d'argent d'un diamètre de  $75\ \mu\text{m}$  contenant un filament de platine/10% rhodium d'un diamètre de  $5\ \mu\text{m}$ .

L'élément thermorésistif est obtenu en attaquant par électrochimie le fil sur une longueur approximative de  $200\ \mu\text{m}$  : l'épaisseur d'argent qui enveloppe le filament de platine est ainsi supprimée. Une fois dénudé, le filament est plié en forme de V pour donner à la pointe sa forme finale.

La **résolution latérale** obtenue avec ce type de capteur est de l'ordre de la **centaine de nanomètres**.

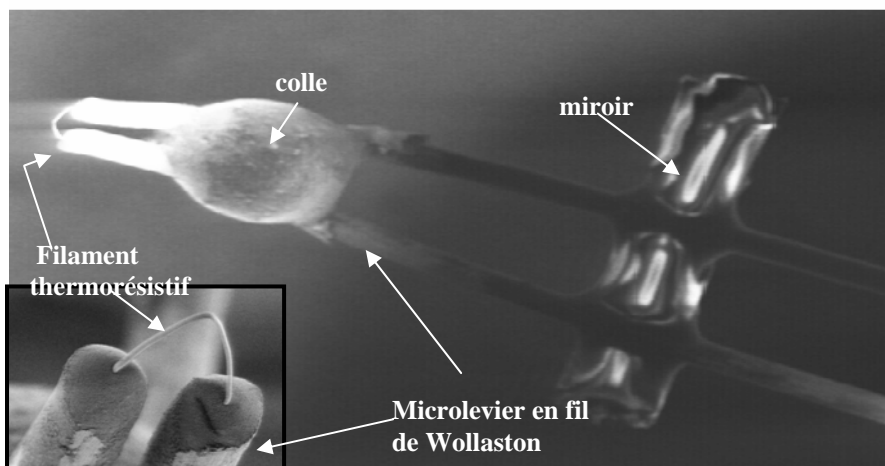


Figure 2 : Image d'une pointe SThM obtenue par microscopie électronique à balayage.

(a) vue générale du microlevier et de la pointe. (b) vue de la pointe [1].

### \*Principe de la mesure thermique

Comme tout capteur thermorésistif, la sonde thermique peut être utilisée dans deux modes de fonctionnement : mode passif et mode actif. Les balayages de la surface d'un échantillon peuvent ainsi être réalisés dans le mode "contraste de température" et dans le mode "température constante" (également appelé mode de "contraste de conductivité thermique"), permettant alors d'obtenir soit la **cartographie de la température**, soit l'**image du contraste de conductivité thermique** de la surface d'un échantillon.

Dans le cadre de cette présentation, seul le mode de "contraste de conductivité thermique" sera présenté. Dans ce mode, l'élément résistif de la sonde thermique est chauffé par effet joule et a simultanément les rôles de source excitatrice de l'échantillon et de détecteur. Comme représenté sur la figure 3, la pointe constitue l'une des branches d'un pont de Wheatstone et le circuit électrique possède une boucle de rétroaction sur la tension  $V_{out}$  d'équilibre du pont. Cette dernière permet de garder la sonde à température (température moyenne sur la longueur de l'élément thermorésistif) constante.

Lorsque la sonde est balayée en surface de l'échantillon, une quantité de chaleur est transférée de la pointe chauffée vers l'échantillon. Ce transfert de chaleur produirait une diminution de la résistance électrique de la pointe en la refroidissant d'où un déséquilibre du pont. La boucle de rétroaction sensible à ce déséquilibre permet le réajustement de la tension appliquée au pont afin que ce dernier retrouve son équilibre : la tension appliquée au pont augmente jusqu'à ce que la pointe, davantage chauffée par effet Joule, retrouve sa résistance électrique (sa température) initiale.

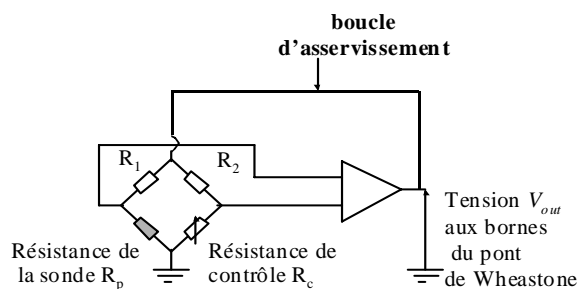


Figure 3 : Schéma simplifié du circuit électrique correspondant au mode de fonctionnement « température constante » du SThM.

Tandis que la surface de l'échantillon est balayée par la sonde chauffée, les variations de pertes de flux de la sonde sont mesurées en contrôlant la tension  $V_{out}$  aux bornes du pont de Wheatstone. Les variations de cette tension sont utilisées pour créer le contraste des images thermiques.

Deux résistances  $R_1$  et  $R_2$ , l'une de  $20 \Omega$  et l'autre de  $100 \Omega$ , composent deux des trois autres branches du pont de Wheatstone et définissent le rapport  $5 : 1 \pm 0,1 \%$  de ce dernier. Une résistance variable de contrôle,  $R_c$ , constitue la dernière branche du pont. Cette résistance de contrôle permet à l'utilisateur de fixer la température de fonctionnement  $T_{op}$  de la sonde durant les mesures.

Le temps de réponse du dispositif qui correspond à ce mode est de 10 à 30  $\mu s$ .

### \*Limitations de la méthode

La plage de conductivités thermiques à laquelle le SThM est sensible est réduite aux conductivités inférieures à  $40 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$ . Les expériences se réalisant actuellement à l'ambiante, la température de la pointe est supérieure à  $100^\circ\text{C}$  de manière à réduire le couplage thermique via l'eau adsorbée en surface des échantillons.

Les pointes thermiques sont réalisées manuellement. Une courbe d'étalonnage doit donc être réalisée pour chaque pointe.

Les échantillons doivent être poli miroirs et non accidentés, de manière à ce que la variation de contraste de l'image thermique ne soit pas perturbé par une variation de l'aire d'échange thermique entre la pointe et l'échantillon.

### \*Développements en cours

Nous réalisons actuellement une enceinte afin de pouvoir réaliser nos mesures sous vide primaire. Cet arrangement nous permettra non seulement de contrôler avec précision les conditions environnementales de nos mesures mais également de réduire l'adsorption d'eau en surface de l'échantillon et les transferts de chaleur de la pointe vers son environnement par convection et conduction.

### **Références**

- [1] Gomès S., Tranny N. and Gossel P., "D.C Thermal Microscopy: Study of the thermal exchanges between a probe and a sample", 1999, *Meas. Sc.Technol.* **10** pp 805-811.

- [2] Gomès S., Depasse F., Trannoy N. and Grosse Ph., "A. C. Scanning Thermal Microscopy: Tip Sample Interaction and Buried defaults Modelling", 2000, *Int J. Therm. Sci.* **39** pp 526-531.
- [3] Gomès S., Trannoy N., Grosse Ph., Depasse F., Bainier Cl. and Charrat D, *D.C. Scanning Thermal Microscopy: Characterisation and Interpretation of the Measurement*, 2001, *Int. J. Therm. Sci.* **40** pp 949-958.
- [4] Gomès S. and Ziane Dj., *Investigation of the electrical degradation of a metal-oxyde-silicon capacitor by Scanning Thermal Microscopy*, soumis à Solid State Electronic en nov. 2001.