



**HAL**  
open science

# **Microscopie thermique à sonde locale :Principes, Fondamentaux et Applications à l'analyse de Matériaux et Systèmes**

Séverine Gomès

► **To cite this version:**

Séverine Gomès. Microscopie thermique à sonde locale :Principes, Fondamentaux et Applications à l'analyse de Matériaux et Systèmes. Sciences de l'ingénieur [physics]. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon et Université Claude Bernard LYON I, 2016. <tel-02023598>

**HAL Id: tel-02023598**

**<https://hal.science/tel-02023598v1>**

Submitted on 18 Feb 2019

**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.



HAL Authorization

# HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES

présentée devant

l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon  
et l'Université Claude Bernard LYON I

**Microscopie thermique à sonde locale :**  
**Principes, Fondamentaux**  
**et**  
**Applications à l'analyse de Matériaux et Systèmes**

SPECIALITE : Thermique et Energétique

par  
Gomès Séverine

Soutenue le 20 juillet 2016 devant la Commission d'examen

- 
- Brémond Georges, Professeur des Universités, INSA de Lyon, Examineur
  - Dewilde Yannick, Directeur de Recherche CNRS, ESPCI ParisTech-CNRS, Rapporteur
  - Poncharal Philippe, Professeur des Universités, Université de Lyon, Examineur
  - Tessier Gilles, Professeur des Universités, Université Paris Descartes, Rapporteur
  - Volz Sébastien, Directeur de Recherche CNRS, Ecole Centrale Paris, Rapporteur



---

TABLE DES MATIERES

TABLE DES MATIERES .....	2
<b>PARTIE I CURRICULUM VITAE .....</b>	<b>4</b>
<b>PARTIE II RESUME DES ACTIVITES DE RECHERCHE .....</b>	<b>8</b>
<b>INTRODUCTION GENERALE.....</b>	<b>9</b>
<b>CHAPITRE I : SCANNING THERMAL MICROSCOPY: A REVIEW .....</b>	<b>16</b>
1. Introduction.....	17
2. Instrumentation and SThM methods .....	18
2.1 General principle .....	18
2.2 Thermovoltage-based methods .....	19
2.3 Resistive probes.....	20
2.3.1 <i>Operating modes of resistive metallic probes</i> .....	20
2.3.2 <i>Wollaston wire probe</i> .....	20
2.3.3 <i>Smaller metallic probes</i> .....	21
2.3.4 <i>Doped Si resistors probes (DS probes)</i> .....	21
2.4 Other probes and techniques.....	22
2.4.1 <i>Thermoacoustic effect</i> .....	22
2.4.2 <i>Bimetallic probes</i> .....	22
2.4.3 <i>Fluorescent-particle based tips</i> .....	22
2.4.4 <i>Near-field thermal radiation</i> .....	22
2.4.5 <i>Towards new tips</i> .....	22
3. SThM measurement approaches .....	23
3.1 Energy balance .....	23
3.2 Calibration .....	24
3.2.1 <i>Experimental calibration for thermometry</i> .....	24
3.2.2 <i>Experimental calibration for thermal conductivity analysis</i> .....	25
3.2.3 <i>Calibration through comparison between measurement and modeling</i> .....	25
4. Probe-sample heat transfer.....	26
4.1 Heat transfer channels .....	26
4.2 Heat conduction at the tip-sample contact.....	26
4.3 Water meniscus .....	27
4.4 Air heat transfer .....	27
4.5 Thermal radiation .....	28
5. Applications .....	28
5.1 Thermometry.....	29
5.2 Thermal conductivity .....	29
5.3 Phase change temperatures.....	30
6. Conclusions and perspectives.....	30
<b>CHAPITRE II : Instrumentation, Techniques et Mesure SThM .....</b>	<b>36</b>
II.1 Spécificités des Techniques SThM utilisées .....	36
II.2 Environnement des expériences .....	38
II.3 Approche et modélisation de la mesure .....	40
II.3.1 <i>Description du système sonde -échantillon-environnement</i> .....	41
II.3.2 <i>Modèle complet de la mesure</i> .....	42
II.3.3 <i>Etalonnage par comparaison entre résultats de mesures et de simulations</i> .....	42

---

II.4 Conclusion et perspectives.....	45
<b>CHAPITRE III : Application de la SThM à la Caractérisation de Matériaux/Systèmes .....</b>	<b>48</b>
III.1 Caractérisation de la conduction thermique au sein de matériaux .....	48
III.1.1 Etude de la dégradation subsurfacique de céramiques provoquée par une irradiation avec des ions énergétiques .....	48
III.1.2 Contribution à l'évaluation de procédés dédiés à réduire la conductivité thermique de matériaux .....	51
III.1.3 Caractérisation d'interphases nanosequencées Pyrocarbone/Carbure de Silicium pour les composites thermostructuraux .....	54
III.1.4 Caractérisation de nouveaux matériaux pour la thermoélectricité .....	55
III.2 Caractérisation thermique de composants électroniques actifs .....	57
III.3 Etude de la relation propriétés thermophysiques –microstructure de polymères thermoplastiques .....	59
III.4 Travaux en cours et perspectives.....	61
<b>CHAPITRE IV : TRANSFERT THERMIQUE POINTE-ECHANTILLON.....</b>	<b>64</b>
IV.1 Transfert thermique via le ménisque d'eau.....	64
IV.1.1 Introduction.....	65
IV.1.2 Methodology.....	66
IV.1.3 Application to nanoprobes.....	67
IV.1.3.1 KNT probe .....	68
IV.1.3.2 DS probe.....	69
IV.2 Transfert thermique au contact mécanique .....	72
IV.3 Travaux en cours et perspectives.....	74
<b>CHAPITRE V : Conclusion et Perspectives.....</b>	<b>76</b>
Références.....	78

<b>ANNEXES .....</b>	<b>A1</b>
ANNEXE I      Productions scientifiques .....	A3
ANNEXE II     Collaborations .....	A15
ANNEXE III    Partenariat et valorisation .....	A17
ANNEXE IV    Encadrement, Enseignement et formation, Diffusion de la culture scientifique.....	A19
ANNEXE V     Encadrement, Animation et administration de la Recherche.....	A25
ANNEXE VI    Travaux d'expertise .....	A29
ANNEXE VII   Nouvelle méthode de mesure par contact en régime modulé .....	A31

---

## **PARTIE I**

# **CURRICULUM VITAE**

---

## Séverine GOMES

Date et lieu de naissance : 3 mars 1974 à Reims

Adresse professionnelle : Centre d'Energétique et de Thermique de Lyon (CETHIL)  
UMR INSA Lyon-UCBL-CNRS 5008  
Campus de la DOUA  
INSA de LYON ; Bât. Sadi Carnot  
9, rue de la Physique  
69621 VILLEURBANNE cedex

Tél. professionnel : 04.72.43.64.28

Adresse électronique : severine.gomes@insa-lyon.fr

### FORMATION

**Déc. 1999** Thèse de Doctorat de l'Université de Reims Champagne-Ardenne (URCA) avec label européen - Spécialité : Physique, préparée au Laboratoire d'Energétique et d'Optique.  
*Titre : Contribution théorique et expérimentale à la microscopie thermique à sonde locale : calibration d'une pointe thermorésistive, analyse des différents couplages thermiques.*

**Sept. – déc. 1997** Stage de recherche à l'Université de Lancaster, Angleterre,  
*Participation à l'étude et au développement d'une nouvelle sonde thermique à champ proche (collaboration avec une équipe scientifique de l'Université de Glasgow, Ecosse).*

**Juin 1996** D.E.A. de Caractérisation Physique de la Matière et Instrumentation, URCA.

**Juin 1995** Maîtrise de Physique, URCA.

**Juin 1994** Licence de Physique, URCA.

### EVOLUTION PROFESSIONNELLE

**Depuis oct. 2005-** Chargée de Recherche CNRS 1<sup>ère</sup> classe, CETHIL, UMR CNRS 5008.

**Oct. 2001-sept. 2005** Chargée de Recherche CNRS 2<sup>ème</sup> classe, CETHIL, UMR CNRS 5008.

**Juin 2001– sept. 2001** Ingénieur de Recherche CNRS, contractuelle, Groupe d'Etudes de Métallurgie Physique et de Physique des Matériaux, UMR CNRS 5510, INSA de Lyon.

**Fév. 2000-août 2000** Assistante Coordinatrice pour le réseau thématique européen n°BRRT-CT98-5041, *Control of migration by photothermal methods*, 31 partenaires.

**Sept. 1999-août 2000** Attachée Temporaire d'Enseignement et de Recherche, demi-poste, URCA, *enseignement de la thermique et de la mécanique des fluides.*

### ACTIVITES DE RECHERCHE

Développement de la microscopie thermique à sonde locale et de ses applications: caractérisation thermophysique de matériaux et systèmes micro et nanostructurés; mesure localisée de température et de propriétés thermoélectriques, application à la micro- et nano- électronique.

Points forts: activités d'intérêt fondamental pour la compréhension des problèmes de transfert de chaleur aux micro- et nano-échelles et de l'interaction thermique en champ proche ; de nombreux domaines d'applications.

---

## **RESPONSABILITES ET ACTIVITES D'ANIMATION DE PROGRAMMES DE RECHERCHE ET DE DIRECTION D'EQUIPE**

<b>Fév. 2016 -</b>	<b>Responsable du Groupe « Micro et Nano Thermique »</b> du CETHIL.
<b>Déc. 2013 - nov. 2017</b>	<b>Coordinatrice scientifique du projet européen QUANTIHEAT (GA n°604668), Large Scale FP7 collaborative project</b> , programme THEME [NMP.2013.1.4-2 NMP.2013.1.4-2], 20 partenaires, 9 pays européens, budget global : 13 M€.
<b>Déc. 2013 -</b>	<b>Coordinatrice de l'activité de recherche relative aux membres du CETHIL, intervenants dans le projet QUANTIHEAT.</b>
<b>Janv. 2010 - déc.2014</b>	<b>Coordination du groupe « Metrology - probe » de l'axe transverse « Metrology » du Groupement De Recherche Européen CNRS « Network for Thermal Nanoscience and Nanoengineering »</b> piloté par S. Volz (EM2C, ECP).
<b>Juil.2006 - janv.2013</b>	<b>Responsable de l'axe de recherche « Transfert et génération de chaleur aux micro et nano échelles »</b> de la thématique « Micro et Nano Thermique » du CETHIL.
<b>Juil. 2006 à juil. 2011</b>	<b>Coordinatrice de la Thématique Scientifique « Micro et Nano Thermique »</b> du CETHIL.

## **PUBLICATIONS** (précisées dans l'ANNEXE 1 de ce mémoire)

Revue internationale à comité de lecture : 24 (+ 2 en révision +2 en rédaction)

Chapitres d'ouvrage : 4 (+ 2 en révision)

Congrès à comité de lecture et publication des actes : 14

Conférences invitées : 13

Communications (congrès sans actes, séminaires,...) : 87

Cours/ateliers d'écoles thématiques : 4

## **ENCADREMENTS**

Post-doctorants : 4

Doctorant(e)s : 4, (+ 1 depuis décembre 2015)

DEA-Masters : 8, (+ 1 depuis mars 2016)

PFE : 9

Ingénieurs sous contrats : 3

## **ENSEIGNEMENTS**

Etablissements : INSA de Lyon, Master MEGA

Disciplines : techniques expérimentales et métrologies thermiques

Niveau : 3<sup>ème</sup> cycle ; Type : CM

Nombre d'heures (moyenne annuelle de 2004 à 2011) : 8 heures équivalent TD

## **COLLABORATIONS ET CONTRATS DE RECHERCHE**

20 contrats de recherche, dont 6 en tant que responsable, menés en collaboration avec des laboratoires académiques, industriels tant au niveau national qu'international.

## **PRINCIPALES AUTRES ACTIVITES POUR LE COLLECTIF D'AUTRES INSTANCES COLLECTIVES**

Mai 2016- Membre du groupe de travail GT 'Procédés Avancés d'Elaboration et Matériaux' de la Fédération FR CNRS 3411 IngeLySE

Déc. 2014- Expert scientifique pour la Commission Européenne, membre du Cluster «Characterization» pour les nanosciences.

2004-2008, 2009-2015 Membre élu du Conseil de laboratoire du CETHIL.

2005-2010 COrrispondante FOrmation du CETHIL.

Reviewer d'articles pour les journaux : *European Physical Journal AP*, *Ultramicroscopy*, *International Journal of Thermal Sciences*, *Sensors and actuators : A Physical*, *International Journal of Thermophysics*, *Ultramicroscopy*, *Nanoscale*, *JVST B: Journal of Vacuum Science and Technology...*

Membre de Jurys de thèse (hors laboratoire) : 6.

Membre de Comités Scientifiques de 5 Congrès internationaux : 108<sup>ème</sup> Congrès Eurotherm 2016 (Santorini, Grèce), EMRS2015-Symposium « Heat transfer at short time and length scales » (Varsovie, Pologne), QMNTIA 2013 (Reims), QMNTIA 2007(Lyon), 75<sup>ème</sup> Congrès Eurotherm 2003 (Reims).



---

**PARTIE II**

**RESUME DES ACTIVITES DE RECHERCHE**

---

## INTRODUCTION GENERALE

Les travaux de recherche présentés dans ce mémoire s'étendent sur une période comprise entre septembre 2001 et septembre 2015. Ils ont été réalisés suite à mon recrutement en 2001 par le CNRS en tant que Chargée de Recherche (CR).

- **PROGRAMME DE RECHERCHE au CNRS en tant que CR**

Recrutée en tant que CR CNRS affectée au CETHIL en septembre 2001, je développe depuis 14 ans une activité de recherche dans le domaine de la micro et nanothermique expérimentale. Mon programme scientifique s'articule plus précisément autour du développement, de la conception et de l'interprétation d'expériences menées à partir d'équipements de microscopie à sonde locale pour des études thermiques. Il vise par ailleurs la caractérisation de nouveaux matériaux et systèmes en vue de leur optimisation. Cette activité est naturellement rattachée à celles du Groupe thématique "Micro et Nano Thermique" du CETHIL.

- **CONTEXTE ET MOTIVATIONS**

Depuis plus de 25 ans, les micro et nanotechnologies ont fait apparaître des besoins de connaissances fondamentales en thermique à des échelles de plus en plus petites. Le développement de nouveaux matériaux est par ailleurs tributaire d'avancées significatives dans la compréhension du transport de l'énergie à ces mêmes échelles. À titre d'exemple, des composants électroniques et opto-électroniques modernes ont des dimensions caractéristiques de quelques nanomètres, mais leur caractérisation thermique à l'échelle nanométrique reste difficile à réaliser.

Diverses questions concernant l'impact du transfert de chaleur à l'échelle du nanomètre sur les systèmes justifient par ailleurs l'importance du développement de nouvelles méthodes de mesure. Les activités scientifiques et commerciales de nombreux secteurs industriels tels que les semi-conducteurs, l'aéronautique, l'aérospatiale, les technologies de l'information et de communication sont profondément concernées.

Des mesures thermiques précises aux échelles sub-30 nm sont par exemple incontestablement nécessaires pour :

- caractériser et optimiser les propriétés des matériaux nanostructurés tels que les interphases et superréseaux multicouches, les matériaux nanoporeux, les nanoobjets et nanomatériaux tels que le graphène, nanotubes de carbone ou nanofils intégrés dans les composants,
- combler le manque de compréhension des mécanismes de rupture (fiabilité, durée de vie) dans les dispositifs micro ou nanoélectroniques et les composants impliquant des nanotransistors SOI, diodes électroluminescentes, etc. Leur conception est souvent fondée sur des analyses théoriques sans vérification expérimentale appropriée,
- améliorer l'exactitude et la validité des outils de prédiction pour les technologies ultra intégrées qui apparaîtront dans les années à venir.

Si l'on considère la microscopie thermique à sonde locale (SThM pour « Scanning Thermal Microscopy » en anglais) autour de laquelle s'articulent mes activités de recherche, contrairement aux techniques de microscopie optiques en champ lointain, cette microscopie n'est pas limitée en résolution latérale à quelques centaines de nanomètres par la diffraction optique. Les techniques de SThM sont basées sur des méthodes de microscopie à sonde locale encore appelée « microscopie en champ proche » ou dites « de proximité » (SPM : Scanning Probe Microscopy). En conséquence, leurs résolutions spatiales (latérale et en profondeur) dépendent implicitement de la dimension de l'extrémité de la sonde dont le rayon de courbure peut de nos jours être de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres. Elles

---

dépendent par ailleurs également de la longueur caractéristique associée au mécanisme de transfert de chaleur dominant entre la sonde thermique et l'échantillon à caractériser.

Quoiqu'il en soit, et nous le verrons au travers de ce mémoire, de nombreux verrous scientifiques demeurent pour une maîtrise complète de la technique. L'interaction énergétique de proximité entre une pointe-sonde et la surface de l'objet à caractériser en SThM soulève notamment de nombreuses questions. Comme l'ont montré des travaux antérieurs, plusieurs vecteurs de transfert thermique déterminent l'interaction énergétique de proximité entre une pointe-sonde et la surface de l'objet à caractériser en SThM: les micro&nano-contacts solide-solide entre la pointe et l'échantillon, les molécules d'eau adsorbées en surface de la pointe et de l'échantillon, le gaz environnant et le rayonnement. Chacun de ces vecteurs de transfert thermique constitue un thème de recherche d'actualité bien spécifique. Leur dépendance à la géométrie de la pointe, à la chimie des surfaces et à d'autres facteurs tels que la rugosité de surface reste en effet encore très mal connue du fait du manque de sensibilité des pointes actuelles et de modélisations trop simples utilisées pour décrire le transport de chaleur entre une pointe et un échantillon et au sein même des sondes. Les échantillons d'étalonnage pour cette technique sont par ailleurs pour l'heure quasi inexistantes.

Commercialisée en tant qu'appareillage d'imagerie des propriétés de surface, cette méthode de microscopie est restée essentiellement qualitative jusqu'au début des années 2000.

Le développement d'outils (modèle, méthode d'étalonnage, nouveaux modes et nouvelles sondes) et l'application de la microscopie thermique à sonde locale pour la caractérisation des propriétés thermophysiques de matériaux et des transferts thermiques aux échelles micro et nanométriques ont été et sont au cœur de mon activité de recherche.

• **CADRE et EVOLUTION de mon ACTIVITE DE RECHERCHE** Dans quel cadre collaboratif ? Avec quels moyens ? Avec quelles responsabilités ?

Pour comprendre l'évolution de mon parcours, il convient avant toute autre chose d'introduire mes recherches antérieures.

#### **RECHERCHES ANTERIEURES A MON RECRUTEMENT PAR LE CNRS**

Mes travaux de recherche doctorale se sont effectués sous la Direction du *Professeur Ph. Grossel* au sein de l'Unité de Thermique et d'Analyse Physique de Reims (UTAP-Reims). Ils ont concerné la caractérisation de la mesure avec un appareil commercial de SThM qui était premier en son genre à l'époque au niveau national. En 1996, peu d'équipes scientifiques utilisaient en effet cette microscopie.

Un séjour de trois mois d'échange universitaire entre l'UTAP-Reims et l'équipe du *Professeur H. M. Pollock* de l'Université de Lancaster (Angleterre) m'a permis en 1997 de me former à la pratique expérimentale d'un microscope thermique à sonde locale. De retour en France, mes travaux de thèse se sont ensuite rapidement dirigés vers la mise au point d'expériences pour analyser les différents mécanismes de transfert thermique à l'origine du signal en SThM. Mon objectif était de mieux comprendre ce signal et de mieux l'interpréter avant toute mesure de propriété thermophysique.

Ces travaux ont permis, d'une part, d'identifier des conditions expérimentales favorables à l'extraction et à l'analyse de l'information concernant les propriétés thermiques d'échantillons avec le SThM, d'autre part, d'apporter des éléments de compréhension du système thermique pointe-échantillon. La participation de la convection naturelle, celle de la conduction thermique à travers du gaz environnant, de la conduction thermique à travers le film d'eau adsorbé en surface des solides mis en contact et de la conduction thermique solide-solide à l'échange de chaleur entre la pointe et son environnement ont été mises en évidence. La variation de la contribution respective de ces différents mécanismes de transfert de chaleur en fonction de la nature de l'échantillon a également été suggérée. Ces travaux (A4, 1999 ;

---

A6, 2001) ont par ailleurs remis en cause la linéarité des courbes d'étalonnage en fonction de la conductivité thermique des matériaux de l'appareil alors publiée dans la littérature scientifique.

Un modèle prévisionnel de la mesure en régime stationnaire avec lequel une première estimation de la contribution des mécanismes de transfert de chaleur entre la pointe et un échantillon a pu être réalisée et a souligné l'importance du gradient thermique au sein de la pointe. Ce dernier résultat remettait alors en cause l'hypothèse d'une pointe isotherme jusque-là utilisée dans les modèles développés pour interpréter la mesure (A4, 2001).

Envisageant d'avoir recours à des mesures en régime modulé, lequel offre un meilleur rapport signal sur bruit et permet de mieux contrôler le volume de matière sondé en métrologie thermique, un modèle général pour la microscopie thermique à sonde locale en mode actif et régime alternatif a par ailleurs été développé (A1, 1997 ; A2, 1998 ; A3, 1999 ; A5, 2000 ; A8, 2003).

Durant l'année qui a suivi ma soutenance de thèse (décembre 1999), mes recherches à l'UTAP en tant qu'Attachée Temporaire d'Enseignement et de Recherche ont concerné l'analyse expérimentale de la dégradation d'un composant semi-conducteur actif par SThM. Ce travail a permis de localiser, par détection de points chauds en surface d'une structure MOS soumise à des contraintes électriques de type Fowler-Nordheim, la dégradation électrique de cette structure non seulement sur son bord mais également sur toute sa surface (A7, 2003).

Mon expérience dans le domaine de la microscopie thermique à sonde locale était alors unique au niveau national. Elle m'a permis en 2000 de soumettre au département ST2I du CNRS un programme de recherche sur le développement de la technique SThM pour la caractérisation localisée de matériaux et de systèmes avec le CETHIL.

Depuis mon recrutement par le CNRS, l'évolution de mon activité dans ce programme a été marquée par **trois périodes distinctes dans mon parcours professionnel**.

### **PERIODE 2001- 2006**

Le CETHIL est une Unité mixte de Recherche rattachée à l'INSA- Lyon, à l'Université Claude Bernard Lyon 1 (UCBL1) et au CNRS. Il a été courant 2000 l'un des laboratoires fondateurs:

- sur la place lyonnaise, de la *plate-forme de microscopie à sonde locale*, intégrée au *Centre LYonnais de Microscopie (CLYM)* depuis 2007,
- au niveau national, du *Groupement de Recherche CNRS 2503*, alors appelé GDR « Micro et Nanothermique », dirigé depuis sa création par *S. Volz*, Directeur de Recherche au laboratoire d'Énergétique Moléculaire et Macroscopique, Combustion, (EM2C- UPR288) de L'École Centrale de Paris,
- au niveau européen, du projet d'*Institut Européen Virtuel de Métrologie THERMique* (EVITHERM, [www.evitherm.org](http://www.evitherm.org)).

Mon implication active dans la mise en place et le suivi de la *plate-forme de microscopie à sonde locale lyonnaise* a permis dès mon recrutement en 2001 l'initiation de collaborations et d'échanges scientifiques sur *l'analyse thermique localisée de divers matériaux et systèmes* avec des collègues de *plusieurs laboratoires de l'INSA - Lyon (INL, MATEIS, AMPERE) et de L'UCBL1 (LMI, ILM)*, voir plus de détails en ANNEXE I). Ces collaborations locales, toujours en cours, se sont quasiment toutes effectuées dans le cadre de contrats de recherche (*Bonus Qualité Recherche, Programme Pluri-formation, Projets financés par l'Agence Nationale de la Recherche (ANR)*), voir plus de détails en ANNEXE II).

Pareillement au niveau national, ma participation en tant que membre du GDR « Micro et Nanothermique » m'a permis d'initier et/ou poursuivre des *collaborations avec différentes Unités de recherche et partenaires industriels du GDR : ESPCI, Centre Le Ripault du CEA, URCA, Institut Néel de Grenoble...* pour n'en citer que quelques-unes (C1, 2005 ; E21-E24, 2005 ; C2, 2007 ; A11, 2007 ; A12, 2007).

---

Principale intervenante du CETHIL pour le montage et le suivi du projet européen EVITHERM de 2002 à 2006, j'ai eu par ailleurs l'opportunité de travailler avec les bureaux de métrologie français et anglais, à savoir le *Laboratoire National de Métrologie et d'Essais* (LNE, Trappes, France) et le *National Physical Laboratory* (NPL, Teddington, Grande-Bretagne).

Dès mon arrivée au CETHIL, Le professeur *M. Raynaud*, alors responsable de l'équipe « Transfert thermique aux Interfaces et dans les Matériaux » que j'intégrais, m'a associée à :

- la proposition d'un sujet de thèse portant sur le *développement de technique SThM pour la détermination de la conductivité thermique de films minces et son application à l'analyse de matériaux pour le nucléaire* (Thèse *L. David* 2006). Cette action, soutenue par une *allocation de recherche ministérielle (MJENR)*, s'est effectuée dans le cadre d'un *contrat de recherche avec le CEA-Cadarache* et en collaboration avec l'INL et l'ESPCI-Paris.
- *l'encadrement et la direction des travaux d'un doctorant*, *L. David* (2002-2006).

Nos recherches ont mené à la proposition d'un protocole d'étalonnage d'un microscope thermique à sonde locale. La méthode (*A9, 2007*) a permis la *mesure de la conductivité thermique de matériaux nanostructurés* (films minces de silicium mésoporeux fabriqué à l'INL (*A10, 2007*)) ainsi que la *caractérisation de la dégradation thermique, produite par des irradiations avec des ions énergétiques, de céramiques envisagées à l'époque dans la composition de futurs combustibles nucléaires* (*A13-14, 2008*).

### **PERIODE 2006- 2010**

En 2006, la Direction du CETHIL (*Dany Escudié, Directeur de Recherche CNRS*) me nommait *coordonnatrice de l'activité scientifique « Micro et Nanothermique » et responsable de l'axe de recherche « Transfert et Génération de Chaleur aux micro et nano échelles » du CETHIL*<sup>1</sup>. Au vu de mes nouvelles fonctions, *S. Volz* me proposait la même année d'être *animatrice de l'axe thématique « Sonde thermique » du GDR CNRS 2503 « Thermique des nanosystèmes et nanomatériaux »*<sup>1</sup>. J'ai assuré cette responsabilité de janvier 2006 à décembre 2009. C'est notamment dans ce cadre que j'ai conforté la mise en place d'un groupe de réflexion<sup>2</sup> dédié à la définition d'échantillons d'étalonnage pour la microscopie thermique à sonde locale au niveau national. Les travaux de ce groupe ont été soutenus financièrement par le CNRS au travers d'un *projet PEPS de 2007 à 2008*. Leurs résultats ont fait l'objet de la soumission de réponse à des appels à projets du programme blanc de l'ANR plusieurs années consécutives sans succès (de 2009 à 2011).

Dans ce cadre et ce à partir d'octobre 2007, l'appareillage SThM de la plate-forme de microscopie à sonde locale a été installé dans les locaux du CETHIL (ceci a nécessité l'aménagement d'une salle dédiée) et je codirigeais avec *M. Raynaud* les travaux de *thèse de R. Belbachir* (Allocation MJENR). La *thèse de R. Belbachir* visait en particulier le *développement d'une nouvelle sonde SThM* (*E38, 2008 ; E39, 2010*). En regard des limitations de la micropointe Wollaston, qui était alors seule à être commercialisée, un volet de mes activités de recherche s'orientait en effet sur le *développement de nouvelles sondes/modes thermiques de microscopie à sonde locale*.

Une étude de faisabilité de mise en œuvre d'un premier démonstrateur de nouvelle nanosonde de SThM a été réalisée en *collaboration avec l'INL de 2006 à 2008* (BQR 2007-2009). Ces recherches se sont par ailleurs poursuivies et inscrites dans le cadre du projet JJC NanoMétETher (projet soutenu par ANR de 2008-2011) dont l'une des actions clés était de définir et fabriquer le premier démonstrateur d'une nouvelle nanosonde, de comportements thermiques, électriques et mécaniques optimisés. Intégrés aux activités de la *Plate-forme Nanofils et Nanotubes de Lyon* ([www-lpmcn.univ-lyon1.fr/pnl](http://www-lpmcn.univ-lyon1.fr/pnl)) et également menés en collaboration avec l'équipe japonaise du *Professeur T. Ono de l'Université de Tohoku (Sendai, Japon)* (*E39, 2010*), ces travaux ont bénéficié de collaborations avec des unités d'expertise reconnues dans les domaines de la physique-chimie et de la micro et nano fabrication. Ce travail n'a

---

<sup>1</sup> L'**ANNEXE III**, qui synthétise mes activités en termes d'encadrement, d'animation et d'administration de la recherche depuis mon recrutement au CNRS précise mon implication dans cette fonction.

<sup>2</sup> Cette action, appelée à son origine « Puce multiprojet », avait été initiée par *S. Volz* quelques années auparavant. Elle concernait également des méthodes photothermiques.

---

malheureusement pas abouti pour diverses raisons que je n'expliciterais pas dans ce mémoire. En commun accord entre R. Belbachir, les encadrants de ses travaux au CETHIL, la Direction du CETHIL et de l'Ecole Doctorale MEGA, la thèse portant sur le sujet a dû être interrompue début 2010.

Le volet de mon activité de recherche sur le développement de nouvelles sondes ne sera pas abordé plus en détails dans ce mémoire puisqu'il n'a pas encore mené à des résultats publiables. Je noterai toutefois que mes travaux sur ce thème se poursuivent de manière moins formelle (pour l'instant) en *collaboration avec L'INL et l'Institut Néel de Grenoble*.

En parallèle à cette action, ma participation à partir de 2008 au *projet PNANO 2007 COFISIS* piloté par Ph. Basset de l'ESSIEE-Paris a orienté mes recherches vers la *caractérisation des transferts thermiques au sein de nouveaux nanomatériaux pour la thermoélectricité*. Cette caractérisation s'est réalisée non seulement par SThM mais également via le *développement de métrologies basées sur la thermométrie résistive déposée* (E40, 2010 ; E17, 2014). J'ai co-encadré de 2009 à 2010 les *travaux post-doctoraux sur ce thème* de M. Bardoux, alors recruté en CDD dans la cadre du projet COFISIS par le *laboratoire MATEIS*. Je devenais par ailleurs membre du *GDR CNRS N° 3052 Thermoélectricité* à la suggestion de S. Pailhes, CR CNRS au sein de l'équipe (Nano) matériaux pour l'Energie à l'ILM.

En 2009, de nouvelles collaborations avec le *Centre de Recherche en Nanofabrication et Nanocaractérisation (CRN2) de l'Université de Sherbrooke (Canada)* (A15-16, 2013) et la *Faculté de Physique de l'Université de Kiev (Ukraine)* (A19, 2014) démarraient par ailleurs dans le cadre d'un *projet Bonus Qualité Recherche* de deux ans avec l'INL et concernant la *mise au point d'un nouveau procédé de dégradation localisée des propriétés thermiques de matériaux semi-conducteurs poreux*.

#### **PERIODE 2010- TOUJOURS EN COURS**

Sur la période janvier 2010 à décembre 2014, le GDR CNRS 2503, alors rebaptisé « Network for Thermal Nanoscience and Nanoengineering », se restructurait et affichait sa volonté d'ouverture à l'international.

Coordinatrice de l'activité du groupe « Metrology- probe » de l'axe transverse « Metrology » de ce GDR, en collaboration avec O. Kolosov, *Chercheur de l'Université de Lancaster* sur cette même période, j'ai initié en mai 2012, sur la base du réseau de collaborations que j'ai créé depuis ma thèse, le montage du projet européen FP7-Large scale- NMP QUANTIHEAT ([www.quantihheat.eu](http://www.quantihheat.eu)) pour structurer la recherche sur ce thème en Europe. J'ai volontairement quitté ma fonction de coordonnatrice de l'activité scientifique « Micro et Nanothermique » du CETHIL en juillet 2011 pour préparer ce projet. R. Vaillon, Directeur de Recherche CNRS, m'a succédé dans cette fonction jusqu'en février 2016.

Je suis aujourd'hui *coordonnatrice scientifique du projet européen QUANTIHEAT<sup>3</sup> depuis le 1 décembre 2013*. Le programme de ce projet, d'une durée de 4 ans et d'un budget global de 12,9M€, a pour *principal objectif* : de *fournir aux communautés scientifiques et industrielles des méthodologies et des outils de mesure (terminologie, procédures et échantillons d'étalonnage, modèles, nouvelles sondes SThM) validés en appui au développement de nouveaux nanomatériaux (matériaux et procédés de fabrication)*.

Le consortium du projet rassemble *20 partenaires de 9 pays européens différents*, experts dans leur domaine (voir Figure Int.1) : *10 équipes de recherche académiques, 3 Instituts Nationaux de Métrologie, 7 industriels*, développant des matériaux et des procédés de fabrication ou des équipements de caractérisation aux nanoéchelles et de l'instrumentation pour les nanotechnologies.

---

<sup>3</sup>(GA n°604668), Large Scale FP7 collaborative project, programme THEME [NMP.2013.1.4-2 NMP.2013.1.4-2][Metrology research for the development and validation of design rules for engineering of nanostructured and nanoenabled materials and devices Metrology research for the development and validation of design rules for engineering of nanostructured and nano-enabled materials and devices].



Figure Int. 1 : Consortium du projet QUANTIHEAT.

Outre l'expérience de management de grand projet qu'il m'apporte et l'aventure humaine qu'il constitue, ce projet est une réelle opportunité pour moi de pouvoir entreprendre des actions de recherche qu'il ne m'a pas été possible de réaliser ces dernières années par manque de temps du fait d'un manque de personnels techniques adéquats au CETHIL. Aucun personnel technique du CETHIL n'était en effet formé pour accompagner le suivi des développements électroniques et microtechniques ainsi que la maintenance de nos équipements de microscopie à champ proche jusqu'en 2015. Responsable de ces équipements, je me suis chargée de ces tâches depuis mon recrutement. Le projet QUANTIHEAT a permis, pour une courte durée certes, le recrutement de deux *ingénieurs d'étude*, D. Renahy et F. Bouhacine qui ont géré ces travaux *sous ma responsabilité*.

La fin des travaux de *thèse d'A. Assy* (octobre 2011-Février 2015), que j'ai codirigée (à plus de 80%) et co-encadré avec S. Lefèvre, Maître de Conférences au CETHIL, ont pu bénéficier de ce nouvel environnement de recherche. Si cette thèse, soutenue en février 2015, intègre le *développement d'une métrologie d'analyse de matériaux pour la thermoélectricité* (continuité des travaux initiés dans le cadre du projet COFISIS et collaboration avec l'ILM (A19, 2014)), elle a également et principalement concerné l'*analyse de l'interaction thermique pointe-échantillon en SThM* (A18, 2014 ; A21-24, 2015 ; Thèse A. Assy 2015). Ces travaux se poursuivent actuellement dans le cadre de la thèse d'E. Guen que je co-encadre depuis décembre 2015 avec P. - O. Chapuis, Chargé de recherche au CETHIL.

J'ai co-encadré par ailleurs en 2012-2015, les travaux de *thèse de Y. Liu* (allocation de recherche régionale – ARC Energie) qui traitait de la *mise en œuvre et de l'analyse de nouveaux matériaux thermoélectriques : Nanoélectricité de systèmes « electron crystal-phonon glass » à base de germanium*

---

(B13, 2014 ; Thèse Y. Liu 2015). Ces travaux ont été menés dans le cadre d'une *collaboration avec l'Institut Néel (O. Bourgeois, Directeur de Recherche CNRS et directeur de la thèse) et le CEA/ INAC/ SP2M/SiNPS de Grenoble.*

Pour terminer cette description du cadre de mes activités de recherche et de son évolution, je préciserai que :

- J'ai depuis 2001 également encadré les travaux scientifiques et techniques de *plusieurs autres post-doctorants et d'étudiants ingénieurs et/ou en stage de formation à la recherche de MASTER*. Je ne les citerai pas dans cette introduction mais leur contribution est précisée dans la partie qui suit ou dans l'ANNEXE IV.
- Je suis de nouveau la responsable du groupe Micro et Nano Thermique du CETHIL, nommée par mes collègues du groupe, depuis début Février 2016.

## ● **ORGANISATION DE CE RAPPORT**

Ce rapport d'activité est composé de cinq chapitres<sup>4</sup>.

Le premier chapitre, **SCANNING THERMAL MICROSCOPY: A REVIEW**, est constitué d'un article de revue que j'ai récemment publié dans *Physica Status Solidi (a)* (A21, 2015). Il donne ma vision actuelle de l'état de l'art en microscopie thermique à sonde locale et positionne mes travaux de recherche dans leur contexte international.

Le deuxième chapitre, **INSTRUMENTATION ET TECHNIQUES STHM**, donne succinctement un descriptif des appareillages acquis et des développements technologiques réalisés au CETHIL, pour le développement de l'activité de recherche expérimentale en thermique aux petites échelles depuis 2001 et sous ma responsabilité. Il précise également les travaux que j'ai réalisés en termes de développement d'approches et méthodologie pour exploiter la mesure.

Le troisième chapitre, **APPLICATION DE LA STHM A LA CARACTERISATION DE MATERIAUX/SYSTEMES**, précise les principaux résultats que nous avons obtenus en ce qui concerne l'analyse du transfert thermique par conduction thermique au sein de divers matériaux micro et nanostructurés et systèmes.

J'accorde ensuite une attention particulière à nos travaux récemment publiés sur l'étude du **TRANSFERT THERMIQUE ENTRE LA POINTE ET L'ECHANTILLON** en SThM dans le quatrième chapitre.

Le cinquième chapitre **CONCLUSION ET PERSPECTIVES** conclut ce mémoire et précise mes perspectives de recherche.

---

<sup>4</sup>Mon activité de recherche liée au développement d'une méthode de mesure des propriétés thermiques de matériaux, également basée sur la thermométrie résistive mais dite « par sondes déposées » (A17, 2014)(Thèse A. Assy 2015), est donnée en ANNEXE VII de ce mémoire.

---

## CHAPITRE I : SCANNING THERMAL MICROSCOPY: A REVIEW

Ma vision actuelle de l'état de l'art en microscopie thermique à sonde locale est rapportée au travers de l'article, publié en 2015 dans *Physica Status Solidi (a)* (A21, Gomès S., Assy A., and Chapuis P.-O., "Scanning Thermal Microscopy: a review", 2015, *Physica Status Solidi (a)* 212 pp 477-494.). Cet état de l'art positionne ma contribution au développement de la technique dans son contexte international.

Les domaines où des progrès pourraient être faits à l'avenir afin de développer de nouvelles opportunités pour la microscopie SThM sont également discutés.

# Scanning thermal microscopy: A review

## Review Article

Séverine Gomès<sup>\*1,2</sup>, Ali Assy<sup>\*\*1,2</sup>, and Pierre-Olivier Chapuis<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Université de Lyon, CNRS, Lyon, France

<sup>2</sup> INSA de Lyon, CETHIL, UMR5008, 69621 Villeurbanne, France

Received 5 November 2014, revised 20 February 2015, accepted 23 January 2015

Published online 3 March 2015

**Keywords** micro and nanoscale heat transfer, nanoscale thermal measurement, scanning thermal microscopy, thermal imaging

\* Corresponding author: e-mail [severine.gomes@insa-lyon.fr](mailto:severine.gomes@insa-lyon.fr), Phone: +33 472 436 428, Fax: +33 472 438 811

\*\* e-mail [aliassy01@gmail.com](mailto:aliassy01@gmail.com), Phone: +33 472 438 183, Fax: +33 472 438 811

Fundamental research and continued miniaturization of materials, components and systems have raised the need for the development of thermal-investigation methods enabling ultra-local measurements of surface temperature and thermo-physical properties in many areas of science and applicative fields. Scanning thermal microscopy (SThM) is a promising technique for nanometer-scale thermal measurements, imaging, and study of thermal transport phenomena. This review focuses on fundamentals and applications of SThM methods. It inventories the main scanning probe microscopy-based techniques developed for thermal imaging with nanoscale spatial resolution. It describes the approaches currently used to

calibrate the SThM probes in thermometry and for thermal conductivity measurement. In many cases, the link between the nominal measured signal and the investigated parameter is not straightforward due to the complexity of the micro/nanoscale interaction between the probe and the sample. Special attention is given to this interaction that conditions the tip-sample interface temperature. Examples of applications of SThM are presented, which include the characterization of operating devices, the measurements of the effective thermal conductivity of nanomaterials and local phase transition temperatures. Finally, future challenges and opportunities for SThM are discussed.

© 2015 WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

**1 Introduction** In the last 20 years nanotechnologies have led to growing needs for fundamental knowledge in thermal and energy sciences at scales always smaller, from the micrometre to the nanometre. In particular, the development of novel materials is dependent on significant advances in the understanding of the energy transport at these scales. As an example, modern electronic and optoelectronic devices have features of several nanometres in size but their accurate thermal characterization at nanoscale stays difficult to achieve. Various issues regarding the impact of nanometre-scale heat transfer on engineered systems justify the importance of developing new experimental methods with this purpose. The scientific and commercial activities of numerous industrial sectors such as semiconductors, aeronautics, aerospace, information technologies are deeply concerned. Precise thermal measurements at sub-30 nm scales are, for example incontestably needed in order to:

- characterize and optimize the properties of nanostructured materials such as nanoscale multi-layered interphases and superlattices, nanoporous media, nanoobjects and nanomaterials such as graphene, carbon nanotubes (CNT) or nanowires integrated in components,
- fill the lacks of understanding of failure mechanisms (reliability and lifetime) in micro- or nanoelectronic devices and components involving silicon-on-insulator nanotransistors, light-emitting diodes, etc. – their design has often been based on theoretical analyses without proper experimental verification,
- improve the accuracy and validity of prediction tools for the ultra-integrated technologies that will appear in the years to come.

Besides energy transport, any phenomenon involving exchanges of energy and entropy with the surroundings such as changes in atomic structures or magnetic domains requires

heating or cooling to a certain degree. This includes phase transformations and chemical as well as biochemical reactions. Nanoscale thermal probing should enable to study the energy balances of these phenomena at very small scales.

From a more fundamental point of view, many notions related to heat transfer should be analysed at nanometre scale. Heat transfer is usually associated with a temperature difference. As temperature is only defined under local thermodynamic equilibrium, it can be reasonable to estimate that the mean free path of energy carriers, often in the 10–



**Séverine Gomès** received her European PhD in physics in 1999 at the University of Reims, France. She is a CNRS Research Fellow in the Centre for Energy and Thermal science of Lyon (CETHIL), a common centre of the National Institute of Applied Sciences (INSA) in Lyon, CNRS and the University Claude-Bernard of Lyon. Her research interests are the development and the application of scanning thermal microscopy, with the goals of studying heat generation and transport at micro- and nanoscale and measuring thermal properties of nanostructured materials and local temperatures. Since December 2013 she has been the scientific coordinator of the QUANTIHEAT European project (<http://www.quantitheat.eu>) dedicated to thermal nanometrology.



**Ali Assy** was born in Lebanon in 1989. In 2011, he got a double degree in mechanical engineering from the Lebanese University and INSA Lyon, France, and a Master of Science in heat transfer at INSA Lyon. He is currently working at CETHIL, expecting to complete his PhD at the beginning of 2015. His research interests include the development of scanning thermal microscopy for material characterisation at micro- and nanoscales and other thermal characterisation methods by electrical means.



**Pierre-Olivier Chapuis** got his MSc and his PhD degree at Ecole Centrale Paris, France, respectively in 2004 and 2007. He is a CNRS Research Fellow at CETHIL since 2011 and one of the leaders of the modelling activities of the QUANTIHEAT project. Among his research interests are the fields of micro- and nanoscale heat conduction and near-field radiation, both on theoretical and experimental sides.

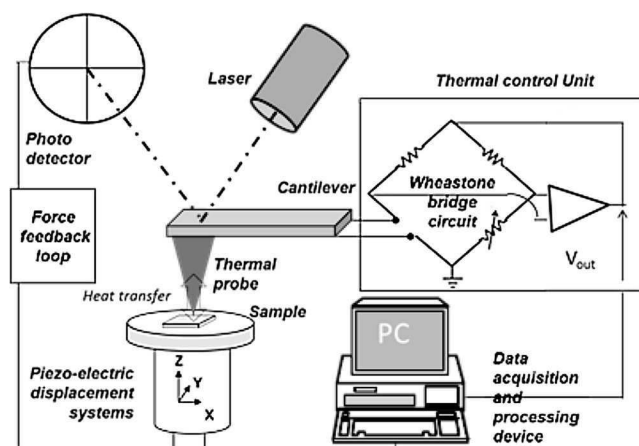
500 nm range, is a limiting lengthscale for many concepts. Since the important quantity is the rate at which energy flows and situations without temperature difference or local thermodynamic equilibrium are possible, these concepts should be revisited. Nonequilibrium conditions have then to be taken into account. So far, mechanisms of energy transfer at very small scales are not completely understood. Measurements of energy transfer at these very small lengthscales will provide first insights into this poorly explored regime.

Contrarily to far-field optical techniques, scanning thermal microscopy (SThM) is not limited in lateral resolution by optical diffraction at few hundreds of nanometres: it can perform thermal imaging and measurements far beyond the micron-scale. SThM techniques are based on scanning probe microscopy (SPM) methods. As a consequence, their spatial resolutions depend on the characteristic lengths associated to the heat transfer between the small thermal probe and the sample to be characterized. SThM probes can be tailored with tips of curvature radii in the range of few tens of nanometres. Because of its high spatial resolution, SThM is now an integral part of the experimental landscape in submicron heat transfer studies. Since the 1990s, it has been developed actively and applied to diverse areas such as microelectronics, optoelectronics, polymers and CNTs.

This article is divided into four main sections. Section 2 provides a review of the main and promising SThM techniques. Section 3 presents the approaches currently used to calibrate usual SThM probes. The calibration step is particularly important because the link between the nominal measured signal and the investigated parameter (temperature, thermal conductivity, etc.) is more complex than for many other SPM techniques due to the entanglement of the various micro/nanoscale heat transfer channels between the probe and the sample. In Section 4, special attention is paid to the physics of the tip–sample interaction, which involves these heat transfer channels. Section 5 introduces some examples of selected applications of SThM. This includes the characterization of operating devices, the measurement of the thermal conductivity of nanomaterials and the determination of phase change temperatures. The final section concludes the article mentioning perspectives and areas where progress could be made in the future, in order to develop novel opportunities for SThM.

## 2 Instrumentation and SThM methods

**2.1 General principle** The first SPM instrument exploiting thermal phenomena for nanoscale measurements was invented in 1986 by Williams and Wickramasinghe [1], soon after the invention of scanning tunnelling microscopy. The goal was to extend the possibilities of imaging topography to insulators and was termed scanning thermal profiler (STP). Although the STP was not intended for thermal imaging, it stimulated efforts to develop SPM-based



**Figure 1** Set-up of an AFM-based SThM system. Here, the output signal is the voltage  $V_{out}$  delivered by a “thermal control unit” and a balanced Wheatstone bridge can be used to maintain the probe mean temperature at constant value.

techniques in the thermal area. Since then, various types of scanning thermal microscopes have emerged. These instruments have been mainly based on atomic force microscopy (AFM), because AFM enables using a wider variety of samples and are very versatile systems. Measurements can be performed as a function of the tip–sample force and distance, and, as discussed in the following, various types of sensors can be placed at the tip of an AFM probe. Figure 1 describes the set-up of an AFM-based SThM system.

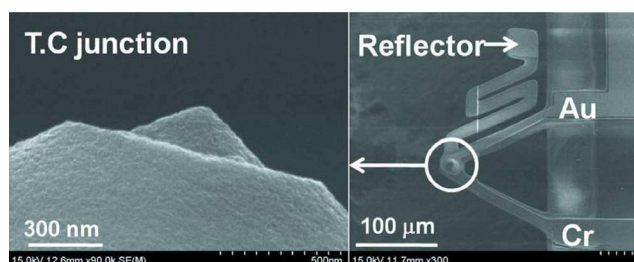
Cantilever deflections are probed by reflecting a laser beam on a reflective part of the probe, such as the cantilever itself or a mirror appropriately glued on its back, towards a photodiode. Other deflection measurement systems can involve piezoresistive cantilevers [2]. The deflection generates an electrical signal that is detected. In the imaging mode, the deflection signal is used in a feedback control loop to maintain a constant tip–sample contact force while the tip scans laterally. Piezoelectric scanners are used to move the sample vertically and to scan the sample surface laterally. The combination of the X–Y scan position data, the force feedback signal and the thermal signal measured by the sensor located either at the tip or on the cantilever gives the raw data for both the topography image and the “thermal” image of the surface. The thermal image contrast reflects the change in the amount of heat locally exchanged between the tip and the sample. The force feedback control system operates simultaneously but, in contrast to the STP, independently of the process of the thermal measurement. Usually real-time thermal signal analysis is performed with the help of a thermal control unit.

Since 1993, various thermal methods based on the use of different thermosensitive sensors or phenomena have been developed. They can be classified according to the temperature-dependent mechanism that is used: thermovoltage [3–11], change in electrical resistance [2, 12–17], fluorescence [18–20] or thermal expansion [21].

**2.2 Thermovoltage-based methods** Thermovoltage-based methods exploit the thermoelectric voltage generated at the junction between two electrodes to carry out thermometry. Measurements can be performed either in the non-contact or contact modes in a STM or an AFM system. Thermovoltage-based methods include the tunnelling thermometry [22–25] and the point-contact thermocouple method [26] in which the thermoelectric junction is established between the tip and the sample surface. For both methods, thermal imaging with a nanometric spatial resolution was reported. However, the probe and the sample should have an electrically conducting surface or a surface covered with a metallic film. This limits their applications.

Thermovoltage-based methods also involve probes with a built-in thermal sensor such as a thermocouple [8, 27–29] and a Schottky diode [11, 30]. The first is by far the most popular. Advancements in microfabrication and characterization technologies have enabled to significantly improve the design, operation and use of thermocouple probes [27]. The miniaturization of the cantilever, the tip and the junction at the tip end could lead to a decrease of the probe thermal time constants and to an improvement of the spatial resolution [8, 27–29]. Figure 2 shows an example of nanojunction that it is possible to fabricate at the end of an AFM tip [31].

Until 2002, nanoscale thermal imaging was essentially qualitative with thermocouple-based SThM probes. Different factors limited quantitative characterization. Shi and Majumdar [32] showed that the temperature rise locally measured by a probe depends on the size of the heated area on the sample surface because heat transfer occurs through the surrounding gas. The heat transfer through the surrounding gas may be considered as a perturbation for the measured thermal signal, because it degrades the spatial resolution in comparison to the one of the tip end. Such phenomenon applies to all the methods involving a built-in thermal sensor. In addition, tip and sample are not necessarily at the same temperature, as a large temperature drop can occur at the tip–sample junction due to a thermal contact resistance between the tip and the sample [32]. As discussed later in this article, the value of this thermal contact



**Figure 2** Scanning electron microscopy images of a Au–Cr thermocouple SThM probe. Reprinted with permission from Ref. [31]. Copyright 2008, AIP Publishing LLC.

resistance depends on various physical properties and on the surface of the sample. It is often unknown and difficult to determine. Moreover, the sample temperature just below the tip can be modified due to the heat flux flowing through the tip–sample thermal contact. Even if this perturbation is often neglected in SThM, it would be better to specify it for each technique.

To perform real nanoscale quantitative temperature measurement, Nakabeppu and Suzuki [33] proposed to place the set-up under vacuum conditions (below 0.1 Pa) with an active thermal feedback scheme allowing maintaining the tip temperature equal to the sample surface temperature. The tip was a single-wire thermocouple AFM probe and the probe mount was instrumented with an additional thermocouple and a heater. These measurements suggested that maintaining zero heat flux between the tip and the sample may be an alternative for quantitative temperature measurement and profiling. The temperature of the sample surface can then be measured and temperature profiles can be obtained despite unknown tip–sample contact thermal resistance or changes during a scan. However, only point measurements were performed because of the large thermal time constant ( $\sim 0.5$  s) of the used probe.

The null-point SThM (NP SThM) method was recently proposed by Chung et al. [34–36]: it requires two scans [31]. The method, based on the aforementioned thermodynamic principle, makes it possible to perform quantitative thermal profiling at nanoscale for experiments under ambient condition. Point-by-point temperature measurements of an electrically heated multiwall CNT and continuous temperature profiles of a  $5\ \mu\text{m}$ -wide aluminium line heater deposited on Pyrex glass were demonstrated.

More recently, Kim et al. [37] described an ultra-high vacuum (UHV)-based SThM technique that is capable of quantitatively mapping temperature fields with  $\sim 15$  mK temperature resolution and  $\sim 10$  nm spatial resolution.

In 2006, the use of thermocouple probes was extended to the investigation of material thermal conductivity with the proposition of a  $2\omega$  method [38, 39]. In this  $2\omega$  method, the thermocouple probe is heated by Joule effect with an ac current, consequently operating in an ac active mode, and the amplitude of the  $2\omega$  signal from the thermocouple junction is monitored (see more details on the various operating modes of resistive metallic probes in next section). The first measurements were performed in contact mode [38, 39]. Thermal conductivity contrast imaging with a nanoscale spatial resolution was reported. Since then, passive or active mode is applied with the thermocouple-based SThM probes depending on the applications.

NP SThM has also recently been shown promising for quantitative thermal conductivity profiling [36].

**2.3 Resistive probes** Various kinds of SThM probes, based on resistance thermometry, in particular metallic probes [2, 12–17, 40–42] and doped silicon probes [43–45], have been implemented.

**2.3.1 Operating modes of resistive metallic probes** All resistive metallic probes can also be used in passive and active modes.

The passive mode is used for thermometry. In this mode, a very small electrical current is passed through the probe. This results in minimal Joule self-heating and enables the measurement of the electrical resistance. During a scan, heat flows from the hot sample to the probe and changes the electrical resistance  $R_p$  of the probe. Indeed at first order

$$R_p(T) = R_{p0}(1 + \alpha(T - T_0)), \quad (1)$$

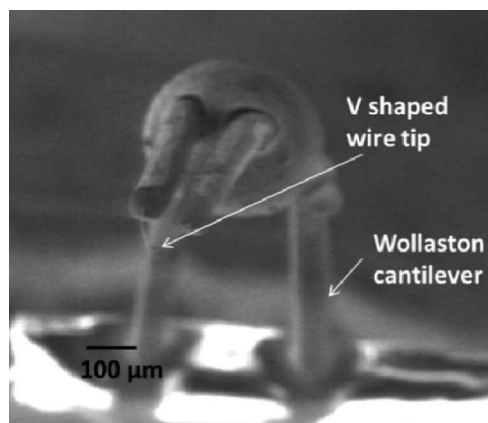
where  $R_p(T)$  is the electrical resistance of the probe thermosensitive element at a reference temperature  $T$ ,  $R_{p0}$  is the electrical resistance of the element at temperature  $T_0$  and  $\alpha$  is the temperature coefficient of its electrical resistivity.

The active mode is used to measure thermophysical properties of materials such as thermal conductivity. In this case, a larger electrical current is passed through the probe, resulting in a significant Joule heating. Part of the Joule power flows into the sample, depending on its thermal conductivity. The probe temperature is monitored by measuring the probe voltage. This temperature is related to the thermal conductivity of the sample.

The active mode can also be used to locally heat the sample in order to induce and study thermo-dependent phenomena such as in scanning thermal expansion microscopy or with the dynamic localized thermomechanical analysis method, both developed by Hammiche et al. [46].

Under both passive and active modes, dc, ac or both measurements can be performed. Exciting the probe with an ac electrical current can be useful for an improved signal-to-noise ratio, since lock-in detection is possible. It is worth mentioning that a  $3\omega$  method can be used [47], which consists in measuring the third-harmonic voltage  $V_{3\omega}$  of the resistor. The  $V_{3\omega}$  amplitude is directly proportional to an increase of temperature due to Joule heating:  $V_{3\omega} = \alpha T_{2\omega} R_{p0} I_{\omega} / 2$ , where  $I_{\omega}$  is the amplitude of the exciting current and  $T_{2\omega}$  is the amplitude of second-harmonic of the probe mean temperature. Different configurations of electrical bridge can be used to measure the electrical resistance of the probe and deduce its temperature [40–41, 48–50].

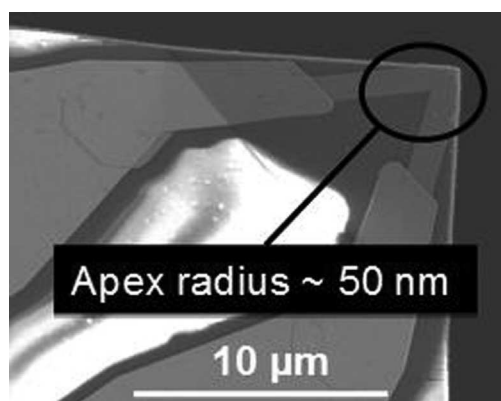
**2.3.2 Wollaston wire probe** The Wollaston wire probe was the first SThM metallic resistive probe proposed by Pylkki et al. [12, 51] in 1994. The cantilever is made of Wollaston wire consisting of a silver shell of  $75\ \mu\text{m}$  in diameter and a core of an alloy of platinum and rhodium ( $\text{Pt}_{90}/\text{Rd}_{10}$ ) of  $5\ \mu\text{m}$  in diameter [52]. At the extremity of the cantilever, the wire is bent in a V-shape and electrochemically etched to uncover the  $\text{Pt}_{90}/\text{Rd}_{10}$  part over a length of approximately  $200\ \mu\text{m}$  as shown in Fig. 3. The liberated core constitutes the thermal sensitive element. A mirror is stacked on the cantilever arms, so that the cantilever deflection can be



**Figure 3** Scanning electron microscopy image of a Wollaston wire probe [71].

controlled by the optical way. The cantilever of the Wollaston wire probe has a spring constant of  $\sim 5 \text{ N m}^{-1}$ . Its thermosensitive element has a temperature coefficient  $\alpha = 0.00166 \text{ K}^{-1}$  and its time response has been estimated to  $200 \mu\text{s}$  in air [47, 53, 54]. Because of these characteristics and its high endurance, the Wollaston probe has been attractive. This probe has been used widely for microsystem diagnostics [48, 55–57], local thermophysical characterization of various materials [58–68] and investigation of the thermal interaction between the probe and samples [69–71] (see also Section 4). However, its large active area limits the thermal investigations at nanoscales.

**2.3.3 Smaller metallic probes** To improve the method using a miniaturized resistive metallic element, several probe designs based on the deposit of a resistive element on the AFM cantilever have been proposed [2, 13–17, 40–42]. Figure 4 shows an example of design of such probe. The thermosensitive element of the probe consists of a thin Pd film positioned at the very end of a flat tip located at the extremity of a thin cantilever. The cantilever was initially made of silicon oxide but it has been recently



**Figure 4** SEM image of a palladium probe.

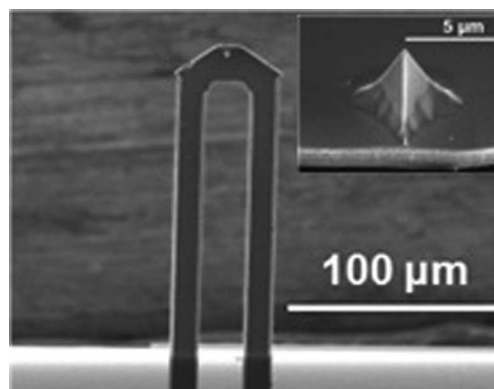
extended to silicon nitride  $\text{Si}_3\text{N}_4$  as reported by Weaver and co-workers [16]. The cantilever has a low spring constant ( $0.35 \text{ N m}^{-1}$ ). The tip is tall (around  $10 \mu\text{m}$ ) to maximize the cantilever–sample separation, minimizing the heating of the cantilever by the hot sample in case of thermometry measurement [16]. This tip has a curvature radius of around  $50 \text{ nm}$  [72] and its electrical resistance has a temperature coefficient  $\alpha \sim 0.0012 \text{ K}^{-1}$  [73]. Its time response has been estimated to a few tens of  $\mu\text{s}$  [73, 74].

Designs incorporating a multiwall CNT or similar high thermal conductivity graphene sheet material with longitudinal dimensions on micrometre length scale have been recently proposed [72] and are expected to improve the thermal and spatial resolutions. Quantitative temperature sensing at the nanoscale point contact has already been developed using a platinum hot film sensor with a CNT as the thermal probe [75]. The quantitative local temperature at the CNT probe contact point was determined by bringing the probe in and out of contact and controlling the amount of heat released by the Pt hot film.

**2.3.4 Doped Si resistor probes (DS probes)** The silicon nanoprobe were first developed by IBM for high data-storage systems and high-speed nanoscale lithography applications [76]. The cantilever is a U-shaped cantilever consisting of two micrometric legs with high-doping level and a low-doped resistive element platform. The tip possesses a nanometric curvature radius (it can reach  $10 \text{ nm}$ ) and is of micrometric height. It has a conical shape and is mounted on top of the resistive element. Later, Nelson and King [43] developed similar silicon probes but with pyramidal tips as shown in Fig. 5.

An electrical current flowing through the resistive element causes resistive heating and a temperature rise of the tip. Note that the first-order expansion of Eq. (1) is not sufficient to describe the variation of this electrical resistance as a function of temperature.

Operating in active mode, this kind of probe has mainly been used for nanothermal analysis, thermomechanical actuation, nanolithography and data storage [77]. A review of its applications is given in Ref. [77] and some examples of



**Figure 5** SEM image of a doped silicon probe.

its application in SThM are described in Section 4 of this article.

**2.4 Other probes and techniques** In addition to the thermoresistive and the thermocouple phenomena, few other thermally dependent physical effects can be exploited for thermal investigations at the micro and nanoscale.

**2.4.1 Thermoacoustic effect** Thermal expansion can be utilized to measure the increase of temperature. Majumdar et al. invented a scanning-Joule expansion microscope (SJEM) in the 1990s by measuring the dilation of a material in which a Joule heating resistor was embedded [78, 79]. Due to Joule heating, the material could be heated and a standard AFM was placed on top of the surface to measure precisely the surface position. Knowing that thermal expansion coefficient is usually in a range close to  $10^{-5} \text{ m K}^{-1}$ , a minimal size of few tens of microns is required for the sample. Similar technique has also been applied by Cretin [80] and Gurrum et al. [81]. We note however that the geometry of the material or device should be known prior to the experiment if one wants to apply this technique.

The thermal expansion can also be generated optically. This is the principle of AFM-infrared (AFM-IR) spectroscopy developed by Dazzi et al. [82]. Here, an infrared pulse is generated either by a pulsed source facility [82] or by a less-resolved but more practical table-top infrared light source [83]. The goal is to detect if the sample absorbs radiation in the infrared spectrum at the chosen exciting frequency (or frequency band). It is interesting to note that here the technique takes advantage of the dynamics of the phenomenon: the short pulse leads to the thermal expansion which will shake the AFM tip in contact with the excited sample. As a consequence, the cantilever will start to oscillate. If the heating frequency is close to the cantilever resonance  $f_{\text{res}}$ , an amplification of the signal can happen. The cantilever should indeed be considered as a frequency filter with some resonances. This technique can be used to perform a spectroscopic analysis of the sample. This technique is not strictly speaking a SThM, but involves heating to perform spectroscopy. Interesting applications are found in biology, e.g. for localizing viruses in cells [84].

**2.4.2 Bimetallic probes** When two materials in contact with different thermal expansion coefficients are involved, thermal expansion can lead to a bending effect. This especially happens in the case of a bimetallic cantilever. Because of the lengths of cantilevers in the micron to millimetre range and the very sensitive detection of the cantilever position in AFMs, very tiny changes in the average temperature of cantilevers can be observed. Majumdar et al. showed that changes down to few  $10^{-5} \text{ K}$  could be observed [85]. The idea was then to link the temperature of the cantilever to the one of the sample. This can be done by considering a physical model describing

the configuration of the experiment. Refs. [86–88] took advantage of this technique.

This technique has been applied for the measurement of thermal radiation between objects separated by nano to micrometre-scale distances [89, 90]. The exchanged heat flux is increased in comparison to large separation distances due to the opening of near-field radiative heat transfer channels. Here tip and sample are not in mechanical contact, and no feedback is needed in order to maintain the cantilever in its initial position: only its displacement is monitored.

**2.4.3 Fluorescent-particle based tips** Fluorescence is a phenomenon which depends strongly on temperature, because the emitted intensity  $I_{\text{em}}$  is proportional to the population of excited states. This population is proportional to the Bose–Einstein statistics when the fluorescent material is in thermal equilibrium at temperature  $T$ :

$$I_{\text{em}} \approx \frac{1}{e^{(\hbar\omega/k_{\text{B}}T)} - 1} \approx e^{-(\hbar\omega/k_{\text{B}}T)}, \quad (2)$$

with  $k_{\text{B}}$  the Boltzmann constant and  $\hbar\omega$  the photon energy.  $\hbar = h/2\pi$ , where  $h$  is the Planck constant.

By monitoring the evolution of the intensity of an emitting material at a given frequency, one can deduce the temperature variation of the sample. Interestingly, the ratio of the intensities of two bands depends only on their frequencies and on temperature. Aigouy has proposed a new SThM tool based on fluorescence by gluing a small fluorescent particle (Er-based) at the very end of an AFM tip [18, 91]. The temperature of the tip is then assimilated to the temperature of the fluorescent particle.

**2.4.4 Near-field thermal radiation** Kittel et al. have developed a SThM which operates within an STM [29, 92–94]. Here a thermocouple is set at the end of the tip and the instrument is located in a UHV chamber to avoid any contamination issue. Interestingly, this set-up can operate in non-contact mode and enables to measure the near-field thermal radiative heat transfer between the tip and the sample (see Section 4.5). Such an instrument could show for example that the heat radiated by a monolayer dielectric island can be detected [95].

**2.4.5 Towards new tips?** Beyond the currently used ones, few techniques appear promising. Among them, one can notice another scanning probe technique called ‘thermal radiation STM’ (TR-STM), which is based on the detection of a heated sample. Here, it is the thermal radiation emitted by the sample that is scattered by the probe, which is modulated in height by means of the tapping mode [96, 97]. The scattered radiation is collected with the help of a detector locked to the tapping frequency. A Fourier-transform infrared (FTIR) analysis of this radiation can be performed to observe the spectroscopic features of the sample. It is also possible to heat the tip directly instead of the sample [98].

This points out to the new possibilities of using probes for various purposes in the same time. It is well known that SPM can be used to investigate, at the nanoscale, electrical potential, electrical and electromechanical properties [99], magnetic properties [100], chemical characteristics [101], mechanical properties [102–105], etc. It may be possible to combine SThM with at least one of these other applications, resulting in a multifunctional probe. This has already induced many fruitful developments [106–109] and will open totally new era for SThM.

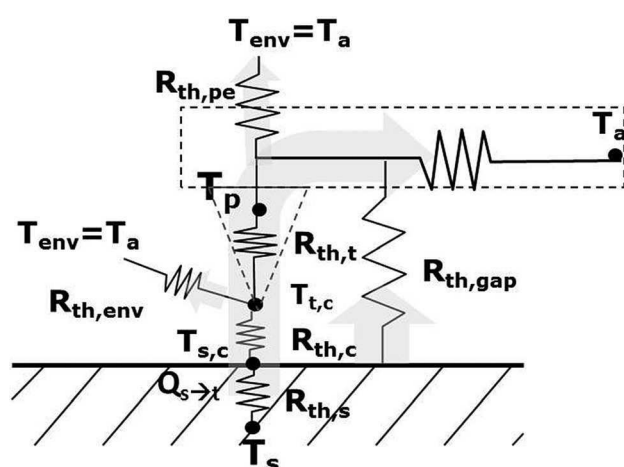
### 3 SThM measurement approaches

**3.1 Energy balance** As in all thermal measurement method involving a sensor in contact or in proximity with the sample surface to be characterized, the quantity of heat exchanged between the sample and the tip  $Q_{s-t}$  depends on the energy balance of the system that consists of the sensor in contact with the sample and interacting with its surrounding environment.  $Q_{s-t}$  is consequently a function of the effective thermal properties of sample and probe, and temperatures of probe, sample and their surrounding environment.

For thermometry in steady-state regime and passive mode, a heat quantity is exchanged between the hot sample and the probe that is initially at room temperature. In a very simplistic way, this may be described by the thermal resistance network represented in Fig. 6. The corresponding expression of  $Q_{s-t}$  can then be written as

$$Q_{s-t} = \frac{T_s - T_{t,c}}{R_{th,s} + R_{th,c}} = \frac{(T_p - T_a)(R_{th,pe} + R_{th,cant.})}{R_{th,pe}R_{th,cant.}} + \frac{T_{t,c} - T_a}{R_{th,env}}, \quad (3)$$

where  $T_s$  is the sample temperature to be determined and  $T_p$  is the probe temperature that is measured. The contact of the



**Figure 6** Thermal resistance network model for a probe used in passive mode. Here  $T_{sp}$  is the sample surface temperature perturbed by the heat transfer between the sample and the cantilever far from the tip–sample thermal exchange area.

hot sample with the probe initially at ambient temperature  $T_a$  leads to a decreasing of the temperature within the sample under the probe–sample contact of temperature  $T_{s,c}$  and an increasing of the temperature at the tip apex  $T_{t,c}$ .  $R_{th,s}$ ,  $R_{th,c}$  and  $R_{th,t}$  are the thermal resistances associated respectively to the heat transfer within the sample at the level of the constriction near the contact (sample thermal spreading resistance), to the heat transfer from the sample to the tip and to the heat transfer between the tip apex and the thermosensitive element of temperature  $T_p$ . The heat losses to the environment are included in three thermal resistances:  $R_{th,env}$  that describes the heat losses to the surrounding environment between the probe apex and the sensitive element,  $R_{th,pe}$  that represents the probe heat losses after the sensitive element by convection and radiation to the environment and  $R_{th,cant.}$  that corresponds to the heat losses by conduction in the probe support or cantilever. Let  $R_{th,p}$  be the equivalent for the last two thermal resistances. We note that a parasitic heat transfer from the sample directly to the cantilever, here represented by  $R_{th,gap}$ , can take place, but this will be neglected in the following.

In the simple case of a sensitive element at the tip apex, which is the case for almost all the thermovoltage-based SThM probes ( $T_{t,c} = T_p$  and  $R_{th,env} = R_{th,t} = 0$ ), and no heat transfer between the cantilever and the sample surface,  $Q_{s-t}$  may be written as

$$Q_{s-t} = \frac{T_s - T_p}{R_{th,s} + R_{th,c}} = \frac{(T_p - T_a)(R_{th,pe} + R_{th,cant.})}{R_{th,pe}R_{th,cant.}} = \frac{T_p - T_a}{R_{th,p}} \quad (4)$$

and the value of the correction to be applied to the nominal measurement of the instrument  $T_p$  is

$$\delta T_p = T_s - T_p = \frac{(T_p - T_a)(R_{th,s} + R_c)}{R_{th,p}}. \quad (5)$$

This last expression shows that  $\delta T_p$  is dependent on the heat transfer within the sample (through  $R_{th,s}$ ) and from the sample to the whole probe and its surrounding (through  $R_{th,p}$ ). In addition, it depends on the heat transfer between the tip apex and the thermosensitive element if this last element is not located at the tip apex.  $\delta T_p$  also depends on the resistance of the tip–sample thermal contact  $R_c$ .

If  $\delta T_p$  is unknown, only the probe temperature  $T_p$  can be measured: SThM temperature measurement requires the determination of the various thermal resistances of the network shown in Fig. 6.

In practice, the error  $\delta T_p$  is very variable from a sensor to another one and from an experimental configuration to another one. The power rate transferred from the sample to the probe  $Q_{s-t}$  depends on many parameters characterizing:

- the surrounding gas (pressure, temperature, degree of relative humidity),

- the tip–sample mechanical contact: mechanical properties of tip and surface, tip–sample force, surface roughness and topography,
- the thermophysical properties of probe and sample.

As shown in Section 3.2, experimental calibration methodologies have been proposed for the determination of  $\delta T_p$ . The estimation of all the involved parameters through modelling is not trivial and is still one of the main limitations of SThM involving nanoprobes. Indeed, heat transfers at micro and nanoscales within the tip and sample, exchanged between the probe and the sample through surrounding gas and radiation or through nanoscale contacts must be considered in the estimation of  $\delta T_p$ . The tip–sample heat transfer is described in details in Section 4.

For thermophysical measurement (active mode), the heating of the sample by the probe operating in active mode (in dc or ac regimes) is required. The temperature sensor is heated through Joule effect and plays the role of heat source for the sample. Under this condition, the rate of the heat transferred by the probe to the sample  $Q_{t,s}$  may be written as a function of the thermal power  $P$  used for the heating of the probe, the measured probe temperature  $T_p$  and the thermal conductivity of the sample  $k_s$ . Depending on the probe, various analytical and numerical models have been proposed [6, 36, 47, 54, 67, 70, 72, 73, 110–114] to link the nominal signal effectively measured (voltage) and the parameters to be determined ( $k_s$ ).

For resistive probes, the thermal sensor cannot be assumed to be located at the probe apex. The probe temperature at the probe apex  $T_{t,c}$  must be known to rigorously establish the expression of the power exchanged between the probe and the sample. We note also that some studies have been proposed for thermocouple probes [31, 115]. A majority of models have considered the geometrical and dimensional parameters and the physical properties of materials to describe the probe. They also include effective parameters such as:

- an effective coefficient  $h$  of heat losses by the whole probe surface to its environment, which is key to the expression of the thermal resistance  $R_{th,pe}$  in the Eqs. (3) and (4),
- the effective thermal resistance  $R_{th,c}$  generally used for describing the probe–sample thermal interaction at the level of the probe–sample contact. Thermal interaction is then assumed to take place across an area generally described as a disc of effective radius  $b$  at the sample surface.

For bulk and homogeneous thick samples, the sample thermal conductivity  $k_s$  is included in the expression of the sample thermal spreading resistance  $R_{th,s}$  that can be written as

$$R_{th,s} = \frac{1}{4k_s b}, \quad (6)$$

if one assumes that the heated area on the sample surface is circular of effective radius  $b$  and isothermal [116].

As explained in the next section, the comparison of the effective tip–sample system thermal modeling with measurements enables the determination of the unknown modeling parameters. Once calibrated for a given experimental configuration (probe and surrounding environment), the modelling is used to characterize unknown specimens from measurements performed in the same configuration such as in Refs. [65, 73, 107].

**3.2 Calibration** The calibration consists in performing measurements with a reference sample and comparing the determined value to the expected one. If they are not equal, one can correct the setting of the unit. In SThM, the calibration consists mainly in specifying the link between the thermovoltage (thermocouple junction) or the electrical resistance (resistive probe) measured with either the sample temperature or the sample thermal conductivity. Purely experimental methods with known samples and methods involving modelling of the measurement have been used.

### 3.2.1 Experimental calibration for thermometry

The calibration methods implemented for the determination of the error  $\delta T_p$  have mainly used laboratory self-heating samples. They have been based on comparisons of SThM measurements with either measurements obtained by optical thermometry methods or results of simulation of the sample surface temperature (or both). However optical thermometry methods have spatial resolution limited to few hundreds of nanometres and simulations at micro and nanometric scales are often dependent on simplifications or critical parameters. As a result, these comparisons are not always perfectly applicable to SThM temperature measurements with spatial resolution of few tens of nanometres, so precautions are necessary and limit the temperature measurement at nanoscales. One regularly evoked solution would be to exploit the null-point SThM (NP SThM method [34–36], see Section 2.2) based on specific measurements, which ensure that  $Q_{s-t}$  nullifies:

$$Q_{s-t} = \frac{T_s - T_p}{R_{th,s} + R_{th,c}} = 0. \quad (7)$$

Self-heating samples that have been used or fabricated for SThM calibration include instruments that are specifically designed for absolute temperature measurements on the scale of  $1 \mu\text{m}$ . They are based on the measurement of the Johnson–Nyquist noise in a small metallic resistor [117], or instrumented membrane [118]. Other samples have been based on hot sources implemented in subsurface volume with a metallic line heated through Joule effect [20, 31, 32, 36, 37, 48, 119, 120]. The samples are generally heated in ac regime to demonstrate thermal mapping with low signal-to-noise ratio. They have been also used to characterize the dynamic response of sensors, which is also an important parameter to be considered.

Let us notice that accurate temperature measurements after calibration with such samples will only be possible on samples that hold surface properties close to the ones of the calibration samples.

### 3.2.2 Experimental calibration for thermal conductivity analysis

For thermal conductivity analysis, an experimental calibration can be performed with a set of experiments involving flat bulk samples of well-known thermal conductivities in a range that covers the expected value of the thermal conductivity  $k_s$  to be measured. Practically, the tip is usually heated with an increase of temperature  $\Delta T$  larger than 80 K to ensure a good signal-to-noise ratio and avoid issues related to the presence of a water meniscus [121, 122] (see Section 4.3). A stable dc current heats up the tip through Joule effect, and the electrical resistance of the tip is constantly monitored. The probe is measured with a balanced Wheatstone bridge that involves a feedback loop enabling to set a constant value of its electrical resistance (see Fig. 1). The average probe temperature is then kept constant during the measurement, and it is the electrical current that can vary. The data associated to each known sample are reported on a  $\Delta P/P_{in} = f(k_s)$  plot, where  $P_{in}$  is the Joule power required to heat the tip at the set temperature when the tip is in contact with the sample of thermal conductivity  $k_s$  and  $\Delta P = P_{in} - P_{out}$  is the difference with the Joule power required to set the tip temperature when the probe is far from the contact [123]. The method can also be performed with measurements in the ac regime.

### 3.2.3 Calibration through comparison between measurement and modelling

As for numerous experimental methods of characterization, the fitting of simulated measurements with experimental data in well-known conditions can be used for the identification of the modelling parameters in SThM. These parameters may include probe parameters. The thermal resistance  $R_{th,t}$ ,  $R_{th,cant}$  and  $R_{th,env}$ ,  $R_{th,pc}$  indeed depend on the shape and sizes of the probe. For probes that have been partially made by hand, such as the Wollaston one, these parameters may vary from one tip to another. Even nanofabricated probes, which benefit from the reproducibility associated to cleanroom CMOS standard technology, may have little variations in the parameters. The user certainly does not want to inspect systematically all the tips with scanning electron microscopy (SEM). In addition, SEM check does not necessarily provide all the relevant information. For this reason, Lefèvre et al. [47] have proposed to use a sweep in frequency  $V_{3\omega}(f)$  ( $f = \omega/2\pi$  with  $\omega$  the angular frequency) in order to determine the cut-off frequency  $f_c$ , which is linked to the size of the heating element in their Wollaston resistive tip (length of the resistive filament) [47]. The amplitude of the signal close to the static operation  $V_{3\omega}(f \rightarrow 0)$  then provides the radius of the filament, so that a full determination of the resistor is performed with such sweep. The method enables a useful direct experimental determination of some modelling parameters for the Wollaston probe. Puyoo et al. [73,

124] did similar analysis for the Pd probe and showed that its smallest dimension increases the value of the cut-off frequency, therefore higher-frequency operation and faster scans are possible. The drawback of such characterization lies in the determination of  $f_c$ , with some uncertainty due to experimental measurement. These works used probes operating in active mode but such calibration can be performed for thermometry in a similar fashion [54].

Modelling parameters, such as the effective coefficient  $h$  of heat losses by the whole probe surface to its environment and the effective parameters  $R_{th,c}$  and  $b$  generally used for describing the probe-sample thermal interaction, can also be determined through the fitting of simulated measurement with experimental data in well-known conditions (various surrounding conditions [125], various frequencies of heating of the probe [47, 73, 113], various samples...). The method has been used not only for thermal conductivity measurement of various materials [65, 73, 107] but also to study the probe-sample heat transfer. In particular, the comparison of a tip-sample heat transfer model with measurements under ambient air on a set of samples of various thermal conductivity has suggested that both  $R_{th,c}$  and  $b$  depend on the thermal conductivity of sample [126]. Values of  $R_{th,c}$  and  $b$  for the Wollaston probe were then respectively found varying from  $2 \times 10^6 \text{ KW}^{-1}$  to  $1 \times 10^5 \text{ KW}^{-1}$ , and from 550 to 150 nm when the sample thermal conductivity increases [126]. Assy et al. have recently shown that this dependence on the sample thermal conductivity is not negligible from similar measurements [127]. Furthermore, other works [70, 128] suggested a non-negligible contribution of the thermal resistance of the solid-solid contact between the probe and the sample. This contribution depends on the sample thermal conductivity but also on the sample mechanical properties and roughness [128, 129]. To date, no analytical expression of  $R_{th,c}$  depending on the sample physical properties is available. Numerical simulation appears appropriate for describing the probe-sample interaction through air. As a consequence, the purely experimental methods previously described are preferable for simple measurements.

We note that an almost similar calibration methodology has recently been demonstrated comparing measurements performed with a Wollaston probe far from contact and without contact but at a small distance ( $< 100 \text{ nm}$ ) from the sample surface, confirming that heat transfer is mainly exchanged through air with the Wollaston probe [66, 125, 130] (see Section 4.4).

It has also been demonstrated that this calibration methodology is applicable for the resistive palladium probe (see Fig. 4) operated in air [131, 132] and under vacuum conditions [132].

Current Si probes with nanotips may be sensitive to a reduced range of thermal conductivities [133] compared to the one of larger and metallic probes. This is specifically due to nanoscale size effects. At room temperature the phonon averaged mean free path  $\Lambda_{ph}$  in pure crystalline silicon is approximately 300 nm [134] and exceeds the actual sizes of

the tip apex of the Si probes. As a result a macroscopic description of heat transfer does not accurately model the heat flow and the heat conduction through the tip is modelled as quasi-ballistic transport. A Mathiessen rule can be applied to calculate a mean free path modified from the bulk value by accounting boundary scattering. Analytical expressions have already been proposed for simple geometries [135]. As a consequence an additional thermal resistance must be considered to describe heat transfer at the probe apex [45, 111, 136]. As discussed in the following, the expression of the sample thermal spreading resistance  $R_{th,s}$  as well as the microscopic description of the probe–sample heat transfer may also be strongly affected and fails due to nanoscale size effects.

Whatever the probe, a better understanding of the thermal interaction between a SThM tip and a sample is however crucial for a good understanding of measurement and a good interpretation of the contrast of thermal images. The following part focuses on the current description of the different heat transfers contributing to the probe–sample thermal interaction.

#### 4 Probe–sample heat transfer

**4.1 Heat transfer channels** Various mechanisms of heat transfer between the probe and the sample coexist. Figure 7 shows the heat flow paths from a hot probe to the sample for experiments performed under ambient air. The heat transfer channels between the probe and the sample include radiative heat transfer, thermal transfer through the surrounding gas, heat conduction through the liquid meniscus formed at the tip–sample junction and heat conduction through the mechanical contacts between both objects.

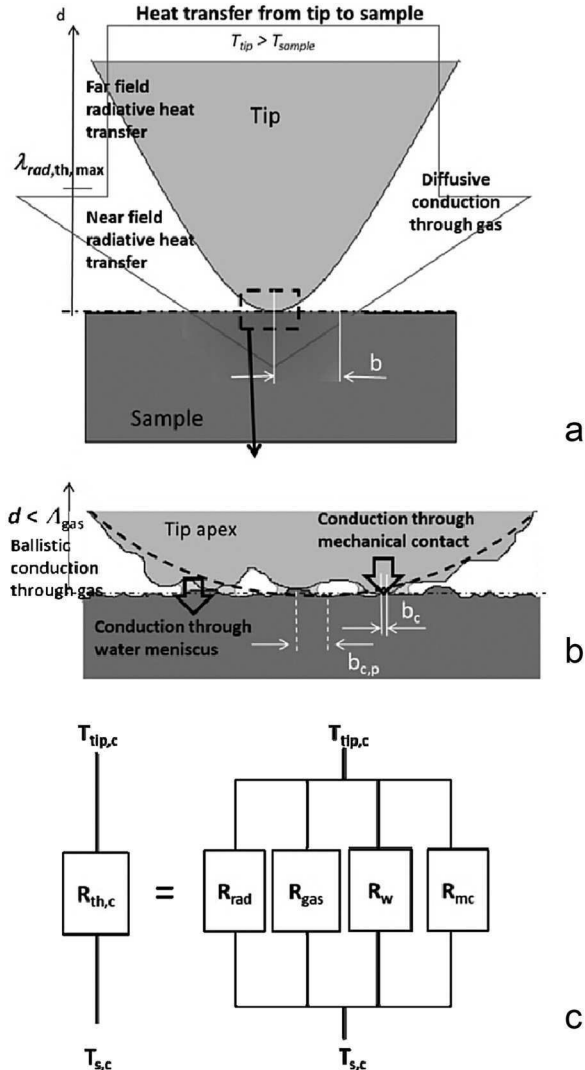
Very schematically, the effective thermal resistance  $R_{th,c}$  describing the probe–sample thermal interaction at the level of the probe–sample interface may be written as proposed by Majumdar [27, 32]:

$$R_{th,c} = \frac{1}{G_{th,c}} = \frac{1}{G_{rad} + G_{gas} + G_w + G_{mc}} \quad (8)$$

with  $G_{th,c}$  the effective thermal conductance describing the probe–sample thermal interaction, and  $G_{rad}$ ,  $G_{gas}$ ,  $G_w$  and  $G_{mc}$ , the thermal conductances describing the probe–sample heat transfer through radiation, gas conduction, liquid meniscus conduction and conduction through the mechanical contacts, respectively.

#### 4.2 Heat conduction at the tip–sample contact

The radius of the mechanical contact  $b_{c,p}$  is generally estimated from mechanical contact theories [137–140]. These theories apply to the contact between a sphere and a flat surface and their use leads to consider an ideal contact between surfaces of perfect quality. Whatever the considered SThM tip,  $b_{c,p}$  is estimated to be lower than a few tens of nanometres. For such nanoscale contacts, phonon mismatch and mechanical contact geometry have to be



**Figure 7** Schematic representations at different length scales (not at scale) of the heat flow paths from the very end of a heated tip at temperature  $T_{tip}$  to a sample at lower temperature  $T_{sample}$ . (a) Microscopic probe–sample contact;  $b$  is the radius of the effective thermal contact. (b) Microscopic multi-asperity contact. The dotted line represents the ideal profile of the tip apex.  $b_c$  and  $b_{c,p}$  are, respectively, the mechanical contact radii associated to the ideal profile and the real profile of the tip apex. (c) Thermal resistance network model of the thermal resistance of the probe–sample thermal interaction  $R_{th,c}$ :  $R_{rad}$ ,  $R_{gas}$ ,  $R_w$ , and  $R_{mc}$  are, respectively, the thermal resistances describing the probe–sample heat transfer through radiation, gas conduction, liquid meniscus conduction, and conduction through solids close to the mechanical contact.  $T_{tip,c}$  is the mean temperature of the tip apex.

accounted for the estimation of the contribution of the solid–solid interface to the measurement.

An interfacial contact thermal resistance (thermal boundary resistance) should be considered at the tip–sample interface due to the difference in phonon dispersion between the two materials in contact [141–145]. This boundary

resistance can be estimated as

$$R_{\text{th,contact B}} = \frac{R_{\text{th,B}}}{\pi b_{\text{c,p}}^2}, \quad (9)$$

with  $R_{\text{th,B}}$  a thermal boundary resistance that has the same units as the bulk thermal contact resistance. The values of  $R_{\text{th,B}}$  experimentally determined for solid–solid contacts near room temperature typically lie in the range  $5 \times 10^{-7}$  to  $5 \times 10^{-9} \text{ m}^2 \text{ KW}^{-1}$  [43, 144, 146].

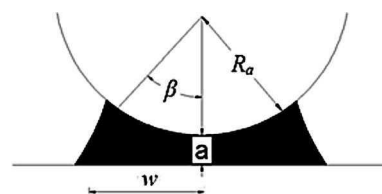
Since the tip–sample interface is never perfect, (i) water, contamination or oxide layers can cover surfaces and (ii) the contact area is non-continuous due to surface roughness or weak coupling bonds between the atoms of solids. Advanced contact models have been developed to account for the weak coupling. The transmission probability is then related to the mechanical coupling spring between the two solids [147, 148]. Moreover, due to the roughness of the tip and sample surfaces, the apparent contact surface is not continuous. This surface can be divided into smaller contact area (of size  $b_c$  in Fig. 7b). Appropriate modelling of this effect depends on the ratio of the averaged mean free path of heat carriers  $\Lambda_c$  to the size  $b_c$ . If  $b_c \gg \Lambda_c$ , diffusive transport applies. Classical solutions are applicable:

$$G_{\text{th,contact}} = Kk_s b_c, \quad (10)$$

where  $K$  is a geometrical factor describing the heat spreading within the sample (see Eq. (6)).

On the other hand, if  $b_c < \Lambda_c$ , ballistic solutions must be considered [149]. When  $b_c \ll \Lambda_c$ , the notion of finite contact spots may be extrapolated to the atomic scale [150, 151]. Gotsmann and Lantz [151] have recently suggested that a quantization of thermal conductance could occur when  $b_c$  becomes lower than  $\lambda_{\text{coh}}$ , the phonon coherence length, while the distance between individual contact spots may exceed  $\lambda_{\text{coh}}$ . This may take place, e.g. for single-atom contacts. Related experimental works were performed under UHV with doped silicon probes with end tip specifically prepared for the purpose [151]. Under such environmental conditions, probe–sample thermal interaction involves near-field heat transfer and conduction through mechanical contact. From almost similar experiments under UHV, Pettees and Shi [136] studied the phonon transport through a nanoscale point contact between a Si tip and a Si sample. Several models were used to evaluate the contact area critical for interpreting  $R_{\text{th,c}}$ . These works characterized the thermal boundary resistance  $R_{\text{th,B}}$  for the considered Si-Si nanocontact by using a nanoconstriction model. These authors also examined the expression of the quantum thermal conductance and suggested the inaccuracy of such a model to explain measurement results obtained above room temperature [136].

**4.3 Water meniscus** When the SThM probe contacts the sample, a water meniscus appears due to the capillary condensation of humidity. The heat path through water



**Figure 8** Schematic of the meniscus between probe and sample.

meniscus was scarcely studied in the literature and little information exists about the meniscus thermal conductance. The reason behind is that most of the properties of the water at small scales are still unknown and especially the thermal properties. Luo et al. [6] suggested that the meniscus conductance  $G_w$  is dominant among the heat transfer mechanisms. Based on the Kelvin equation,  $G_w$  was given as [6]

$$G_w \approx 2\pi k_w R_a \left[ \ln \left( 1 + \frac{R_a}{a} (1 - \cos \beta) \right) + 1 - \cos \beta \right]. \quad (11)$$

Here,  $k_w$ ,  $a$  and  $R_a$  are, respectively, the meniscus thermal conductivity, the probe–sample separation and the apex radius,  $\sin \beta = w/2R_a$  where  $w = 2r_2$  is the meniscus width as shown in Fig. 8. Their probes were made of thermocouple junctions (Au–Ni or Au–Pt) and the tip radius was around 100 nm. The thermal conductance determined from the experimental measurements was on the same order than the ones estimated using Eq. (11).

Using the same configuration of probe and sample, Shi and Majumdar [32] later estimated that the heat transfer through meniscus is negligible in front of the heat transfer through air. The authors did not account for the thermal conductances at the probe–water and water–sample surfaces in their first work [6] and that was probably the reason behind such difference [32].

Taking into account these thermal conductances, Assy et al. [122] have recently shown that conduction through water meniscus is not dominant in the probe–heat transfer interaction for the Wollaston probe, whatever the probe temperature. The values of the thermal conductances are lower than  $0.2 \mu \text{ WK}^{-1}$  which is one order of magnitude smaller than the values of the thermal conductance due to the heat transfer through air ( $G_{\text{air}} \simeq$  a few  $\mu \text{ WK}^{-1}$  [69, 70, 125]). The study was performed at various Wollaston probe temperatures on a sample of hydrophilic nature. The thermal conductance describing the heat transfer through the meniscus could be estimated through the analysis of the capillary forces.

Since the thermal conductance of the water meniscus depends on the dimensions of the meniscus, many factors might influence this heat path: hydrophilic or hydrophobic nature of the surfaces [152, 153], roughness of surfaces [154, 155], relative humidity [156].

**4.4 Air heat transfer** Heat can be transferred from the hot tip to the sample (or from the hot sample to the cold

tip) through the air when the microscope is not located in vacuum. Indeed, a large area of the probe is in contact with the air lying around and can heat it. Hot air can then heat the sample. It is important to note that the hot part of the tip can extend over tens of micrometres in some SThM probes. As a consequence, the heated part of the sample could potentially be as large, which raises questions about the spatial resolution of SThM. It has been shown that the heat flux deposited by the heated Wollaston probe, of micrometre size, can indeed extend over few microns [125, 157]. As a consequence, this heat transfer mechanism is extremely efficient. 65% of the heat transferred from the Wollaston probe to the sample is carried by air at room temperature [158]. When the heater is far from the tip end and therefore from the sample (such as for the silicon tip), strong probe–sample air heat transfer also occurs, with air being heated at the area of the conical tip or directly by the cantilever. When the tip–sample distance is large, heat convection can occur: the heat flux will be carried by the motion of air generated by the temperature difference [157]. At shorter distances (few micrometres and below), heat diffusion will be the main mechanism of heat transfer through the air. The heat transfer can then be modelled with standard finite-element modelling (FEM) tools. When the distance reaches few hundreds of nanometres, ballistic heat transfer will appear. The mean free path of the heat carriers, here air molecules (mostly nitrogen ones),  $\Lambda_{\text{air}}$  becomes comparable with the tip–sample distance ( $\Lambda_{\text{air}} \sim 70 \text{ nm}$  at  $P = 1 \text{ bar}$ ). In principle, FEM tools cannot be used anymore and more advanced methods have to be considered [32, 159, 160]. Direct simulation Monte Carlo (DSMC) [161, 162] and a quasi-ballistic heat transfer model [160] have indeed been developed to better assess the subcontinuum conduction. However, if the area involved in ballistic heat transfer is much smaller than the one involved in diffusive heat transfer, the ballistic regime can be safely neglected. This may be the case in very-conical tips of micrometre sizes.

A large part of the heat can be lost in the air because heat lost by a hot tip does not necessarily flow towards the sample. For the Wollaston tip, this part of the Joule power is close to 40% [163, 164]. It is therefore very important to precisely know the heat transfer coefficient  $h$  that describes the air–wall heat losses, in particular because its value can be different at micro or nanoscale than what is expected from macroscale correlations [164].  $h$  can be identified by comparing the probe signal while working under ambient environment and under vacuum conditions where no transfer to the air is assumed. For the Wollaston tip,  $h \sim 3000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$  [158, 160]. For the palladium wire, Puyoo [132] identified a value close to  $6600 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ . Kim and King [164] used numerical simulations and FE model to determine the heat losses to the air from the silicon cantilever of the silicon probes. The estimated coefficient  $h$  around the leg was found about  $2000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$  and around  $7000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$  to the heater in the case of steady state heating.

All the values of  $h$  in the studies mentioned above show that heat losses are largely enhanced at small scale

comparing to the values at the macroscale. We should mention that these studies identified the values of  $h$  when the probe is out of contact with the sample. Such values are susceptible to change when the probe comes to contact with the sample because of a restricted area of exchange between the probe and the environment medium. This effect has been neglected up to now.

**4.5 Thermal radiation** When not in vacuum, it is very difficult to determine experimentally the fraction of heat that is transferred or lost by thermal radiation. Very often, air heat transfer, by convection, diffusion or by ballistic heat transfer, cannot be distinguished from thermal radiation. As a consequence, it has been customary to neglect thermal radiation or to include it in the evaluation of another heat transfer mechanism [163]. This second way is particularly attractive when dealing with the air heat losses previously mentioned, as thermal radiation towards environment can be embodied in the coefficient  $h$ .

However, it should be underlined that thermal radiation mechanisms are very different when the involved sizes are comparable to, or smaller than, the typical wavelength  $\lambda$  defined from Wien's displacement law  $\lambda T = 2897 \mu\text{m K}$ . Below few tens of micrometres (at room temperature), not only the classical thermal radiation mechanism (termed far-field) is possible, but also near-field radiative heat transfer due to tunnelling of evanescent surface waves generated by thermal motion [165–166]. This means that the transferred radiative heat flux can be increased by orders of magnitude in comparison to the far-field prediction [167–169]. This has been verified experimentally with bimetallic probes on which large spheres were attached, to increase the area of exchange of thermal radiation [89, 90]. It is also at the heart of the principle of the scanning thermal microscope developed by Kittel and colleagues, which is based on the non-contact heat exchange due to near-field heat transfer. The increase due to near-field is intense when the optical spectra of the material exchanging radiation are similar. When they are not, heat transfer is not as large and may not be very effective [170]. In addition, computation of near-field heat transfer may be dependent on the geometry while only few academic cases have been considered up to now. A tip–sample interaction model involving electric and magnetic dipolar contribution of the tip and multireflections has been proposed [171, 172]. We note that the effective tip radii reproducing the experimental data are larger than the ones observed by SEM. For large tips, a proximity approximation may be used [173]. A conical-tip calculation is also available [174]. The impact of thermal radiation on SThM can be considered as an open question in many cases and should deserve intense research in the next years.

**5 Applications** SThM is mostly used for thermometry, for thermal conductivity characterization of materials as well as a way to determine local phase-change transition. It is operated in air, in vacuum, and has been recently extended to liquids [175–176].

**5.1 Thermometry** Investigations of sample surface temperature have been performed through point studies and mappings of the amplitude of the steady periodic temperature field.

Single to be commercialized for more than 15 years, the Wollaston probe in passive mode was used for microsystem diagnostics [48, 55–57]. It was successfully used to characterize the temperature profile measurements of a PN thermoelectric couple [55] and shown to be useful for failure localization and analysis of integrated circuits [48, 177, 178]. These studies were made in ac regime. However, the active area, the size and shape of the Wollaston probe limited the thermal investigations of ICs due to topography-related artefacts in thermal images [47] and the analysis of nanoscale structures. As a result, applications of SThM to active microdevices and nanodevices have mainly been performed with smaller probes.

The first thermocouple probes with a built-in thermal sensor [179] were used to measure the distribution of the amplitude of the steady periodic temperature field inside a vertical-cavity surface-emitting laser (VCSEL) [179]. Since then, SThM using small probes (thermocouple, resistive probes as well as fluorescent particle probes) has been used to characterize the heat dissipation and transport pathways in various nanocomponents such as multiwall carbon nanotubes MWCNs (about 10 nm in diameter) and single wall carbon nanotubes  $\sim$ SWCNs (about 1–2 nm in diameter) [180–182], Joule self-heated graphene nanoribbons (GNRs) [183], self-heating silicon nanowire and a self-heating nanowire diode (with doped Si probes) [120], nanoscale constrictions in metallic microwires deposited on an oxidized silicon substrate [119], suspended (with asymmetric type of contacts) current-carrying GaN nanowires [184].

It is important to remind that thermal imaging with SThM was essentially qualitative until 2002. Kwon et al. [185] were the first in 2003 to demonstrate that the amplitude and phase of the steady periodic temperature field can be mapped quantitatively under ambient conditions without the distortion due to the heat transfer through the air gap with an SThM probe. This is possible if the heating frequency of the steady periodic temperature field to be measured is sufficiently high. They explained that the influence of the thermal wave transferred through the air gap and the cantilever of the SThM probe becomes negligible compared to that of the thermal wave transferred to the sensor directly through the tip–sample thermal contact because the penetration depth of the thermal wave decreases with increasing heating frequency. A quantitative measurement of the steady temperature distribution under ambient conditions was recently demonstrated with a spatial resolution around 50 nm bounded by the diameter of the tip–sample thermal contact area [36].

As already mentioned in Section 2.2, UHV-based SThM technique enables to quantitatively map temperature fields with much better spatial resolution. However, temperature uncertainty may be larger in vacuum due to the smaller heat transfer between the tip and the sample.

**5.2 Thermal conductivity** For thermal conductivity measurements, the tip acts as a thermometer and delivers heat to the sample simultaneously (conventional SThM in active mode either in dc or ac regimes). The thermal investigation of matter by use of a very-localized heat source enables materials to be probed at the level of very small subsurface volumes. Therefore, the technique has quickly appeared to be a promising method to study the thermal conductivity of micro and nanostructures. We mention some examples of analyses in the following.

The Wollaston wire probe was the leading probe during a long time. It has been applied through point measurements to the characterization of various bulk materials and thin films, mainly insulating materials because of its thermal conductivity sensitivity limited for high thermal conductivity materials, such as:

- Bulk ZnO (0001) [59], and  $\text{Ba}_8\text{Si}_{46}$  that is a simple binary representative of intermetallic clathrates, guest–host systems with a high potential for thermoelectric applications due to their ultralow thermal conductivity even their perfect crystal structure [186].
- Porous [62, 66, 110, 187] and mesoporous [65] bulks or thin films of submicrometric thickness [99, 152]: some results obtained with SThM were compared with values measured on the same material samples by Raman thermometry and can be in good accordance [65, 70, 187, 188]. The ratio of reduction of the effective thermal conductivity of porous silicon due to irradiation with swift heavy ions was experimentally demonstrated [187].
- Thin films on substrate. This includes  $\text{SiO}_2$  thin films on Si substrate [67], fully and partially coalesced lateral epitaxial overgrown GaN/sapphire (0001) [60].

The Wollaston wire probe was also used in ac mode to characterize powder materials such as bare diamond crystallites 300  $\mu\text{m}$  in diameter, and on crystallites coated with Cr, Cu and Cu/Cr layers with thickness in the range 0.5–30  $\mu\text{m}$  [189]. It was also used to map thermal-conductivity profile of irradiated materials [190].

We underline that as evidence of local quantitative measurement with this probe (and this is the same for all SThM probes), profiling of a sample with a known thermal conductivity distribution should be presented instead of measurement at certain points, because of the possible distortion of the measured profile when measurements are performed in ambient conditions.

The smallest details thermally imaged with the Wollaston probe were found about a few tens of nanometres in size. In some cases, topography-related artefacts may be suspected [71]: carbon contamination-assisted sharpening of the probe was shown [191], or probes were modified [192, 193]. In the two last cases, a better sensitivity to sample thermal property [191, 192] was obtained due to the decreasing of the probe–sample thermal resistance at the probe–sample contact. As a result, a micrometric spatial resolution has generally been agreed by the SThM users for

the Wollaston probe under ambient conditions. For a more complete overview of applications regarding the Wollaston probe, readers are referred to the reviews [58, 194].

Other resistive metallic probes with smaller tips have been used, such as the Pd probe operating in the  $3\omega$  method (ac regime) to measure the thermal conductivity of single silicon nanowire [73]. The measurement led to thermal maps of cross-sections of nanowires embedded in a  $\text{SiO}_2$  substrate. A spatial resolution of around 100 nm was achieved in thermal imaging performed under vacuum environment. The method was recently adapted for characterizing the thermal conductance of SiGe nanowires [195] and a  $\text{Sb}_2\text{Te}_3$  phase-change nanowire [196].

A modified SThM technique has also been proposed to image thermally multilayered periodic photonic structures [197]. Thermal boundaries between the layers were revealed by means of an analysis of the topographic and thermal signals, and the periodicity of the structure was analysed. A spatial resolution close to 70 nm was found.

Doped Si probes made it possible to image thermal conductivity contrast of biological materials with a spatial resolution of 10 nm and a thermal resolution of 50 nW [44]. In addition, they enabled the estimation of the thermal conductivity of a 3 nm thick  $\text{HfO}_2$  film on a silicon substrate with a spatial resolution of around 25 nm. In this case, experiments were also performed under vacuum environment [45].

Investigations of non-diffusive thermal transfer are also possible with resistive probes. As an example, measurements on graphene samples have also been recently performed, showing the peculiar nature of heat transfer in this material [198–199].

**5.3 Phase change temperatures** SThM probes operating in active mode have also been largely used to characterize the phase change temperatures (glass transition or melting temperature) of polymer materials. More details on this SThM application may be found in Refs. [43, 46, 58, 64, 200].

**6 Conclusions and perspectives** In this review, we have presented many of the techniques involving SPM and thermal sensors, broadly recognized as part of the SThM field. Various thermal effects such as electrothermal ones (Joule and Seebeck effects) or thermoacoustic ones (bimetallic effect, infrared absorption, etc.) have been considered and implemented in SThM. We have underlined the crucial step of calibration. We have also described the tip–sample heat transfer, which is complex, and explained why its deep understanding is required in order to obtain the best achievements of the techniques. Finally, we have presented various modes of applications related to thermometry and thermal property measurements such as local thermal conductivity and mentioned local phase change temperature determinations.

SThM can be of interest for both material science, e.g. when local thermal conductivity is measured, and the microelectronic industry, e.g. when hot spots on surfaces are

to be detected as a sign of device failure. While its first steps happened more than 25 years ago, we notice that its spreading is quite limited in comparison to other scanning probe techniques. One issue is that the spatial resolution is still not very well known, with a variety of definitions depending on the application and on the particular focus it is intended for. A unification of the terminology should be useful.

In comparison to optical techniques, the spatial resolution of SThM, at least in vacuum, is extremely promising. However, it has been mostly used until now in standard environment where it competes with the microscopic resolution of usual far-field non-contact optical techniques. Impressive resolution has been detected [120, 182] and could certainly be improved, for example to achieve both sub-100 nm spatial resolution and sub 0.1 K temperature resolution.

An arising question is then as follows: what are the limits of SThM? Since the current works aim at measuring parameters, which require local thermal equilibrium (LTE), such as temperature or thermal conductivity, it is certain that the current approach will break down at some scale. It is well known that there is no LTE below the scale of heat carriers' mean free path  $\Lambda$ , typically 300 nm in silicon, considered as a paradigmatic thermally-conductive dielectric material, and  $\sim 25$  nm in metals. When a SThM instrument with a tip radius of curvature equal to tens of nanometres is brought to contact with a silicon sample, it may be difficult to measure the thermal conductivity of silicon  $k_{\text{Si}}$ . We have already underlined that the usual approach of considering that there is a thermal diffusion spreading resistance  $R_{\text{th},s} \propto 1/(k_{\text{Si}}b)$  inversely proportional to  $k_{\text{Si}}$  in the silicon breaks down. Instead, the thermal resistance will include a component linked to the ballistic transfer with sub-mean free path dimension. In the illusory case where the nanometre-scale contact is perfectly determined, the measured signal should be linked to  $k_{\text{Si}}/\Lambda \approx c_p v$  (where  $c_p$  and  $v$  are, respectively, the specific heat and the mean velocity of phonons) instead of thermal conductivity  $k_{\text{Si}}$  and involve the square of the characteristic dimension  $b$  of the contact instead of the first power [130].

Now, since the channel to transfer heat becomes very small, the quantity of transferred heat may also be small. It is interesting to note that it actually may become very close to physical limits such as the typical thermally activated energy  $k_{\text{B}}T$  or to the quantum of thermal conductance, which is  $g_0 = (\pi^2 k_{\text{B}}^2 T)/3h$  for all usual heat carriers such as electrons, phonons and photons [151]. SThM may open new avenues for the investigations of physical phenomena in the quantum regime, at least at low temperatures. In addition, the heat transfer before contact, due to vibrations of both acoustic and optical modes, is also not very well understood on a theoretical basis [201–203]. Peculiar results may be observed [204]. We observe that thermoelectric heating in junctions is a way to generate heat at atomic contact [205, 206] and that many interesting features have been predicted for atomic [207] and molecular contacts.

Heat transfer in polymer chains has already been investigated [208, 209].

On the practical side, we have also mentioned that multifunctional probes may be developed in the next few years. In additions to applications involving metrology and patterning [210, 211], other types of applications may be added to the thermal ones. As a final conclusion, we anticipate hot future for SThM.

**Acknowledgements** The research leading to these results has received funding from the European Union Seventh Framework Programme FP7-NMP-2013-LARGE-7 under grant agreement n°604668. We also acknowledge the support of project French ANR RPD0C-2011-00024 NanoHeat. We thank members of GDR 'Thermal NanoEngineering' for useful discussions over the years and S. Lefèvre for discussions.

## References

- [1] C. Williams and H. Wickramasinghe, *Appl. Phys. Lett.* **49**(23), 1587–1589 (1986).
- [2] I. Rangelow, T. Gotszalk, P. Grabiec, K. Edinger, and N. Abedinov, *Microelectron. Eng.* **57**, 737–748 (2001).
- [3] A. Majumdar, J. Lai, M. Chandrachood, O. Nakabeppu, Y. Wu, and Z. Shi, *Rev. Sci. Instrum.* **66**(6), 3584–3592 (1995).
- [4] Y. Suzuki, *Jpn. J. Appl. Phys.* **35**(3A), L352 (1996).
- [5] K. Luo, Z. Shi, J. Lai, and A. Majumdar, *Appl. Phys. Lett.* **68**(3), 325–327 (1996).
- [6] K. Luo, Z. Shi, J. Varesi, and A. Majumdar, *J. Vac. Sci. Technol. B* **15**(2), 349–360 (1997).
- [7] M. Lederman, D. Richardson, and H. Tong, *IEEE Trans. Magn.* **33**(5), 2923–2925 (1997).
- [8] G. Mills, H. Zhou, A. Midha, L. Donaldson, and J. Weaver, *Appl. Phys. Lett.* **72**(22), 2900–2902 (1998).
- [9] L. Shi, O. Kwon, C. Miner, and A. Majumdar, *J. Microelectromech. Syst.* **10**(3), 370–378 (2001).
- [10] K. Hwang, K. Kim, J. Chung, O. Kwon, B. Lee, J. S. Lee, S. Park, and Y. K. Choi, in: *ASME 2009, Second International Conference on Micro/Nanoscale Heat and Mass Transfer* (American Society of Mechanical Engineers, 2009).
- [11] S. Heisig, H.-U. Danzebrink, A. Leyk, W. Mertin, S. Münster, and E. Oesterschulze, *Ultramicroscopy* **71**(1), 99–105 (1998).
- [12] R. J. Pytkki, P. J. Moyer, and P. E. West, *Jpn. J. Appl. Phys.* **33**(6S), 3785 (1994).
- [13] G. Mills, J. Weaver, G. Harris, W. Chen, J. Carrejo, L. Johnson, and B. Rogers, *Ultramicroscopy* **80**(1), 7–7-11 (1999).
- [14] K. Edinger, T. Gotszalk, and I. Rangelow, *J. Vac. Sci. Technol. B* **19**(6), 2856–2860 (2001).
- [15] A. Gaitas and Y. B. Gianchandani, *Ultramicroscopy* **106**(8), 874–880 (2006).
- [16] P. S. Dobson, J. M. Weaver, and G. Mills, *Proc. IEEE Sensors*, 708–711 (2007).
- [17] Y. Zhang, P. Dobson, and J. Weaver, *Microelectron. Eng.* **88**(8), 2435–2438 (2011).
- [18] L. Aigouy, G. Tessier, M. Mortier, and B. Charlot, *Appl. Phys. Lett.* **87**(18), 184105 (2005).
- [19] L. Aigouy, E. Saïdi, L. Lalouat, J. Labéguerie-Egéa, M. Mortier, P. Löw, and C. Bergaud, *J. Appl. Phys.* **106**(7), 074301 (2009).
- [20] E. Saïdi, B. Samson, L. Aigouy, S. Volz, P. Löw, C. Bergaud, and M. Mortier, *Nanotechnology* **20**(11), 115703 (2009).
- [21] O. Nakabeppu, M. Chandrachood, Y. Wu, J. Lai, and A. Majumdar, *Appl. Phys. Lett.* **66**(6), 694–696 (1995).
- [22] J. Weaver, L. Walpita, and H. Wickramasinghe, *Nature* **342**(6251), 783–785 (1989).
- [23] M. Nonnenmacher and H. Wickramasinghe, *Appl. Phys. Lett.* **61**(2), 168–170 (1992).
- [24] J. Zhou, C. Yu, Q. Hao, D. Kim, and L. Shi, *Proc. ASME 2002, International Mechanical Engineering Congress and Exposition*, 23–29 (2002).
- [25] A. Pavlov, *Appl. Phys. Lett.* **85**(11), 2095–2097 (2004).
- [26] S. Sadat, A. Tan, Y. J. Chua, and P. Reddy, *Nano Lett.* **10**(7), 2613–2617 (2010).
- [27] A. Majumdar, *Annu. Rev. Mater. Sci.* **29**(1), 505–585 (1999).
- [28] H. Zhou, A. Midha, G. Mills, S. Thoms, S. Murad, and J. Weaver, *J. Vac. Sci. Technol. B* **16**(1), 54–58 (1998).
- [29] A. Kittel, W. Müller-Hirsch, J. Parisi, S.-A. Biehs, D. Reddig, and M. Holthaus, *Phys. Rev. Lett.* **95**(22), 224301 (2005).
- [30] T. Leinhos, M. Stopka, and E. Oesterschulze, *Appl. Phys. A* **66**, S65–S69 (1998).
- [31] K. Kim, J. Chung, J. Won, O. Kwon, J. S. Lee, S. H. Park, and Y. K. Choi, *Appl. Phys. Lett.* **93**(20), 203115 (2008).
- [32] L. Shi and A. Majumdar, *J. Heat Transfer* **124**(2), 329–337 (2002).
- [33] O. Nakabeppu and T. Suzuki, *J. Therm. Anal. Calorim.* **69**(3), 727–737 (2002).
- [34] J. Chung, K. Kim, G. Hwang, O. Kwon, Y. K. Choi, and J. S. Lee, *Int. J. Therm. Sci.* **62**, 109–113 (2012).
- [35] J. Chung, K. Kim, G. Hwang, O. Kwon, S. Jung, J. Lee, J. W. Lee, and G. T. Kim, *Rev. Sci. Instrum.* **81**(11), 114901 (2010).
- [36] K. Kim, J. Chung, G. Hwang, O. Kwon, and J. S. Lee, *ACS Nano* **5**(11), 8700–8709 (2011).
- [37] K. Kim, W. Jeong, W. Lee, and P. Reddy, *ACS Nano* **6**(5), 4248–4257 (2012).
- [38] H. H. Roh, J. S. Lee, D. L. Kim, J. Park, K. Kim, O. Kwon, S. H. Park, Y. K. Choi, and A. Majumdar, *J. Vac. Sci. Technol. B* **24**(5), 2398–2404 (2006).
- [39] H. H. Roh, J. S. Lee, D. L. Kim, J. Park, K. Kim, O. Kwon, S. H. Park, Y. K. Choi, and A. Majumdar, *J. Vac. Sci. Technol. B* **24**(5), 2405–2411 (2006).
- [40] G. Wielgoszewski, P. Sulecki, T. Gotszalk, P. Janus, D. Szmigiel, P. Grabiec, and E. Zschech, *J. Vac. Sci. Technol. B* **28**(6), C6N7–C6N11 (2010).
- [41] G. Wielgoszewski, P. Sulecki, P. Janus, P. Grabiec, E. Zschech, and T. Gotszalk, *Meas. Sci. Technol.* **22**(9), 094023 (2011).
- [42] Y. Zhang, P. Dobson, and J. Weaver, *J. Vac. Sci. Technol. B* **30**(1), 010601 (2012).
- [43] B. Nelson and W. King, *Rev. Sci. Instrum.* **78**(2), 023702 (2007).
- [44] W. Haeberle, M. Pantea, and J. Hoerber, *Ultramicroscopy* **106**(8), 678–686 (2006).
- [45] M. Hinz, O. Marti, B. Gotsmann, M. Lantz, and U. Durig, *Appl. Phys. Lett.* **92**(4), 043122–043122-3 (2008).
- [46] A. Hammiche, D. Price, E. Dupas, G. Mills, A. Kulik, M. Reading, J. Weaver, and H. Pollock, *J. Microsc.* **199**(3), 180–190 (2000).

- [47] S. Lefèvre, J.-B. Saulnier, C. Fuentes, and S. Volz, *Superlattices Microstruct.* **35**(3), 283–288 (2004).
- [48] S. Gomès, P.-O. Chapuis, F. Nepveu, N. Trannoy, S. Volz, B. Charlot, G. Tessier, S. Dilhaire, B. Cretin, and P. Vairac, *IEEE Trans. Compon. Packaging Technol.* **30**(3), 424–431 (2007).
- [49] J. Lee and Y. B. Gianchandani, *J. Microelectromech. Syst.* **14**(1), 44–53 (2005).
- [50] H. H. WAH, Ph. D Thesis (University of Singapore, 2012).
- [51] T. W. Tong, *Thermal Conductivity*, Vol. 22 (Techmonic Publishing Company, Switzerland, 1994).
- [52] R. Dinwiddie, R. Pylkki, and P. West, *Therm. Conductivity* **22**, 668–668 (1993).
- [53] A. Buzin, P. Kamasa, M. Pyda, and B. Wunderlich, *Thermochim. Acta* **381**(1), 9–18 (2002).
- [54] Y. Ezzahri, L. Patiño Lopez, O. Chapuis, S. Dilhaire, S. Grauby, W. Claeys, and S. Volz, *Superlattices Microstruct.* **38**(1), 69–75 (2005).
- [55] L. D. P. Lopez, S. Grauby, S. Dilhaire, M. Amine Salhi, W. Claeys, S. Lefèvre, and S. Volz, *Microelectron. J.* **35**(10), 797–803 (2004).
- [56] J. Altet, S. Dilhaire, S. Volz, J.-M. Rampnoux, A. Rubio, S. Grauby, L. D. Patino Lopez, W. Claeys, and J.-B. Saulnier, *Microelectron. J.* **33**(9), 689–696 (2002).
- [57] J. Altet, W. Claeys, S. Dilhaire, and A. Rubio, *Proc. IEEE* **94**(8), 1519–1533 (2006).
- [58] H. Pollock and A. Hammiche, *J. Phys. D, Appl. Phys.* **34**(9), R23 (2001).
- [59] D. I. Florescu, L. Mourokh, F. H. Pollak, D. C. Look, G. Cantwell, and X. Li, *J. Appl. Phys.* **91**(2), 890–892 (2002).
- [60] D. Florescu, V. Asnin, F. H. Pollak, A. Jones, J. Ramer, M. Schurman, and I. Ferguson, *Appl. Phys. Lett.* **77**(10), 1464–1466 (2000).
- [61] E. R. Meinders, *J. Mater. Res.* **16**(09), 2530–2543 (2001).
- [62] S. Volz, X. Feng, C. Fuentes, P. Guérin, and M. Jaouen, *Int. J. Thermophys.* **23**(6), 1645–1657 (2002).
- [63] V. Gorbunov, N. Fuchigami, J. Hazel, and V. Tsukruk, *Langmuir* **15**(24), 8340–8343 (1999).
- [64] A. Hammiche, M. Reading, H. Pollock, M. Song, and D. Hourston, *Rev. Sci. Instrum.* **67**(12), 4268–4274 (1996).
- [65] S. Gomes, L. David, V. Lysenko, A. Descamps, T. Nychporuk, and M. Raynaud, *J. Phys. D, Appl. Phys.* **40**(21), 6677 (2007).
- [66] Y. Zhang, E. E. Castillo, R. J. Mehta, G. Ramanath, and T. Borca-Tasciuc, *Rev. Sci. Instrum.* **82**(2), 024902 (2011).
- [67] S. Callard, G. Tallarida, A. Borghesi, and L. Zanotti, *J. Non-Cryst. Solids* **245**(1), 203–2209 (1999).
- [68] J. Pelzl, M. Chirtoc, and R. Meckenstock, *Int. J. Thermophys.* **34**(8–9), 1353–1366 (2013).
- [69] S. Lefèvre, S. Volz, and P.-O. Chapuis, *Int. J. Heat Mass Transf.* **49**(1), 251–258 (2006).
- [70] L. David, S. Gomes, and M. Raynaud, *J. Phys. D, Appl. Phys.* **40**(14), 4337 (2007).
- [71] S. Gomès, Ph.D Thesis (University of Reims, 1999).
- [72] P. Iovce, M. Pumarol, D. Zeze, K. Kjoller, and O. Kolosov, *J. Appl. Phys.* **112**(11), 114317 (2012).
- [73] E. Puyoo, S. Grauby, J.-M. Rampnoux, E. Rouvière, and S. Dilhaire, *J. Appl. Phys.* **109**(2), 024302 (2011).
- [74] E. Puyoo, S. Grauby, J.-M. Rampnoux, E. Rouvière, and S. Dilhaire, *Rev. Sci. Instrum.* **81**(7), 073701 (2010).
- [75] J. Hirotoni, J. Amano, T. Ikuta, T. Nishiyama, and K. Takahashi, *Sens. Actuators A* **199**, 1–8 (2013).
- [76] M. Despont, J. Brugger, U. Drechsler, U. Dürig, W. Häberle, M. Lutwyche, H. Rothuizen, R. Stutz, R. Widmer, and G. Binnig, *Sens. Actuators A* **80**(2), 100–107 (2000).
- [77] W. P. King, B. Bhatia, J. R. Felts, H. J. Kim, B. Kwon, B. Lee, S. Somnath, and M. Rosenberger, *Annu. Rev. Heat Transf.* **16**(16), 287–326 (2013).
- [78] A. Majumdar and J. Varesi, *J. Heat Transf.* **120**(2), 297–305 (1998).
- [79] J. Varesi and A. Majumdar, *Appl. Phys. Lett.* **72**(1), 37–39 (1998).
- [80] B. Cretin, *Superlattices Microstruct.* **35**(3–6), 253–268 (2004).
- [81] S. P. Gurrum, Y. K. Joshi, W. P. King, and K. Ramakrishna, *J. Heat Transf.* **127**(8), 809–809 (2005).
- [82] A. Dazzi, R. Prazeres, F. Glotin, and J. Ortega, *Opt. Lett.* **30**(18), 2388–2390 (2005).
- [83] A. Dazzi, R. Prazeres, F. Glotin, J. M. Ortega, M. Al-Sawafthah, and M. de Frutos, *Ultramicroscopy* **108**(7), 635–641 (2008).
- [84] A. Deniset-Besseau, C. B. Prater, M.-J. Virolle, and A. Dazzi, *J. Phys. Chem. Lett.* **5**(4), 654–658 (2014).
- [85] J. Lai, T. Perazzo, Z. Shi, and A. Majumdar, *Sens. Actuators A* **58**(2), 113–119 (1997).
- [86] A. Narayanaswamy and N. Gu, *J. Heat Transf.* **133**(4), 042401 (2011).
- [87] C. Canetta and A. Narayanaswamy, *Rev. Sci. Instrum.* **84**(10), 105002 (2013).
- [88] B. Kwon, J. Jiang, M. V. Schulmerich, Z. D. Xu, R. Bhargava, G. L. Liu, and W. P. King, *Sens. Actuators A* **199**, 143–148 (2013).
- [89] E. Rousseau, A. Siria, G. Jourdan, S. Volz, F. Comin, J. Chevrier, and J.-J. Greffet, *Nature Photon.* **3**(9), 514–517 (2009).
- [90] S. Shen, A. Narayanaswamy, and G. Chen, *Nano Lett.* **9**(8), 2909–2913 (2009).
- [91] B. Samson, L. Aigouy, P. Low, C. Bergaud, B. J. Kim, and M. Mortier, *Appl. Phys. Lett.* **92**(2), 023101 (2008).
- [92] W. Müller-Hirsch, A. Kraft, M. Hirsch, J. Parisi, and A. Kittel, *J. Vac. Sci. Technol. A* **17**(4), 1205–1210 (1999).
- [93] A. Kittel, U. F. Wischnath, J. Welker, O. Huth, F. Rüting, and S.-A. Biels, *Appl. Phys. Lett.* **93**(19), 193109 (2008).
- [94] U. F. Wischnath, J. Welker, M. Munzel, and A. Kittel, *Rev. Sci. Instrum.* **79**(7), 073708 (2008).
- [95] L. Worbes, D. Hellmann, and A. Kittel, *Phys. Rev. Lett.* **110**(13), 134302 (2013).
- [96] A. Babuty, K. Joulain, P. O. Chapuis, J. J. Greffet, and Y. De Wilde, *Phys. Rev. Lett.* **110**(14), 146103 (2013).
- [97] Y. De Wilde, F. Formanek, R. Carminati, B. Gralak, P. A. Lemoine, K. Joulain, J. P. Mulet, Y. Chen, and J. J. Greffet, *Nature* **444**(7120), 740–743 (2006).
- [98] A. C. Jones and M. B. Raschke, *Nano Lett.* **12**(3), 1475–1481 (2012).
- [99] S. V. Kalinin and A. Gruverman, *Scanning Probe Microscopy: Electrical and Electromechanical Phenomena at the Nanoscale*, Vol. 1 (Springer, New York, 2007).
- [100] C. Degen, M. Poggio, H. Mamin, C. Rettner, and D. Rugar, *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* **106**(5), 1313–1317 (2009).
- [101] Y. Sugimoto, P. Pou, M. Abe, P. Jelinek, R. Pérez, S. Morita, and O. Custance, *Nature* **446**(7131), 64–67 (2007).
- [102] J. R. Withers and D. E. Aston, *Adv. Colloid Interface Sci.* **120**(1), 57–67 (2006).

- [103] O. Kolosov, H. Ogiso, H. Tokumoto, and K. Yamanaka, in: *Nanostructures and Quantum Effects* (Springer, Berlin Heidelberg, 1994), pp. 345–348.
- [104] A. Briggs and O. Kolosov, *Acoustic Microscopy* (Oxford University Press, New York, 2009).
- [105] M. Nikiforov and R. Proksch, in: *Scanning Probe Microscopy of Functional Materials* (Springer, New York, 2011), pp. 199–229.
- [106] J. L. Remmert, Y. Wu, J. Lee, M. A. Shannon, and W. P. King, *Appl. Phys. Lett.* **91**(14), 143111 (2007).
- [107] Y. Zhang, C. L. Hapenciuc, E. E. Castillo, T. Borca-Tasciuc, R. J. Mehta, C. Karthik, and G. Ramanath, *Appl. Phys. Lett.* **96**(6), 062107–062107-3 (2010).
- [108] A. Dawson, M. Rides, A. Cuenat, and L. Winkless, *Int. J. Thermophys.* **34**(5), 865–882 (2013).
- [109] P. Kijamnajsuk, M. Möller, R. Meckenstock, D. Spoddig, M. Chirtoc, and J. Pelzl, *Int. J. Thermophys.* **33**(10–11), 1934–1941 (2012).
- [110] T. Borca-Tasciuc, *Annu. Rev. Heat Transf.* **16**(16), 211–258 (2013).
- [111] B. A. Nelson and W. P. King, *Nanoscale Microscale Thermophys. Eng.* **12**(1), 98–115 (2008).
- [112] P. Grossel, O. Raphaël, F. Depasse, T. Duvaut, and N. Trannoy, *Int. J. Therm. Sci.* **46**(10), 980–988 (2007).
- [113] F. Depasse, P. Grossel, and N. Trannoy, *Superlattices Microstruct.* **35**(3), 269–282 (2004).
- [114] J. Bodzenta, M. Chirtoc, and J. Juszczyc, *J. Appl. Phys.* **116**(5), 054501 (2014).
- [115] L. Thiery, E. Gavignet, and B. Cretin, *Rev. Sci. Instrum.* **80**(3), 034901 (2009).
- [116] M. Yovanovich and E. Marotta, *Thermal spreading and contact resistances*, in: *Heat Transfer Handbook*, Vol. 1 (Wiley, Hoboken, 2003), pp. 261–394.
- [117] P. Dobson, G. Mills, and J. Weaver, *Rev. Sci. Instrum.* **76**(5), 054901 (2005).
- [118] L. Thiery, S. Toullier, D. Teysseix, and D. Briand, *J. Heat Transf.* **130**(9), 091601 (2008).
- [119] E. Saïdi, N. Babinet, L. Lalouat, J. Lesueur, L. Aigouy, S. Volz, J. Labéguerie-Egée, and M. Mortier, *Small* **7**(2), 259–264 (2011).
- [120] F. Menges, H. Riel, A. Stemmer, and B. Gotsmann, *Nano Lett.* **12**(2), 596–601 (2012).
- [121] S. Gomes, N. Trannoy, and P. Grossel, *Meas. Sci. Technol.* **10**(9), 805 (1999).
- [122] A. Assy, S. Lefèvre, P.-O. Chapuis, and S. Gomes, *J. Phys. D, Appl. Phys.* **47**(44), 442001 (2014).
- [123] S. Lefèvre, S. Volz, J.-B. Saulnier, C. Fuentes, and N. Trannoy, *Rev. Sci. Instrum.* **74**(4), 2418–2423 (2003).
- [124] E. Puyoo, Ph.D Thesis (University of Bordeaux, 2010).
- [125] A. Assy, Ph.D Thesis (Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2015).
- [126] S. Lefèvre and S. Volz, *Rev. Sci. Instrum.* **76**(3), 033701–033701-6 (2005).
- [127] A. Assy, S. Gomès, S. Lefèvre and P.-O. Chapuis, *MRS Online Proc. Libr.* **1557**, p. mrs13-1557-y05-10 (2013).
- [128] H. Fischer, *Thermochim. Acta* **425**(1), 69–74 (2005).
- [129] P. Klapetek, I. Ohlídal, and J. Buršík, *Surf. Interface Anal.* **38**(4), 383–387 (2006).
- [130] P.-O. Chapuis, Ph.D Thesis (Ecole Centrale Paris, 2007).
- [131] J. Juszczyc, M. Wojtol, and J. Bodzenta, *Int. J. Thermophys.* **34**(4), 620–628 (2013).
- [132] E. Puyoo, Ph.D Thesis (Université de Bordeaux, 2010).
- [133] B. Nelson and W. King, *Sens. Actuators* **140**(1), 51–59 (2007).
- [134] F. Yang and C. Dames, *Phys. Rev. B* **87**(3), 035437 (2013).
- [135] B. Gotsmann, M. A. Lantz, A. Knoll, and U. Dürig, *Nanoscale thermal and mechanical interactions studies using heatable probes*, in: *Nanotechnology*, Vol. 6 (Wiley-VCH, Weinheim, 2010).
- [136] M. T. Pettes and L. Shi, *J. Heat Transf.* **136**(3), 032401 (2014).
- [137] K. Johnson, K. Kendall, and A. Roberts, *Proc. R. Soc. London A* **324**(1558), 301–313 (1971).
- [138] B. Derjaguin, V. Muller, and Y. P. Toporov, *J. Colloid Interf. Sci.* **53**(2), 314–326 (1975).
- [139] V. Muller, V. Yushchenko, and B. Derjaguin, *J. Colloid Interface Sci.* **77**(1), 91–101 (1980).
- [140] V. Muller, B. Derjaguin, and Y. P. Toporov, *Colloids Surf.* **7**(3), 251–259 (1983).
- [141] R. Prasher, *Nano Lett.* **5**(11), 2155–2159 (2005).
- [142] M. Kelkar, P. E. Phelan, and B. Gu, *Int. J. Heat Mass Transf.* **40**(11), 2637–2645 (1997).
- [143] D. G. Cahill, W. K. Ford, K. E. Goodson, G. D. Mahan, A. Majumdar, H. J. Maris, R. Merlin, and S. R. Phillpot, *J. Appl. Phys.* **93**(2), 793–818 (2003).
- [144] R. Stoner and H. Maris, *Phys. Rev. B* **48**(22), 16373 (1993).
- [145] E. T. Swartz and R. O. Pohl, *Rev. Mod. Phys.* **61**(3), 605 (1989).
- [146] T. Beechem, S. Graham, P. Hopkins, and P. Norris, *Appl. Phys. Lett.* **90**(5), 054104 (2007).
- [147] R. Prasher, *Appl. Phys. Lett.* **94**(4), 041905 (2009).
- [148] B. Persson, A. Volokitin, and H. Ueba, *J. Phys.: Condens. Matter* **23**(4), 045009 (2011).
- [149] R. S. Prasher and P. E. Phelan, *J. Appl. Phys.* **100**(6), 063538 (2006).
- [150] Y. Mo, K. T. Turner, and I. Szlufarska, *Nature* **457**(7233), 1116–1119 (2009).
- [151] B. Gotsmann and M. Lantz, *Nature Mater.* **12**(1), 59–65 (2013).
- [152] M. Luna, J. Colchero, and A. Baró, *J. Phys. Chem. B* **103**(44), 9576–9581 (1999).
- [153] M. He, A. S. Blum, D. E. Aston, C. Buenviaje, R. M. Overney, and R. Luginbühl, *J. Chem. Phys.* **114**(3), 1355–1360 (2001).
- [154] P. M. Hansson, A. Swerin, J. Schoelkopf, P. A. Gane, and E. Thormann, *Langmuir* **28**(21), 8026–8034 (2012).
- [155] P. Van Zwol, G. Palasantzas, and J. T. M. De Hosson, *Phys. Rev. E* **78**(3), 031606 (2008).
- [156] L. Guo, X. Zhao, Y. Bai, and L. Qiao, *Appl. Surf. Sci.* **258**(22), 9087–9091 (2012).
- [157] S. Lefèvre, S. Volz, and P. O. Chapuis, *Int. J. Heat Mass Transf.* **49**(1–2), 251–258 (2006).
- [158] P.-O. Chapuis, E. Rousseau, A. Assy, S. Gomès, S. Lefèvre, and S. Volz, *MRS Online Proc. Libr.* **1543**, 159–164 (2013).
- [159] J. Lee, T. L. Wright, M. R. Abel, E. O. Sunden, A. Marchenkov, S. Graham, and W. P. King, *J. Appl. Phys.* **101**(1), 014906 (2007).
- [160] P.-O. Chapuis, J.-J. Greffet, K. Joulain, and S. Volz, *Nanotechnology* **17**(12), 2978 (2006).
- [161] N. D. Masters, W. Ye, and W. P. King, *Phys. Fluids* **17**(10), 100615 (2005).

- [162] X. Liu, Y. Yang, and J. Yang, *J. Appl. Phys.* **105**(1), 013508 (2009).
- [163] S. Lefèvre, *Modélisation et élaboration des métrologies de microscopie thermique à sonde locale résistive*, Université de Poitiers (2004).
- [164] K. J. Kim and W. P. King, *Appl. Therm. Eng.* **29**(8), 1631–1641 (2009).
- [165] K. Joulain, J.-P. Mulet, F. Marquier, R. Carminati, and J.-J. Greffet, *Surf. Sci. Rep.* **57**(3–4), 59–112 (2005).
- [166] A. I. Volokitin and B. N. J. Persson, *Rev. Mod. Phys.* **79**(4), 1291–1329 (2007).
- [167] J.-P. Mulet, K. Joulain, R. Carminati, and J.-J. Greffet, *Microscale Thermophys. Eng.* **6**(3), 209–222 (2002).
- [168] D. Polder and M. Van Hove, *Phys. Rev. B* **4**(10), 3303–3314 (1971).
- [169] A. I. Volokitin and B. N. J. Persson, *Phys. Rev. B* **63**(20), 205404 (2001).
- [170] J. B. Xu, K. Läger, R. Möller, K. Dransfeld, and I. H. Wilson, *J. Appl. Phys.* **76**(11), 7209–7216 (1994).
- [171] A. Babuty, K. Joulain, P.-O. Chapuis, J.-J. Greffet, and Y. De Wilde, *Phys. Rev. Lett.* **110**(14), 146103 (2013).
- [172] K. Joulain, P. Ben-Abdallah, P.-O. Chapuis, Y. De Wilde, A. Babuty, and C. Henkel, *J. Quantum Spectrosc. Radiat. Transf.* **136**, 1–15 (2014).
- [173] C. Otey and S. Fan, *Phys. Rev. B* **84**(24), 245431 (2011).
- [174] A. P. McCauley, M. H. Reid, M. Krüger, and S. G. Johnson, *Phys. Rev. B* **85**(16), 165104 (2012).
- [175] L. Aigouy, L. Lalouat, M. Mortier, P. Löw, and C. Bergaud, *Rev. Sci. Instrum.* **82**(3), 036106 (2011).
- [176] P. D. Tovee and O. V. Kolosov, *Nanotechnology* **24**, 465706 (2013).
- [177] G. Fiege, V. Feige, J. Phang, M. Maywald, S. Gorlich, and L. Balk, *Microelectron. Reliab.* **38**(6), 957–961 (1998).
- [178] G. Fiege, F.-J. Niedernostheide, H.-J. Schulze, R. Barthelmeß, and L. Balk, *Microelectron. Reliab.* **39**(6), 1149–1152 (1999).
- [179] K. Luo, R. Herrick, A. Majumdar, and P. Petroff, *Appl. Phys. Lett.* **71**(12), 1604–1606 (1997).
- [180] L. Shi, S. Plyasunov, A. Bachtold, P. L. McEuen, and A. Majumdar, *Appl. Phys. Lett.* **77**(26), 4295–4297 (2000).
- [181] F. Boroumand, M. Voigt, D. Lidzey, A. Hammiche, and G. Hill, *Appl. Phys. Lett.* **84**(24), 4890–4892 (2004).
- [182] L. Shi, J. Zhou, P. Kim, A. Bachtold, A. Majumdar, and P. L. McEuen, *J. Appl. Phys.* **105**(10), 104306 (2009).
- [183] Y.-J. Yu, M. Y. Han, S. Berciaud, A. B. Georgescu, T. F. Heinz, L. E. Brus, K. S. Kim, and P. Kim, *Appl. Phys. Lett.* **99**(18), 183105 (2011).
- [184] A. Soudi, R. D. Dawson, and Y. Gu, *ACS Nano* **5**(1), 255–262 (2010).
- [185] O. Kwon, L. Shi, and A. Majumdar, *J. Heat Transf.* **125**(1), 156–163 (2003).
- [186] S. Pailhes, H. Euchner, V. Giordano, R. Debord, A. Assy, S. Gomès, A. Bosak, D. Machon, S. Paschen, and M. de Boissieu, *Phys. Rev. Lett.* **113**(2), 025506 (2014).
- [187] P. J. Newby, B. Canut, J.-M. Bluet, S. Gomès, M. Isaiev, R. Burbelo, K. Termentzidis, P. Chantrenne, L. G. Fréchette, and V. Lysenko, *J. Appl. Phys.* **114**(1), 014903 (2013).
- [188] S. Gomès, P. Newby, B. Canut, K. Termentzidis, O. Marty, L. Fréchette, P. Chantrenne, V. Aimez, J.-M. Bluet, and V. Lysenko, *Microelectron. J.* **44**(11), 1029–1034 (2013).
- [189] M. Chirtoc, J. Gibkes, J.-S. Antoniow, J.-F. Henry, E. Neubauer, B. Bein, and J. Pelzl, *J. Phys. IV (Proc.)* **137**, 265–271 (2006).
- [190] C. Jensen, M. Chirtoc, J. Antoniow, and H. Ban, *Int. J. Thermophys.* **34**(4), 597–608 (2013).
- [191] M. Sano, M. Yudasaka, R. Kikuchi, and S. Yoshimura, *Langmuir* **13**(17), 4493–4497 (1997).
- [192] A. Altes, Ph.D Thesis (University of Wuppertal, 2004).
- [193] E. Brown, L. Hao, D. Cox, and J. Gallop, *J. Phys.: Conf. Ser.* **100**, 052012 (2008).
- [194] B. Cretin, S. Gomes, N. Trannoy, and P. Vairac, in: *Microscale and Nanoscale Heat Transfer*, edited by S. Volz (Springer, Berlin, 2007), pp. 181–238.
- [195] Sp. Grauby, E. Puyoo, J.-M. Rampnoux, E. Rouvière, and S. Dilhaire, *J. Phys. Chem. C* **117**(17), 9025–9034 (2013).
- [196] A. Saci, J.-L. Battaglia, A. Kusiak, R. Fallica, and M. Longo, *Appl. Phys. Lett.* **104**(26), 263103 (2014).
- [197] J. Juszczak, M. Krzywiecki, R. Kruszka, and J. Bodzenta, *Ultramicroscopy* **135**, 95–98 (2013).
- [198] M. E. Pumarol, M. C. Rosamond, P. Tovee, M. C. Petty, D. A. Zeze, V. Falko, and O. V. Kolosov, *Nano Lett.* **12**(6), 2906–2911 (2012).
- [199] F. Menges, H. Riel, A. Stemmer, C. Dimitrakopoulos, and B. Gotsmann, *Phys. Rev. Lett.* **111**(20), 205901 (2013).
- [200] A. Hammiche, D. Hourston, H. Pollock, M. Reading, and M. Song, *J. Vac. Sci. Technol. B* **14**(2), 1486–1491 (1996).
- [201] G. D. Mahan, *Appl. Phys. Lett.* **98**(13), 132106 (2011).
- [202] D. P. Sellan, E. S. Landry, K. Sasihihlu, A. Narayanaswamy, A. J. H. McGaughey, and C. H. Amon, *Phys. Rev. B* **85**(2), 024118 (2012).
- [203] B. V. Budaev and D. B. Bogy, *Appl. Phys. Lett.* **99**(5), 124508 (2011).
- [204] I. Altfeder, A. A. Voevodin, and A. K. Roy, *Phys. Rev. Lett.* **105**(16), 166101 (2010).
- [205] W. Lee, K. Kim, W. Jeong, L. A. Zotti, F. Pauly, J. C. Cuevas, and P. Reddy, *Nature* **498**(7453), 209 (2013).
- [206] P. Reddy, S. Y. Jang, R. A. Segalman, and A. Majumdar, *Science* **315**(5818), 1568–1571 (2007).
- [207] S. Lepri, R. Livi, and A. Politi, *Phys. Rep.* **377**(1), 1–80 (2003).
- [208] S. Shen, A. Henry, J. Tong, R. Zheng, and G. Chen, *Nature Nanotechnol.* **5**(4), 251–255 (2010).
- [209] T. Meier, F. Menges, P. Nirmalraj, H. Holscher, H. Riel, and B. Gotsmann, *Phys. Rev. Lett.* **113**(6), 060801 (2014).
- [210] O. Fenwick, L. Bozec, D. Credginton, A. Hammiche, G. M. Lazzarini, Y. R. Silberberg, and F. Cacialli, *Nature Nanotechnol.* **4**(10), 664–668 (2009).
- [211] A. S. Basu and Y. B. Gianchandani, *Nature Nanotechnol.* **4**(10), 622–623 (2009).



## CHAPITRE II : INSTRUMENTATION, TECHNIQUES ET MESURE STHM

Mon activité de recherche dans le domaine de la thermique s'est articulée et s'articule encore aujourd'hui autour du développement et de l'application de microscopes thermiques à sonde locale basés sur des appareils de microscopie à force atomique (AFM).

Ce chapitre décrit l'instrumentation que j'ai utilisée et/ou développée pour sa réalisation. Il donne et discute également le principe de l'approche de la mesure que j'ai jusqu'à présent utilisés pour l'étude de matériaux (développée en chapitre III) et du transfert thermique pointe-échantillon (présentée en chapitre IV).

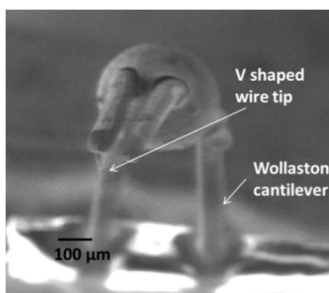
### I.1 Spécificités des Techniques STHM utilisées

Les travaux de recherche que j'ai menés depuis 14 ans au CETHIL reposent sur l'analyse de la mesure avec des **sondes STHM résistives** (dotée d'un élément thermosensible résistif) commerciales. J'ai plus précisément travaillé avec la microsonde Wollaston durant ces 14 années (ainsi que durant ma thèse) et utilise depuis 4 ans la nanosonde fabriquée par la société liée à l'Université Glasgow, Kelvin NanoTechnology (sonde KNT), ainsi que les sondes silicium « Thermal levers » commercialisées par la compagnie Anasys Instruments.

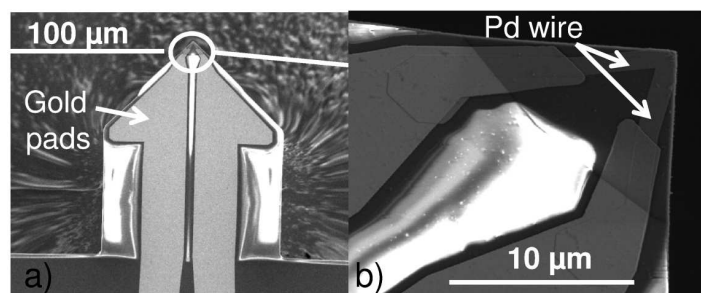
#### La sonde Wollaston et la sonde KNT

La sonde Wollaston (Figure II.1) et la sonde KNT (Figure II.2) sont des sondes dont l'élément résistif est métallique. Ces sondes sont utilisées au laboratoire dans leurs deux modes de fonctionnement :

- dans le mode passif (sonde utilisée comme un thermomètre résistif), pour analyser des champs de température en surface de composants actifs (voir en CHAPITRE III),
- dans le mode actif (sonde chauffée par effet joule), pour étudier les propriétés thermophysiques de divers matériaux (voir en CHAPITRE III) et le transfert thermique entre la pointe et l'échantillon (voir en CHAPITRE IV).

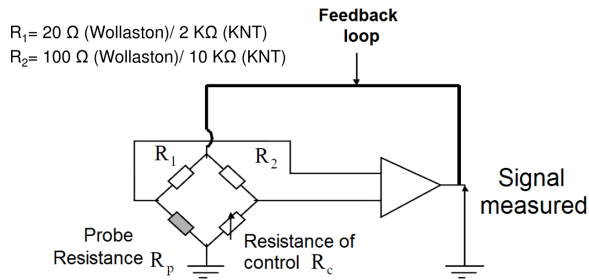


**Figure II.1** : Cliché de Microscopie électronique à balayage (MEB) de la pointe Wollaston (Gomès 1999).

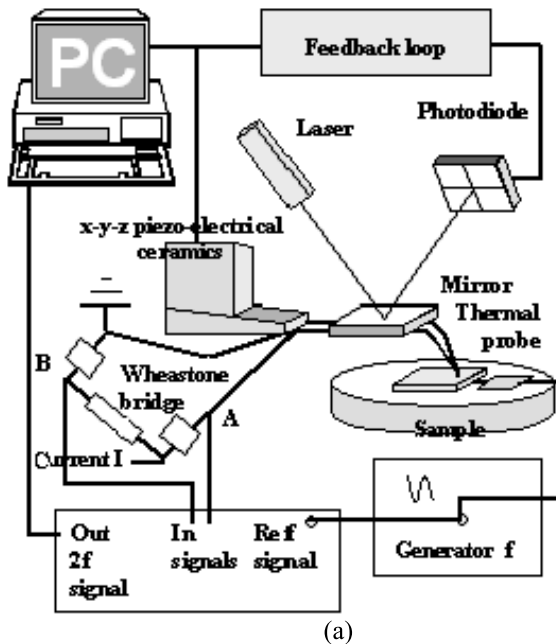


**Figure II.2** : Clichés MEB de la sonde KNT: (a) Vue du levier (b) Extrémité de la pointe. Un ruban de palladium est déposé sur le levier en  $Si_3N_4$  (Thèse A. Assy 2015).

Quel que soit le mode utilisé, des mesures en régimes continu et modulé sont réalisées à l'aide d'unités commerciales ainsi que d'unités thermiques de laboratoire spécifiquement continuellement développées afin d'améliorer le rapport signal sur bruit, la sensibilité et donc la mesure STHM. La Figure II.3 et la Figure II.4 donnent deux exemples de circuits mis au point et/ou utilisés au laboratoire.



**Figure II.3:** Schéma du pont de Wheatstone utilisé pour les mesures de conductivité thermique en mode actif (Thèse A. Assy 2015).

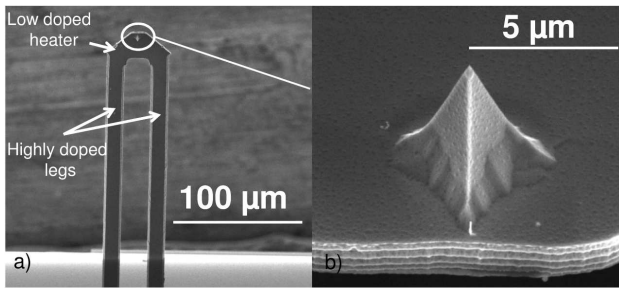


**Figure II.4 :** (a) Schéma typique d'un pont de Wheatstone utilisé pour l'analyse de champ de température en surface d'un échantillon actif en régime ac (A11, 2007). Photographie d'un amplificateur d'isolement réalisé en collaboration avec le Laboratoire Ampère (Villeurbanne).

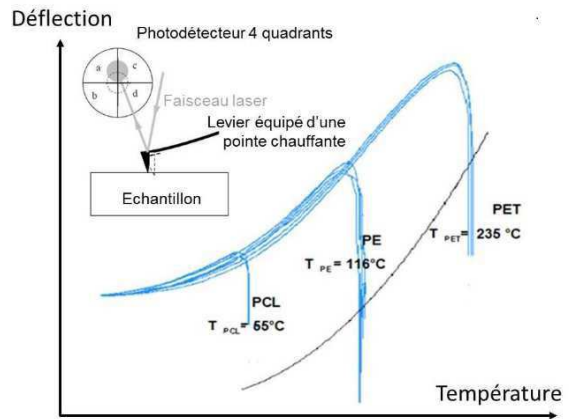
### Sonde silicium dopé "Thermal lever"

Pour cette sonde (Figure II.5), l'élément résistif est en silicium dopé et est localisé à la base de la pointe supportée par un bras de levier en forme de U permettant son alimentation électrique. Cette sonde est essentiellement utilisée en mode actif (sonde chauffée par effet joule).

Avec cette sonde, il ne s'agit plus généralement de mesurer la résistance électrique de la pointe pour en déduire sa température mais de suivre l'évolution de la dilatation thermomécanique de l'échantillon en suivant le déplacement vertical de la sonde tandis que la pointe mise en contact avec l'échantillon et subit une rampe de chauffe (Figurer II.6). Ce type de mesure permet notamment d'identifier les températures de transition vitreuse et de fusion/fluidification de polymères (voir chapitre III).



**Figure II.5 :** Clichés MEB de la sonde commercialisé par Anas Instruments: (a) Vue du levier (b) Extrémité de la pointe (Assy 2015).



**Figure II.6 :** Principe usuel de la mesure avec la pointe Anas Instruments (Gomès 2013).

Si les applications de cette pointe concernent essentiellement l'analyse calorimétrique ultralocalisée de polymères, nous verrons que nous l'avons utilisée pour analyser l'interaction pointe-échantillon dans le cas d'une nanopointe en chapitre IV.

## II.2 Environnement des expériences

Les expériences que nous avons réalisées en SThM pour la caractérisation de systèmes et de matériaux présentés en chapitre III ont jusqu'à présent essentiellement été réalisées à l'air ambiant. Comme explicité dans Le chapitre précédent, la mesure SThM dans de telles conditions environnementales nécessite la description des différents flux de chaleur entre la sonde, c'est à dire le levier et la pointe, et l'échantillon.

Favorisant la réduction du nombre de canaux par lesquels un flux de chaleur peut être transféré de la sonde à l'échantillon, l'aménagement en 2004 et l'acquisition en 2009 de microscopes SPM pour la réalisation de mesures SThM sous vide (Figures II.7 et II.8) nous a permis d'approfondir progressivement l'analyse de l'interaction pointe-échantillon (Thèse L. David 2006 ; Thèse A. Assy 2015), d'améliorer et simplifier notre modélisation de la mesure et d'initier l'analyse de la conduction thermique au niveau de nanocontacts mécaniques solide-solide (Thèse A. Assy 2015).



**Figure II.7 :** Installation de la salle microscopie dans les locaux du CLYM (2005).



**Figure II.8 :** Salle actuelle (depuis 2009) de microscopie à champ proche.

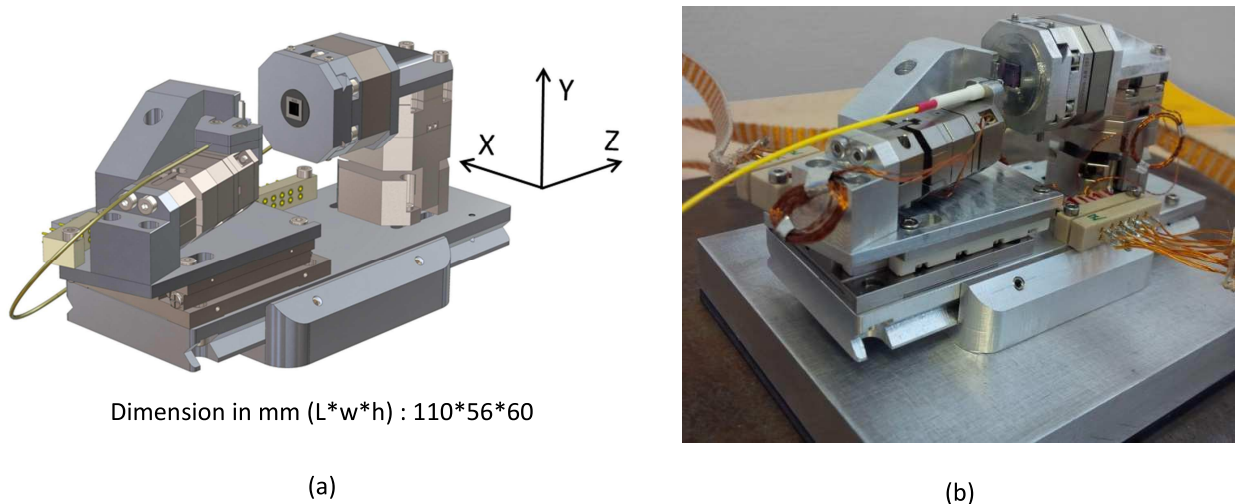
Je noterai ici qu'une grande partie de l'année 2009 a été consacrée en parallèle à mes travaux de recherche à l'installation, aux tests et à l'arrangement environnemental d'un nouveau banc de microscopie en champ proche. L'appareil commercial (financé par l'ANR et le CNRS) a été livré en Mai 2009 et a été installé dans une salle conditionnée (climatisation, mise en surpression, isolation acoustique ; Figure II.8).

Travaux en cours:

Il convient par ailleurs de préciser que je coordonne depuis deux ans la conception et le développement d'un microscope AFM pour la réalisation de mesures SThM in situ dans un microscope électronique à balayage (MEB) (voir Figures II.9 et II.10) afin d'approfondir notre analyse de l'interaction pointe-échantillon dans les années à venir. D. Renahy a spécifiquement été recruté en tant qu'ingénieur d'étude pour cette action financée par le projet QUANTIHEAT et programmée depuis 2010 au niveau de la plateforme Lyonnaise PNNL.

La combinaison des deux équipements (SThM et MEB) devrait permettre la réalisation d'expériences à différents niveaux de pression du gaz tout en observant en temps réel la forme et la taille de la pointe ainsi que de la surface de l'échantillon.

Nos travaux en cours dans ces conditions non usuelles concernent les premiers tests de mesure thermique. Ils s'effectuent dans le cadre de la thèse de doctorat d'E. Guen dont le sujet de recherche vise l'analyse du nano-contact thermique et des paramètres d'influence en microscopie thermique à sonde locale.



**Figure II.9 :** (a) Design de l'AFM fabriqué et défini à l'aide de logiciels de CAO. (b) Partie mécanique de l'AFM développée au CETHIL sous ma responsabilité (Livrable du projet QUANTIHEAT D8.1, 2015).

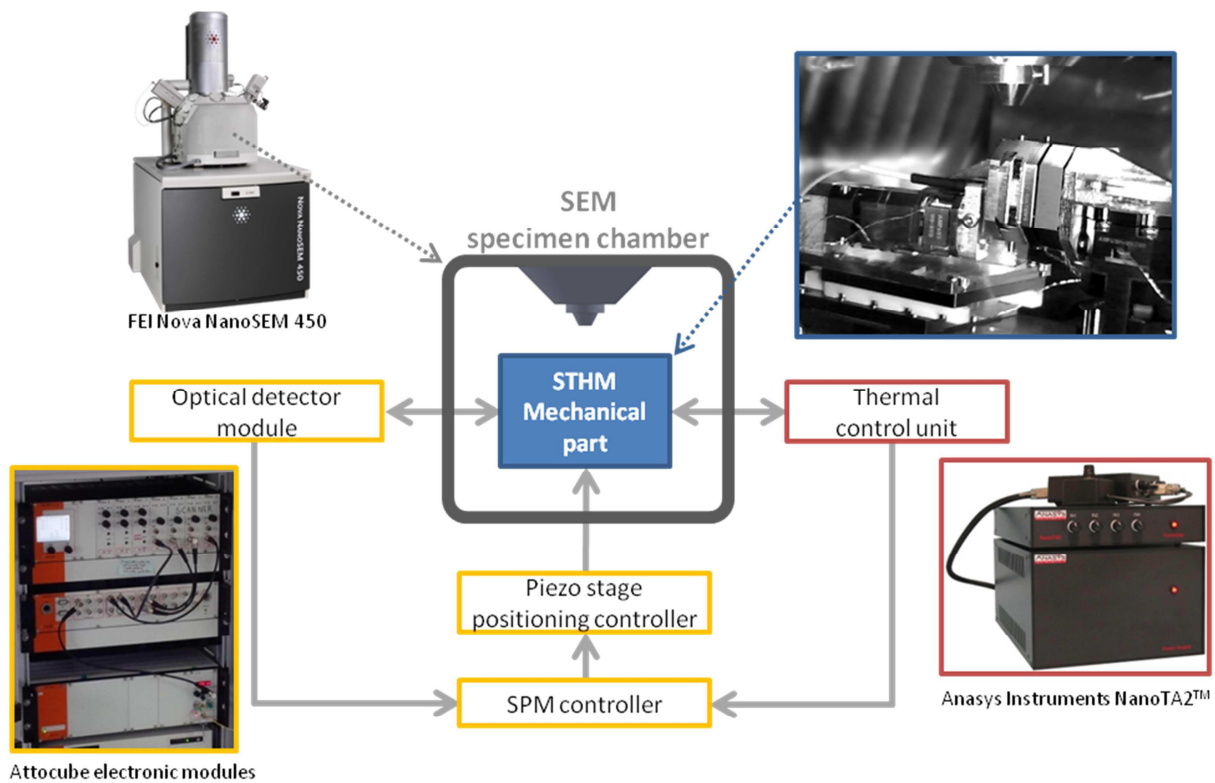


Figure II.10 : Vue schématique et éclatée du système combiné. (Livrable du projet QUANTIHEAT D8.1, 2015).

### II.3 Approche et modélisation de la mesure

Nos travaux expérimentaux pour l'analyse de matériaux et de l'interaction pointe-échantillon ont essentiellement été menés en mode actif. Je ne décrirai donc que l'approche de la mesure développée et utilisée pour exploiter la mesure SThM dans ce mode dans lequel la pointe SThM agit comme un thermomètre et comme source excitatrice de l'échantillon simultanément.

L'utilisation d'une source de chaleur très localisée permet en mode actif de sonder et d'analyser les matériaux au niveau de très petits volumes sub-surface.

Le principe général de la mesure d'une propriété thermique repose sur les trois étapes suivantes :

- i. La création d'une source de chaleur en surface du matériau à étudier, dans le cas où ce dernier ne contient pas de source interne,
- ii. La mesure du champ de température associé à la diffusion, au sein du matériau, de la chaleur issue de la source,
- iii. Le traitement des données expérimentales à partir de l'inversion d'un modèle direct de description de l'expérience (principe de mesure et échantillon).

Basée sur ce principe, notre approche de la mesure SThM repose sur une transposition aux micro- et nano-échelles des grandeurs et des modèles utilisés à l'échelle macroscopique pour caractériser la thermique par métrologie par contact.

Comme introduit précédemment, cette approche nécessite en premier abord de considérer les différents flux qui transitent dans le système sonde -échantillon-environnement, en d'autres termes, d'analyser le bilan énergétique de ce système.

### II.3.1 Description du système sonde -échantillon-environnement

Dans nos modèles, essentiellement analytiques (A9, 2007 ; A18, 2014 ; A23, 2015), l'équation de la chaleur est résolue pour un élément résistif de la sonde décrit comme deux ailettes thermiques de longueur  $L_t$  intégrant une source de chaleur volumique (voir Figure II.10). Ce type de modèles permet une estimation de la température de la pointe moyennée sur sa longueur quel que soit le régime (continu ou modulé) du chauffage de la sonde par effet joule. Jusqu'à présent, nous les avons essentiellement exploités en régime continu.

La résolution de l'équation de la chaleur est réalisée en considérant :

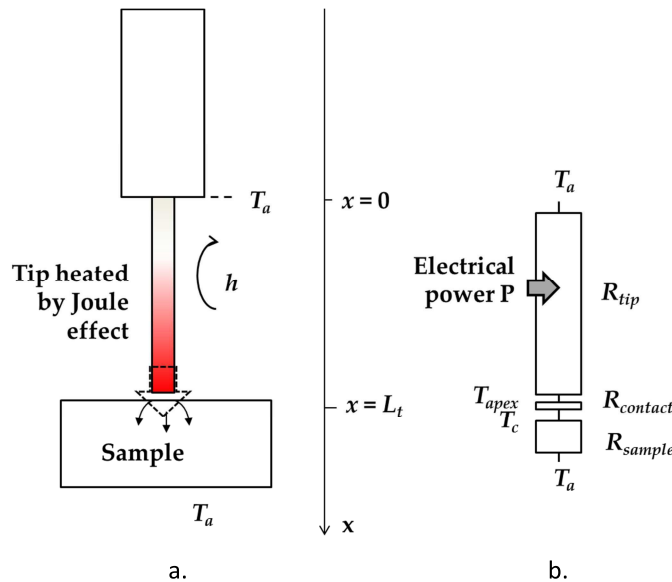
- les pertes thermiques de la pointe sur sa longueur, par convection et rayonnement thermiques, via un coefficient effectif de pertes  $h$  ( $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ ).
- le levier comme un puits thermique à température ambiante  $T_a$  (en  $x=0$  en figure II.11).
- l'interaction thermique entre la pointe et l'échantillon ne s'effectue qu'en extrémité de pointe (en  $x=L_t$  en figure II.11, ie. en seconde extrémité de chacune des ailettes).

L'échantillon est quant à lui décrit à l'aide d'une résistance thermique  $R_{sample}$ .

Dans le cas d'un échantillon massif purement conducteur, homogène et pouvant être considéré semi-infini, la résistance thermique de l'échantillon s'écrit en fonction de la conductivité thermique de l'échantillon  $k_s$  sous la forme :

$$R_{sample} = 1/Ck_s b_g \quad (II.1)$$

avec  $b_g$  est le rayon d'une surface circulaire effective  $A$  au contact thermique entre la pointe et l'échantillon et  $C$  est une constante. Notons qu'une telle expression ne s'applique que si l'aire de contact thermique est suffisamment grande comparée au libre parcours moyen des porteurs d'énergie au sein de l'échantillon.



**Figure II.11** : Description usuelle du système pointe-échantillon (a.) et réseau de résistances thermiques associé (b.) pour la sonde Wollaston (S. Gomès et A. Assy, à paraître).

Dans le cas de films minces d'épaisseur  $e$  sur substrat semi-infini et de conductivité thermique  $k_{sb}$ , l'expression suivante peut être utilisée en première approche (A9, 2007 ; A10, 2007) :

$$R_{sample} = \frac{1}{\pi b_g^2} \int_0^\infty \frac{(1+\gamma) J_1^2(q b_g)}{k_f q^2 (1-\gamma)} dq \quad (II.2)$$

---

où  $k_f$  is la conductivité thermique du système film et  $\gamma$  est donné par :

$$\gamma = \frac{(k_f - k_{sb})}{(k_f + k_{sb})} e^{-2qe} \quad (II.3)$$

Le contact film/substrat n'est pas pris en compte dans cette expression.

Le contact thermique entre la pointe et l'échantillon est prise en compte au travers d'une résistance thermique effective  $R_{contact}$  associée à une aire d'échange pointe-échantillon prise égale à  $A$ .

Une telle description permet de déterminer l'expression liant la température moyenne de l'élément résistif de la pointe, grandeur mesurable expérimentalement, à la conductivité thermique de l'échantillon  $k_s$ .

### **II.3.2 Modèle complet de la mesure**

En pratique, la mesure relevée pour une pointe sans contact thermique avec l'échantillon est nécessaire et utilisée comme référence. Dans ce cas, le flux de chaleur entre la pointe et l'échantillon est évidemment pris nul dans le modèle.

Pour un échantillon donné, la simulation de la mesure est :

- soit la variation de la résistance électrique de l'élément résistif  $R_{el,tip}$  :

$$\Delta R_{el,tip} = R_{el,tipc} - R_{el,tipi}, \quad (II.4)$$

si les mesures sont effectuées à courant  $I$  constant,

- soit la variation relative de la puissance électrique au sein de l'élément résistif :

$$\frac{\Delta P}{P} = \frac{R_{el,tip} I_c^2 - R_{el,tip} I_i^2}{R_{el,tip} I_c^2}, \quad (II.5)$$

si les mesures sont effectuées à température de pointe constante à l'aide de pont de Wheatstone asservi ( $R_{el,tip}$  constante ; voir Figure II.3 et Figures II.12(a) et (b)).

Les indexes  $i$  et  $c$  indiquent ici respectivement une mesure effectuée avec une pointe sans interaction avec l'échantillon et une mesure pour la même pointe en contact avec l'échantillon.

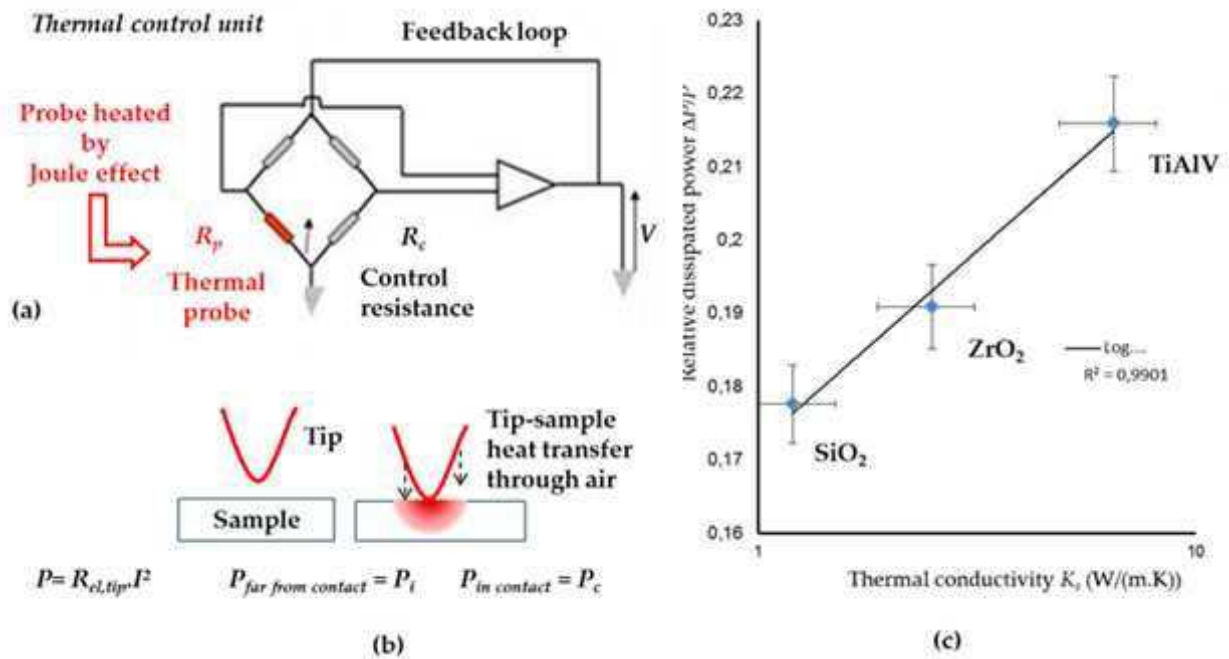
L'expression analytique (II.4) ou (II.5) dépend au final de différents paramètres effectifs qui peuvent être déterminés par étalonnage.

### **II.3.3 Etalonnage par comparaison entre résultats de mesures et de simulations**

Comme pour de nombreuses méthodes de caractérisation, l'étalonnage passe par la comparaison de mesures effectuées dans des conditions bien connues (échantillons d'étalonnage et conditions environnementales de la mesure) avec celles simulées avec un modèle tenant compte de ces mêmes conditions de mesure.

Pour notre modèle, ces paramètres incluent notamment :

- le coefficient effectif de pertes  $h$  de la pointe par convection et rayonnement thermiques,
- les paramètres effectifs associés à la description du contact thermique entre la pointe et l'échantillon,  $b_g$  et  $R_{contact}$ ,
- la conductivité thermique de l'échantillon  $k_s$ .



**Figure II.12** : Principe de la mesure en mode actif (a.) Schéma du pont de Wheatstone pouvant être utilisé pour la mesure de conductivité thermique avec la sonde Wollaston. (b.) Principe méthodologique des mesures nécessitant une sonde sans puis en contact avec l'échantillon. (c.) Courbe d'étalonnage (conductivité thermique en échelle log) . Trois échantillons de conductivité thermique connue et dans une gamme qui couvre la valeur de conductivité thermique à mesurer ont été utilisés. (C4, 2015).

Pour la mesure locale de la conductivité thermique de matériaux,  $h$ ,  $b_g$  et  $R_{contact}$  doivent être déterminés dans un premier temps. Notre approche pour leur identification est en évolution continue pour réduire l'incertitude sur cette mesure.

Comme proposé par Lefèvre pour des mesures réalisées en régime continu de chauffe de la pointe (Lefèvre 2004), nous avons longtemps (jusqu'en 2011) considéré un coefficient  $h$  nul dans notre modèle analytique. Cette hypothèse correspond en fait à une configuration de mesures réalisées sous vide. Pour moins d'incertitude, ce paramètre est maintenant associé aux valeurs de la littérature (Chapuis 2007) ou déterminé expérimentalement à partir de mesures en régime modulé (Lefèvre 2004). On notera ici que le fait de garder constante la valeur de  $h$  dans notre approche reste une hypothèse forte et que sa signification peut être remise en question. Cette question est notamment traitée dans la thèse de M. Massoud (Massoud 2016) qui sera soutenue au CETHIL en juin 2016 mais que je n'ai pas encadrée.

La thèse d'Ali Assy (Thèse A. Assy 2015) analyse les paramètres effectifs associés à la description du contact thermique entre la pointe et l'échantillon à l'aide d'échantillons connus a priori ainsi que de simulations par éléments finis du transfert thermique pointe-échantillon par conduction thermique via l'air (Figure II.13). Elle confirme clairement la dépendance de  $b_g$  et  $R_{contact}$  à la conductivité thermique  $k_s$  de l'échantillon (Lefèvre 2004) (Thèse L. David 2006). Considérer comme des constantes ces paramètres comme cela a été suggéré durant de nombreuses années introduit une incertitude sur les mesures.

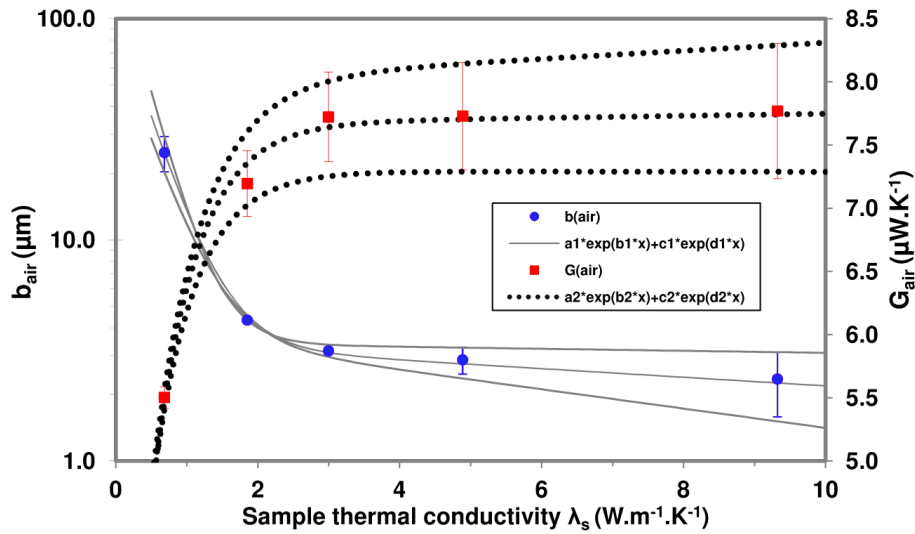


Figure II.13 : Variation de  $b_g$  et  $1/R_{\text{contact}}$  en fonction de  $k_s$  pour une sonde Wollaston (Thèse A. Assy 2015).

Nous montrons également clairement au travers de la thèse d'Ali Assy que la rugosité de la surface des échantillons peut être un paramètre d'influence non négligeable dans la détermination des paramètres du contact thermique pour des sondes Wollaston. L'influence de la rugosité de surface de l'échantillon sur la mesure est montrée d'autant plus importante que l'échantillon est thermiquement conducteur. La Figure II.14 montre une chute du signal mesuré lorsque le paramètre de rugosité arithmétique  $R_{ar}$  augmente. Cette chute de signal peut être attribuée à l'ajout d'une résistance thermique croissante entre l'extrémité de la pointe et la surface de l'échantillon lorsque  $R_{ar}$  croît.

Par ailleurs, les courbes d'étalonnage et de simulation de la mesure obtenues pour des échantillons connus a priori montrent que la technique SThM avec la pointe Wollaston n'est pas sensible à la conductivité thermique de l'échantillon  $k_s$  lorsque  $k_s$  est supérieure à 20-30  $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  (Figure II.14) en fonction de la pointe utilisée. Nos travaux tendent à montrer que la gamme de sensibilité de la sonde KNT est encore plus réduite (Thèse A. Assy 2015).

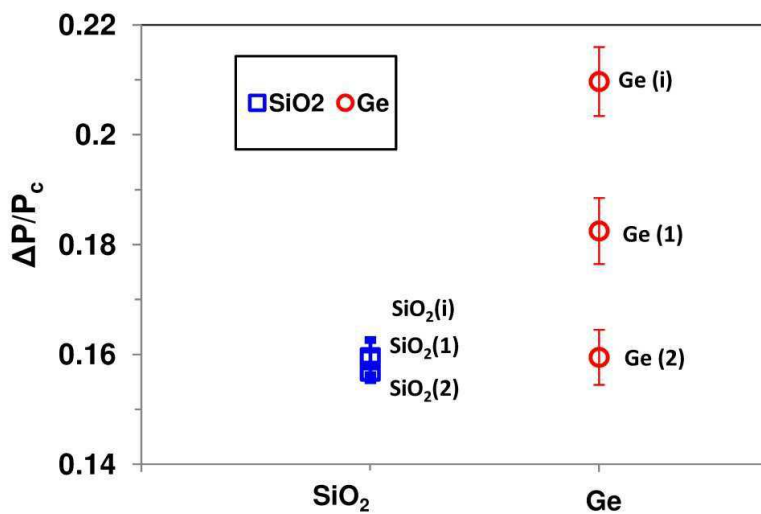


Table II.1

Samples	Arithmetic roughness $R_{ar}$ (nm)
SiO <sub>2</sub> (i)	
SiO <sub>2</sub> (1)	20 ± 2
SiO <sub>2</sub> (2)	58 ± 6
Ge(i)	
Ge(1)	27 ± 5
Ge(2)	67 ± 8

Figure II.14 : Signal  $\Delta P/P_c$  mesuré à l'ambiante ( $T_a = 25^\circ\text{C}$ ,  $RH = 40\%$ ) pour des échantillons de silice ( $\text{SiO}_2$ ) et de germanium ( $\text{Ge}$ ) de différentes rugosités de surface, données en Table II.1 (Thèse A. Assy 2015).

Compte-tenu de ces résultats, à l'heure actuelle et dans le cadre de l'analyse de matériaux (plutôt isolants), nous étalonnons la méthode sur la gamme de sensibilité des pointes et choisissons des échantillons de référence de conductivité thermique, propriétés mécaniques et rugosité avoisinant les valeurs de celles de l'échantillon à mesurer.

L'étalonnage par comparaison de mesures simulées avec notre modèle et des données expérimentales obtenues dans des conditions bien connues utilise des paramètres effectifs  $b_g$  et  $R_{contact}$  moyens. Des étalonnages purement expérimentaux sont également possibles dans ces conditions (Figure II.12.c).

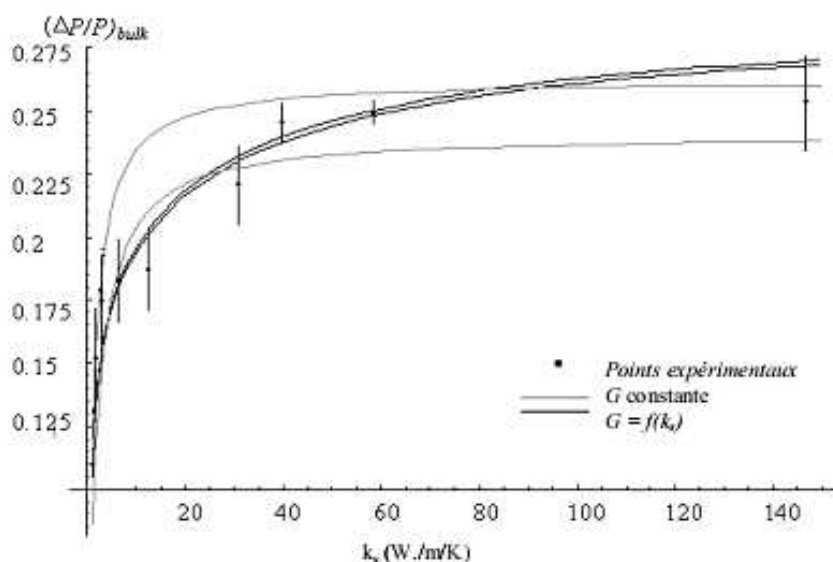


Figure II.14 : Courbe d'étalonnage pour la mesure de conductivité thermique (Thèse L. David 2006).

Cette évolution de notre modèle montre notre souci de réaliser des mesures les plus précises possibles. Nous sommes conscients des limitations de ce modèle. Aussi nous nous sommes attachés à vérifier la pertinence de nos résultats en les comparant à ceux obtenus par méthodes photothermiques dans les applications de la SThM à l'étude de matériaux (A10, 2007 ; A15, 2013 ; A16, 2013 ; A20, 2014) y compris celles présentées dans le chapitre qui suit.

#### Travaux en cours:

L'amélioration de notre approche de la mesure et l'identification des paramètres d'influence et de leur impact sur l'incertitude de la mesure de conductivité et conductance thermiques par différentes méthodes SThM est au cœur du projet QUANTIHEAT.

Cette action est actuellement réalisée en étroite collaboration avec les bureaux de métrologie français (LNE), anglais (NPL) et tchèque (CMI). Dans ce cadre, les pointes SThM Wollaston, KNT et les Thermal levers sont utilisées et des échantillons de référence spécifiques ont été définis par le CETHIL.

## II.4 Conclusion et perspectives

Ce chapitre présente les appareillages acquis et les développements technologiques réalisés sous ma responsabilité, pour la constitution de la plateforme de microscopie thermique à sonde locale m'ayant permis de lancer puis de renforcer le développement de l'activité de recherche expérimentale en thermique aux petites échelles au CETHIL. Cette plateforme est aujourd'hui constituée de deux microscopes commerciaux et d'un microscope à force atomique développé au laboratoire et combinable à un microscope électronique à balayage. Un autre chercheur CNRS, P.-O. Chapuis ainsi

---

qu'un Maître de Conférence de l'INSA de Lyon, S. Lefèvre disposent également de cette plate-forme pour développer leur activité de recherche.

En toute rigueur, la description du système sonde -échantillon-environnement utilisée pour interpréter et traiter la mesure SThM devrait tenir compte de tous les phénomènes physiques qui opèrent et de tous les paramètres influant la mesure. Compte-tenu du caractère multiéchelle du système à considérer, de la complexité de l'interaction énergétique pointe-échantillon, de l'impossibilité d'étalonner un instrument sur la base d'un modèle trop complexe, force est de constater que les modèles de la mesure SThM restent simplifiés et utilisent des paramètres effectifs dont la physique n'est pour certains pas encore complètement comprise.

Nous nous sommes attachés ces dernières années à améliorer cette approche de la mesure actuellement évaluée dans le cadre du projet QUANTIHEAT. Nous nous dirigeons par ailleurs vers des modèles permettant des descriptions de la géométrie des pointes plus réalistes et utilisant des méthodes de calculs par éléments finis. La thèse de M. Massoud qui sera soutenue en juin 2016 en est une belle illustration (Massoud, 2015). E. Guen développera durant sa thèse une nouvelle modélisation pour la sonde KNT. C. Lokanatha, étudiant en MASTER II que j'encadre actuellement, met au point un modèle spécifique de la mesure avec la pointe Thermal lever en silicium pour l'analyse de matériaux polymères.



---

## CHAPITRE III :

### APPLICATION DE LA STHM A LA CARACTERISATION DE MATERIAUX/SYSTEMES

La microscopie SThM a été en raison de sa haute résolution spatiale appliquée dans des domaines variés des sciences et de l'ingénierie depuis les années 1990. Ses principales utilisations concernent :

1. *la caractérisation de la conduction thermique au sein de matériaux nanostructurés,*
2. *la caractérisation thermique de micro- et nano-composants électroniques actifs,*
3. *la science des polymères.*

Ce chapitre donne les travaux que j'ai réalisés pour chacune de ces trois applications en y précisant leur motivation et mes principaux résultats. En utilisant l'approche de la mesure donnée dans le chapitre précédent, nous avons en effet pu mener diverses études comprenant celles :

- de la dégradation sub-surfacique de diverses céramiques provoquée par une irradiation avec des ions énergétiques,
- de films minces,
- d'interphases nanoséquencées dans le cadre du développement de nouveaux composites de nouveaux matériaux nanostructurés pour la thermoélectricité,
- ainsi qu'une contribution à l'évaluation de procédés dédiés à réduire la conductivité thermique de matériaux.

L'analyse de composants actifs et de polymères a également été initiée. A l'exception de l'analyse de matériaux polymères, tous ces travaux ont été effectués avec la sonde Wollaston et sous air ambiant.

### III.1 Caractérisation de la conduction thermique au sein de matériaux

#### **III.1.1 Etude de la dégradation subsurfacique de céramiques (SiC, TiN, TiC et ZrC) provoquée par une irradiation avec des ions énergétiques**

Objet d'un contrat de collaboration avec le *Laboratoire des Lois de Comportement du Combustible (LLCC)*, du CEA-Cadarache et d'une collaboration avec le Laboratoire d'Optique Physique (LOP) de l'ESPCI de Paris, cette étude s'est inscrite dans le cadre du développement de combustibles nucléaires pour la nouvelle génération de Réacteurs à Caloporteurs Gaz. Les travaux réalisés ont concerné plus particulièrement l'analyse de la dégradation de la conductivité thermique de matériaux identifiés comme bons candidats de matrice inerte d'enrobage de la matière fissile ; cette matrice se devant assurer le transfert de chaleur vers le caloporteur gaz et la rétention des produits de fission.

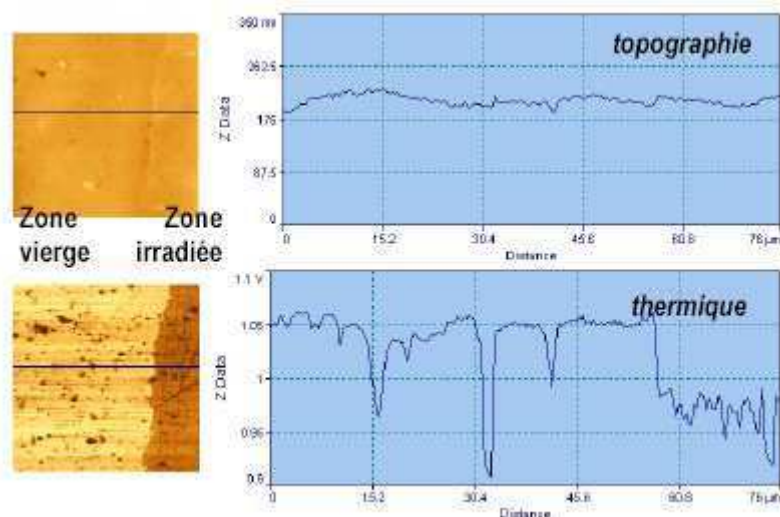
La conception d'irradiations dans des réacteurs nucléaires nécessite de connaître les propriétés thermiques des matériaux entrant dans la composition des combustibles pendant toute la durée des expériences. Or, s'il est aisé de mesurer ces propriétés avant irradiation, il est beaucoup plus compliqué et très onéreux de les mesurer sous flux. A partir de cette constatation, l'irradiation en réacteur a été simulée par des expériences d'irradiation avec des ions de masse et d'énergie comparables à celles des produits de fission. Ce traitement crée en subsurface des matériaux un endommagement par création de défauts ponctuels « interstitiel-lacune » et de cascades de déplacements atomiques sur tout le trajet des ions. Ces défauts réduisant le libre parcours moyens des porteurs d'énergie au sein des matériaux induisent une chute de la conductivité thermique de ces derniers. C'est de l'estimation de cette chute de conductivité dont il était ici question.

Une première proposition d'expérience d'irradiation a été acceptée en décembre 2001 par la direction de recherche du Grand Accélérateur National d'Ions Lourds (GANIL). Les travaux ont débuté au printemps 2002 dans le cadre du stage de DEA de L. David au LLCC pour lequel des études avec le SThM et par photothermoreflectance ont été menées respectivement au CETHIL, sous mon encadrement, et au laboratoire d'optique physique de l'ESPCI de Paris. L. David a poursuivi de 2002 à 2006 cette étude

au sein du CETHIL dans le cadre d'une thèse (Bourse ministérielle) que j'ai co-dirigée avec le Professeur M. Raynaud.

Dans le cadre de cette thèse, différentes expériences d'irradiations ont été réalisées sur des échantillons massifs frittés de carbures de silicium, de titane et de zirconium, de nitrure de titane et de vanadium ainsi que sur des dépôts CVD de carbures de silicium et de nitrure de titane. Chaque échantillon n'a été irradié que sur la moitié de l'une de ses faces.

De l'imagerie par microscopie électronique à balayage et AFM a permis d'analyser la dégradation morphologique de chacun de ces matériaux et pour chaque expérience d'irradiation. Si la microscopie SThM a permis de montrer qualitativement la forte dégradation de la conductivité thermique des échantillons correspondant à cette dégradation morphologique (Figure II.1), peu de mesures SThM ont pu être réalisées compte-tenu de la complexité et de valeurs de la conductivité thermique des échantillons n'entrant pas dans la gamme de sensibilité des pointes SThM utilisées. Seuls nos résultats par SThM sur des échantillons de TiC et de SiC irradiés avec des ions Krypton (Kr) de 86 MeV ont pu être validés par comparaison avec ceux obtenus par microscopie par thermoréfectance en régime modulé (MRTM). Notons que ces résultats ont par ailleurs permis de valider notre approche de la mesure de la conductivité thermique locale des matériaux faiblement conducteurs thermiques par SThM.



**Figure II.1 :** Images et profils de topographie et thermique obtenus par SThM à l'interface matériau irradié / matériau vierge d'un échantillon de TiC irradié. La dégradation de la conductivité thermique est clairement mise en évidence à l'interface des deux zones (Thèse L. David 2006).

Des campagnes de mesures par photothermoreflectance ont en effet été menées en 2005 au Laboratoire d'Optique Physique de l'ESPCI de Paris. Pour chacun des échantillons fournis par le CEA, la dégradation de la conductivité thermique induite dans les deux domaines d'interactions ions-matière (domaine des collisions élastiques et domaine des collisions inélastiques) a été étudiée à partir de mesures de la conductivité thermique de leurs états vierge et irradié.

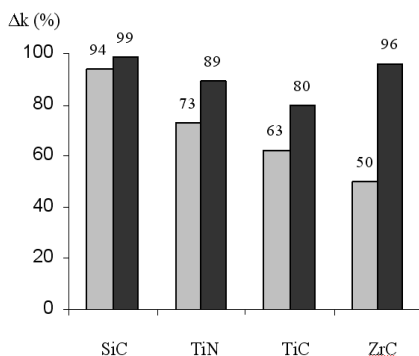
Nos différents résultats en termes de conductivité thermique pour les irradiations aux ions krypton sont présentés dans le Tableau II.1 (A13, 2008 ; A14, 2008). Nos estimations pour l'état vierge des matériaux sont en bon accord avec les valeurs de conductivités thermiques relevées dans la littérature scientifique (Lengauer 1995 ; Munro 1997 ; Clarke 2003): les différences obtenues pour un même matériau étant probablement causées par des variations de taux d'impuretés, de stœchiométrie et de microstructure entre les échantillons considérés du même matériau.

**Tableau II.1 : Synthèse des résultats expérimentaux obtenus par photothermoreflectance (A13, 2008).**

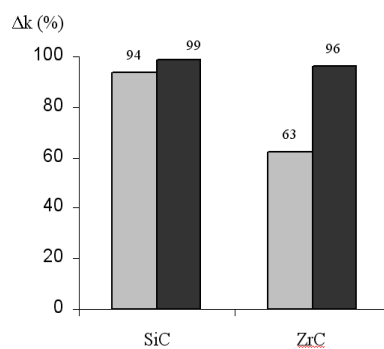
Matériau	Irradiation	Fluence	$k$ (Lengauer, Binder et al. 1995; Munro 1997; Clarke 2003) $W.m^{-1}.K^{-1}$	$k$ mesurée $W.m^{-1}.K^{-1}$	$k_{CI}$ $W.m^{-1}.K^{-1}$	$k_{CE}$ $W.m^{-1}.K^{-1}$
$\alpha$ -SiC 6H	25.8 - Kr	$10^{16}$	$112 \pm 12\%$	$160 \pm 20$	$10 \pm 5$	$2 \pm 1$
		$6.10^{16}$			$10 \pm 5$	$2 \pm 0,5$
TiC	25.8 - Kr	$10^{16}$	10-20	$20 \pm 5$	$7,5 \pm 2,5$	$4 \pm 1$
		$6.10^{16}$			-	-
ZrC	25.8 - Kr	$10^{16}$	17-36	$20 \pm 5$	$10 \pm 5$	$< 1$
		$6.10^{16}$			$5 \pm 2$	$< 1$
TiN	25.8 - Kr	$10^{16}$	20-60	$37,5 \pm 5$	$10 \pm 2,5$	$4 \pm 1$
		$6.10^{16}$			-	-
TiC	86 - Kr	$5.10^{15}$	10-20	$20 \pm 5$	$9 \pm 1,5$	$4 \pm 1$

Les Figures II.2 à II.4 (A13, 2008), correspondant chacune à l'une des trois expériences d'irradiation effectuées, représentent la chute relative de la conductivité thermique des matériaux de l'étude après irradiation :  $(\Delta k)_{irr} = (k - k_{irr})/k$  où l'indice 'irr' indique soit le domaine des collisions inélastiques (représenté en gris clair ; on a alors  $k_{irr} = k_{CI}$ ), soit le domaine des collisions élastiques (en gris foncé ;  $k_{irr} = k_{CE}$ ).

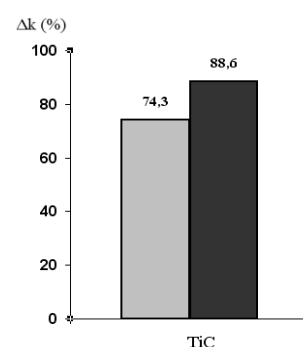
Ces résultats révèlent une dégradation importante de la conductivité thermique dans les deux domaines de collisions pour tous les matériaux de l'étude et les expériences d'irradiation utilisées. Quels que soient le matériau et l'irradiation, la chute relative de conductivité thermique est supérieure à 50 % dans le domaine des collisions inélastiques et à 80 % dans le domaine des collisions élastiques. Les interactions nucléaires sont montrées dégrader plus fortement les propriétés thermiques que les interactions électroniques. La diffusion des porteurs de l'énergie thermique (phonons pour le SiC et phonons et électrons pour les céramiques semi-métalliques) est la plus élevée dans le domaine des collisions élastiques parce que les cascades de déplacements atomiques produisent une très haute concentration de défauts ponctuels (lacunes, interstitiels et ions Kr implantés) dans ce domaine.



**Figure II.2 :**  $(\Delta k)_{CI}$  et  $(\Delta k)_{CE}$  relatives à l'irradiation avec des ions Kr de 25,8 MeV à une fluence de  $10^{16}$  ions.cm<sup>-2</sup>. (A13, 2008)



**Figure II.3 :**  $(\Delta k)_{CI}$  et  $(\Delta k)_{CE}$  pour le SiC et le ZrC. Irradiation avec des ions Kr de 25,8 MeV à une fluence de  $6.10^{16}$  ions.cm<sup>-2</sup>. (A13, 2008)



**Figure II.4 :**  $(\Delta k)_{CI}$  et  $(\Delta k)_{CE}$  pour le TiC. Irradiation avec des ions Kr de 86 MeV à une fluence de  $5.10^{15}$  ions.cm<sup>-2</sup>. (A13, 2008)

D'après les Figures II.2 à II.4, le SiC apparaît plus dégradé que les matériaux à liaisons métalliques pour une expérience d'irradiation donnée, et ce, quel que soit le domaine d'interaction considéré. Dans le cas du SiC, le domaine des collisions inélastiques est beaucoup plus affecté. Contrairement au cas des céramiques à liaisons métalliques, la très faible mobilité des électrons dans le SiC, matériau à liaison principalement covalente, ne favorise pas la neutralisation de la concentration de charges positives

---

résultant de la forte densité d'ionisations créées au passage des ions incidents. Il en résulte une création de défauts plus importante dans le cas de ce matériau.

Les résultats relatifs aux irradiations effectuées avec des ions Kr de 25,8 MeV aux fluences de  $10^{16}$  ions.cm<sup>-2</sup> et de  $6.10^{16}$  ions.cm<sup>-2</sup> ne montrent pas clairement de modification du comportement du SiC et du ZrC malgré une fluence 6 fois plus importante dans la seconde expérience. Seule une augmentation de la chute de conductivité thermique pour le ZrC est observée dans le domaine de collisions inélastiques. Une saturation du nombre de défauts générés pour les fluences utilisées explique ces résultats. Nous nous en sommes assurés pour le SiC en déterminant sa conductivité thermique minimale à l'aide du modèle proposé par Clarke (Clarke 2003). Cette conductivité thermique minimale est de l'ordre de  $3\pm 0,6$  W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> et corrobore déjà nos résultats expérimentaux à la plus faible fluence d'irradiation utilisée.

Nous pouvons également remarquer que le TiN est plus dégradé que le TiC dans le domaine des collisions inélastiques. Le pouvoir d'arrêt des ions à une profondeur donnée est supérieur dans le cas du TiN à celui pour le TiC. Par conséquent, une dégradation plus importante dans le domaine des collisions inélastiques est induite dans le TiN.

En ce qui concerne les deux carbures semi-métalliques, ZrC et TiC, la Figure II. 2 montre que le TiC est plus endommagé que le ZrC dans le domaine de collisions inélastiques. Ces matériaux ont des conductivités thermiques à l'état vierge mesurées identiques ( $20\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ). Nos prédictions avec le logiciel SRIM révèlent des profils de pouvoirs d'arrêt électronique des ions identiques pour les deux matériaux. Les résistivités électriques sont par ailleurs elles différentes : de  $35\ \mu\Omega.\text{cm}$  et de  $50\ \mu\Omega.\text{cm}$  pour le ZrC et le TiC respectivement. Ces données nous indiquent que la composante électronique de la conductivité thermique est plus importante pour le ZrC que pour le TiC. Par conséquent, il y a plus d'électrons mobiles dans le ZrC que dans le TiC d'où une neutralisation de la concentration de charges positives résultant de la forte densité d'ionisations créées au passage des ions incidents. Il en résulte donc un endommagement de la matière moindre dans le cas du ZrC. A l'inverse, la chute de  $k$  est la plus élevée pour ZrC dans le domaine des collisions élastiques. Ceci peut être expliqué par un nombre de déplacements par atome (provoqués par les ions incidents lors de l'irradiation) plus élevé dans le ZrC que dans le TiC.

La microscopie n'étant la méthode la mieux adaptée pour l'analyse de ce type d'échantillons (les matériaux étant trop conducteurs thermiques, la reconstruction de la surface suite aux irradiations entraînant des modifications de la topographie des échantillons et la poursuite de l'étude étant programmée à haute température par le CEA), ce travail n'a pas été poursuivi.

### **II.1.2 Contribution à l'évaluation de procédés dédiés à réduire la conductivité thermique de matériaux**

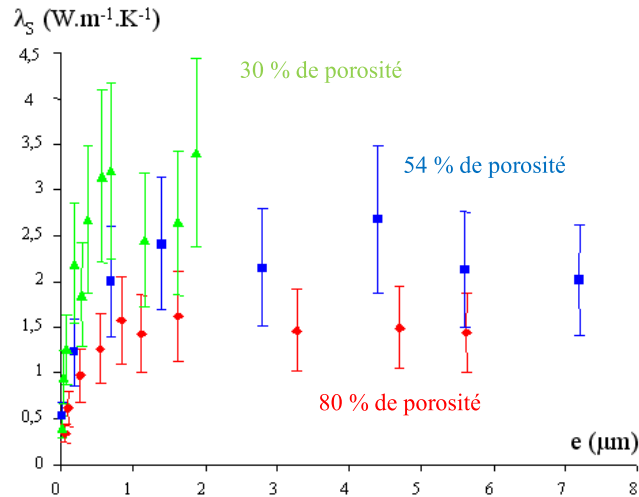
La SThM avec la sonde Wollaston a été et reste actuellement utilisée dans le cadre de l'évaluation et de la mise au point d'un nouveau procédé technologique proposé par l'INL pour réduire la conductivité thermique de matériaux semi-conducteurs (silicium et carbure de silicium).

#### **(i) Analyse de films minces de silicium rendus mésoporeux**

La mesure de la conductivité thermique de films minces diélectriques poreux a attiré une attention considérable au cours de ces vingt dernières années. La principale raison pour cela est l'application de ces films dans les domaines de la microélectronique et des microtechnologies.

Le modèle prédictif de la mesure SThM de conductivité thermique de films minces (A9, 2007) (voir équations I.2 et I.3) et la méthodologie expérimentale d'étalonnage développés dans le cadre de la thèse de L. David ont été appliqués à la caractérisation de films minces de silicium méso-poreux (méso-PSi). Ces films sont notamment utilisés comme isolant thermique pour la fabrication de capteurs thermiques (Lysenko 1999) ou de dispositifs intégrés (Perichon 2000). Ce travail a été effectué en collaboration avec le Laboratoire de Physique de la Matière (LPM UMR 5511) et le Groupe d'Etude de

L'ordre de grandeur des conductivités thermiques déterminées pour différentes porosités et pour les films d'épaisseurs micrométriques corroborent celui des valeurs obtenues par spectrométrie Raman par le LPM, ce qui valide notre approche de la mesure SThM. Nos résultats montrent toutefois la forte incertitude sur les estimations réalisées (Figure II.5).



**Figure II.5 :** Estimations de la conductivité thermique de films de Si mésoporeux en fonction de leur épaisseur et de leur porosité (Thèse L. David 2006).

Une nouvelle description des échantillons sous forme de films minces sur substrat prenant en compte une résistance d'interface dans le modèle de prédiction de la mesure avec la sonde Wollaston a par la suite permis de déterminer la conductivité thermique de films de méso-PSi ainsi que les valeurs des résistances thermiques interfaciales relatives à différents niveaux de porosité de ce matériau (A10, 2007).

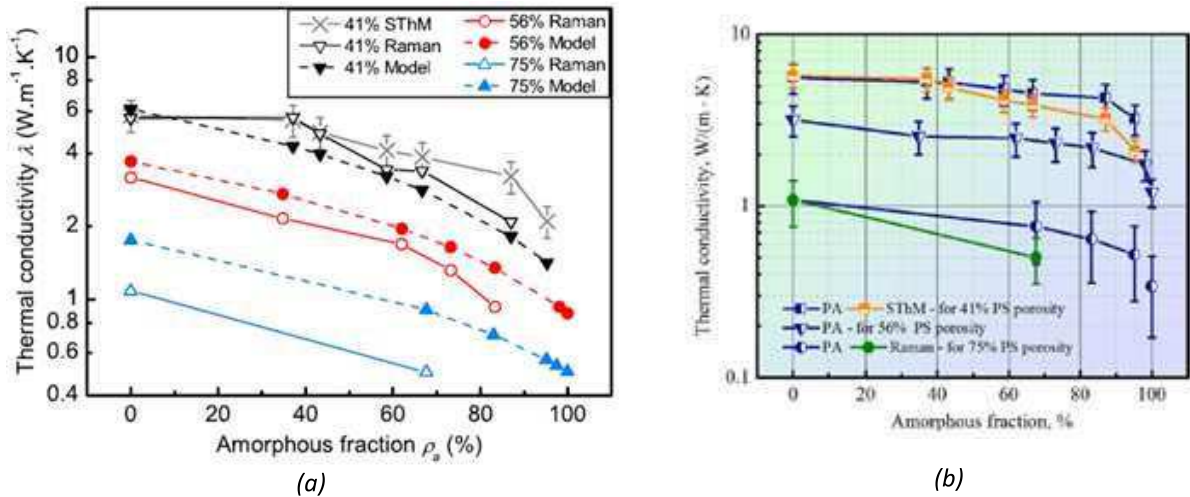
Les résultats obtenus montrent que la résistance thermique interfaciale est d'autant plus élevée que la porosité croît. Cela signifie que l'effet résistif à l'interface est gouverné par le nombre et la taille des constriction à l'interface où sont localisées les connexions (continues) entre les cristallites de silicium composant le méso-PSi et le substrat de silicium.

Compte tenu des larges incertitudes sur la mesure en SThM, il n'est pas possible de vérifier si la conductance thermique du film de méso-PSi diminue en fonction de la décroissance de son épaisseur telle que le prévoit la théorie (Randrianalisoa 2006) pour les épaisseurs inférieures à 1  $\mu\text{m}$ .

(ii) Silicium méso-poreux irradié avec des ions de différentes énergies et différentes fluences :

Les deux principales méthodes utilisées pour parvenir à réduire la conductivité thermique du silicium méso-poreux étaient jusqu'à présent d'augmenter sa porosité ou de l'oxyder légèrement. Une nouvelle approche proposée par l'INL est d'irradier avec des ions lourds rapides le nanomatériau de manière à obtenir son amorphisation partielle sans dommage ni modification de sa morphologie, tandis que sa conductivité thermique est réduite de façon significative. Pour démontrer la validité de ce procédé, des échantillons de méso-PSi de différentes porosités ont été irradiés à l'accélérateur du GANIL, avec des ions de différentes énergies et différentes fluences.

Les résultats en termes de diminution de la conductivité thermique des méso-PSi, obtenus par le CETHIL avec la SThM corroborent ceux obtenus par l'INL avec une méthode photothermique basée sur la spectroscopie Raman, et ceux obtenus par nos collègues ukrainiens (de la Faculté de Physique de l'Université de Kiev) par méthode photoacoustique. Une diminution de la conductivité thermique de plus de 50% a notamment été démontrée (A15, 2013 ; A16, 2013 ; A20, 2014).



**Figure II.6 :** Conductivité thermique en fonction de la fraction de matériau amorphe pour des couches de silicium poreux de différentes porosités. (a) Comparaison de résultats expérimentaux obtenus par SThM et spectrométrie Raman, et de modélisation (A16, 2013) et (b) Comparaison de résultats expérimentaux obtenus par SThM et spectrométrie Raman et méthode photoacoustique (A20, 2014).

Comme attendu, des analyses par spectrométrie Raman effectuées par l'INL sur des zones de la surface non irradiée (NI) et irradiée (I) des échantillons de méso-Psi montrent qu'une phase de silicium amorphe (a-Si) apparaît au sein du matériau irradié. Il semblerait que la fraction cristalline de méso-Psi qui n'a pas interagi avec les ions reste inchangée, et que les petits cristaux qui ont interagi avec les ions est complètement amorphe. A partir de ce constat et en supposant une configuration en nanofils parallèles des phases amorphes et cristallines, un modèle du comportement thermique du méso-Psi irradié a été proposé par le CETHIL. Ce modèle exprime la conductivité thermique perpendiculaire à la surface du matériau de la partie amorphisée en fonction de la conductivité thermique de la couche de méso-Psi,  $k_{PSi}$ , des nanofils de Si cristallin,  $k_{Si}$ , des nanofils de Si amorphe (a-Si),  $k_{a-Si}$ , de la porosité  $xp$  du matériau et de la fraction amorphe,  $a$ :

$$k_{PSi} = (1-xp) (k_{Si} (1-a) + k_{a-Si} a)$$

La conductivité thermique des nanofils de Si cristallin constituant le méso-Psi a été estimée par extrapolation de résultats obtenus avec un modèle du transfert conductif par les phonons basé sur la théorie cinétique des gaz développée au CETHIL pour des nanofils de silicium de 22 nm de section. Le diamètre des cristallites colonnaires méso-Psi, mesurée par spectroscopie Raman varie en effet entre 7 et 15 nm. La conductivité thermique du a-Si est donnée dans la littérature entre 1 et 4 W/(m.K) (He 2011). Une valeur intermédiaire de  $k_{a-Si} = 2$  W/(m.K) a été choisie pour notre modèle. Les valeurs de conductivité thermique estimées avec ce modèle sont légèrement supérieures à celles mesurées mais sont du même ordre de grandeur. Les tendances de l'évolution de la conductivité thermique en fonction des caractéristiques de l'irradiation (énergie des ions et fluence) et de la porosité du méso-Psi sont en accord avec celles mesurées expérimentalement.

De premières campagnes de mesure pour estimer la conductivité thermique de couche de carbure de silicium « porosifié » ont été réalisées. Le procédé élaboré par l'INL ne permet cependant pas encore de réduire suffisamment la conductivité thermique du matériau qui reste dans l'intervalle de faible sensibilité de la méthode SThM.

### II.1.3 Caractérisation d'interphases nanoséquencées Pyrocarbure/Carbure de Silicium pour les composites thermostructuraux

Une étude du transfert thermique au sein de matériaux nanoséquencés a également été réalisée en collaboration avec les LCTS et le Centre CEA du Ripault dans le cadre d'une *Action de recherche Concertée Nanosciences intitulée Nanotherm Composite*. Cette action, pilotée par le LCTS, avait pour objectif d'étudier plus particulièrement des interphases Pyrocarbure/Carbure de Silicium (PyC/SiC), envisagées pour ajuster la conductivité thermique de composites sans dégrader leurs performances mécaniques ou physico-chimiques. L'application de ces composites se trouve en effet dans des systèmes tels que ceux de freinage aéronautique et terrestre, d'isolation des corps de rentrée pour les véhicules hypersoniques, les boucliers thermiques, les cols et divergents de tuyère pour l'aérospatial et pour le confinement du combustible des centrales nucléaires de IV<sup>ème</sup> génération.

F. Lagrange, ingénieur de l'ENSI de Limoges en stage de recherche au CETHIL pour l'obtention d'un Diplôme de Recherche Technologique a participé, sous mon encadrement, aux campagnes de mesures dédiées à cette étude ainsi qu'à leur dépouillement.

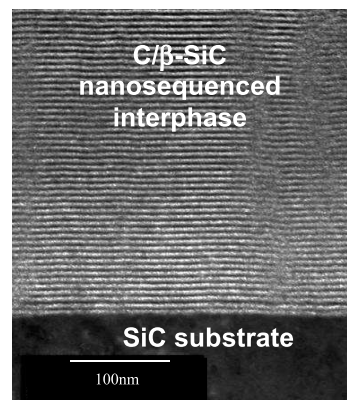
Le travail a consisté à étudier et caractériser par SThM le transfert de chaleur au sein d'interphases en fonction de la nature et du nombre des couches composant 1  $\mu\text{m}$  d'interphase.

Plusieurs séries de mesures ont été menées en régime dc avec différentes pointes thermiques préalablement étalonnées avec des échantillons de conductivité thermique connue. Le modèle développé par *David et al.* a ensuite été utilisé pour traiter les mesures ponctuelles. Ce traitement a permis d'estimer la conductivité thermique effective  $k$  du système « interphase+interface interphase/substrat » pour chacune des interphases (1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur) déposées sur substrat plan.

La Figure II.8 donne l'évolution de la conductivité thermique effective  $k$  en fonction de l'épaisseur des couches de PyC et de SiC au sein des interphases nanoséquencées. La conductivité thermique équivalente des interphases nanoséquencées augmente lorsque l'épaisseur des couches de PyC et de SiC diminue (de 48 à 0,75 nm). Cette variation est très peu marquée pour les couches de 48, 24 et 3 nm d'épaisseur: de 1 à 3  $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  et augmente significativement pour les épaisseurs inférieures à 3 nm, pouvant atteindre plusieurs dizaine de  $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ .

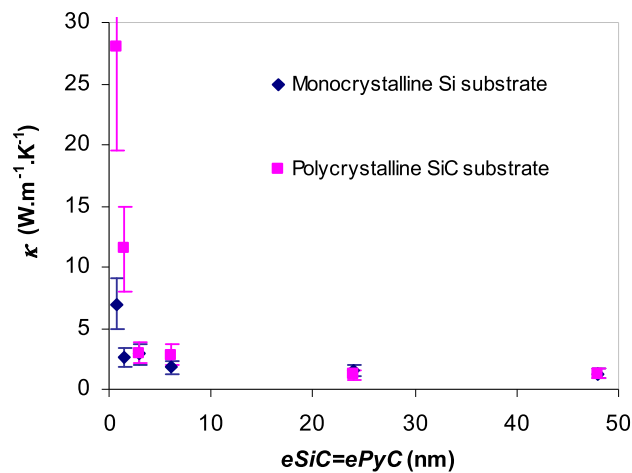
Des mesures « ponctuelles » sur les échantillons de type 3 ont également été réalisées avec différentes pointes thermiques. Dans ce mode, le signal mesuré est représentatif des pertes de la pointe vers l'échantillon ; par conséquent la variation de ce signal correspond à celle de la conductance thermique équivalente de l'échantillon. La Figure II.9 donne l'évolution du signal mesuré, représentative de celle de la conductance de l'échantillon, en fonction de l'épaisseur des couches de PyC et de SiC au sein des interphases nanoséquencées. Ces résultats tendent à :

- conforter les résultats obtenus pour les interphases sur substrat plan : pour les épaisseurs de couches de PyC et de SiC de quelques nm, la conductance de l'interphase tend à augmenter lorsque  $e$  diminue,
- mettre en évidence l'existence d'un minimum de la conductance thermique de l'interphase pour une épaisseur de films de PyC et de SiC comprise entre 24 et 100 nm. Pour les épaisseurs inférieures à ce minimum, l'augmentation de la conductance thermique du matériau avec l'amincissement des films de PyC et de SiC pourrait mettre en évidence le recouvrement des bandes d'énergie relatives aux deux matériaux mis en présence. Ce comportement est prédit par ailleurs par des simulations en dynamique moléculaire pour d'autres matériaux lorsque le transfert de chaleur est balistique (Chen 2005). Au-delà de cette valeur d'épaisseur minimum, la conductance de l'interphase augmente avec l'épaississement

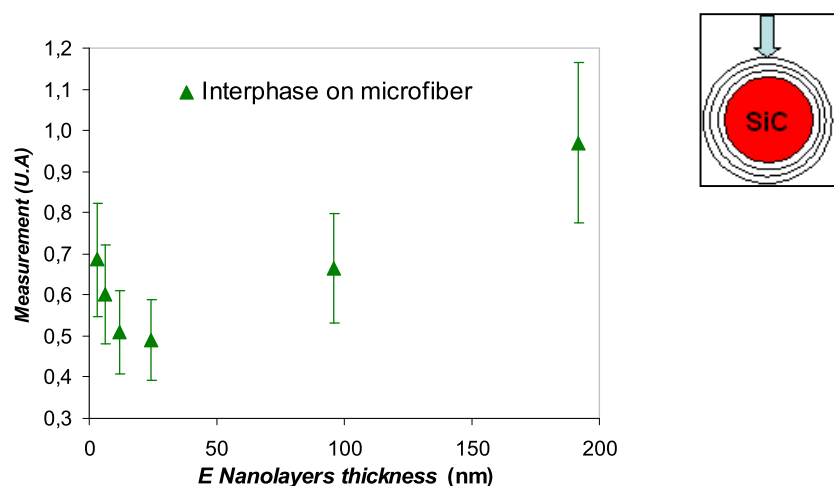


**Figure II.7 :** SEM image of a C/β-SiC interphase characterized by  $E=3\text{nm}$ . (E28, 2006; E36, 2007)

des couches. Le comportement thermique du matériau en fonction de l'épaisseur des films qui le composent s'apparente alors à celui d'un multicouche microséquencé.



**Figure II.8 :** Evolution de la conductivité thermique effective des interphases (1µm d'épaisseur) en fonction de l'épaisseur des couches  $e_{SiC}=e_{PyC}$ . Mesures sur les interphases parallèles au plan du substrat (Rapport DRT Lagrange 2006 ; C.3 , 2009).



**Figure II.9 :** Mesure SThM en fonction de l'épaisseur des films qui composent l'interphase (Rapport DRT de Lagrange 2006 ; C.3, 2009).

Il est envisageable de réitérer ce travail sur un panel plus étendu d'échantillons pour l'approfondir. Une étude de la conductivité thermique des films impliqués dans l'interphase nanoséquencée en fonction de leur microstructure et plus particulièrement en fonction de la taille des grains qui évolue avec l'épaisseur des couches semble notamment indispensable.

#### **II.1.4 Caractérisation de nouveaux matériaux pour la thermoélectricité**

L'épuisement progressif des ressources fossiles ainsi que la prise en compte des nouvelles exigences environnementales se traduisent actuellement par un important effort de recherche autour des énergies dites « propres ». Or, une des plus importantes sources d'énergie inutilisées se présente actuellement sous forme de pertes thermiques. En effet ~50% de l'énergie produite est perdue sous forme de chaleur dans des dispositifs déjà existants. Bien qu'il soit théoriquement possible de recycler une partie de cette chaleur en électricité grâce à l'effet thermoélectrique, les matériaux utilisés au sein

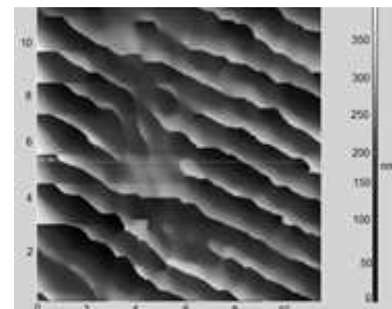
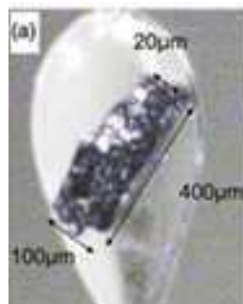
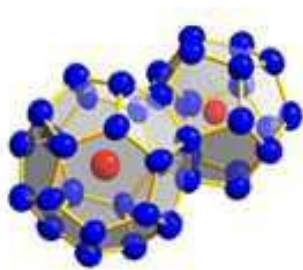
des dispositifs actuels possèdent des rendements trop faibles ( $\sim 10\%$  du rendement de Carnot) pour prétendre à une utilisation massive. De nouveaux matériaux thermoélectriques (utilisant la nanostructuration de la matière, pensons aux super réseaux par exemple), possédant des rendements optimisés, sont donc mis au point.

D'importants efforts de recherche ont été menés ces dernières années afin d'améliorer l'efficacité des matériaux thermoélectriques qui est proportionnelle à leur facteur de mérite  $ZT = S^2\sigma T/k$ ,  $S$  étant le coefficient Seebeck,  $\sigma$ , la conductivité électrique et  $k$ , la conductivité thermique. Des résultats significatifs ont ainsi été obtenus dans des matériaux nanostructurés possédant à la fois une faible conductivité thermique et une grande conductivité électrique (appelés « electron crystal-phonon glass materials »). Cependant, la mesure précise des propriétés thermoélectriques de ces nanomatériaux est très délicate, ce qui nuit à la bonne compréhension des mécanismes physiques sous-jacents à l'amélioration du  $ZT$ .

(i) Clathrates intermétalliques

Les clathrates intermétalliques sont des matériaux dont la nanostructuration est effective à l'échelle de la maille cristallographique. Ils sont également à haut potentiel pour la thermoélectricité du fait de leur faible conductivité thermique à l'état cristallin.

La méthode SThM a été appliquée à l'analyse de la conductivité thermique de monocristaux de Clathrate  $Ba_8Si_{46}$  (type I) de très haute pureté dans le cadre d'une collaboration avec l'Institut Lumière et Matière ILM UMR-5306 Université Lyon 1-CNRS (ILM) qui développe ce type de matériaux.



**Figure II.10** : Représentation de l'arrangement atomique typique des clathrates de type I. (A19, 2015).

**Figure II.11** : Cliché optique du monocristal de Clathrate  $Ba_8Si_{46}$  étudié (A19, 2015).

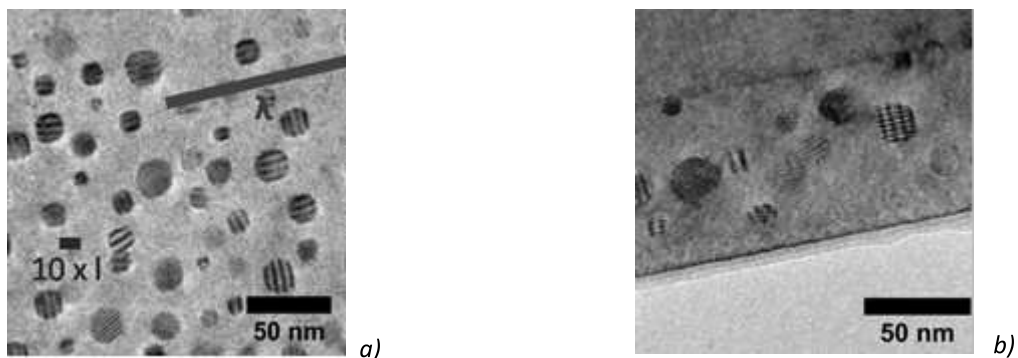
**Figure II.12** : Image AFM de la topographie d'un monocristal de Clathrate  $Ba_8Si_{46}$  n'ayant subi aucun traitement de surface.

Synthétisés sous conditions extrêmes (croissance à 5 GPa et 1000°C), la taille des échantillons est limitée (Figure II.11) et leur topographie très accidentée (comme montrée en Figure II.12). Nous avons développé une méthodologie de préparation de ces échantillons pour leur analyse. Nos résultats corroborent les prédictions théoriques de l'ILM (A19, 2015).

Outre le fait que nous soyons parvenus à analyser ce type de matériau, ce type d'étude montre l'avantage qu'offre la technique SThM en permettant l'analyse d'échantillons de très faibles dimensions (Figure II.11).

(ii) Couches minces à base de germanium dopé manganèse par épitaxie par jets moléculaires

Nos travaux en ce qui concerne les matériaux pour la thermoélectricité ont également porté sur la caractérisation des propriétés thermiques d'un nouveau type de nanomatériaux élaborés à base de germanium dopé manganèse par épitaxie par jets moléculaires par le laboratoire SINAPS du CEA/INAC (Figure II.13). Ce procédé permet la formation de nano-inclusions au sein de films minces de germanium sans pour autant en dégrader la structure. Le matériau produit représente donc un matériau modèle pour l'étude des propriétés thermoélectriques des « electron crystal-phonon glass ».



**Figure II.13** : a) vue plane et b) vue transverse d'une couche mince de Ge:Mn obtenue par microscopie électronique à transmission. On voit très clairement les nano-inclusions de GeMny au sein de la matrice de Ge.  $L$  représente l'échelle caractéristique du libre parcours moyen des phonons tandis que  $l$  représente le l.P.M des électrons à température ambiante. Dans ce type de matériau les phonons sont bloqués par les nano-inclusions tandis que les charges circulent librement. La conductivité thermique sera diminuée sans pour autant que le coefficient Seebeck et la conductivité électrique soit réduites, ce qui a pour effet d'améliorer la valeur du facteur ZT. (E76-E77, 2015)

La caractérisation des propriétés thermiques des couches minces de Ge:Mn a été menée en collaboration avec l'Institut Néel dans le cadre de la thèse de Y. Liu (Thèse Y. Liu 2015). Des mesures ont été réalisées par méthode  $3\omega$  à l'Institut Néel et par SThM au CETHIL.

Bien que les valeurs de conductivité thermiques obtenues par les deux techniques employées ne corroborent pas exactement, nos résultats montrent une réduction significative de la conductivité thermique du matériau nanostructuré comparé au germanium massif. Des valeurs de 3-15 W/(m.K) ont été obtenues pour des films de Ge:Mn contenant différentes concentrations de Mn (6%-14%) à température ambiante. Ces résultats viennent cependant d'être remis en question par des mesures effectuées par le Laboratoire Ondes et Matière d'Aquitaine (LOMA) de Bordeaux par méthode photo thermique. Des campagnes de mesures par les trois méthodes sur des échantillons identiques est nécessaire.

Des simulations numériques basées sur l'équation de Boltzmann de transport ont été effectuées, et différents modèles ont été testés pour interpréter ces résultats.

Ces travaux de thèse ouvrent de nombreuses questions. Ces travaux doivent se poursuivre pour comprendre les mécanismes de diffusion des phonons dans ces matériaux dotés de nano-inclusions.

## II.2 Caractérisation thermique de composants électroniques actifs

Dans son mode passif, la microscopie thermique à sonde locale peut être utilisée pour cartographier des champs de température en surface de composants actifs. Est-il possible de réaliser une mesure locale de température avec cette technique ? Une partie de mes recherches a concerné la mise en œuvre d'expériences et la caractérisation du champ de température en surface de composants intégrés actifs afin de répondre à cette question fondamentale en métrologie.

Un modèle de prédiction de la mesure a été réalisé dans le cadre du stage de recherche de François Nepveu, étudiant en MASTER au CETHIL sous mon encadrement. Des travaux sur la mise en œuvre d'expériences pour caractériser avec plus de précisions les possibilités (résolution spatiale, temps de réponse, sensibilité) de notre dispositif pour la mesure de température localisée sur des circuits intégrés de la microélectronique ont été menés dans le cadre du projet « puce multiprojets » du Groupement De Recherche CNRS 2503 de Micro et Nanothermique. Ces recherches ont porté sur l'étude d'une puce implémentée dans une technologie CMOS de 0.35  $\mu\text{m}$  de longueur de grille, fabriquée par le laboratoire Technique de l'Informatique et de la Microélectronique pour l'Architecture (TIMA, UMR 5159) de Grenoble. De nombreuses campagnes de mesures ont été réalisées. Afin d'interpréter nos résultats,

---

d'affiner le modèle de prédiction de la mesure développé au laboratoire et par suite d'optimiser notre banc SThM pour la mesure de température, j'ai développé un modèle de prédiction du comportement thermique des composants actifs de la puce alimentée en régime AC sur Matlab. Mes simulations par FFT (Fast Fourier Transform) du champ de température en surface de la puce avec ce modèle et leur intégration à notre modèle de prédiction de la mesure ont permis d'identifier les paramètres à modifier sur notre chaîne de mesure pour améliorer la sensibilité de la méthode (A11, 2007).

Nos premiers résultats pour les différentes configurations de composants ont permis d'identifier ou de suggérer des paramètres limitant l'expérience et la technique :

- la diffusion de la chaleur dans les couches de SiO<sub>2</sub> d'épaisseur micrométrique (3.6µm) ne permet pas la détection des lignes chauffantes espacées de 0.8 µm.

- l'attaque électrochimique utilisée pour réduire l'épaisseur de la couche de SiO<sub>2</sub> de plusieurs micromètres à quelques dizaines de nanomètres entraîne des accidents de surface importants à l'aplomb des dissipateurs ; ce qui entraîne des artefacts de topographie dans les images thermiques.

- la taille imposante de la pointe thermique utilisée entraîne des phénomènes de dilatation de la surface et du champ de température surfacique des échantillons réduisant alors la résolution spatiale de la méthode.

- la présence de la pointe en surface de l'échantillon entraîne une perturbation non négligeable du champ de température en sub-surface de l'échantillon.

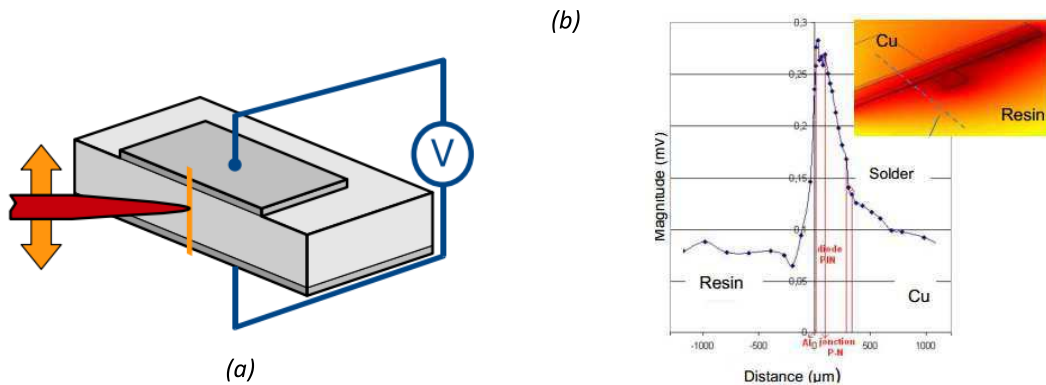
Ces travaux se sont poursuivis dans le cadre d'une collaboration avec le laboratoire Ampère (BQR INSA 2008-2009). Le banc de SThM que nous développons depuis 2002 a été appliqué à une étude de faisabilité concernant l'analyse des phénomènes thermoélectriques dissipatifs au sein de composants d'électronique de puissance.

Les systèmes d'électronique de puissance sont de plus en plus compacts et la réduction de leur taille entraîne l'augmentation de la densité de puissance dissipée en leur sein. Il en résulte des «points chauds» au cœur des composants, entraînant potentiellement des instabilités pouvant être destructrices. Pour tenir compte de certains de ces phénomènes thermoélectriques dissipatifs lors de la conception de composants de puissance, tous les simulateurs utilisent une modélisation non vérifiée expérimentalement et prédisant que l'essentiel des pertes est localisé dans les contacts métal/semi-conducteur bien que ces contacts soient faiblement résistifs.

Afin de mieux comprendre et qualifier ce phénomène, la microscopie à sonde locale a été utilisée pour « cartographier » expérimentalement la température au sein même d'un composant de base de composants de puissance (diode PIN) fonctionnant en polarisation directe à faible et fort courants. Une nouvelle unité d'acquisition du signal avec un amplificateur d'isolement été développée en 2009. Les expériences ont été menées en régime continu et en régime alternatif d'alimentation de la diode. En parallèle, des simulations tridimensionnelles du comportement thermique des échantillons étudiés intégrant les sources propres à l'échantillon (déterminées par le laboratoire Ampère) ont été réalisées en utilisant le logiciel de calculs COMSOL. Les résultats expérimentaux et de simulations sont qualitativement en bon accord.

La méthode SThM permet de détecter et de localiser les échauffements simulés aux contacts métal/semi-conducteur du composant en régime d'alimentation alternatif. Cependant les résultats des expériences montrent que le signal mesuré est fortement perturbé par l'environnement électromagnétique de l'échantillon actif. Cette perturbation reste à préciser pour une analyse quantitative des échauffements détectés.

De nombreux travaux sont encore à réaliser pour parvenir à mesurer une température avec la pointe thermique filiforme utilisée et préciser la modélisation de l'interaction pointe-échantillon. Il semble notamment nécessaire et important d'estimer la perturbation du champ de température causée du fait du contact pointe-échantillon afin de connaître l'erreur commise sur la température mesurée.



**Figure II.14:** Configuration du composant PIN lors de son analyse par SThM (a). Détection des échauffements des contacts métal/silicium par SThM (b) (B8, 2012).

### II.3 Etude de la relation propriétés thermophysiques –microstructure de polymères thermoplastiques

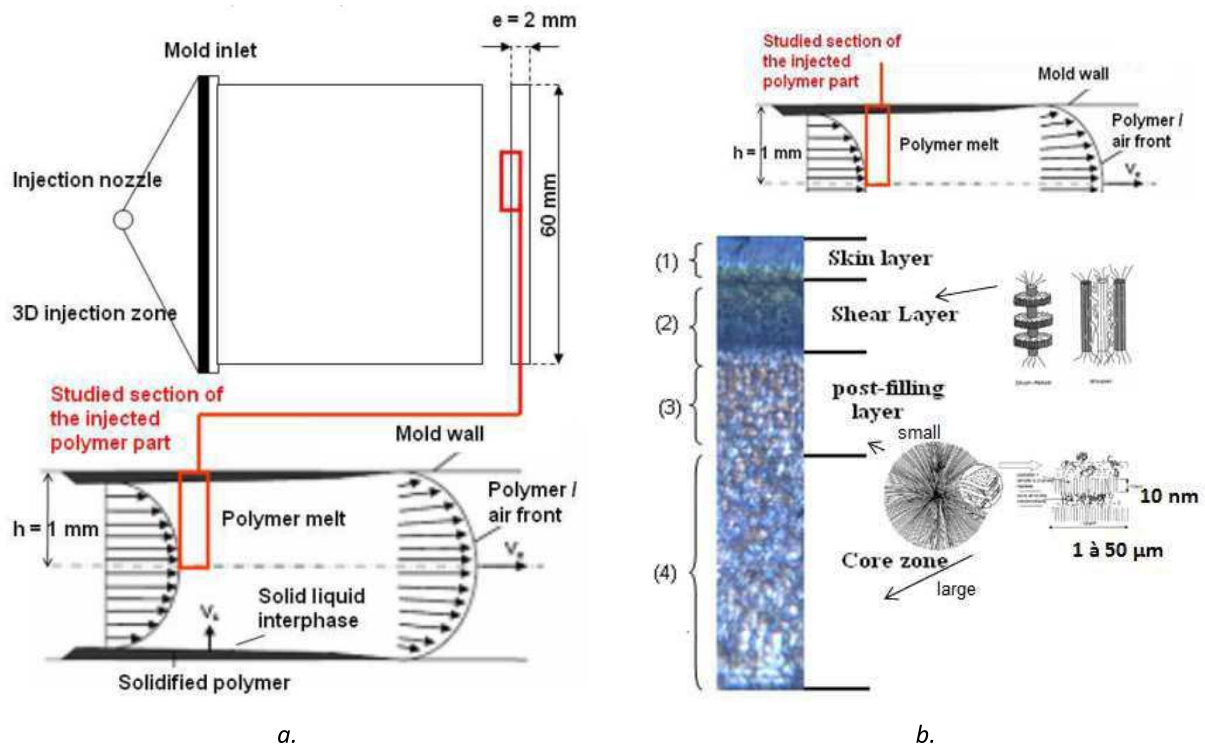
Les transferts de chaleur dans les procédés de transformation des matériaux polymères sont étroitement corrélés aux cinétiques de changements de phases et gradients thermiques qui s’y produisent. Au cours de la transformation, les matériaux polymères subissent des modifications structurales ou chimiques qui sont toutes thermo-dépendantes. La modélisation des procédés requiert donc nécessairement des caractérisations expérimentales très complexes.

Dans ce cadre, un projet de recherche qui vise une analyse expérimentale multi échelle approfondie de la relation microstructure–propriétés thermophysiques de matériaux polymères en fonction de la cinétique de leur transformation a été initié au laboratoire en 2010. Il vient renforcer les synergies naissantes entre les activités de recherche « Microscopie thermique à sonde locale » et « Transferts thermiques dans des matériaux et procédés de plasturgie » du CETHIL.

Nos premiers travaux ont concerné l’étude de l’évolution de la température de fusion de polymères thermoplastiques en fonction de leur microstructure dans l’épaisseur de plaques de moulage par injection. Comme montré par des observations optiques (Mendoza 2005) ainsi que par des travaux numériques (Brahmia 2007; Zinet 2010) dédiés à l’étude de la microstructure des plaques de moulage par injection en termes de distribution de cristallinité et d’orientation macromoléculaire en fonction de leur histoire thermomécanique (Zinet 2010), les variations locales de l’écoulement du polymère pendant sa transformation conduit à la création de zones de microstructures différentes au sein des plaques de moulage injectées.

Il est maintenant bien connu que le taux de cisaillement permet d’orienter la structure macromoléculaire et améliore le taux de cristallisation. Lors de la phase de remplissage, le flux induit des valeurs différentes de la vitesse de cisaillement maximale dans la fonte de polymère. Plusieurs couches de structures orientées apparaissent dans l’épaisseur des pièces injectées conduisant à des morphologies et des microstructures progressives qui dépendent également de la cinétique de refroidissement du polymère. Un gradient de microstructure en plusieurs couches d’isomicrostructure a d’ailleurs déjà été observé dans l’épaisseur de plaques (Mendoza 2005). Le nombre et l’épaisseur de ces couches dépendent du polymère considéré et de ses conditions de traitement.

Pour cette étude, des échantillons de polymères ont été prélevés dans la section de plaques injectées (Figure II.15.a). Trois types de polymères de différentes cristallinités ont été étudiés : deux polymères semi-cristallins (isotactic Poly - Propylène (iPP) et Poly-Butylène Téréphtalate (PBT)), ainsi qu’un polymère amorphe (High-Impact Poly-Styrène (HIPS)).



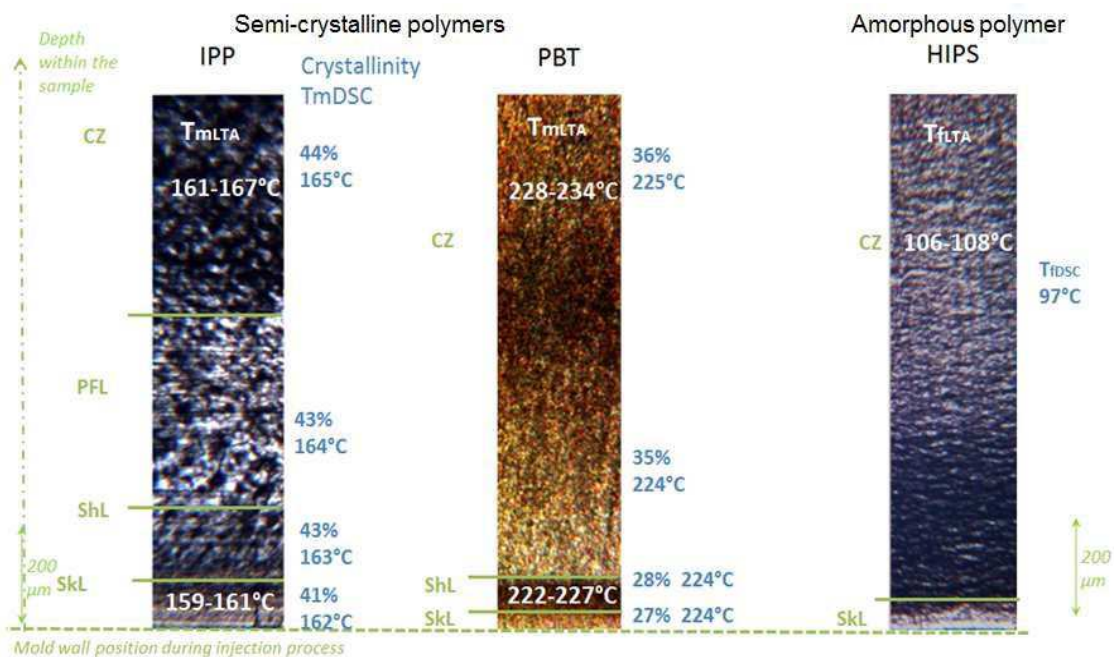
**Figure II.15** : a. Schéma indiquant la zone de prélèvement des échantillons. b. Mise en évidence par microscopie optique des couches d'isomicrostructure dans l'épaisseur d'une plaque injectée. (E41, 2010)

Après identification optique des couches d'isomicrostructure formées pendant le traitement pour chaque plaque (Figure II.15.b), la variation de la température de fusion  $T_m$  dans l'épaisseur des plaques a été étudiée expérimentalement.

Pour permettre une étude aux échelles macroscopique et micrométrique, deux méthodes d'analyse thermique ont été utilisées : une technique classique de DSC ( pour Differential Scanning Calorimetry en anglais) et une méthode d'analyse thermomécanique locale basée sur la microscopie thermique à sonde locale, commercialisée par Anasys Instruments. Dans cette dernière méthode, il ne s'agit plus d'utiliser la pointe Wollaston mais la sonde silicium dopé "Thermal lever" beaucoup plus résolutive spatialement.

Un étalonnage du dispositif avec des échantillons de température de fusion connue permet d'obtenir une relation entre le signal de déflexion du bras et la température du polymère en contact avec la pointe.

La figure II.16 (E45, 2011) synthétise les premiers résultats que nous avons obtenus par DSC et par mesures locales. Quelle que soit l'échelle de mesure, une augmentation de la température de fusion,  $T_m$ , est obtenue tandis que la profondeur de prélèvement du polymère dans les plaques injectées des polymères semi-cristallins croît. Cette augmentation de  $T_m$  correspond au fait de la présence de plus grosses cristallites en profondeur de la plaque (les taux de cristallinité déterminés par DSC en sont également un bon indicateur). La fusion de ces plus grosses cristallites nécessite en effet plus d'énergie. Ceci montre bien l'existence d'un lien entre la microstructure des polymères et leurs propriétés thermomécaniques.



**Figure II.16** : Schéma synthétisant les résultats obtenus par microscopie optique, SThM et DSC. (E45, 2011)

Les valeurs absolues des températures de fusions  $T_{mDSC}$  and  $T_{mLTA}$  diffèrent pour une zone de polymère donnée mais les différences restent dans l'intervalle des différences obtenues pour deux méthodes de mesure dites « macroscopiques ». Ces résultats nous semblent surprenants compte-tenu de la différence de volume de matière sondée avec les deux techniques utilisées mais ils corroborent ceux obtenus dans la littérature. D'autres expériences doivent être réalisées pour mieux comprendre ces mesures. La valeur de température de fluidification pour un polymère amorphe semble par ailleurs plus importante lors d'une mesure locale que lors d'une mesure par DSC.

La poursuite de ces travaux encourageants est en cours et est bien sûr programmée dans les années à venir. Elle fait également partie intégrante du projet QUANTIHEAT dans le cadre d'une collaboration spécifique avec le NPL qui développe des échantillons polymères de références ainsi que la microscopie SThM pour l'analyse de ce type de matériaux.

### III.4 Travaux en cours et perspectives

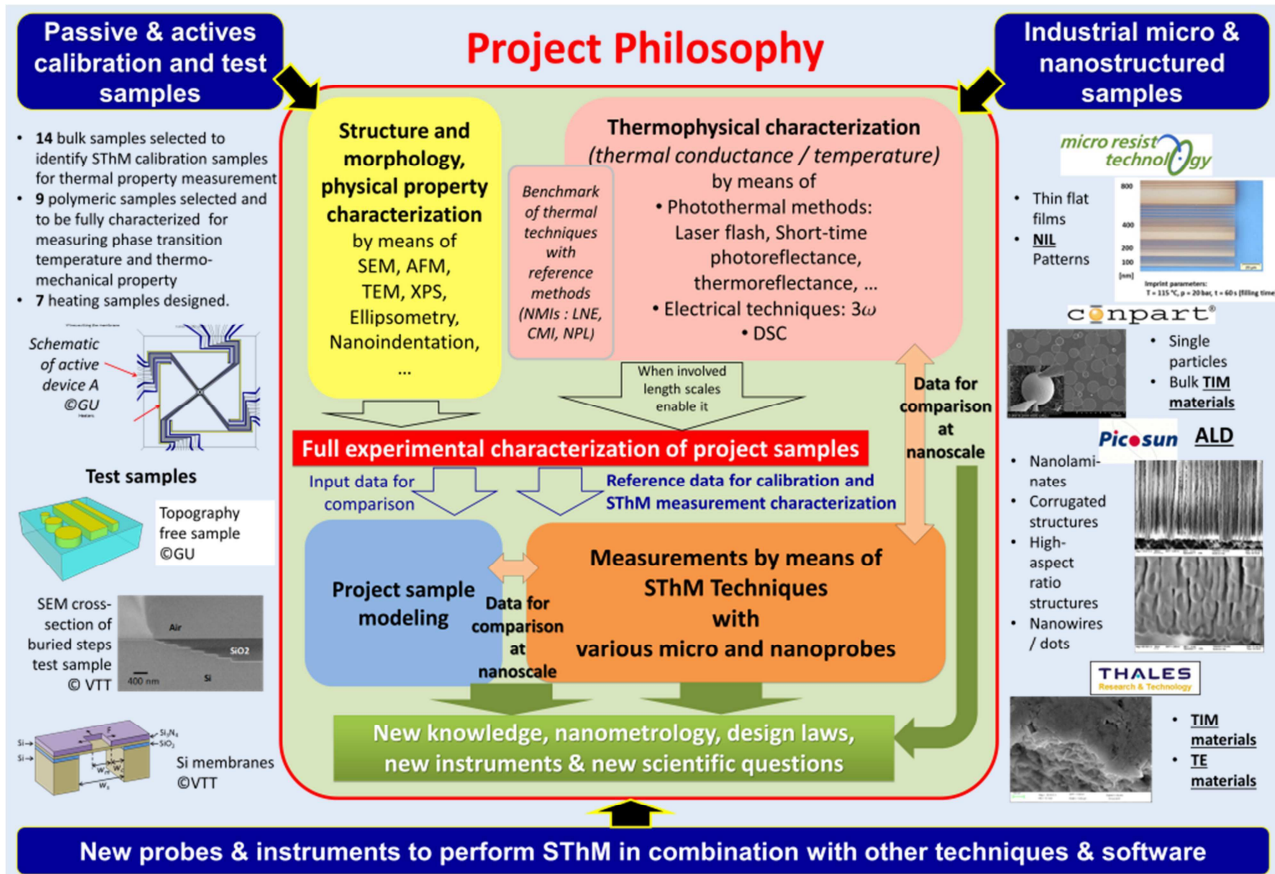
Mes travaux en cours et mes perspectives à courts termes sur ce volet de mon activité de recherche traitent de :

- la caractérisation de la conduction thermique au sein de matériaux nanostructurés,
- la caractérisation de la mesure de température de composants de la microélectronique actifs,
- l'analyse de matériaux polymères,

dans le cadre du projet QUANTIHEAT ; que ce soit sur des échantillons modèles ou des échantillons d'applications industrielles (voir Figure II.17).

Ils concernent par ailleurs la poursuite de travaux initiés il y a quelques années sur le développement de la mesure thermoélectrique par SThM.

A l'échelle macroscopique, la puissance thermoélectrique peut être obtenue par intégration directe du coefficient Thomson mesuré par calorimétrie. Cette mesure étant délicate, il est généralement préféré utiliser l'avantage de l'effet Seebeck : le matériau étudié (A) est placé entre deux branches d'un matériau de référence B et un gradient de température connu  $\Delta T$  est imposé aux deux jonctions entre A et B. La mesure de la tension thermoélectrique alors générée,  $\Delta V$ , mène à l'estimation indirecte de  $S_A$  :



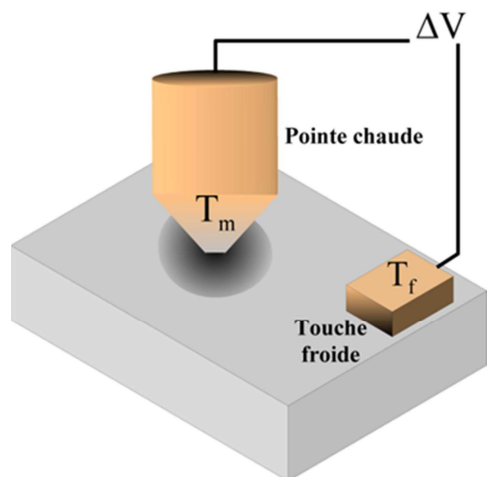
**Figure II.17 :** Figure synthétisant les échantillons actuellement étudiés par les partenaires du projet QUANTIHEAT et les méthodes d'analyse utilisées pour cette analyse (Livrable D9.2, 2016).

$$S_{AB} = S_A - S_B = \Delta V / \Delta T.$$

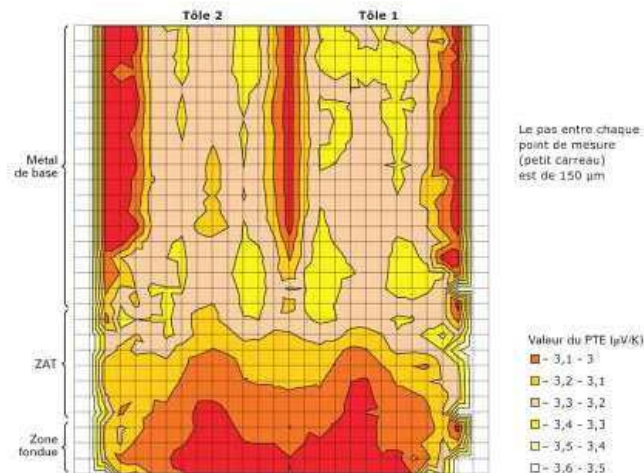
Ce principe a notamment été utilisé pour cartographier le coefficient Seebeck d'alliages métalliques à l'échelle millimétrique afin de détecter des défauts structuraux en leur sein. La technique (Figure II.18 et Figure II.19), mis au point par le laboratoire MATEIS, utilisait alors une pointe chaude de cuivre d'un diamètre de 300  $\mu\text{m}$  en extrémité de pointe (Kleber 2008).

Compte tenu du besoin de mesures de plus en plus localisées, il était naturel d'essayer d'améliorer la résolution spatiale de cette méthode en collaboration avec le laboratoire MATEIS en utilisant la microscopie à sonde locale. Des travaux avaient d'ailleurs d'ores et déjà prouvé la possibilité de mesurer  $S$  à l'échelle nanoscopique à partir d'un montage de microscopie à effet tunnel avant le début de nos travaux sur ce sujet. Plus récemment, l'équipe de Zhang *et al.* (Zang 2010) nous a devancé en publiant les premiers résultats de mesures de  $S$  et de conductivité thermique simultanées sur des films minces poreux de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  et  $\text{Bi}_2\text{Se}_3$ , avec la micropointe Wollaston.

Afin d'atteindre notre objectif : mesurer localement le coefficient Seebeck d'un matériau quel qu'il soit, un module permettant l'alimentation des pointes pour leur chauffage par effet joule et le contrôle de leur température de fonctionnement ainsi qu'un système d'acquisition automatique de la tension thermoélectrique générée au contact entre une pointe SThM auto-chauffante et des échantillons de surface électriquement conductrice ont été développés.



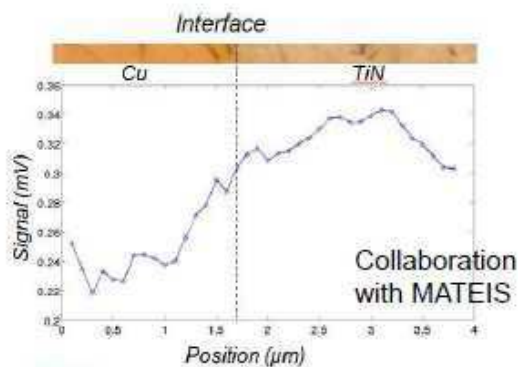
**Figure II.18** : Principe de la mesure du PTE par la méthode de la pointe chaude.



**Figure II.19** : Cartographie du PTE au niveau d'une soudure par points effectuées entre deux aciers.

L'analyse du signal mesuré a été menée dans différentes configurations expérimentales (différentes amplitudes et fréquences de modulation du courant chauffant la pointe, différentes forces entre la pointe et l'échantillon, différents matériaux massifs a priori connus). Le signal continu mesuré est bien une fonction quadratique du courant qui chauffe la pointe. Il atteint une valeur stable au-delà d'une force pointe/échantillon seuil. Il dépend des propriétés électriques, thermiques et thermoélectriques de l'échantillon.

De premiers tests de mesures en mode « imagerie » (la pointe est balayée en surface de l'échantillon) ont également été effectués pour un échantillon cuivre/TiN (Figure II.20). L'interface entre les deux matériaux constituant l'échantillon est bien observée. La variation du signal mesuré à l'interface se produit sur un intervalle de 1 μm, ce qui nous donne une première estimation de la résolution spatiale latérale du système de mesure avec la pointe Wollaston.



**Figure II.20** : Principe de la mesure du PTE par la méthode de la pointe chaude (B8 et E49, 2012).

Si la phase de caractérisation de la mesure n'est pas encore finalisée, l'exploitation des résultats obtenus ainsi que l'application de cette méthode à l'analyse de matériaux métalliques hétérogènes en collaboration avec le laboratoire MATEIS sont prévues.

---

## CHAPITRE IV

### TRANSFERT THERMIQUE POINTE-ECHANTILLON

L'interaction énergétique de proximité entre une pointe-sonde et la surface de l'objet à caractériser en SThM, tout comme plus généralement l'interaction énergétique de proximité entre deux objets, soulève de nombreuses questions.

Comme discuté en chapitre I, plusieurs vecteurs de transfert thermique déterminent cette interaction:

- les molécules d'eau adsorbées en surface de la pointe et de l'échantillon,
- le gaz environnant,
- les micro- et nano- contacts solide-solide entre les objets,
- le rayonnement.

Chacun de ces vecteurs de transfert thermique constitue un thème de recherche d'actualité bien spécifique.

Ce chapitre donne la méthodologie que nous avons suivie pour estimer en termes de conductance thermique la contribution du ménisque d'eau formé au contact pointe-échantillon ainsi que celle du contact mécanique au transfert thermique pointe-échantillon ainsi que les principaux résultats que nous avons obtenus.

Notons que dans notre approche de la mesure, le transfert radiatif en champ proche a été négligé jusqu'à présent.

#### IV.1 Transfert thermique via le ménisque d'eau

Pour traiter le transfert thermique via le ménisque d'eau formé au contact pointe-échantillon, nous avons choisi de nous détacher de l'approche et du modèle de la mesure SThM décrit en partie II. 3. Ceci nous a permis de l'analyser indépendamment des autres mécanismes de transfert thermique opérant entre la pointe et l'échantillon.

Sur la base de résultats de ma thèse (Gomès, 1999 ; A4, 1999), une nouvelle méthodologie pour estimer la conductance thermique du canal de chaleur transitant via le ménisque a été établie dans le cadre de la thèse d'A. Assy (Thèse A. Assy 2015 ; A18-24, 2015). Cette méthodologie a été appliquée aux trois types de sondes utilisées au CETHIL. Nos estimations de cette conductance corroborent celles de la littérature pour les nanopointes (Shi 2002) et précisent les analyses antérieures de ce mécanisme de transfert dans la mesure où la température de la pointe est précisée. Pour les pointes utilisées, le transfert thermique via le ménisque n'est pas prédominant et ce, quelle que soit la température de la pointe.

L'article, publié en 2015 (A24, Assy A., and Gomès S., "Temperature-dependent capillary forces at nano-contacts for estimating the heat conduction through a water meniscus", 2015, *Nanotechnology* 26 pp 355401-7), qui constitue cette partie du mémoire, précise cette méthodologie et nos résultats pour les sondes KNT et les Thermal levers en silicium.

# Temperature-dependent capillary forces at nano-contacts for estimating the heat conduction through a water meniscus

Ali Assy and Séverine Gomès

Centre d'Energétique et de Thermique de Lyon (CETHIL), UMR CNRS 5008, INSA Lyon, UCBL, Université de Lyon, Villeurbanne, France

E-mail: [aliassy01@gmail.com](mailto:aliassy01@gmail.com)

Received 17 March 2015, revised 9 July 2015

Accepted for publication 13 July 2015

Published 6 August 2015



## Abstract

The temperature dependence of the capillary forces at nano-sized contacts is investigated. Two different resistive scanning thermal microscopy (SThM) nanoprobes are used in this study. Measurements of the capillary forces are reported as a function of the probe temperature on hydrophilic samples of different thermal properties. These forces appear to be largely reduced for probe temperatures larger than a threshold temperature, where the value depends on the sample thermal conductance. This could pave the way to an alternative solution to reduce the stiction in nano/ micro-electromechanical (NEMS/MEMS) devices. The dimensions of the water meniscus at the probe–sample contact were then estimated. Moreover, these results help the evaluation of thermal conductance through the water meniscus. It is found, through this work, that the values of the thermal conductance through the water meniscus can represent 6% of those of the contact thermal conductance in the case of the KNT probe (from Kelvin nanotechnology). These values can be equal to 4% of those of thermal conduction in the cantilever–sample air gap in the case of a doped-silicon probe.

Keywords: water meniscus, NEMS/MEMS devices, capillary forces, scanning thermal microscopy, nano-sized contacts

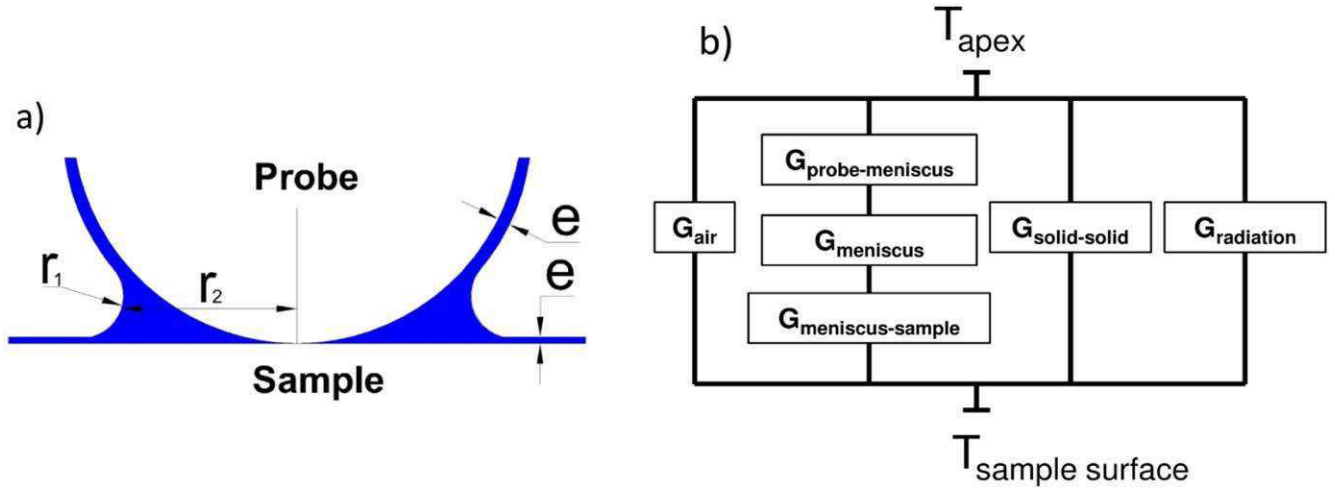
(Some figures may appear in colour only in the online journal)

## 1. Introduction

Capillary condensation has strong effects on the mechanical properties of nano/micro-electromechanical (NEMS/MEMS) devices [1, 2]. The formation of the liquid meniscus at the small contacts is the main reason for stiction, which leads to the permanent failures of such devices [1–4]. In particular, stiction is observed at the contacts between surfaces of roughness within the nanometer range [5, 6]. The reduction of the stiction at the nanoscale level remains challenging [7–12] where significant efforts are made to study the capillary condensation in confined spaces [1]. The characterization of the thickness of water films adsorbed on surfaces is usually performed through atomic force microscopy (AFM) [13] or an AFM-based technique (like the scanning Kelvin probe

force microscopy) [14] or scanning tunneling microscopy [15]. Information about the temperature dependence of the dimensions of the water meniscus at nano-contacts is still missing.

Scanning thermal microscopy (SThM), the AFM-based technique used in this study, has already been used for studying the heat transfer at micro- and nanoscales [16–21]. This technique is employed in our work to investigate the capillary forces at the tip–sample contact as a function of the probe temperature. While the water meniscus is shown to be vanished when the probe temperature increases using SThM microprobes [16], the case of nanoprobes is yet to be investigated. Moreover, the effect of the sample thermal properties on an eventual evaporation of the meniscus is unknown. Besides, obtaining these results serves to estimate, through an



**Figure 1.** (a) Schematic of the water meniscus at the tip–sample contact and (b) description of the series of the thermal conductances between the tip apex and the sample surface.  $G_{\text{air}}$ ,  $G_{\text{solid-solid}}$ , and  $G_{\text{radiation}}$  are, respectively, the thermal conductances of air, solid–solid contact, and radiation.

alternative path, the thermal conduction through the water meniscus at nano-contacts. In numerous recent works using SThM nanoprobes, the thermal conduction through the water meniscus could not be quantified [22–25]. The contribution of the water meniscus in the tip–sample thermal interaction was not separated from the solid–solid contact under ambient conditions [22, 23] or was neglected while working under vacuum conditions [24, 25]. The meniscus dimensions are also needed parameters to investigate the heat transfer through the water meniscus and are usually assumed [26] without any proper evidence.

Two types of SThM nanoprobes are involved in this study: KNT (from Kelvin nanotechnology) [27] and doped-silicon (DS) probes [28]. This work enables the simulation of thermally controlled devices in order to investigate the reduction of the capillary forces at nano-sized contacts under ambient conditions.

## 2. Methodology

Figure 1(a) gives the conventional model used to describe the water meniscus between an ideal scanning probe microscopy (SPM) probe in point contact with a flat sample. The apex of the tip is characterized by an equivalent curvature radius  $R_a$  and the water meniscus by three parameters: two radii  $r_1$  and  $r_2$  and the thickness of the water film on the tip and sample surfaces  $e$ .

For a meniscus in a state of thermodynamic equilibrium and of temperature  $T$ , the equivalent radius  $r_{\text{eq},T} \approx r_{1,T}$  can be calculated using the Kelvin equation [29]:

$$r_{1,T} \approx r_{\text{eq},T} = \frac{\gamma_{w,T} V_{m,T}}{RT \ln(RH)} \quad (r_2 \gg r_1) \quad (1)$$

where  $\gamma_{w,T}$  is the surface tension of water at  $T$ ,  $RH$  is the relative humidity,  $R$  is the ideal gas constant, and  $V_{m,T}$  is the molar volume of water.

Using the studies of Sirghi *et al* [30] and Crassous and Charlaix [31],  $r_{2,T}$  and  $R_a$  (equivalent curvature radius of probe, whatever the probe temperature is) can be respectively written as:

$$r_{2,T} \approx \sqrt{\frac{F_{\text{cap},T} r_{1,T}}{\pi \gamma_{w,T}}} \quad (2)$$

and

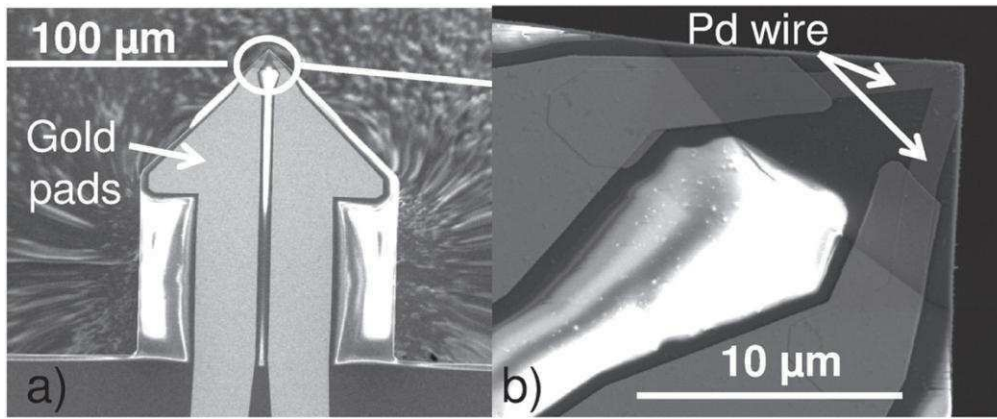
$$R_a = \frac{F_{\text{cap}}}{4\pi\gamma_w} \left( \frac{2r_1}{2r_1 + 3e} \right) \quad (3)$$

where  $F_{\text{cap},T}$  represents the capillary forces for a water meniscus at temperature  $T$ . Equations (2) and (3) are only applicable in the case of hydrophilic samples. Therefore, the thickness of the water film  $e$  is assumed to be the same as the case of a perfect wetting film ( $e \approx 0.15$  nm [1]).  $r_{2,T}$  can be determined from the values of the capillary forces  $F_{\text{cap},T}$  measured with a probe operating at temperature  $T_m$  and of the meniscus radius  $r_{1,T}$ .  $R_a$  can be obtained from the value of  $F_{\text{cap}}$  at room temperature (while the probe is not heated).

$F_{\text{cap}}(T)$  are identified based on the measurements of pull-off forces  $F_{\text{po}}(T)$  by performing force–distance curves under ambient conditions ( $T_a = 30$  °C,  $RH = 40\%$ ) at different levels of the probe temperature. This identification requires the acquaintance of the dry adhesive forces  $F_{\text{dry}}$ .

Based on the work of Rabinovich *et al* [32], in the case of the contact between a smooth sphere and a surface of nanoscaled roughness characterized by the parameter  $R_{\text{rms}}$ ,  $F_{\text{po}}$  can be expressed as the sum of the capillary forces  $F_{\text{cap}}$  and dry forces  $F_{\text{dry}}$ :

$$F_{\text{po}} = F_{\text{cap}} + F_{\text{dry}} \quad (4)$$



**Figure 2.** SEM images of the used KNT probe: (a) probe cantilever and (b) probe apex, where a V-shaped Pd wire is deposited on a  $\text{Si}_3\text{N}_4$  cantilever.

where  $F_{\text{dry}}$  can be expressed as [33]:

$$F_{\text{dry}} = \frac{A_{\text{tip/sample}} R_a}{6z_0^2} \times \left[ \frac{1}{1 + \frac{R_a}{1.48R_{\text{rms}}}} + \frac{1}{\left(1 + \frac{1.48R_{\text{rms}}}{z_0}\right)} \right] \quad (5)$$

where  $A_{\text{tip/sample}}$ ,  $z_0$  and  $R_{\text{rms}}$  are, respectively, the Hamaker constant, the tip–sample equilibrium separation, and the root-mean-square roughness of the sample.

The Hamaker constant  $A_{\text{tip/sample}}$  can be calculated using the theoretical model of Leite *et al* [34]. Using the Lennard–Jones model [35], the tip–sample equilibrium separation  $z_0$  is given as:

$$z_0 = \sqrt{\frac{A_{\text{tip/sample}}}{16\pi W_{\text{tip/sample}}}} \quad (6)$$

where  $W$  is the adhesion work at the tip–sample contact.  $W$  can be identified based on the Derjaguin–Muller–Toporov (DMT) model [36, 37] ( $F_{\text{po}} = 2\pi W_{\text{tip/sample}} R_a$ ).

The Maugis parameter  $\lambda_M$  [38] is determined to verify the relevance of the use of the DMT model in the determination of the adhesion work and the radius of the mechanical contact  $a_c$ . The DMT model is applicable when  $\lambda_M$  tends to 0 [38]. Equations (5)–(7) are used to discuss the experimental results.

Based on the geometrical description at the probe–sample contact (see figure 1(a)), the total thermal conductance of the meniscus  $G_{\text{total,meniscus}}$  can be calculated as the equivalent of three thermal conductances in series (see figure 1(b)): the thermal conductances at the probe–water surface  $G_{\text{probe-water}}$ , at the water–sample  $G_{\text{water-sample}}$ , and the thermal conductance through the meniscus  $G_{\text{meniscus}}$ :

$$G_{\text{total,meniscus}}^{-1} = G_{\text{probe-water}}^{-1} + G_{\text{meniscus}}^{-1} + G_{\text{water-sample}}^{-1} \quad (7)$$

Based on the formula of [39], it can be shown that  $R_{\text{meniscus}} = G_{\text{meniscus}}^{-1}$  is negligible.  $G_{\text{probe-water}}$  and

$G_{\text{water-sample}}$  can be estimated using the values of  $r_{2,T}$  and  $R_a$  (see equations (2) and (3)) and of thermal conductances per surface area  $h$  ( $\text{MW}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ ) at the water–solid interfaces and values. Such data already exist for hydrophilic surfaces in the scientific literature. The identified values of  $h$  by Ge *et al* [40] are between  $100\text{--}180 \text{ MW}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ . Let us note that in the case of high thermal conductivity samples and due to the heat flux from the heated probe to the sample [41, 42], the meniscus temperature  $T$  can be assumed to be  $(T_{\text{ap}} + T_a)/2$ . Here,  $T_{\text{ap}}$  denotes the temperature at the tip apex. In the case of samples of low thermal conductivity, it is better to suppose  $T = T_{\text{ap}}$ , as the temperature at the sample surface is almost equal to the probe apex temperature [42, 43]. The determination of  $T_{\text{ap}}$  depends on the SThM probe to be used.

We applied this methodology to the KNT [27] and DS [28] probes.

### 3. Application to nanoprobes

#### 3.1. KNT probe

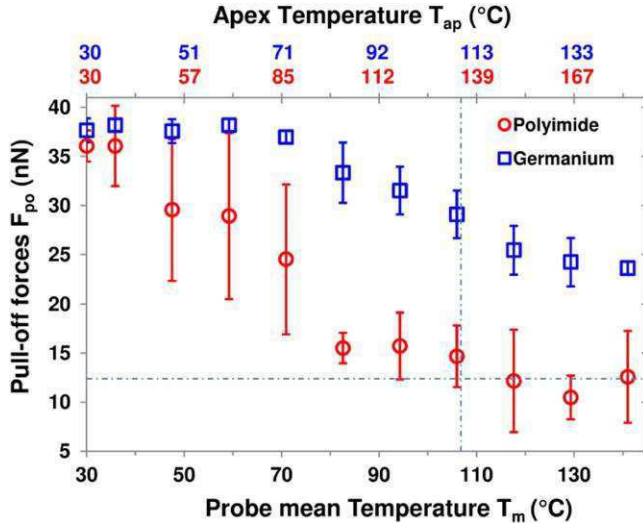
The KNT probe consists of a thin film of palladium (Pd) as resistor and gold pads deposited on the probe cantilever, as shown in figure 2(a). The cantilever is made of silicon nitride ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ), and its length, width, and thickness are, respectively,  $150 \mu\text{m}$ ,  $60 \mu\text{m}$ , and  $0.4 \mu\text{m}$  [27]. The curvature radius of the tip (figure 2(b)) is smaller than  $100 \text{ nm}$  [27, 42]. The tip height and thickness are respectively  $10 \mu\text{m}$  and  $40 \text{ nm}$ , and its width varies between  $1.5\text{--}6 \mu\text{m}$ . The spring constant of the probe is around  $0.35 \text{ N}\cdot\text{m}^{-1}$  [42].

The probe mean temperature  $T_m$  is deduced from the value of the probe electrical resistance  $R$ :

$$T_m = \frac{R - R_0}{R_0 \beta} + T_a \quad (8)$$

where  $R_0$  is the electrical resistance of the probe at  $T_a$  and  $\beta$  is the temperature coefficient of the electrical resistivity of the probe.

$\beta$  was measured using a specific oven at different levels of temperature. The obtained value is about  $\beta =$



**Figure 3.** Variation of the pull-off forces measured with the KNT probe as a function of the probe mean temperature  $T_m$  for samples of PI (red circles) and Ge (blue squares) ( $T_a \approx 30$  °C,  $RH \approx 40\%$ ). The top  $x$ -axes in red and blue represent, respectively, the apex temperature at the  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{PI}$  and  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Ge}$  contacts.

$8 \pm 0.1 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$ , which is close to the value obtained in [23] ( $\beta = 6.9 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$ ). A specific Wheatstone bridge was designed with a feedback circuit to monitor the probe mean temperature  $T_m$ .

Two hydrophilic samples of two different thermal conductivities  $\lambda_s$  were used in the measurements: polyimide (PI) ( $\lambda_s = 0.17 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ) and germanium (Ge) ( $\lambda_s = 58.6 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ). The roughness  $R'_{\text{rms}}$  was measured using AFM and is, respectively, 5 nm and 0.8 nm for PI and Ge samples. Force–distance curves were performed under ambient conditions ( $T_a = 30$  °C,  $RH = 40\%$ ) at different levels of  $T_m$  for the two samples. The pull-off forces  $F_{\text{po}}$  were then determined. The measurements were performed up to a maximum  $T_m$  around 140 °C to avoid the maximum working temperature of this probe (around 150 °C [42]).

Figure 3 shows the variations of the pull-off forces  $F_{\text{po}}$  measured as a function of  $T_m$  for the samples of PI and Ge. The measurements were performed on different points on the samples' surfaces, where the error bars represent the dispersion of measurements on both samples (see figure 3). The dispersion is much larger in the case of PI than in the case of Ge, which can be related to a surface of larger roughness of the sample of PI [43]. The tip–sample contact time was around 1 s, and no variations of the pull-off forces were observed for larger contact times. This indicates that the meniscus is stable and at thermodynamic equilibrium [30].

Figure 3 also shows that  $F_{\text{po}}$  decreases when  $T_m$  increases due to the evaporation of the meniscus. Additionally, the variation is shown to depend on the sample. For the case of the PI sample,  $F_{\text{po}}$  decreases progressively up to a certain limit of  $T_m$  around 110 °C, beyond which they are almost constant. Unlike the sample of PI, the curves obtained for the Ge sample show that a large amount of meniscus remains even at high  $T_m$ . The difference between the variations of  $F_{\text{po}} = f(T_m)$  for both samples can be related to the difference of

**Table 1.** Identified parameters for the contact  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{PI}$  ( $F_{\text{dry}} = 7$  nN,  $F_N = 20 \pm 5$  nN).

$A_{\text{Si}_3\text{N}_4/\text{PI}}$ ( $10^{-19}$ J)	$z_0$ (nm)	$W_{\text{Si}_3\text{N}_4/\text{PI}}$ ( $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$ )	$a_c$ ( $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{PI}$ ) $\lambda_M$ (nm)
1.24	0.24	$4.5 \cdot 10^{-2}$	0.9 $5 \pm 1$

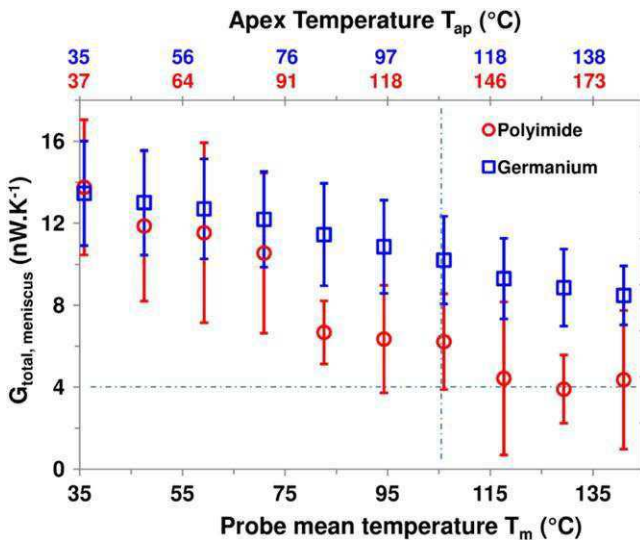
their thermal conductivity  $\lambda_s$  and thus to the difference between their spreading resistances. To estimate the temperature of the tip apex  $T_{\text{ap}}$  for both samples, we used the description of the probe–sample system and value of the contact thermal resistance  $R_{\text{contact}}$  ( $4 \cdot 10^6 \text{ K}\cdot\text{W}^{-1}$ ) of Puyoo *et al* for the KNT probe [44]. The top  $x$ -axes in red and blue in figure 3 represent, respectively, the apex temperature at the  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{PI}$  and  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Ge}$  contacts. The more thermally conductive the sample is, the more the probe must be heated to evaporate the water meniscus; i.e., more  $T_m$  is larger. The more conductive the sample, the lower the apex temperature. As a result, the water meniscus is not widely evaporated at the largest possible temperature of the KNT probe for the Ge sample.

We assume in a first approach that the minimum value of the pull-off forces at relatively high probe temperatures  $T_{m,\text{max}}$  in the case of PI is related to the dry forces at the tip–sample contact ( $F_{\text{po}} = F_{\text{dry}} \approx 7$  nN). The radius of the tip apex  $R_a$  estimated from the capillary force value measured at  $T_a$  is around  $25 \pm 3$  nm (equation (3)). Table 1 gives the values identified of the parameters of equations (4)–(6) for the  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{PI}$  contact, where  $F_{\text{dry}} = 7$  nN, and a normal force between the probe and the sample  $F_N \approx 20 \pm 5$  nN is applied. The identified value of  $z_0$  is in good accordance with data found in the attractive regime of the tip–sample separation distance (0.165 nm) [29].

The Maugis parameter  $\lambda_M$  [38] ( $=0.9$ ) justifies the use of the DMT model to determine the  $W$  and  $a_c$  [45]. However, the DMT model does not account for the surface roughness, and, therefore, the value of  $a_c$  is an approximate value, and the error is still to be determined.

For  $F_{\text{dry}} = 7$  nN, the parameter  $R'_{\text{rms}}$  of the PI surface was estimated around 0.02 nm using equation (5). This value is two orders of magnitude smaller than the values obtained by AFM measurements ( $R'_{\text{rms}} = 5$  nm) and not reasonable. We suggest then that the real value of  $F_{\text{dry}}$  is smaller than 7 nN and that the water meniscus is not completely vanished at  $T_{\text{ap,max}}$  ( $\sim 170$  °C), even in the case of the PI sample. In the following, we assume  $z_0 = 0.165$  nm [29].

Using the experimental values of  $R'_{\text{rms}}$  identified by AFM, the dry forces  $F'_{\text{dry}}$  ( $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{PI}$ ) and  $F'_{\text{dry}}$  ( $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Ge}$ ) are, respectively, identified as 4.5 nN and 4 nN. Then, the capillary force  $F_{\text{cap},T}$  can be deduced from equation (4).  $r_2 = f(T_m)$  and  $G_{\text{total,meniscus}} = f(T_m)$  were calculated for the two samples using, respectively, equations (2) and (7).  $r_2$  (PI) decreases from 9 nm at  $T_a$  and tends to 2 nm at  $T_{m,\text{max}}$ , whereas  $r_2$  (Ge) decreases from 9 nm at  $T_a$  to 6 nm at  $T_{m,\text{max}}$ . Figure 4 shows the variation of  $G_{\text{total,meniscus}}$  as a function of  $T_m$  and  $T_{\text{ap}}$  for the two samples of PI and Ge. The upper and lower bounds represent, respectively, the estimated values linked to



**Figure 4.** Variation of the total thermal conductance of the water meniscus  $G_{total}$  as a function of the probe mean temperature  $T_m$  for contacts between a KNT probe and samples of PI (red circles) and Ge (blue squares). The top X-axes in red and blue represent, respectively, the apex temperature at the  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{PI}$  and  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Ge}$  contacts.

$h = 100 \text{ MW.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  and  $h = 180 \text{ MW.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ . Under ambient conditions, the values of  $G_{total, meniscus}$  are smaller than  $20 \text{ nW.K}^{-1}$ , whatever the probe temperature is. The maximum values of  $G_{total, meniscus}$  represent between 1–6% of  $G_{contact}$  for this type of probe ( $G_{contact} = 0.25 \mu\text{W.K}^{-1}$  [44] and  $G_{contact} \approx 1.5 \mu\text{W.K}^{-1}$  [43]). The values of  $G_{total, meniscus}$  are at most equal to 3% of those of the solid–solid contribution  $G_{ss}$  determined in reference [43, 46] ( $G_{ss} \approx 0.5 \mu\text{W.K}^{-1}$ ), where the same probe type was involved. Let us mention that  $G_{ss}$  depends on the contact force, contact quality, and materials in contact, and thus its values would change from one experiment to another. Besides, an error by a factor of two while estimating  $R_a$  induces a variation between 30–50% of  $G_{total, meniscus}$ .

### 3.2. DS probe

The DS probe used here is the AN-300 probe of Anasys Instruments. Figures 5(a) and (b) show, respectively, SEM images of the cantilever and the tip. The cantilever consists of two micrometric legs with a high doping level and a low-doped resistive element platform. The tip of the nanometric curvature radius has a pyramidal shape that is mounted on top of the resistive element. The length, width, and thickness of the legs of the AN-300 probe are, respectively,  $300 \mu\text{m}$ ,  $20 \mu\text{m}$ , and  $2 \mu\text{m}$ . The radius of the tip apex is around  $50 \text{ nm}$  [42]. The spring constant of the AN-300 probe is around  $0.35 \text{ N.m}^{-1}$  [42]. The sample of PI that was used with the KNT probe is used here.

In order to calibrate the apex temperature, we used three references samples of polymers of well-known melting temperatures  $T_{melting}$  (PCL, PE, and PET). The calibration of the apex temperature is obtained from measurements of the cantilever deflection performed on these polymers. This

technique is called the local thermal analysis. It consists of monitoring the cantilever deflection during a controlled fast heating while the tip remains in contact with the surface [17]. The drop of the deflection signal is a sign of the melting of the polymer. The corresponding heating voltage at the deflection drop corresponds, then, to the melting temperature of the polymer. The heating is made by the NanoThermal Analyzer (NanoTA2) system of Anasys Instruments. The uncertainty linked to the calibration of the tip–apex temperature with such polymers remains very small. This is due to the fact that the spreading resistance of polymers  $R_s$  is much larger than the thermal resistance at the tip–sample contact  $R_{contact}$  [47].

Figure 6 shows the variation of the pull-off forces  $F_{po}$  as a function of the apex temperature  $T_{ap}$ . The pull-off forces decrease progressively until an apex temperature value around  $\sim 270 \text{ }^\circ\text{C}$ , beyond which they become almost constant.

Assume that the minimum value of  $F_{po}$  at high  $T_{ap}$  ( $\approx 12 \text{ nN}$ ) is equal to  $F_{dry}$ . The radius of the apex  $R_a$  for the used DS probe was estimated around  $60 \pm 5 \text{ nm}$ , using equation (3). The identified parameters of equations (4)–(6) for the Si/PI contact are represented in table 2.

Once again, the identified value  $R_{rms}$  ( $0.034 \text{ nm}$ ) is not reasonable, similarly to the difference noticed in the case of the KNT probe.  $F_{dry}$  (Si/PI) was then estimated, using the experimental value of  $R'_{rms}$  in equation (5) as  $2 \text{ nN}$ . The corresponding values of  $F_{cap, T}$  were then determined, using equation (4).

The variations of the meniscus radius  $r_2$  and the total thermal conductance through water meniscus  $G_{total, meniscus}$  as a function of  $T_{ap}$  were then deduced, following, respectively, equations (2) and (7). The values of  $r_2$  decrease from  $15 \text{ nm}$  at  $T_a$  and tend to  $4 \text{ nm}$  at  $T_{ap, max}$ . Figure 7 shows the variations of  $G_{total, meniscus}$  as a function of  $T_{ap}$ . The wide range of  $h$  ( $100\text{--}180 \text{ MW.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ ) was taken into account in the estimation determination of  $G_{total, meniscus}$ . The values of  $G_{total, meniscus}$  are smaller than  $45 \text{ nW.K}^{-1}$ , whatever the apex temperature is. We note that an error by a factor of two in the estimation of  $R_a$  leads to a variation between 25–45% in the values of  $G_{total, meniscus}$ . Under ambient conditions, the maximum values of  $G_{total, meniscus}$  obtained with the DS probes are less than 4% of the values of the thermal conductance due to the air conduction from the cantilever legs to the sample  $G_{legs-air}$  ( $G_{legs-air} \approx 1\text{--}2 \mu\text{W.K}^{-1}$  [47] and  $G_{legs-air} \approx 15 \mu\text{W.K}^{-1}$  [22]). Furthermore, the values of  $G_{total, meniscus}$  are at most equal to 20% of the values of the solid–solid conductance  $G_{ss}$  reported for this type of probe ( $G_{ss} \approx 0.2 \mu\text{W.K}^{-1}$  [25] and  $G_{ss} \approx 0.5 \mu\text{W.K}^{-1}$  [47, 48]). Under ambient conditions and using the DS probe, Park *et al* [22] identified the thermal conductance  $G_{Tj}$  ( $\approx 40 \text{ nW.K}^{-1}$ ) when the tip ( $R_a \approx 20\text{--}50 \text{ nm}$ ) jumps onto the sample surface. However, the heater temperature is unknown, and, therefore, we cannot determine the contributions of both the water meniscus and the solid–solid conduction in the tip–sample heat exchange.

To conclude, the temperature dependence of the capillary forces at nano-sized contacts is investigated, using two different commercialized SThM probes of a nano-sized tip apex. These forces almost disappeared at specific high temperatures where the progressive evaporation of the water meniscus

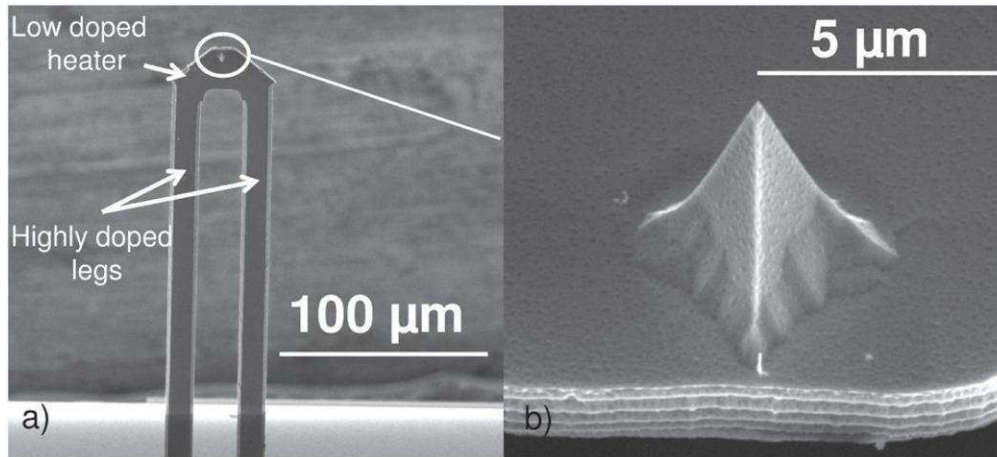


Figure 5. SEM images of the used Anasys Instruments probe: (a) probe cantilever and (b) tip.

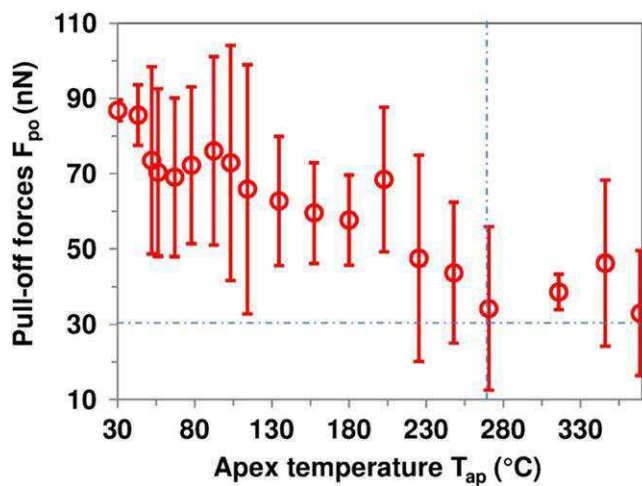


Figure 6. Pull-off forces  $F_{po}$  as a function of the apex temperature  $T_{ap}$  for a contact between the DS probe (AN-300) and PI sample ( $T_a = 30$  °C,  $RH = 40\%$ ).

Table 2. Identified parameters for the contact Si/PI ( $F_{dry} = 12$  nN,  $F_N = 80 \pm 20$  nN).

$A_{Si/PI}$ ( $10^{-19}$ J)	$z_0$ (nm)	$W_{Si/PI}$ ( $J \cdot m^{-2}$ )	$\lambda_M$	$a_c$ (Si/PI) (nm)
2.1	$0.3 \pm 0.1$	$3.2 \cdot 10^{-2}$	0.6	$10 \pm 2$

depends on the sample thermal conductance. Our study shows that thermally controlled systems could be an alternative solution to reduce stiction at the nanoscale. Based on our measurements, the meniscus dimensions were deduced as a function of the probe apex temperature. Furthermore, a methodology of work was proposed to estimate the thermal conduction through the water meniscus in the case of hydrophilic samples. Under ambient conditions, the thermal conductance of the water meniscus can represent around 6% of the total thermal contact conductance, using the KNT probe. When the meniscus is large, as in the case of the DS probe, the values of the meniscus thermal conductance can be equal to 4% of those of the thermal conductance due to air conduction in the gap between the cantilever legs and the

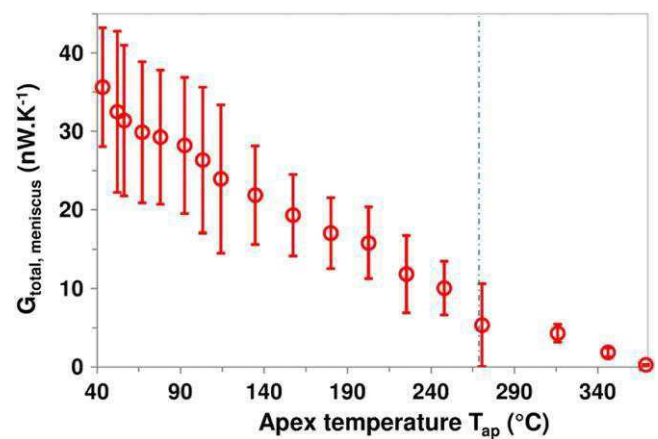


Figure 7. Variation of the total thermal conductance of the water meniscus  $G_{total,meniscus}$  as a function of the apex temperature  $T_{ap}$  for the contact between the DS probe and sample of PI ( $T_a = 30$  °C,  $RH = 40\%$ ).

sample. This estimation can help in differentiating between the contributions of the heat transfer through the solid–solid contact and the water meniscus. This would serve to determine two important parameters of the heat flux at the tip–sample interface: (1) the thermal boundary resistance and (2) the phonon transmission coefficient.

## Acknowledgments

The research leading to these results has received funding from the European Union Seventh Framework Programme FP7-NMP-2013-LARGE-7 under grant agreement no. 604668.

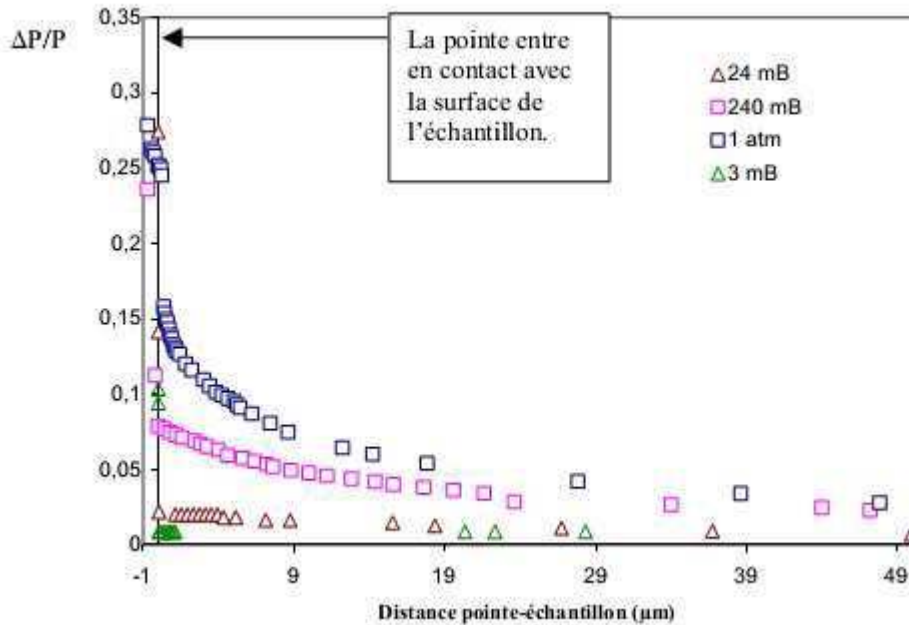
## References

- [1] Charlaix E and Ciccotti M 2009 Capillary condensation in confined media arXiv: [0910.4626](https://arxiv.org/abs/0910.4626)

- [2] Bhushan B 2007 Nanotribology and nanomechanics of MEMS/NEMS and BioMEMS/BioNEMS materials and devices *Microelectron. Eng.* **84** 387–412
- [3] Heilmann R, Ahn M and Schattenburg M 2008 Nanomirror array for high-efficiency soft x-ray spectroscopy *SPIE Newsroom* **27**
- [4] Mastrangelo C and Hsu C 1993 Mechanical stability and adhesion of microstructures under capillary forces: I. Basic theory *J. Microelectromech. Syst.* **2** 33–43
- [5] Tas N *et al* 1996 Stiction in surface micromachining *J. Microelectromech. Microeng.* **6** 385
- [6] Scherge M, Li X and Schaefer J 1999 The effect of water on friction of MEMS *Tribol. Lett.* **6** 215–20
- [7] Kim S H, Asay D B and Dugger M T 2007 Nanotribology and MEMS *Nano Today* **2** 22–9
- [8] Wang J *et al* 2004 Dewetting of conducting polymer inkjet droplets on patterned surfaces *Nat. Mater.* **3** 171–6
- [9] Zhuang Y X *et al* 2007 Vapor-phase self-assembled monolayers for anti-stiction applications in MEMS *J. Microelectromech. Syst.* **16** 1451–60
- [10] Zaghoul U *et al* 2011 Nanoscale characterization of different stiction mechanisms in electrostatically driven MEMS devices based on adhesion and friction measurements *J. Colloid Interface Sci.* **358** 1–13
- [11] Lantz M A, Wiesmann D and Gotsmann B 2009 Dynamic superlubricity and the elimination of wear on the nanoscale *Nat. Nanotechnology* **4** 586–91
- [12] Dinelli F *et al* 1997 Ultrasound induced lubricity in microscopic contact *Appl. Phys. Lett.* **71** 1177–9
- [13] Bhushan B and Dandavate C 2000 Thin-film friction and adhesion studies using atomic force microscopy *J. Appl. Phys.* **87** 1201–10
- [14] Guo L *et al* 2012 Water adsorption behavior on metal surfaces and its influence on surface potential studied by *in situ* SPM *Appl. Surf. Sci.* **258** 9087–91
- [15] Freund J, Halbritter J and Hörber J 1999 How dry are dried samples? Water adsorption measured by STM *Microsc. Res. Tech.* **44** 327–38
- [16] Assy A *et al* 2014 Analysis of heat transfer in the water meniscus at the tip–sample contact in scanning thermal microscopy *J. Phys. D: Appl. Phys.* **47** 442001
- [17] Gomès S, Assy A and Chapuis P-O 2015 *Thermometry at the Nanoscale—Fundamentals and Selected Applications* ed L C A F Palacio (Abingdon: Royal Society of Chemistry)
- [18] David L, Gomes S and Raynaud M 2007 Modelling for the thermal characterization of solid materials by dc scanning thermal microscopy *J. Phys. D: Appl. Phys.* **40** 4337
- [19] Chapuis P-O *et al* 2006 Heat transfer between a nano-tip and a surface *Nanotechnology* **17** 2978
- [20] Shi L and Majumdar A 2002 Thermal transport mechanisms at nanoscale point contacts *Trans. ASME, J. Heat Transfer* **12**, 329–37
- [21] Gomès S, Assy A and Chapuis P O 2015 Scanning thermal microscopy: a review *Phys. Status Solidi A* **212** 477–94
- [22] Park K *et al* 2010 Experimental investigation on the heat transfer between a heated microcantilever and a substrate *J. Heat Transfer* **130** 102401
- [23] Puyoo E 2010 Caractérisation thermique de nanofils de silicium pour des applications à la thermoélectricité *PhD Thesis* University of Bordeaux
- [24] Pettes M T and Shi L 2014 A reexamination of phonon transport through a nanoscale point contact in vacuum *J. Heat Transfer* **136** 032401
- [25] Gotsmann B and Lantz M 2013 Quantized thermal transport across contacts of rough surfaces *Nat. Mater.* **12** 59–65
- [26] Park K *et al* 2013 Quantitative scanning thermal microscopy of ErAs/GaAs superlattice structures grown by molecular beam epitaxy *Appl. Phys. Lett.* **102** 061912
- [27] Dobson P S, Weaver J M and Mills G 2007 New methods for calibrated scanning thermal microscopy (SThM) *IEEE Sensors (Atlanta, GA, 28–31 October)*
- [28] Nelson B and King W 2007 Measuring material softening with nanoscale spatial resolution using heated silicon probes *Rev. Sci. Instrum.* **78** 023702
- [29] Israelachvili J N 2011 *Intermolecular and Surface Forces* 3rd edn revised (New York: Academic)
- [30] Sirghi L 2012 Transport mechanisms in capillary condensation of water at a single-asperity nanoscopic contact *Langmuir* **28** 2558–66
- [31] Crassous J, Charlaix E and Loubet J-L 1997 Nanoscale investigation of wetting dynamics with a surface force apparatus *Phys. Rev. Lett.* **78** 2425
- [32] Rabinovich Y I *et al* 2002 Capillary forces between surfaces with nanoscale roughness *Adv. Colloid Interface Sci.* **96** 213–30
- [33] Rabinovich Y I *et al* 2000 Adhesion between nanoscale rough surfaces: I. Role of asperity geometry *J. Colloid Interface Sci.* **232** 10–6
- [34] Leite F L *et al* 2012 Theoretical models for surface forces and adhesion and their measurement using atomic force microscopy *Int. J. Mol. Sci.* **13** 12773–856
- [35] Yu N and Polycarpou A A 2004 Adhesive contact based on the Lennard–Jones potential: a correction to the value of the equilibrium distance as used in the potential *J. Colloid Interface Sci.* **278** 428–35
- [36] Derjaguin B, Muller V and Toporov Y P 1975 Effect of contact deformations on the adhesion of particles *J. Colloid Interface Sci.* **53** 314–26
- [37] Grierson D, Flater E and Carpick R 2005 Accounting for the JKR–DMT transition in adhesion and friction measurements with atomic force microscopy *J. Adhesion Sci. Technol.* **19** 291–311
- [38] Maugis D 1992 Adhesion of spheres: the JKR–DMT transition using a Dugdale model *J. Colloid Interface Sci.* **150** 243–69
- [39] Luo K *et al* 1997 Sensor nanofabrication, performance, and conduction mechanisms in scanning thermal microscopy *J. Vac. Sci. Technol.* **15** 349–60
- [40] Ge Z, Cahill D G and Braun P V 2006 Thermal conductance of hydrophilic and hydrophobic interfaces *Phys. Rev. Lett.* **96** 186101
- [41] Lefevre S *et al* 2003 Thermal conductivity calibration for hot wire based dc scanning thermal microscopy *Rev. Sci. Instrum.* **74** 2418–23
- [42] Tovee P *et al* 2012 Nanoscale spatial resolution probes for scanning thermal microscopy of solid state materials *J. Appl. Phys.* **112** 114317–317
- [43] Assy A 2015 Development of two techniques for thermal characterization of materials: scanning thermal microscopy (SThM) and  $2\omega$  method *PhD Thesis* INSA de Lyon
- [44] Puyoo E *et al* 2011 Scanning thermal microscopy of individual silicon nanowires *J. Appl. Phys.* **109** 024302
- [45] Butt H-J, Cappella B and Kappel M 2005 Force measurements with the atomic force microscope: technique, interpretation and applications *Surf. Sci. Rep.* **59** 1–152
- [46] Assy A and Gomès S 2015 Heat transfer at nanoscale contacts investigated with scanning thermal microscopy *Appl. Phys. Lett.* in press
- [47] Gotsmann B, Lantz M A, Knoll A, Dürig U *et al* 2010 Nanoscale thermal and mechanical interactions studies using heatable probes *Nanotechnology* (Weinheim: Wiley) pp 121–69
- [48] Hinz M *et al* 2008 High resolution vacuum scanning thermal microscopy of HfO<sub>2</sub> and SiO<sub>2</sub> *Appl. Phys. Lett.* **92** 043122–0122

## IV.2 Transfert thermique via le contact mécanique

La Figure IV.1 reporte nos résultats de mesures (Thèse L. David 2006), en termes de  $\Delta P/P$ , en fonction de l'éloignement entre une pointe Wollaston et la surface d'un échantillon de silicium monocristallin pour différentes pressions de gaz dans une enceinte à vide.



**Figure IV.1 :** Evolution du rapport  $\Delta P/P$  pour différentes pressions de gaz dans l'enceinte en fonction de la distance entre une pointe et de la surface d'un échantillon de silicium monocristallin. L'augmentation de la quantité de chaleur échangée par conduction via l'air entre la pointe chaude et l'échantillon lors de l'approche de la pointe vers la surface est d'autant plus faible que la pression de gaz dans l'enceinte diminue (Thèse L. David 2006).

Ces résultats mettent bien en lumière la contribution de la conduction thermique au contact mécanique suite au saut en contact de la pointe en surface de l'échantillon ainsi que de la conduction thermique via l'air dans l'interaction pointe-échantillon.

Afin de découpler ces deux mécanismes de transfert thermique qui opèrent simultanément lors de mesures en contact à l'ambiante, la conductance thermique du contact mécanique solide-solide a été étudiée à partir de mesures SThM réalisées en mode contact de l'AFM, sous vide primaire (à 0,28 mbar). Différents échantillons de référence (de conductivité thermique connue et rugosité mesurée) ont été utilisés ainsi qu'une température de sonde suffisamment élevée pour que le ménisque puisse être supposé ne plus avoir d'impact sur la mesure.

Dans ces conditions environnementales, la conduction thermique via l'air, les pertes par convection de la pointe chaude vers son environnement (Chapuis 2007) et la conduction via l'air peuvent être négligées (Majumdar 1999; Hinz, 2008) :  $h=0$  et le modèle de la mesure SThM donné pour les sondes résistives en partie II.3. L'équation (II.5) peut être simplifiée et s'écrit :

$$\frac{\Delta P}{P} = \frac{R_{el,tip} l_c^2 - R_{el,tip} l_i^2}{R_{el,tip} l_c^2} = \frac{3}{4} \frac{G_{mc} G_S}{4(G_p G_S + G_p G_{mc}) + G_{mc} G_S} \quad (IV.1)$$

où

- $G_p$  est la conductance thermique la sonde, déterminée expérimentalement,
- $G_s$  est la conductance thermique de l'échantillon, estimable,

- $G_{mc}$  est la conductance thermique associée au contact mécanique entre les matériaux de la pointe et de l'échantillon, le paramètre recherché.

Comme discuté dans le chapitre I en section 4.2, la conductance thermique associée au contact mécanique  $G_{mc}$  dépend de nombreux facteurs. Le rayon effectif du contact  $b_c$  peut notamment être en principe estimé à partir de la théorie du contact mécanique. Comme le montre le tableau VI.1 pour des échantillons de référence en germanium et Silicium et de très faible rugosité ( $< 1\text{nm}$ ), nous avons estimé  $b_c$  de l'ordre de  $13 \pm 1\text{ nm}$  pour la sonde Wollaston et de  $3\text{ nm} \pm 1$  pour la sonde KNT. Ces estimations ont été faites à l'aide du modèle DMT (Derjaguin, Muller, and Toporov) pour une force normale pointe-échantillon de l'ordre de  $500\text{ nN}$  et  $20\text{ nN}$  respectivement. Les valeurs de  $b_c$  obtenues sont très inférieures à celles du libre parcours moyens des phonons  $\Lambda$  pour le germanium et le silicium également reportées dans le tableau VI.1.

**Tableau IV.1** : Paramètres du contact mécanique pour des mesures SThM effectuées sous vide ( $0,28\text{ mbar}$ ) avec une sonde Wollaston et une sonde KNT sur un échantillon de germanium et de silicium.

Echantillon ( $k_s$ en $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ )		Germanium (58)	Silicium (148)
Rugosité arithmétique (nm)		0,7	0,25
Rayon effectif de contact estimé avec le modèle DMT (nm) ; $b_{cDMT}$	Sonde Wollaston ( $Ra^5 \cong 350\text{ nm}$ )	$\cong 13,7 \pm 1$	$\cong 12,8 \pm 1$
	Sonde KNT ( $Ra \cong 50\text{ nm}$ )	$\cong 3 \pm 1$	$\cong 3 \pm 1$
Libre parcours moyen des phonons (nm)		200	300
$G_{mc}$ ( $\mu\text{W}/\text{K}$ ) Régime balistique pris en compte avec $b_c = Ra$	Sonde Wollaston	0,18	0,5
	Sonde KNT	2,2	0,6

Par conséquent, la conductance thermique de l'échantillon,  $G_s$  doit considérer la conduction thermique balistique au sein de l'échantillon.  $G_s$  s'écrit alors :

$$G_s = 1 / \left( \frac{1}{2k_s b_c} \left( 1 + \frac{8\Lambda}{3\pi b_c} \right) \right) \quad (IV.2)$$

L'analyse de mesures du rapport  $\Delta P/P$  avec l'expression (IV.1) intégrant (IV.2) conduit à des valeurs de la conductance thermique  $G_{mc}$  négatives. Si ce résultat n'a jamais été reporté, il justifie le fait que de nombreux auteurs préfèrent adopter un rayon effectif du contact mécanique de l'ordre de grandeur du rayon effectif de courbure de la pointe :  $b_c = Ra$  plutôt que celui évalué à l'aide du modèle DMT.

Dans le cas où  $b_c = Ra$ , nous obtenons des valeurs de  $G_{mc}$  de l'ordre de  $0.2$  à  $2,5\ \mu\text{W} \cdot \text{K}^{-1}$  (en table IV.1). Nos valeurs sont du même ordre de grandeur que celles obtenues par Pettes et al. (Pettes 2014) qui utilisent une nanosonde thermique en silicium pour l'analyse d'échantillons de silicium. Pour la sonde KNT, le fait d'un rayon de contact supérieur à celui attendu peut s'expliquer par le fait que nos travaux ont été réalisés avec une pression sur l'échantillon inférieure à  $0,7\text{ GPa}$  ; ce qui correspond à un régime dans lequel une nanopointe AFM ou SThM peut s'aplatir (Gotsmann 2013 ; Bloo 1999 ; Liu 2010).

Nos valeurs de  $G_{mc}$  sont par ailleurs inférieures aux valeurs de la conductance thermique effective associée à la conduction thermique via l'air estimée lors d'expériences réalisées à l'ambiante : de l'ordre de  $5$  à  $7\ \mu\text{W}/\text{K}$  pour la sonde Wollaston et de l'ordre de quelques  $\mu\text{W}/\text{K}$  pour la sonde KNT (Lefèvre 2004), (Thèse A. Assy 2015).

Dans le cas d'un contact idéal, sans rugosité ni contamination de surface, la conductance  $G_{mc}$  peut être exprimée en fonction de la résistance de l'interface liée à la différence de la dispersion des phonons

<sup>5</sup> Ra : rayon de courbure de l'extrémité de la pointe

entre les deux matériaux en contact.  $G_{mc}$  peut alors être exprimée sous la forme (Prasher 2006 ; Nelson 2008 ; Gotsmann 2010):

$$G_{mc} = \frac{\pi b^2 \bar{C}}{R_b} \quad (IV.3)$$

où  $R_b$  est la résistance thermique de l'interface.

Le tableau IV.2 fournit les valeurs de  $R_b$  que nous avons déduit des valeurs de  $G_{mc}$  précédentes. Elles corroborent l'ordre de grandeurs des valeurs précédemment publiées pour d'autres matériaux et obtenus par d'autres techniques de mesure (Nelson 2008; Gotsmann 2010; Stoner 1993; Komarov, 2003) ou simulation (Da Cruz, 2012; Yang 2014).

**Tableau IV.2** : Valeurs de  $R_b$  ( $\times 10^{-9} \text{ m}^2 \text{ K W}^{-1}$ ) déterminées pour des contacts entre les sondes SThM Wollaston et KNT et les échantillons de Ge et Si (Thèse A. Assy 2015) (A23, 2015).

$R_b$ ( $\times 10^{-9} \text{ m}^2 \text{ K W}^{-1}$ )		
Sample/probe	Wollaston	KNT
Ge	$2.8 \pm 0.9$	$8.9 \pm 0.4$
Si	$1.4 \pm 0.3$	$14.1 \pm 0.3$

De ces valeurs de  $R_b$ , des coefficients de transmission des phonons à l'interface pointe-échantillon peuvent être évalués (Gotsmann 2013 ; Pettes 2014 ; Thèse A. Assy 2015, A23, 2015) à condition de connaître les lois de dispersion des phonons pour les matériaux en contact. S'ajoute à cela, le fait qu'une telle détermination à partir de mesures SThM nécessite d'avoir deux surfaces en contact sans oxydation, sans rugosité, sans contamination liés à leur préparation ou autre... Est-ce possible ?

### IV.3 Travaux en cours et perspectives

Notre analyse du transfert thermique entre une pointe et un échantillon se poursuit dans le cadre de la thèse d'E. Guen qui bénéficie :

- (1) du nouvel appareillage de SThM permettant des mesures in situ dans un microscope électronique à balayage (présenté en chapitre II),
- (2) des échantillons de références, produits du projet QUANTIHEAT.

Ces travaux se focalisent plus particulièrement sur l'approfondissement du transfert thermique aux contacts mécaniques ainsi que par rayonnement entre une pointe et une surface.



---

## CHAPITRE V : CONCLUSION ET PERSPECTIVES

L'ensemble des études présentées dans ce mémoire a été mené sans qu'il n'y ait d'antériorité au laboratoire.

Au cours de ces 14 dernières années, j'ai œuvré pour doter le CETHIL d'équipements et de méthodes de mesures permettant le développement de l'activité expérimentale en micro et nanothermique.

J'ai fait évoluer mes compétences sur des sujets d'actualité vers lesquels j'ai eu l'occasion d'entraîner plusieurs étudiants. Le perfectionnement et l'enrichissement de ce savoir-faire a été et continue à être orienté vers des applications qui relèvent des nanosciences et nanotechnologies et de l'ingénierie.

Cette évolution m'a permis, outre la direction de thèses, de maîtriser différents aspects de recherche (contacts et collaborations, communication, contrats, relations industrielles). Elle m'a également permis de m'impliquer dans un domaine scientifique et technologique, à forte incidence socioéconomique. Pour preuve, les études sur les différents volets de mon activité présentés ont été menées et se poursuivent dans le cadre de collaborations locales, nationales ou internationales avec des laboratoires académiques et des industriels. Elles restent aujourd'hui au cœur du projet européen FP7-large scale QUANTIHEAT que j'ai initié, que je coordonne depuis deux ans et demi.

Ma vision actuelle de l'état de l'art en microscopie thermique à sonde locale est rapportée en première partie de ce mémoire. Les domaines où des progrès pourraient être faits à l'avenir afin de développer de nouvelles opportunités pour la microscopie SThM sont discutés. Mes travaux actuels et mes perspectives de recherche vont dans ce sens et sont pour certaines basées sur des actions que j'ai initiées mais qui n'ont pas encore abouties.

Il s'agit à courts termes de poursuivre les trois actions clés suivantes, complémentaires pour le développement de la technique SThM:

1. le **développement d'échantillons d'étalonnage et de caractérisation de la mesure SThM** : De tels outils sont indispensables pour juger de la pertinence d'un protocole de mesure avec des dispositifs de mesure en développement tels que la microscopie thermique à sonde locale ainsi que pour caractériser et comprendre la mesure avec cette méthode. Compte-tenu de ses enjeux, dont la compréhension des transferts thermiques aux micro et nanoéchelles, le développement d'échantillons spécifiques à la caractérisation de la mesure SThM est aujourd'hui au cœur du projet européen QUANTIHEAT.
2. la poursuite de l'**étude des mécanismes physiques régissant l'interaction pointe/échantillon** à partir d'expériences, sous environnements contrôlés sur ces échantillons d'étalonnage, réalisées avec différentes nanopointes thermiques commercialisées ou en développement,
3. le **développement de nouveaux modes/nanosondes de microscopie à sonde locale** (collaboration avec MATEIS, INL, ILM, le CLYM et l'Institut Néel de Grenoble).

Sur ce dernier point, une partie de mes activités de recherche non décrite dans ce mémoire s'est articulée autour du développement d'un nouveau concept de nanopointe thermique. Deux voies ont été explorées jusqu'en 2010 pour la fabrication de nouvelles sondes:

- des travaux ont été engagés en collaboration avec le LMI et l'ILM (Lyon) sur la fonctionnalisation de nanofils en bout de pointes auto-chauffantes commerciales.
- nous avons travaillé à partir de 2008 en collaboration avec l'Université de Tohoku (Ono' Laboratory, Sendai, Japon), sur la fabrication par utilisation de procédés collectifs des micro-nanotechnologies silicium des premiers prototypes de deux types de nanopointes SPM autochauffantes.

Les travaux engagés pour la fabrication de nouvelles nanopointes n'ont pas encore abouti. Nous disposons toutefois de la charte de fabrication de ces nouvelles pointes et les résultats de nos essais qui se sont montrés infructueux et donc non publiables, sont des données importantes

---

pour la suite de cette action. De nouvelles collaborations avec l'INL (Lyon) et l'Institut Néel (Grenoble) ont été engagées pour poursuivre ces travaux.

Mes perspectives de recherche s'inscrivent par ailleurs dans de nouveaux projets dont certains visent

- à favoriser le **renforcement d'actions de recherche transverses, entre les activités « modélisation et simulation » et « mesure » du groupe Micro Nanothermique** que je coordonne.
- **l'application de la technique à l'analyse de matériaux et structures aux nanoéchelles, y compris les matériaux polymères.**

---

## Références

- (Thèse A. Assy 2015) Assy A. (2015), "Development of two techniques for thermal characterization of materials: Scanning Thermal Microscopy (SThM) and  $2\omega$  method", PhD Thesis, INSA Lyon.
- (Bloo 1999) Bloo M., Haitjema H., and Pril W., *Measurement*, vol. 25, no. 3, pp. 203–211, 1999.
- (Brahmia 2007) Brahmia N. (2007), "Contribution à la modélisation de la cristallisation des polymères sous cisaillement: application à l'injection des polymères semi-cristallins", PhD Thesis, Université Claude Bernard-Lyon 1.
- (Chapuis 2007) Chapuis P.-O. (2007), "Contribution à l'étude des transferts thermiques à l'échelle nanométrique: interaction pointe-surface", PhD Thesis, Ecole Centrale Paris.
- (Chen 2005) Chen Y., D. Li, et al. (2005), "Minimum superlattice thermal conductivity from molecular dynamics", *Physical Review B*, vol. 72, no. 17, p. 174302, 2005.
- (Clarke 2003) Clarke D. R., "Materials selection guidelines for low thermal conductivity thermal barrier coatings", *Surface and Coatings Technology*, vol. 163, pp. 67-74, 2003.
- (Da Kruz 2012) Da Cruz C. Abs., Chantrenne P., Kleber X., "Molecular Dynamics simulations and Kapitza conductance prediction of Si/Au systems using the new full 2NN MEAM Si/Au cross-potential", *Journal of Heat Transfer*, vol. 134, no. 6, p. 2402, 2012.
- (Thèse L. David 2006) David L. (2006), "Développement de la microscopie thermique à sonde locale pour la détermination de la conductivité thermique de films minces Application aux céramiques pour le nucléaire", PhD Thesis, INSA Lyon.
- (Dawson 2013) Dawson A., Rides M., Cuenat A., and Winkless L., *Int. J. Thermophys.*, vol. 34, no. 5, pp. 865-882, 2013.
- (Dinwiddie 1994) R.B. Dinwiddie, R.J. Pylkki, P.E. West, *Thermal conductivity*, vol. 22, pp. 668-677, 1994.
- (Gomès 1999) Gomès S. (1999), "Contribution théorique et expérimentale à la microscopie thermique à sonde locale: calibration d'une pointe thermorésistive, analyse des divers couplages thermiques", Ph.D Thesis, University of Reims.
- (Gomès 2013) Gomès S., Chapuis P.-O., «Etat de l'art et perspectives en nanométrie thermique», *Spectra Analyse* 294, 59-68 59-68 (2013)
- (Gotsmann 2013) Gotsmann B. and Lantz M., *Nat. Mater.*, vol. 12, no. 1, pp. 59–65, 2013.
- (He 2011) Y. He, D. Donadio, and G. Galli, "Heat transport in amorphous silicon: Interplay between morphology and disorder", *Appl. Phys. Lett.*, vol. 98, no. 14, p. 144101, 2011.
- (Kleber 2008) Kleber X., "Detection of surface and subsurface heterogeneities by the hot tip thermoelectric power method." *ndt & E International*, vol. 41, no. 5, pp. 364-370, 2008.
- (Lefèvre 2003) S. Lefèvre et al., "Thermal conductivity calibration for hot wire based dc scanning thermal microscopy", *Review of scientific instruments*, vol. 74, no. 4, pp. 2418-2423, 2003.
- (Lefèvre 2004) Lefèvre S. (2004), "Modélisation et élaboration des métrologies de microscopie thermique à sonde locale résistive", PhD Thesis, University of Poitiers.
- (Thèse Y. Liu 2015) Liu Y. (2015), "Nanothermoelectricité de systèmes « Electron crystal – phonon glass » à base de germanium", PhD Thesis, University of Grenoble.
- (Lengauer 1995) Lengauer W., S. Binder, et al. (1995), "Solid state properties of group IVb carbonitrides." *Journal of alloys and compounds*, vol. 217, no. 1, pp. 137-147, 1995.
- (Liu 2010) Liu J., Notbohm J. K., Carpick R. W., and Turner K. T., *ACS Nano*, vol. 4, no. 7, pp. 3763–3772, 2010.

- 
- (Lysenko 1999) V. Lysenko, S. Périchon, B. Remaki, D. Barbier, and B. Champagnon, "Thermal conductivity of thick meso-porous silicon layers by micro-Raman scattering", *J. Appl. Phys.*, vol. 86, no. 12, p. 6841, 1999.
- (Massoud 2016) Massoud M. (2016), "Experimental characterization of heat transfer in nanostructured silicon-based materials", PhD Thesis, INSA Lyon.
- (Mendoza 2005) Mendoza R. (2005), "Morphologies induites dans les pièces en polyoléfine moulées par injection", Paris, ENSAM.
- (Munro 1997) Munro R., "Material properties of a sintered  $\alpha$ -SiC", *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, vol. 26, no. 5, pp. 1195-1203, 1997.
- (Nonnenmacher 1991) M. Nonnenmacher, M.P. O'Boyle, K. Wickramasinghe, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 58, no. 25, pp. 2921-2923, 1991.
- (Perichon 2000) S. Périchon, V. Lysenko, B. Remaki, D. Barbier, and B. Champagnon, "Measurement of porous silicon Technology and micro-Raman characterization of thick meso-porous silicon layers for thermal effect microsystems", *Sensors Actuators, A Phys.*, vol. 85, pp. 335–339, 2000.
- (Pettes 2014) Pettes M. T. and Shi L., "A Reexamination of Phonon Transport Through a Nanoscale Point Contact in Vacuum", *Journal of Heat Transfer*, vol. 136, no. 3, p. 032401, 2014.
- (Randrianalisoa 2006) Randrianalisoa J. H. (2006), "Transfert thermique par rayonnement et conduction dans les matériaux poreux micro et nanostructurés. Analogie transfert de phonons et de photons", PhD thesis, Université de Lyon.
- (Remmert 2007) Remmert J. L., Wu Y., Lee J., Shannon M. A., and King W.P., *Appl. Phys. Lett.*, vol. 91, no. 14, p. 143111, 2007.
- (Shi 2002) Shi L. and Majumdar A., "Thermal transport mechanisms at nanoscale point contacts", *Trans. ASME, J. Heat Transfer*, vol. 12, pp. 329–37, 2002.
- (Zhang 2010) Zhang Y., Hapenciuc C. I., Castillo E.E., Borca-Tasciuc T., Mehta R.J., Karthik C., and Ramanath G., "A microprobe technique for simultaneously measuring thermal conductivity and Seebeck coefficient of thin films", *Appl. Phys. Lett.*, vol. 96, no. 6, pp. 2107-2107-3, 2010.
- (Zinet 2010) Zinet M. (2010), "Modélisation de la cristallisation des polymères dans les procédés de plasturgie: quantification des effets thermiques et rhéologiques", PhD thesis, INSA Lyon.

---

# ANNEXES

<b>ANNEXE I</b>	Productions scientifiques.....	A3
<b>ANNEXE II</b>	Collaborations .....	A15
<b>ANNEXE III</b>	Partenariat et valorisation .....	A17
<b>ANNEXE IV</b>	Encadrement, Enseignement et formation, Diffusion de la culture scientifique .....	A19
<b>ANNEXE V</b>	Encadrement, Animation et administration de la Recherche .....	A25
<b>ANNEXE VI</b>	Travaux d'expertise .....	A29
<b>ANNEXE VII</b>	Nouvelle méthode de mesure par contact en régime modulé .....	A31



## ANNEXE I

### PRODUCTIONS SCIENTIFIQUES

#### ARTICLES DANS DES REVUES INTERNATIONALES A COMITE DE LECTURE

- [A.1] Depasse F., **Gomès S.**, Trannoy N. and Grossel Ph., "A.C. thermal microscopy: a probe-sample thermal coupling model", 1997, *J. Phys. D : Appl. Phys.* **30** pp 3279-3285.
- [A.2] **Gomès S.**, Depasse F. and Grossel Ph., "3-D thermal wave scattering on buried inhomogeneities in a.c. thermal microscopy", 1998, *J. Phys. D : Appl. Phys.* **31** pp 2377-2387.
- [A.3] Grossel Ph., Depasse F and **Gomès S.**, "Plane -wave spectrum approach for the a.c. thermal analysis of vertical resistance on sample surface", 1999, *J. Phys. D : Appl. Phys.* **32** pp 2100-2107.
- [A.4] **Gomès S.**, Trannoy N. and Grossel P., "D.C Thermal Microscopy: Study of the thermal exchanges between a probe and a sample", 1999, *Meas. Sc.Technol.* **10** pp 805-811.
- [A.5] **Gomès S.**, Depasse F., Trannoy N. and Grossel Ph., "A. C. Scanning Thermal Microscopy: Tip Sample Interaction and Buried defaults Modelling", 2000, *Int J. Therm. Sci.* **39** pp 526-531.
- [A.6] **Gomès S.**, Trannoy N., Grossel Ph., Depasse F., Bainier Cl. and Charraut D, "D.C. Scanning Thermal Microscopy: Characterisation and Interpretation of the Measurement", 2001, *Int. J. Therm. Sci.* **40** pp 949-958.
- [A.7] **Gomès S.** and Ziane Dj., "Investigation of the electrical degradation of a metal-oxide-silicon capacitor by Scanning Thermal Microscopy", 2003, *Solid State Electronics* **47** pp 919-922.
- [A.8] Depasse F., Grossel Ph. and **Gomès S.**, "Theoretical investigation of the DC and AC heat diffusion for submicro- and nanoscopies", 2003, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **36** pp 204-210.
- [A.9] David L., **Gomès S.** and Raynaud M., "Modelling for the thermal characterization of solid materials by dc scanning thermal microscopy", 2007, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **40** pp 4337-4346.
- [A.10] **Gomès S.**, David L., Lysenko V., Descamps A., Nychyporuk T. and Raynaud M., "Application of Scanning Thermal Microscopy for thermal conductivity measurements on meso-porous silicon thin films", 2007, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **40** pp 6677-6683.
- [A.11] **Gomès S.**, Chapuis O., Nepveu F., Trannoy N., Volz S., Charlot B., Tessier G., Dilhaire S., Cretin B. and Vairac P., "Temperature study of sub-micrometric ICs by Scanning Thermal Microscopy", 2007, *IEEE Transactions on components and packaging technologies* **30-3** pp 424 – 431.
- [A.12] Tessier G., Pavageau S., Charlot B., Filloy C., Fournier D., Cretin B., Dilhaire S., **Gomès S.**, Trannoy N., Vairac P. and Volz S., "Quantitative Thermorefectance Imaging: Calibration Method and Validation on a dedicated Integrated Circuit", 2007, *IEEE Transactions on components and packaging technologies* **30-4** pp 604-608.
- [A.13] David L., **Gomès S.**, Carlot G., Roger J.-P., Fournier D., Valot C. and Raynaud M., "Characterization of thermal conductivity degradation induced by heavy ion irradiation in ceramic materials", 2008, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **41** pp 1-11.
- [A.14] **Gomès S.**, David L., Roger J.-P., Carlot G., Fournier D., Valot C. and Raynaud M., "Thermal conductivity degradation induced by heavy ion irradiation at room temperature in ceramic materials", 2008, *European Physical Journal - Special Topics* **153** pp 87-90.
- [A.15] **Gomès S.**, Newby P., Canut B., Termentzidis K., Marty O., Fréchette L., Chantrenne P., Aimez V., Bluet J.-M., Lysenko V., "Characterization of the thermal conductivity of insulating thin films by Scanning Thermal Microscopy", 2013, *Microelectronics Journal* **44** pp 1029-1034.
- [A.16] Newby P., Canut B., Bluet J.-M., **Gomès S.**, Isaiev M., Burbelo R., Termentzidis K., Chantrenne P., Fréchette L., Lysenko V., «Amorphisation and reduction of thermal conductivity in porous silicon by irradiation with swift heavy ions», 2013, *Journal of Applied Physics* **114-1** pp 014903-9.
- [A.17] Assy A., **Gomès S.**, Chantrenne P., Pavy N., Parasuraman J., Kleber X., Basset P., «Investigation of the thermal properties of thin solid materials at different temperature levels using a set of microresistors», 2014, *Microelectronics Journal* **45-5** pp 508-514.

- [A.18] Assy A., Lefevre S., Chapuis P.-O., **Gomès S.**, “Analysis of heat transfer in the water meniscus at the tip-sample contact in scanning thermal microscopy”, 2014, *Journal of Physics D: Applied Physics* **47** pp 442001.
- [A.19] Pailhes S., Euchner H., Giordano V.M., Debord R., Assy A., **Gomès S.**, Bosak A., Machon D., Paschen S., De Boissieu M., “Localization of propagative phonons in a perfectly crystalline solid”, 2014, *Physical Review Letters* 113-2 pp 025506.
- [A.20] Isaiev M., Newby P.J., Canut B., Tytarenko A., Lishchuk P., Andrusenko D., **Gomès S.**, Bluet J.-M., Fréchette L. G., Lysenko V., Burbelo R., “Thermal conductivity of partially amorphous porous silicon by photoacoustic technique”, 2014, *Materials Letters* **128** pp 71-74.
- [A.21] **Gomès S.**, Assy A., and Chapuis P.-O., “Scanning Thermal Microscopy: a review”, 2015, *Physica Status Solidi (a)* **212** pp 477-494.
- [A.22] Assy A. and **Gomès S.**, “Heat transfer at nanoscale contacts investigated with scanning thermal microscopy”, 2015, *Appl. Phys. Lett.* **107** pp 043105.
- [A.23] Assy A. and **Gomès S.**, Erratum: “Heat transfer at nanoscale contacts investigated with scanning thermal microscopy”, 2015, *Appl. Phys. Lett.* **107** pp 109901.
- [A.24] Assy A. and **Gomès S.**, “Temperature-dependent capillary forces at nano-contacts for estimating the heat conduction through water meniscus”, 2015, *Nanotechnology* **26-35** pp 355401.

#### CONFÉRENCES INVITÉES

- [B.1] **Gomès S.**, "Modellings for the Thermal Microscopy in the A.C. mode", Bochum, Allemagne, juillet 2000.
- [B.2] **Gomès S.**, "D.C. Scanning Thermal Microscopy: Characterisation of the measurement", Milan, Italie, septembre 2000.
- [B.3] **Gomès S.**, "Caractérisation de conductivité thermique à l'échelle subµmétrique", Conférences Nanozoom «Applications industrielles des nanotechnologies», Besançon, France, 27 et 28 septembre 2006.
- [B.4] **Gomès S.**, “Characterization of the nanostructured materials thermal conductivity by Scanning Thermal Microscopy”, INSA de Lyon - Anniversaire Tohoku/ECL/INSA, 8-9 février 2007.
- [B.5] **Gomès S.**, « Micro- et Nano- thermique », Séminaire d’Alcatel Lucent Technical Academy, Marcoussis, France, 9 mars 2010.
- [B.6] **Gomès S.**, « Micro et Nanothermique », Inst. Néel, Grenoble, France, 18 janvier 2011.
- [B.7] **Gomès S.**, Lefèvre S., Chapuis P.-O., « Caractérisation thermophysique locale par microscopie thermique à sonde locale », Nanosciences et mesures, 2ème Rencontre annuelle du Club nanoMétrologie, Paris, France, 28 novembre 2012.
- [B.8] **Gomès S.**, “Contact metrologies for the investigation of the thermophysical properties of solid materials at the submicrometric scales”, Phonons & Fluctuations 3, Sant Feliu de Guixols, Girona, Spain, 21-24 May 2012.
- [B.9] Chapuis P.-O., **Gomès S.**, Shchepetov A., Prunnila M., Ahopelto J., Volz S., Schneider L., Sotomayor Torres C.M., “Heat Conduction in Nanostructures Investigated with Electrical Means – A Comparison with Optical Techniques”, Second Mediterranean International Workshop on Photoacoustic & Photothermal Phenomena, Erice, Italy, April 2012.
- [B.10] Chapuis P.-O., **Gomès S.**, Lefèvre S., Vaillon R., « Nanothermique : contrôle du transfert de chaleur dans les nanostructures », XXVè Entretiens Jacques Cartier (France-Québec), Lyon, France, 19-20 November 2012.
- [B.11] Chapuis P.-O., Jaber W., Assy A., Lefèvre S., **Gomès S.**, “Investigating Nanoscale Heat Conduction with Electrical Means”, ICPPP 17, Suzhou, Chine, 20-24 October 2013.
- [B.12] **Gomès S.**, Lefèvre S. and Chapuis P.O., “Thermal nanometrology and scanning thermal microscopy”, E-MRS Symposium on “Analytical Techniques for Precise Characterization of Nanomaterials”, Lille, France, 26-30 May 2014.

- [B.13] Liu Y. I., Tainoff D., Richard J., Boukhari M., Barski A., Hadji E., Assy A., **Gomès S.**, O. Bourgeois, Nanostructured Ge:Mn thin film: an efficient thermoelectric material, E-MRS spring 2014, (Lille France), 26 - 30 May 2014.
- [B.14] Chapuis P.-O., Massoud M., Assy A., **Gomès S.**, "Scanning thermal microscopy: micro to nanoscale thermal properties", bi-annual SPM workshop, Czech Metrology Institute, Tcheq Republic, 25<sup>th</sup>-27<sup>th</sup> March 2015.
- [B.15] **Gomès S.**, "Quantiheat – and the future", Nanothermal Measurement and Heat Transport, Keynote Lecture, 15<sup>th</sup>&16<sup>th</sup> December 2015, Department of physics, University of York, UK.
- [B.16] **Gomès S.**, "Quantification and thermal conductivity measurement: Limitations, methodology and possible solutions", Nanothermal Measurement and Heat Transport, Tutorial, 15<sup>th</sup>&16<sup>th</sup> December 2015, Department of physics, University of York, UK.

#### CHAPITRES D'OUVRAGES

- [C.1] **Gomès S.**, "SThM with the micrometric thermoresistive wire probe", Part 3 of the chapter: Scanning Thermal Microscopy of the book "Microscale and Nanoscale Heat Transfer", Topics in Applied Physics, N°Vol 107, pp 207-230, 2007.
- [C.2] **Gomès S.**, partie 3 du Chapitre 'Des premiers microscopes à sonde locale au SThM / Chapitre 9-C/ Le microscope thermique à sonde locale' – Topometrix' du livre « Micro et NanoThermique », Sciences et Techniques de l'Ingénieur, Editions CNRS, pp 227-253, 2007.
- [C.3] **Gomès S.** and Lefèvre S., "Scanning Thermal Microscopy (SThM): advances of the technique for the characterization of the thermo-physical properties of solid materials", chapter of the book Advanced techniques and applications on scanning probe microscopy, Editors J.L. Budendorff and F. H. Lei, pp 157-195, 2009.
- [C.4] **Gomès S.**, Assy A., Chapuis P.O., "Scanning Thermal Microscopy", Thermometry at the nanoscale – Fundamentals and selected Applications, Editeurs: Luis Carlos and Fernando Palacio, Royal Society Publishing, pp 275–314, 2015.

#### PUBLICATIONS DANS DES ACTES DE CONGRES AVEC COMITE DE LECTURE SUR TEXTE COMPLET

- [D.1] **Gomès S.**, Trannoy N., Depasse F. and Grossel Ph., « Microscopie Thermique à sonde locale : Caractérisation de l'échange thermique entre la sonde et l'échantillon », Congrès de la Société Française des Thermiciens, Arcachon (mai 1999), France, pp 423-428.
- [D.2] Trannoy N., **Gomès S.**, Grossel P. and Depasse F., "Thermal Characterisation of Measurement by STM et SThM (Scanning Thermal Microscope)", Thermic, Rome (octobre 1999), Italie, pp 12-16.
- [D.3] **Gomès S.** and Ziane Dj., « Etude de la dégradation d'un composant semi-conducteur actif par microscopie thermique à sonde locale », Congrès Français de Thermique, Vittel (3- 6 juin 2002), France, pp 597-602.
- [D.4] David L., **Gomès S.**, Carlot G., Raynaud M., Valot C., Petit T., « Caractérisation thermophysique de matériaux irradiés aux ions par microscopies à champ proche », Congrès SFT 2004: Transferts en milieux hétérogènes (25-28 mai 2004), Presqu'île de Giens, France, pp 539-544.
- [D.5] David L., **Gomès S.**, Carlot G., Roger J.-P., Fournier D., Valot C. et Raynaud M., « Caractérisation thermophysique de matériaux par microscopies thermiques. Application aux combustibles des futurs réacteurs à caloporteurs Gaz », Congrès SFT 2007: Thermique et Société, Ile des Embiez (29 mai - 1 juin 2007), France, pp 805-810.
- [D.6] Maillon N., Foulon L., **Gomès S.**, Boutaous M., "Micro and macro scale analysis of the structure and thermophysical characteristics of polymers", PPS-27, 2011, 27th World Congress of the Polymer Processing Society, Marrakech, (2011 May 10-14), Morocco, article de 7 pages.

- [D.7] Boutaous M., **Gomès S.**, Zinet M., El-Otmani R., Rousset F., « Analyse de l'interaction procédé-structure-comportement de polymères semi-cristallins », 20ème Congrès Français de Mécanique Besançon, (29 août au 2 septembre 2011), France, article de 2 pages.
- [D.8] Assy A., **Gomès S.**, P. Chantrenne P., N. Pavy N., Parasuraman J., Kleber X. and Basset Ph., "New thermal method for the characterization of solid materials at different temperature levels", actes de congrès de Thermic 2012, Budapest (September 2012), Hongrie.
- [D.9] Assy A., Lefèvre S., Chapuis P.-O., **Gomès S.**, "Heat transfer between a self-heated scanning thermal microscopy probe and a sample: impact of the probe temperature", MRS Spring Meeting - symposium Y "Advances in Scanning Probe Microscopy for Imaging Functionality on the Nanoscale" 1557, San Francisco (1-5 April 2013), USA.
- [D.10] Chapuis P.-O., Rousseau E., Assy A., Lefèvre S., **Gomès S.**, Volz S., "Heat transfer between a hot AFM tip and a cold sample: impact of the air pressure", MRS Spring Meeting - symposium V "Nanoscale Heat Transfer", San Francisco (1-5 April 2013), USA.
- [D.11] Jaber W., Assy A., Lefèvre S., **Gomès S.**, Chapuis P.-O., "Thermal conductivity measurements with the 3omega method and scanning thermal microscopy", THERMINIC 19 (Thermal Investigation of ICs and Systems) Conference paper # 31663, Berlin (25-27 September 2013), Allemagne.
- [D.12] Clavier R., Lefèvre S., **Gomès S.**, Chapuis P.-O., « Couplages thermiques et électriques lors de la modélisation thermique de la sonde Wollaston utilisée en microscopie thermique à sonde locale (SThM) », Congrès Français de Thermique (SFT) article 6234, Gérardmer (28-31 Mai 2013), France.
- [D.13] Assy A., Lefèvre S., Chapuis P.-O., **Gomès S.**, « Etude du transfert de chaleur par le ménisque d'eau formé au contact entre une pointe chaude micrométrique et une surface », Congrès Français de Thermique (SFT), Lyon (3-6 Juin 2014), France.
- [D.14] Assy A., S. Lefèvre S., Chapuis P.-O., **Gomès S.**, "Eurotherm 103: Nanoscale and Microscale Heat Transfer IV", Lyon (October 15<sup>th</sup>-17<sup>th</sup>, 2014), France, Extended abstract (4p).

#### COMMUNICATIONS (CONGRES SANS COMITE DE LECTURE, WORKSHOPS, SEMINAIRES,...)

Légende : [Art.] : article ; [Post.] : poster ; [Or.] : présentation orale.

- [E.1] **Gomès S.**, Depasse F., Trannoy N. and Grossel Ph., "Probe sample thermal coupling model in a.c. thermal microscopy", Congrès: "The practical uses of scanning probe microscopy", Cambridge, UK (novembre 1997), [Post.].
- [E.2] **Gomès S.**, Trannoy N., Depasse F. and Grossel Ph., "Vers une microscopie thermique quantitative", Colloque SFμ, Strasbourg, France (juillet 1998), [Post.].
- [E.3] **Gomès S.**, Depasse F., Trannoy N. and Grossel Ph., "A. C. thermal microscopy : tip-sample interaction and buried defects modelling", Eurotherm Seminar 57, Poitiers, France (juillet 1998), [Or.].
- [E.4] Trannoy N., **Gomès S.**, Grossel P. and Depasse F., "Approches expérimentales des propriétés thermiques par STM et SThM (Scanning Thermal Microscope)", Autrans, France (mars 1998), [Post.].
- [E.5] **Gomès S.**, Trannoy N., Depasse F. and Grossel Ph., "Microscopie Thermique à sonde locale : Caractérisation de l'échange thermique entre la sonde et l'échantillon", Congrès de la Société Française des Thermiciens, Arcachon, France (mai 1999), [Post.].
- [E.6] **Gomès S.**, Trannoy N., Grossel Ph. and Depasse F., "D.C. Scanning Thermal Microscopy: Characterisation of the measurement", Fifteenth European Conference on Thermophysical Properties, Würzburg, Allemagne (septembre 1999), [Post.].
- [E.7] Trannoy N., **Gomès S.**, Grossel P. and Depasse F., "Thermal Characterisation of Measurement by STM et SThM (Scanning Thermal Microscope)", Thermic, Rome, Italie (octobre 1999), [Or.].
- [E.8] **Gomès S.**, "Introduction à la microscopie à sonde locale", INSA de Lyon, France (octobre 2001), [Or.].

- 
- [E.9] **Gomès S.**, "Thermique aux micro- et nano- échelles", Journée Nanobio-Lyon, INSA, Lyon, France (2 décembre 2002), [Or.].
- [E.10] **Gomès S.**, Ziane Dj., "Etude de la dégradation d'un composant semi-conducteur actif par microscopie thermique à sonde locale", Congrès Français de Thermique, Vittel (3- 6 juin 2002), [Or.].
- [E.11] David L., Carlot G., **Gomès S.**, Garcia P., Raynaud M., Petit T., "Techniques de Microscopie pour la caractérisation des propriétés thermiques des matériaux inertes envisagés dans les RC", Journées Groupement de Recherche GEDEPEON CEA-CNRS-EDF, FRAMATOME, Grenoble, France (8-10 décembre 2003), [Or.].
- [E.12] David L., Carlot G., **Gomès S.**, Petit T., Raynaud M., "Etudes des propriétés thermophysiques des matériaux après irradiation", Séminaire sur les Défis Matériaux pour les Applications Haute Température Nucléaires et Industrielles du Futur à Haute Température, organisé par le CEA et le Programme Matériaux du CNRS, Orléans, France (20-21 mars 2003), [Post.].
- [E.13] **Gomès S.**, « Thermique aux micro- et nano- échelles », Séminaire intralaboratoire organisé par le Laboratoire de Physique de la Matière, INSA Lyon, France (2003), [Or.].
- [E.14] **Gomès S.**, David L., Genevey V., Hubert R., Robin C. et Raynaud M., "Métrologie thermique locale par microscopie à champ proche", Congrès Français de Physique, Lyon (7 juillet 2003), [Post.].
- [E.15] David L., **Gomès S.**, G. Carlot G., T.Petit T., Raynaud M., "Study of the impact of an heavy ions irradiation on the thermal conductivity of materials by Scanning Thermal Microscopy", Eurotherm 75 « Microscale Heat Transfer 2 », Reims, France (8-10 juillet 2003), [Post.].
- [E.16] David L., Carlot G., **Gomès S.**, Valot C., Raynaud M., Petit T., "Microscopie thermique à sonde locale appliquée aux matrices inertes irradiées aux ions", journées séminaires du groupement de recherche GEDEPEON, Grenoble, France (8 décembre 2004), [Or.].
- [E.17] Descamps A., Deville S., David L., **Gomès S.**, Gautier B., Tranvouez E., Brémond G., "Activités du Consortium de laboratoires d'analyses par microscopie à sondes locales", Forum des microscopies à sonde locale 2004, Ax les Thermes – Bonascre, France (23-26 mars 2004), [Post.].
- [E.18] Audubert F., Carlot G., Lechelle J., David L., **Gomès S.**, "Inert materials for the GFR fuel. Characterizations, chemical interactions and irradiation damage", GLOBAL 2005: Proceedings of the international conference on nuclear energy systems for future generation and global sustainability, Tsukuba, Ibaraki, Japan (9-13 Oct 2005), [Post.].
- [E.19] David L., **Gomès S.**, Descamps A., « Caractérisation de matériaux et de composants par microscopie à sonde locale », Journée de cloture du GDR Micro et Nanothermique Paris, France (16 12 2005), [Or.].
- [E.20] **Gomès S.**, David L., Raynaud M., « Application de la microscopie à sonde locale à la caractérisation thermique de films minces », Séminaire organisé par la société VEECO, Clermont-Ferrand, France (2005), [Post.].
- [E.21] Tessier G., Pavageau S., Filloy C., Charlot B., Jerosolimski G., Fournier D., Cretin B., Dilhaire S., **Gomès S.**, Trannoy N., Vairac P. and Volz S., "Quantitative thermoreflectance imaging: calibration method and validation on dedicated integrated circuit", International Workshop on THERMAL INVESTIGATIONS of ICs and Systems, 27-30/09/05, Belgirate, Italie, actes du workshop pp 290-293, [Art.].
- [E.22] **Gomès S.**, Chapuis P-O., Nepveu F., Trannoy N., Volz S., Charlot B., Cretin B., Dilhaire S., Tessier G. and Vairac P., "Temperature measurement of sub-micrometric ICs by Scanning Thermal Microscopy", International Workshop on THERMAL INVESTIGATIONS of ICs and Systems, 27-30/09/05, Belgirate (ITALIE), actes du workshop pp 300-303, [Or.] [Art.].
- [E.23] Grauby S., Sahli A., Patino Lopez L-D., Dilhaire S., Charlot B., Claves W., Cretin B., **Gomès S.**, Tessier G., Trannoy N., Vairac P. and Volz S., "Temperature variations imaging by thermoreflectance and SThM techniques", International Workshop on THERMAL
-

- INVESTIGATIONS of ICs and Systems, 27–30/09/05, Belgirate, Italie, actes du workshop pp 284–289, [Or.] [Art.].
- [E.24] Vairac P., Cretin B., Charlot B., Dilhaire S., **Gomès S.**, Tessier G., Trannoy N. and Volz S., “Ultra-Local temperature mapping with an intrinsic thermocouple”, International Workshop on THERMAL INVESTIGATIONS of ICs and Systems, 27–30/09/05, Belgirate, Italie, actes du workshop pp 294–299, [Or.] [Art.].
- [E.25] David L., **Gomès S.**, Galland P., Vassort B. and Raynaud M., “Characterization of thin films using scanning thermal microscopy”, 17th European Conference on Thermophysical Properties (ECTP), Bratislava, Slovaquie (2006), [Or.] [Art.].
- [E.26] **Gomès S.**, Chapis P.O, Nepveu F., Volz S., Charlot B., « Mesure de température surfacique de circuits intégrés à l'échelle sub-micrométrique », Journées des nanosciences et nanotechnologies en Rhones-Alpes, Lyon, France (2006), [Post.].
- [E.27] David L., **Gomès S.**, Descamps A., Lyshenko V. and Raynaud M., « Caractérisation de films minces par microscopie à sonde locale », Journées des nanosciences et nanotechnologies en Rhones-Alpes, Lyon, France (2006), [Post.].
- [E.28] Lagrange F., Kovacs M.-P., Pailler R., Chantrenne P., **Gomès S.**, « Elaboration, caractérisation et modélisation thermique d'interphases nanoséquencées pour les composites thermostrostructuraux », Journées 3N réseau National en Nanosciences et en Nanotechnologies, Besançon, France (06-08 09 2006), [Post.].
- [E.29] **Gomès S.**, L. David L., M. Raynaud M., Lyshenko V. et Nychporuk T., “Characterization of silicon mesoporous by scanning thermal microscopy”, 5th International Conference "Porous Semiconductors–Science and Technology", Sitges, Spain (2006), [Post.].
- [E.30] **Gomès S.**, Baillis D., David L. et Randrianalisoa J., « Caractérisations expérimentales et théoriques de la conductivité thermique de film minces de Silicium nanoporeux », IEACM–2 2ème Colloque Francophone, Innovations dans l'Elaboration et les applications des couches minces, Nancy, France (2006), [Or.].
- [E.31] Chantrenne P., **Gomès S.**, Brioude A., Cornu D., “Prediction of the thermal conductivity of a multilayer nanowire”, International Workshop on Nanoscale Energy Conversion and Information Processing Devices, Nice, France (September 24-26 2006), [Or.].
- [E.32] **Gomès S.**, David L., Chantrenne P. and Lefèvre S., “Thermal characterization of nanostructured materials by Scanning Thermal Microscopy”, QMNTIA 07, The second international workshop on: Quantitative Micro and Nano Thermal Imaging and Analysis, Lyon, France (7 June 2007), [Or.].
- [E.33] **Gomès S.**, « CARACTERISATION THERMIQUE DES MATERIAUX, incontournable pour les transports », Macodev - Atelier Transports et Matériaux à Bron, France (03/07/07), [Post.].
- [E.34] **Gomès S.**, « Micro- and Nano- Scale Heat Transfer », Sendai, Université de Tohoku, Japon (décembre 2007), [Or.].
- [E.35] **Gomès S.**, David L., Roger J.-P., Carlot G., Fournier D., Valot C. and Raynaud M., “Thermal conductivity degradation induced by heavy ion irradiation at room temperature in ceramic materials”, 14<sup>th</sup> INTERNATIONAL CONFERENCE ON PHOTOACOUSTIC AND PHOTOTHERMAL PHENOMENA, Cairo, Egypt ( January 6 - 9 2007), [Or.].
- [E.36] **Gomès S.**, F. Lagrange F., P. Chantrenne P., Pailler R., Kovacs M.-P. and Goyhénèche J.-M., “Characterization of the thermal conductivity of ceramics materials nanosequenced interphases by SThM”, 12th International Conference on Phonon Scattering in Condensed Matter, Conservatoire National des Arts et Métiers, Paris, France (July 15-20, 2007) , [Post.].
- [E.37] **Gomès S.**, J. Randrianalisoa J., D. Baillis D., F. Lagrange F., P. Chantrenne P., Lefèvre S. and Raynaud M., “Characterization of the thermal conductivity of nanostructured thin films”, NanoSMat 2007 -Algarve, Portugal (8-11 July 2007), [Or.].

- 
- [E.38] Belbachir R., **Gomès S.**, Raynaud M. and Brioude A., “Latest developments in Scanning Thermal Microscopy (SThM) imaging using thermocouples”, Sendai, Université de Tohoku, Japon (décembre 2008), [Or.].
- [E.39] Belbachir R., **Gomès S.**, Ono T. and Masaya T., “Development of an Active Calibration Standard and of probes for SThM Techniques”, ELYT lab Workshop Sevrier, France (March 14-17 2010), [Or.].
- [E.40] Termentzidis K., Parasuraman J., Abs Da Cruz C., Merabia S., Bardoux M., Angelescu D., Marty F., Lefèvre S., **Gomès S.**, Chantrenne P., Basset P., «Thermal Conductivity and Thermal Boundary Resistance of Nanostructures», Fourth International Conference “Micro&Nano2010” on Micro-Nanoelectronics, Nanotechnologies & MEMs, NCSR Demokritos, Athènes, Grèce (2010 december 12-15), [Post.].
- [E.41] Cathelin J., **Gomès S.**, Boutaous M., «First results of an investigation of the relation between thermophysical properties and the microstructure of polymers», ASME Society-Wide Micro/Nano Technology Forum 2010, International Mechanical Engineering Congress & Exposition, Vancouver, Canada (2010-11-14), [Post.].
- [E.42] Newby P., Canut B., **Gomès S.**, Termentzidis K., Marty O., Chantrenne P., Bluet J.-M., Aimez V., Frechette L., Lysenko V., «New Way to reduce thermal conductivity of porous silicon», 7th International Conference Porous semiconductors -Science and Technology, Valencia, Espagne (14-19 March 2010), [Post.].
- [E.43] Newby P., Canut B., **Gomès S.**, Termentzidis K., Marty O., Chantrenne P., Bluet J.-M., Aimez V., Frechette L., Lysenko V., «Effect of swift heavy ion irradiation on thermal conductivity of porous silicon», 17th International Conference on Ion Beam Modification of Materials (IBMM 2010), Quebec, Canada (22-27 August 2010), [Post.].
- [E.44] **Gomès S.**, Lefèvre S. et Chantrenne P., «Caractérisation de propriétés thermophysiques locales: application aux nanostructures, milieux nanostructurés et interfaces », Journée SFT GREMI-Polytech'Orléans, Orléans, France (18 novembre 2011), [Or.].
- [E.45] Maillon N., Foulon L., **Gomès S.**, Boutaous M'h., “Micro and macro scale analysis of the structure and thermophysical characteristics of polymers”, PPS-27, 2011, 27th World Congress of the Polymer Processing Society, Marrakech, Morocco (2011 May 10-14), [Post.].
- [E.46] Boutaous M., **Gomès S.**, Zinet M., El-Otmani R., Rousset F., «Analyse de l'interaction procédé-structure-comportement de polymères semi-cristallins », 20<sup>ième</sup> Congrès Français de Mécanique, France (29 août au 2 sept. 2011), [Or.].
- [E.47] **Gomès S.**, “Characterization of the thermophysical properties of materials by scanning thermal microscopy”, Thermal Investigation of ICs and Systems 17, Paris, France (27-29 sept. 2011), [Or.].
- [E.48] **Gomès S.**, Bardoux M., Chantrenne P., Belbachir R., Termentzidis K., Abs Da Cruz C., «Instrumentation pour la métrologie des transferts thermiques aux nanoéchelles», Colloque JCJC 2006 et 2007, Strasbourg, France (23 et 24 mars 2011), [Post.].
- [E.49] **Gomès S.**, Belbachir R., Termentzidis K., Bardoux M., Abs Da Cruz C., Chantrenne P., «NanoMÉTrETHER (Instrumentation for the metrology of heat transfer at nanoscale)», Journées Nationales en Nanosciences et Nanotechnologies 2011, Strasbourg, France (7 au 9 novembre 2011), [Post.].
- [E.50] Basset P., Chantrenne P., Kleber X., Manteigas D., **Gomès S.** and Assy A., COFISIS (Collective Fabrication of Inexpensive Superlattice In Silicon for the thermal management of electronic device), Journées Nationales en Nanosciences et Nanotechnologies 2011, Strasbourg, France (7 au 9 novembre 2011), [Post.].
- [E.51] **Gomès S.**, Activité Micro et Nanothermique au Centre de Thermique de Lyon, Institut Néel, Grenoble, France (novembre 2011), \_Communication orale
- [E.52] Assy A., Lefèvre S., Chapuis P.-O. and **Gomès S.**, “Heat transfer between a SThM probe and a sample: State of the art and application for commercialized probes”, Phonons & Fluctuations 3, Sant Feliu de Guixols, Girona , Spain (21-24 May 2012), [Post.].
-

- 
- [E.53] Kikugawa G., Chapuis P.-O., **Gomès S.**, Lefèvre S., Ohara T., Vaillon R., «Microscopic Analyses of Heat Transfer at Micro and Nano Scale Interfaces», ELYT Lab Workshop 2012, Presqu'île de Giens, France (12-14 mars 2012), [Or.].
- [E.54] Assy A., Lefèvre S., **Gomès S.**, «Characterization of the thermal properties of materials at the micro and the nanoscale», XXV<sup>e</sup> Entretiens Jacques Cartier (France-Canada) 2012, Lyon/Grenoble/Saint-Etienne/Lausanne, Lyon, France (Novembre 19th-20th, 2012), [Post.].
- [E.55] Assy A., Lefèvre S., Chapuis P.-O., **Gomès S.**, «Heat transfer between a SThM probe and a sample: State of the art and application for commercialized probes», Phonons and Fluctuations III, Sant Feliu de Guixols, Spain (May 21st-24th, 2012), [Post.].
- [E.56] **Gomès S.**, Lefèvre S., Chapuis P.-O., Vaillon R., Assy A., Jaber W., Dupré O., Massoud M., Liu Y., «Caractérisation thermique des matériaux aux micro et nano-échelles», Journée Nano Microtechnologies au service de l'Énergie, INSA Lyon, Villeurbanne, France (2012), [Post.].
- [E.57] **Gomès S.**, Assy A., André F., Chapuis P.-O., Vaillon R., «Caractérisations thermiques expérimentales multi-échelle des matériaux», Réunion annuelle du GDR Thermoélectricité, Villeurbanne, France (2012), [Post.].
- [E.58] Assy A., **Gomès S.**, Lefèvre S., Chapuis P.-O., «New probe calibration methodology of the scanning probe microscopy», NanoScale 2013: 10th Seminar on Quantitative Microscopy (QM) & 6th Seminar on Nanoscale Calibration, Paris, France (25-26 avril 2013), [Post.].
- [E.59] **Gomès S.**, Lefèvre S., Chapuis P.-O., «Scanning Thermal Microscopy for quantitative thermal measurements», NanoScale 2013: 10th Seminar on Quantitative Microscopy (QM) & 6th Seminar on Nanoscale Calibration, Paris, France (25-26 avril 2013), [Post.].
- [E.60] Massoud M., Newby P., Canut B., Lysenko V., **Gomès S.**, Chapuis P.-O., Frechette L., Bluet J.-M., «Swift Heavy Ion Irradiation reduces porous Si thermal conductivity», E-MRS Spring Meeting - Symposium W "Ion beam applications: new and innovative approaches", Strasbourg, France (28- 31 May 2013), [Post.].
- [E.61] Liu Y., Tainoff D., **Gomès S.**, Barski A., Bourgeois O., «Nanothermoélectricité de systèmes " Electron crystal - phonon glass " à base de Germanium», Journée scientifique de l'ARC Energies Rhône-Alpes, Lyon, France (24 juin 2013), [Post.].
- [E.62] Chapuis P.-O., Rousseau E., Assy A., **Gomès S.**, Lefèvre S., Volz S., «Heat transfer between a hot AFM tip, the environment and a cold sample», QMNTIA 2013 , Reims, France (10-12 Juillet 2013), [Or.].
- [E.63] Assy A., **Gomès S.**, Lefèvre S., Chapuis P.-O., «Studying of the heat transfer through the liquid film by the Scanning Thermal Microscopy (SThM)», QMNTIA 2013 (Quantitative micro and nanoscale thermal investigations and analyses), Reims, France (10-12 Juillet 2013), [Or.].
- [E.64] Assy A., **Gomès S.**, Lefèvre S., Chapuis P.-O., «Heat transfer through the water meniscus investigated with scanning thermal microscopy», Flow 14: 1<sup>st</sup> International Conference on Micro and Nanofluidics: Fundamentals and Applications, Delft, Pays-Bas (19- 26 May 2014), [Post.].
- [E.65] Assy A., Lefèvre S., Chapuis P.-O., **Gomès S.**, "Scanning thermal microscopy: heat transfer through water meniscus at nanoscale contacts", Materials Sciences and Engineering – Symposium on Scanning Probes Techniques, Darmstadt, Germany (23<sup>rd</sup> -25<sup>th</sup> Sept. 2014), [Or.].
- [E.66] **Gomès S.**, Assy A., Chapuis P.-O., "Nanoscale Thermophysical Metrology and Scanning Thermal Microscopy", Materials Sciences and Engineering– Symposium on Materials for Thermometry at Nanoscale, Darmstadt, Germany (23<sup>rd</sup> -25<sup>th</sup> Sept. 2014), [Or.].
- [E.67] **Gomès S.**, Hay B., « QUANTIHEAT project », 4ièmes Rencontres Annuelles en Nanométrie, Paris, France (10 déc. 2014), [Post.].
- [E.68] Assy A., Lefèvre S., Chapuis P.-O., **Gomès S.**, "Heat transfer in the water meniscus at the tip-sample contact in scanning thermal microscopy", Eurotherm 103: Nanoscale and Microscale Heat Transfer IV 2014, Lyon, France (Oct. 2014), [Post.].
- [E.69] Liu Y., Tainoff D., **Gomès S.**, Barski A., Bourgeois O., «Nanothermoélectricité de systèmes " Electron crystal - phonon glass " à base de Germanium», Journée scientifique de l'ARC
-

- Energies Rhône-Alpes, Lyon, France (1 juillet 2014), [Or.].
- [E.70] **Gomès S.** and *QUANTIHEAT consortium*, “Quantitative scanning probe microscopy techniques for heat transfer management in nanomaterials and nanodevices: first advancements”, 12<sup>th</sup> International Conference on Nanosciences & Nanotechnologies (NN15), Thessaloniki, Greece (7-10 July 2015), [Post.].
- [E.71] Massoud S. M., Chapuis P.-O., Canut B., **Gomès S.**, and Bluet J.-M., “Scanning thermal microscopy and Raman thermometry for the measurement of effective thermal conductivities in porous silicon-related materials”, MRS Spring Meeting – symposium M “Nanoscale Heat Transport—From Fundamentals to Devices” 1557, San Francisco, USA (6–10 April 2015), [Post.].
- [E.72] Assy A., Lefèvre S., **Gomès S.**, “Investigation of the Thermal Conductance at Nano-Contacts by Scanning Thermal Microscopy”, MRS Spring Meeting - symposium M “Nanoscale Heat Transport—From Fundamentals to Devices” 1557, San Francisco, USA (6–10 April 2015), [Or.].
- [E.73] **Gomès S.** and *QUANTIHEAT consortium*, “Quantitative scanning probe microscopy techniques for heat transfer management in nanomaterials and nanodevices: first advancements”, EuroNanoForum, Riga, Latvia (10-12 June 2015), [Post.].
- [E.74] Reentilä O., Matvejeff M., Chapuis P.-O., **Gomès S.**, Robinson B., “Benefits of ALD for Probing Dimensionally Confined Heat Transfer”, 15<sup>th</sup> International Conference on Atomic Layer Deposition (ALD 2015), Portland, Oregon, USA (28 juin-1 juillet 2015), [Post.].
- [E.75] Assy A., Lefèvre S., Chapuis P.-O., **Gomès S.**, « Heat transfer through liquid menisci », Workshop Lyonnais sur les Nanosciences et les Nanotechnologies, Lyon, France (15 et 16 Juin 2015), [Post.].
- [E.76] Liu Y., Tainoff D., Boukhari M., Richard J., Barski A., Bayle P., Guillemaud E., Hadji E., **Gomès S.**, Bourgeois O., “Significant Reduction of Thermal Conductivity in a Nanostructured Semiconductor Single Crystal”, PHONONICS 2015, University of Nottingham, UK (12-17 July 2015), [Or.].
- [E.77] Liu Y., Tainoff D., Boukhari M., Richard J., Barski A., Bayle P., Guillemaud E., Hadji E., **Gomès S.**, Bourgeois O., “Significant Reduction of Thermal Conductivity in a Nanostructured Semiconductor Single Crystal”, 3<sup>rd</sup> International Conférence on Phononic Crystals/Metamaterials, Phonon Transport&Phonon Coupling, PHONONS, Paris, France (2015 May 31-June 5), [Or.].
- [E.78] **Gomès S.**, QUANTIHEAT Report Summary, Project reference: 604668, Funded under: FP7-NMP, [http://cordis.europa.eu/result/rcn/165718\\_en.html](http://cordis.europa.eu/result/rcn/165718_en.html), 2015
- [E.79] Hay B., **Gomès S.**, Allard A., Ramiandrisoa L., Assy A., Renahy D. and Davée G., « Thermal characterization of candidate materials for SThM calibration », 19th Symposium on Thermophysical Properties, Boulder, CO, USA (21–26 June 2015), [Or.].
- [E.80] Tlili A., Giordano V. M., Pailhès S., Debord R., Assy A., Gravier S., Blandin JJ, **Gomès S.**, “The effect of a partial nanocrystallization on the transport properties of a metallic glass”, Journées GDR thermoélectricité, Caen (Oct. 2015), [Post.].
- [E.81] Hay B., **Gomès S.**, “Thermal conductivity measurements of candidate materials for the calibration of scanning thermal microscopes”, 17<sup>th</sup> International Congress of Metrology, Paris, France (21–24 Septembre 2015), [Or.].
- [E.82] Assy A., Lefèvre S., **Gomès S.**, “Heat Transfer Mechanisms Quantified at Submicron Scales in Scanning Thermal Microscopy”, International Workshop on THERMAL INVESTIGATIONS of ICs and Systems, 31/09-02/10 2015, Paris, France, actes du workshop, [Or.] [Art.].
- [E.83] David R., Assy A., **Gomès S.**, “A Combined SThM/SEM Instrument For The Investigation Of Influent Parameters In Nano-scale Thermal Contact”, International Workshop on THERMAL INVESTIGATIONS of ICs and Systems, 31/09-02/10 2015, Paris, France, actes du workshop, [Or.].
- [E.84] **Gomès S.** and QUANTIHEAT, “Consortium QUANTIHEAT Project: Identity, objectives and first period results”, International Workshop on THERMAL INVESTIGATIONS of ICs and Systems, 31/09-02/10 2015, Paris, France, actes du workshop, [Or.] [Art.].

- [E.85] **Gomès S.**, Renahy D. and Vincent P., “A Combined SThM/SEM Instrument For The Investigation Of Influent Parameters In Nano-scale Thermal Contact”, Nanoscale 2016, 09/03-11/03/2016, Wroclaw, Pologne, [Post.].
- [E.86] **Gomès S.**, Assy A., Lefèvre S., “Heat transfer quantified at nanoscales in SThM” Nanoscale 2016, 09/03-11/03/2016, Wroclaw, Pologne, [Post.].
- [E.87] **Gomès S.** and QUANTIHEAT Consortium “QUANTIHEAT Project: Progresses after two years”, Nanoscale 2016, 09/03-11/03/2016, Wroclaw, Pologne, [Post.].

#### AUTRES RAPPORTS SCIENTIFIQUES

#### Compte-Rendus d’Avancement et Rapports de Synthèse, contrat de sous-traitance (références des contrats en ANNEXE III)

- Rédaction des rapports intermédiaires (2) et du rapport final pour le projet ANR JCJC 2007 Nanométréther.
- Contribution à la rédaction des rapports intermédiaires (3) et du rapport final pour le projet ANR PNano 2007 COFISIS.
- Rédaction du rapport final pour le projet Bonus Qualité Transfert « Développement d’une technique de microscopie à champ proche pour la mesure quantitative de température et de propriétés thermophysiques », 2004.
- Contribution à la rédaction du rapport final du projet Programme pluri-formations « Microscopie à champ proche : nanopointe à haute résolution pour les modes thermique, électrique et tribologique », 2006.
- Contribution à la rédaction du rapport final du projet « NanoTherm Composites », Actions Concertées Nanosciences- 2004, 2007.
- Rapport pour contrat de recherche et développement pour SOITEC, 2011.
- Rédaction du rapport final pour le PEPS « Constitution d’un groupe de réflexion pour le développement d’un standard d’étalonnage de microscopie thermique à sonde locale », 2008.
- Contribution à la rédaction des livrables (D : Deliverable) et des rapports d’étapes (MS) du projet QUANTIHEA, FP7 EU project, Grant agreement no : 604668 listés dans le tableau qui suit :

Livrable(D)/ rapport d’étape (MS)	Description courte	Date de livraison
D1.1	Technical specification report detailing the industrial application oriented nanomaterial specification	Avril 2014
D1.2	Technical report describing the thermophysical measurements methods specifications	Juin 2014
D1.3	Technical report describing the measurement and modeling pathways linking thermophysical measurements with industry specified materials	Septembre 2014
D2.1	Terminology and definitions	Juillet 2014
D2.2	Measurement uncertainty : initial assessment	Decembre 2014
D2.3	Specimen requirements specification and experimental and modeling test plan	Février 2015
D3.1	Report on the designs and process flows of passive reference samples	Mai 2015
D3.2	Fabrication of passive reference samples	Novembre 2015
D4.1	Early evaluation of the background and first NIL experiments	Octobre 2014

D4.3	ALD: evaluation of the background and first experiments	Novembre 2014
D4.2	Established thermal characterization techniques for “single particle”	January 2016
D6.4	Methodology on simulation of nanoscale and microscale heat transfer under presence of third bodies	Novembre 2015
D8.1	First version of SThM/SEM system: Demonstration of SThM measurements and imaging on AFM and SThM reference samples	Novembre 2015
D9.1	QUANTIHEAT SThM measurement matrix	Juillet 2015
D9.2	SThM results and their analysis for the development of QUANTIHEAT samples	Mai 2016
<i>MS1</i>	First designs of the reference samples	Novembre 2014
<i>MS4</i>	First set of NIL resist samples for SThM evaluation	Aout 2014
<i>MS6</i>	Evaluation of first SThM results on metallized polymer particles	Novembre 2015
<i>MS12</i>	Design of SEM/SThM system	Septembre 2014
<i>MS15</i>	Verified benchmark SEM/SThM design	Septembre 2014

## 2.5 DISTINCTION

- Médaille de Bronze 2005



## ANNEXE II COLLABORATIONS

Depuis octobre 2002, mes activités de recherche se sont quasiment toutes réalisées dans le cadre de collaborations avec des partenaires académiques, contractuelles ou non. Elles ont reposé sur mes participations à la réalisation d'actions spécifiques dans différents projets de recherche, précisés en ANNEXE III de ce rapport.

**Sur la place lyonnaise**, mes travaux se réalisent principalement en collaboration avec l'Institut des Nanotechnologies de Lyon (INL, UMR 5270 CNRS/ECL/INSA/UCBL), l'Institut Lumière et Matière (ILM, UMR 5306 CNRS/UCBL) et le laboratoire Matériaux : Ingénierie et Science (MATEIS, UMR 5510 CNRS/UCBL). Ils bénéficient des moyens mutualisés du Centre Lyonnais de Microscopie (CLYM, FED 4092) et des plateformes « NanoLyon » et « Plateforme Nanofils et Nanotubes Lyonnaise » (« PNNL »).

### **Autres collaboration avec des laboratoires académiques :**

- Laboratoire Ampère, UMR 5005, CNRS, INSA et Ecole Centrale de Lyon.
- Laboratoire des Multimatériaux et Interface, LMI UMR UCBL/CNRS 5615.

**Au niveau national**, les **Groupements De Recherche (GDR) CNRS « Network for Thermal Nanoscience and Nanoengineering » et « Thermoélectricité »** auxquels je participe, représentent un contexte de recherche très enrichissant scientifiquement. Je collabore plus particulièrement avec les laboratoires français suivants de ces deux GDRs :

- Institut Néel, UPR 2940 CNRS/Université Joseph Fourier (UJF), Grenoble.
- Groupe de Recherche En Sciences Pour l'Ingénieur, GRESPI, Université de Reims Champagne Ardennes, Reims.
- Institut Femto-ST (Franche-Comté Electronique Mécanique Thermique et Optique - Sciences et Technologies), UMR 6174 Université de Franche-Comté (UFC)/Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et de Microtechniques (ENSMM)/Université de Technologie de Belfort-Montbéliard (UTBM), Besançon et Belfort.
- Laboratoire de Physique et d'Étude des Matériaux, LPEM, UPR A0005 CNRS/ESPCI-Paris Tech /UPMC, Paris.

### **Autres collaboration avec des laboratoires académiques :**

- GIS Micro- Nano- Technologies, Ecole Supérieure d'Ingénieurs en Electronique et Electrotechnique, ESIEE, Noisy-le-Grand ;
- Laboratoire des Composites ThermoStructuraux (LCTS – Bordeaux, UMR CNRS 5801).
- Laboratoire de Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés, SIMaP, INP/CNRS/UJF, Grenoble.

### **Collaborations avec organismes industriels ou semi-industriels**

- MBDA France.
- SOITEC, Grenoble.
- LNE, Laboratoire national de métrologie et d'essais, Trappes.
- Unité DEC/SESC/ Laboratoire des Lois de Comportement du Combustible, Commissariat à l'Energie atomique – Cadarache (CEA).
- Département des Matériaux du Centre CEA Le Ripault, Tours.
- NXP Microelectronics, Suresnes.
- Unité Silicium, Nanoélectronique, Photonique et Structures - Inac - CEA, Grenoble.
- Laboratoire des Technologies et Caractérisations Avancées, Groupe de Recherche Technologie et Mesure, THALES RESEARCH & TECHNOLOGY – France, Palaiseau.

**Collaborations internationales** (voir Figure AII.1)


Figure AII.1 : Mes collaborations internationales et leur cadre.

- Dans le cadre des activités du **Laboratoire International Commun Elyt Laboratory (LIA franco-japonais CNRS)** auquel participe le CETHIL, j'ai travaillé en collaboration avec le laboratoire Ono Laboratory de Université de Tohoku à Sendai, Japon.
- De nouvelles collaborations avec le **Centre de Recherche en Nanofabrication et Nanocaractérisation (CRN2) de l'Université de Sherbrooke (Canada)** et la **Faculté de Physique de l'Université de Kiev (Ukraine)** ont par ailleurs été initiées dans le cadre d'un projet Bonus Qualité Recherche avec l'INL au sujet de la caractérisation des propriétés thermiques de matériaux semi-conducteurs poreux.

A noter également une collaboration plus ponctuelle avec les organismes suivants:

- **Institut für Theoretische und Angewandte Physik, Universität Stuttgart, Germany,**
- **Institute of Materials Science and Technology et Institute of Solid State Physics, Vienna University of Technology, Austria.**

S'ajoutent à ces collaborations, celles développées avec les partenaires du Consortium du projet QUANTIHEAT que je coordonne (dans le cadre du montage et durant les deux premières années du projet). Ce Consortium rassemble **20 partenaires (de 9 pays européens différents)**:

- **10 équipes de recherche académique** : CNRS-CETHIL, University of Lancaster, University of Glasgow, VTT Technical Research Centre of Finland, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, Catalan Institute of Nanotechnology, Université de Reims Champagne-Ardenne, Ecole Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles de la ville de Paris, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et des Microtechniques, Université Paris Descartes.
- **7 industriels** développant des matériaux et des procédés de fabrication ou des équipements de caractérisation aux nanoéchelles et de l'instrumentation pour les nanotechnologies : Thales Research and Technology, PICOSUN Oy, Micro Resist Technology Gesellschaft für Chemische Materialien spezieller Photoresistsysteme mbH, Berliner NANOTEST und Design GmbH, CONPART As, NT-MDT Europe B.V., Kelvin NanoTechnology.
- **3 Instituts Nationaux de Métrologie** : Laboratoire National de Métrologie et d'Essais, National Physical Laboratory, Czech Metrology Institute.

## ANNEXE III PARTENARIAT ET VALORISATION

### PARTICIPATIONS A DES CONTRATS DE RECHERCHE

Mon Rôle	Impli- cation	Intitulé de l'appel à projets Source de financement attribué au CETHIL	Titre du projet	Nom du coordinateur	Partenaires	Début -fin
Coordinatrice et Intervenante	80%	Bonus Qualité Transfert ANVAR 39 k€	Développement d'une technique de microscopie à champ proche pour la mesure quantitative de température et de propriétés thermophysiques	GOMES Séverine, CETHIL	• LPM, INSA Lyon	2001 -2004
Intervenante	70%	Programme pluri-formation s Ministère 60 k€	Microscopie à champ proche: nanopointe à haute résolution pour les modes thermique, électrique et tribologique	RAYNAUD Martin, CETHIL	• Membres du CLAMS de l'INSA de Lyon	Nov. 2002- Oct. 2006
Intervenante et co- encadrement de la thèse de L. David	30%	Contrat de collaboration avec le Commissariat à l'Energie atomique 30 k€	Caractérisation thermique des dégradations de matériaux provoquées par irradiation avec des ions lourds énergétiques	ESCUDIE Dany, CETHIL	• CEA de Cadarache, <i>Laboratoire des Lois de Comportement du Combustible (LLCC)</i>	Sept 2002- Oct. 2006
Intervenante	20%	Bonus Qualité Recherche INSA Lyon 8 k€	Etude de matériaux nanoporeux	BAILLIS Dominique, CETHIL		Juin 2003- Juin 2005
Intervenante	5%	Projet Européen 5ième PCRD CE 12 ,8 k€	Institut Virtuel Européen de Métrologie Thermique « EVITHERM »	GALLOP John, National Physical Laboratory PL (Teddington, Londres)	• 34 partenaires <a href="http://www.evitherm.org">www.evitherm.org</a>	2003 -2006
Intervenante Encadrement d'un post- doctorant	20%	Actions Concertées Nanosciences- 2004, CNRS	NanoTherm Composites	GOYHENECHÉ Jean-Marc, Laboratoire des Composites ThermoStructura ux Pessac	• LCTS UMR CNRS 5801 PESSAC • Département des Matériaux du Centre Le Ripault du CEA	2004 - 2006
Coordinatrice et intervenante	50%	Bonus Qualité Recherche de l' INSA de Lyon (BQR) 20 k€	Développement d'une nouvelle pointe de nanoscopie thermique en technologie silicium	GOMES Séverine, CETHIL	• (INL, UMR 5511)	2006 - 2008
Coordinatrice et intervenante	80%	PEPS, CNRS 10 k€	Constitution d'un groupe de réflexion pour le développement d'un standard d'étalonnage de microscopie thermique à sonde locale	GOMES Séverine, CETHIL	• ESIEE, Noisy le Grand • Laboratoire des Multimatériaux et Interfaces (LMI, UMR 5615) Lyon	2007 -2008

Mon Rôle	Implication	Intitulé de l'appel à projets Source de financement attribué au CETHIL	Titre du projet	Nom du coordinateur	Partenaires	Début –fin
Intervenante	10%	BQR de l' INSA de Lyon, 18 k€		LEFEVRE Stéphane, CETHIL		2007 – 2009
Intervenante et responsable scientifique pour le CETHIL	20%	BQR de l' INSA de Lyon, 7,5 k€ + 6 mois de Post-doctorat	<i>Analyse des phénomènes thermoélectriques dissipatifs au sein des composants d'électronique de puissance</i>	BUTTAY Cyril, Ampère Lyon	• Ampère, Lyon	2008 -2010
Coordinatrice et intervenante	100%	ANR Phano 2007 NanoMétrEther 170 k€	<i>Instrumentation pour la Métrologie des Transferts d'Energie Thermique aux Nanoéchelles</i>	GOMES Séverine	• LMI, Lyon	2008 – 2011
Intervenante et responsable scientifique pour le CETHIL	20%	BQR de l' INSA de Lyon, 5 k€	<i>Contrôle du transport thermique dans le SiC : Applications MEMs</i>	BLUET Jean-Marie, INL, Lyon	• INL, IPNL, CNR2 • Lyon et Québec (Canada)	2009 -2011
Intervenante et responsable scientifique pour le CETHIL	20%	Sous-projet de ElyT Lab	<i>SThMnanotools, Development of Probes and of an Active Nanostructured Calibration Standard for SThM Techniques</i>	GOMES Séverine and ONO Takahino	• Ono Laboratory, Sendai, Université de Tohoku, Japon	2008-
Intervenante et responsable scientifique pour le CETHIL depuis 2011	20%	ANR PNANO 2007 COFISIS, Environ 200 k€	<i>Collective Fabrication of Inexpensive Superlattices in Silicon for SiP and SoC thermal management</i>	BASSET Philippe, ESIEE, Noisy le Grand	• ESIEE, Noisy le Grand • MATEIS, UMR 5510, Lyon • MBDA	2008 – 2012
Intervenante	20%	ANR programme retour post-doc 2011 NANOHEAT, Environ 350 k€	<i>Mécanismes des transferts de chaleur à l'échelle nanométrique et optimisation</i>	CHAPUIS Olivier CETHIL		2011 -2014
Intervenante	5%	Projets exploratoires Energie, 15 k€	<i>Nano-1D</i>	CHAPUIS Olivier CETHIL	• IC2N, Espagne	2012 -2013
Intervenante et responsable scientifique pour le CETHIL	20%	BQR de l'INSA de Lyon, 11 k€	<i>Plateforme d'intégration pour la nanocaractérisation par microscopies à sonde locale</i>	SABAC Andreï, INL, Lyon	• INL	2012 -2014
Intervenante et responsable scientifique pour le CETHIL	15%	ARC4 Energie 2012 Allocation de recherche doctorale	<i>Nanothermoélectricité de systèmes Electron crystal – phonon glass à base de germanium</i>	BOURGEOIS Olivier Institut Néel, Grenoble	• Institut Néel, Grenoble • CEA/INAC/SP2 M/SiNaPS, Grenoble	2012 -2015
Intervenante	5%	BQR de l'INSA de Lyon, 15 k€	<i>MANATHERM</i>	BLUET Jean-Marie, INL, Lyon	• INL, IPNL, CNR2 • Lyon et Québec (Canada)	2013 -2015
Coordinatrice, Intervenante	75%, 85%	Projet Européen, FP7- Large NMP : budget global : 12,9M€, budget CETHIL : 1,2M€	<i>QUANTitative scanning probe microscopy techniques for HEAT transfer management in nanomaterials and nanodevices, QUANTIHEAT</i>	GOMES Séverine, CETHIL	• 20 partenaires Européens	Décembre 2013- Novembre 2017

## ANNEXE IV

## ENCADREMENT, ENSEIGNEMENT ET FORMATION, DIFFUSION DE LA CULTURE SCIENTIFIQUE

## AIV.1- ENCADREMENTS

• **Encadrement de post-doctorants :**1/ **Ali Assy** [mars 2015 – juin 2015]

Problématique : Interaction pointe-échantillon en SThM.

Devenir : post-doctorant à l'ESPCI (depuis juin 2015).

2/ **Ahmad Darwiche** [juin 2014-juin 2015]

Problématique : Calorimétrie localisée par SThM\_ Analyse de divers matériaux polymères.

Devenir : à la recherche d'un poste d'enseignant chercheur au Liban.

3/ **Mathieu Bardoux** [janv. 2009-mars 2011]

Problématique : Essais de mesures thermoélectriques par SThM.

Devenir : Enseignant chercheur (depuis septembre 2011).

4/ **Bob Fares** [6 mois 2010]

Problématique : Analyse de composants électroniques de puissance par SThM.

Devenir : Enseignant chercheur au Maroc (depuis septembre 2011).

• **Encadrement de doctorants :**1/ **Laurent David** 1 octobre 2002 –octobre 2006 (soutenance octobre 2006)

Titre de la thèse : Développement de la microscopie thermique à sonde locale pour la détermination de la conductivité thermique de films minces Application aux céramiques pour le nucléaire.

Allocation de recherche ministérielle (MJENR).

Encadrants :**Séverine GOMES**, co-direction de la thèse, avec Martin Raynaud, Professeur de l'INSA de Lyon.

Devenir : Poste d'ingénieur sécurité au sein d'EDF.

2/ **Rémi BELBACHIR** 1 octobre 2007 -...**Titre de la thèse :** Développement de nouveaux outils pour la microscopie thermique à sonde locale.

Allocation de recherche ministérielle (MJENR).

Encadrants :**Séverine GOMES**, co-direction de la thèse, avec Martin Raynaud, Professeur de l'INSA de Lyon.

En commun accord entre le doctorant, les encadrants de thèse et la direction du CETHIL, cette thèse a malheureusement dû être interrompue par Rémi Belbachir en début d'année 2010.

Devenir : N/A

3/ **Ali ASSY** 1 octobre 2011 –Février 2015 (soutenance le 3 février 2015)

Titre de la thèse : Etude des transferts de chaleur au contact entre une pointe/sonde de microscopie thermique à sonde locale et un échantillon.

Allocation de recherche ministérielle (MJENR).

Encadrants :**Séverine GOMES**, co-direction de la thèse, avec Rodolphe VAILLON, Directeur de Recherches CNRS, CETHIL et co-encadrement avec Stéphane Lefèvre, Maître de Conférences de INSA de Lyon, CETHIL

Devenir : post-doctorant à l'ESPCI Paris.

4/ **Yanqing LIU** septembre 2012-2015 (soutenance le 16 novembre 2015)

Titre de la thèse : Nanothermoélectricité de systèmes « Electron crystal – phonon glass » à base de germanium.

Allocation de recherche régionale, Projet retenu en 2012 par l'ARC Energie.

Encadrants :

Olivier Bougeois, Directeur de recherche CNRS à l'Institut Néel, Grenoble, **Séverine GOMES**.

Devenir : Ingenieur chez Soitec, Grenoble.

5/ **Eloïse GUEN** Décembre 2015-

Titre de la thèse : Nano-contact thermique et paramètres d'influence en microscopie thermique à sonde locale.

Allocation de recherche sur fond propre du groupe.

Encadrants :

**Séverine GOMES**, Pierre-Olivier CHAPUIS.

- **Encadrement de Masters Recherche (2<sup>ème</sup> année) et DEA**

Spécialité Thermique et Energétique de l'Ecole Doctorale MEGA de Lyon

Etudiant	Sujet
Rehnald Hubert 2002-2003	Etude des résolutions d'un microscope thermique à sonde locale.
Vianney Genevey 2002-2003	Caractérisation de la mesure de température avec un microscope thermique à sonde locale.
Pierre Galland 2003-2004	Etude de la conductivité thermique d'un silicium mésoporeux de 54% de porosité avec un SThM
Baptiste Vassort 2003-2004	Etude de la conductivité thermique d'un silicium mésoporeux de 54% de porosité avec un SThM
François Nepveu 2005-2006	Développement d'un microscope thermique à sonde locale pour la mesure de température localisée
Rémi Belbachir 2007-2008	Contribution au développement d'un nouveau capteur thermique
Julien Cathelin 2009-2010	Mise en œuvre et application de la technique de microscopie thermique à sonde locale à l'étude de polymères : relation microstructure - propriétés thermophysiques
Ali Assy 2010-2011	Mesure de la conductivité thermique de nanofilms de Si et SiO <sub>2</sub>
Chidanand Lokanatha 2015-2016	Modeling for Scanning Thermal Microscopy applied to polymeric materials

- **Encadrement de stages**

Projets de Fin d'Etudes (PFE) (DRT), Projet Innovation et R&D (PIRD)

Etudiant	Niveau/ département / Etablissement	Sujet
Florian Lagrange 2006	DRT	Elaboration et caractérisation structurale et thermique de couches céramiques nanoséquencées
Céline Robin 2002-2003	PFE GEN	Etude des résolutions d'un microscope thermique à sonde locale
Julien Davayat 2006- 2007	PFE GEN	Contribution au développement d'une pointe de nanoscopie thermique en technologie silicium
Georges Castella 2006- 2007	PFE GEN	Développement et mise en œuvre de la microscopie thermique à sonde locale pour l'étude de polymères chargés en nanoparticules

MAILLON Nicolas 2010-2011	PIRD GMPP	Etude expérimentale multi-échelle : relation microstructure – propriétés thermophysiques des polymères
FOULON Léo 2010-2011	PIRD GMPP	Etude expérimentale multi-échelle : relation microstructure – propriétés thermophysiques des polymères
Eudald Pané Faré 2011-2012	PIRD GMC	Implementation of a metrology to characterize thin films by the 2 Omega method
Jalil SCHAFFAR 2012-2013	PIRD GMPP	Etude expérimentale multi-échelle : relation microstructure – propriétés thermophysiques des polymères

### Encadrement d'autres stages

Etudiant	Niveau/ département / Etablissement	Sujet
Lauriane Demeure 2007-2008	M1 ENS Lyon	Contribution à l'étude de l'interaction pointe/échantillon en microscopie thermique à sonde locale
Florent Arnaud 2009	M1 CNAM	Etude de l'impact de la rugosité sur la mesure de conductivité thermique par SThM
Julien Lopez 2007	Stage de BTS optique instrumentale 1 <sup>ière</sup> année	Assemblage et optimisation d'un interféromètre MachZehnder
Mylène Citerne 2008	Stage IUT Mesure Physique	Mise en place d'un banc optique pour analyser le champ de température autour d'un fil de platine de 60 µm de diamètre
Thibaut Clarté 2015	Stade L3 Physique	Développement d'un modèle multiéchelle : analyse du transfert thermique au sein d'un matériau composite

### Encadrement d'ingénieurs sous contrat :

- **David Rénahy**, ingénieur automaticien-mécanicien en charge du développement d'un AFM adaptable pour des mesures dans un Microscope électronique à balayage (mars 2014-)
- **Farida Bouhacine**, ingénieur électronicien en charge du développement d'unité de contrôle thermique pour les diverses sondes SThM utilisées au laboratoire (décembre 2014-novembre 2015)

## AIV.2 PARTICIPATION A L'ENSEIGNEMENT ET A LA FORMATION<sup>1</sup>

### INTERVENTIONS A DES ECOLES THEMATIQUES, COURS

- [F.1] **S. Gomès**, cours intitulé Scanning Thermal Microscopy : approach of the measurement, Ecole "thermal Instrumentation and metrology for µ and nano: fundamentals and applications, du 30 novembre au 5 décembre 2014, Fréjus (France), 1h.
- [F.2] **S. Gomès**, cours intitulé : Le microscope thermique à sonde locale' du livre « Micro et NanoThermique », 1<sup>ère</sup> école d'hiver du GDR CNRS 2503 : Micro et nanothermique, du 7 au 12 mars 2004, Aussois (France), 1h, 6 pages dans fascicule de cours.
- [F.3] B. Garnier, F. Lanzetta, and **S. Gomès**, Cours L2 : Measurements with contact in heat transfer: principles, implementation and pitfalls; Biarritz, March 1-6, 2015, 2 h, 6 pages dans fascicule de cours.

<sup>1</sup> Cette section ne comprend pas les cours donnés durant mon demi-poste d'ATER à l'URCA.

- [F.4] **Gomès S.**, "Quantification and thermal conductivity measurement: Limitations, methodology and possible solutions", Nanothermal Measurement and Heat Transport, Tutorial, 15<sup>th</sup>&16<sup>th</sup> December 2015, Department of physics, University of York, UK;

#### **COURS MAGISTRAUX ET FORMATION TECHNIQUE**

- De 2004 à 2012, enseignement en deuxième année du MASTER de l'Ecole Doctorale MEGA de spécialité Thermique et Energétique (**8 heures de cours magistral**). Mes cours concernaient le volet " techniques et appareils de mesures " d'un module plus général intitulé "Techniques et Méthodologie expérimentales" et plus particulièrement: la métrologie par contact et la microscopie thermique.  
Dans ce cadre, rédaction d'un fascicule de cours de 50 pages.
- En tant que responsable au CETHIL de la plate-forme de microscopie AFM et membre de l'équipe Microscope du CLYM, je donne des **formations théoriques et techniques à l'utilisation des microscopes à force atomique (AFM)** et SThM. Dans ce cadre, rédaction d'un cours et d'une notice d'utilisation des AFM de 40 pages.
- Coordination en 2011 au sein de la thématique Micro et Nano thermique de l'organisation d'une formation spécifique de 16 heures sur la thermique au micro et nanoéchelles à la demande de Thalès. Dans ce cadre, préparation d'un **cours de 6 heures sur la métrologie thermique aux micro et nanoéchelles**. Ce cours fait aujourd'hui partie d'une formation proposée au catalogue de la société de valorisation de l'INSA de Lyon (INSAVALOR).

#### **AIV.3 ORGANISATION DE CONFERENCES, WORKSHOPS, CONGRES ET PORTES OUVERTES**

Dans le cadre des actions du GDR **2503** CNRS « Thermique des nanomatériaux et nanosystèmes » :

- **Participation à la préparation et à l'organisation de l'école thématique « *Micro et nanothermique : théorie, modélisation et expérimentation* »** qui s'est déroulée à Aussois au centre Paul Langevin du 7 au 14 mars 2004.  
En tant que membre du comité d'organisation, mes actions ont concerné en particulier :
  - ⇒ la définition du contenu des cours de l'école en collaboration avec les autres membres du comité,
  - ⇒ la recherche de partenaires industriels et institutionnels,
  - ⇒ la trésorerie,
  - ⇒ la rédaction de la fiche/enquête d'évaluation par les participants à l'école,
  - ⇒ la rédaction du bilan financier de l'école.
- **Organisation du QMNTIA 2007 WORKSHOP**, The second international workshop on : Quantitative Micro and Nano Thermal Imaging and Analysis, 7 juin 2007 au Centre de Thermique de Lyon, CETHIL.  
Mes actions ont concerné en particulier :
  - ⇒ la rédaction et la diffusion de l'annonce,
  - ⇒ la recherche de partenaires industriels et institutionnels,
  - ⇒ la mise en forme du livre des résumés.
- **Participation à l'organisation de la journée GDR 2503 du 6 juin 2007** au Centre de Thermique de Lyon : organisation locale.

Dans le cadre des actions du GDR Européen CNRS « Network for Thermal Nanoscience and Nanoengineering » :

- **Participation à l'organisation du workshop "Quantitative Micro and Nano Thermal Imaging and Analysis" QMNTIA 2013 WORKSHOP**, qui s'est tenu à Reims en 2013 en tant que Membre du Comité scientifique. Chairman d'une session.
- **Organisation et animation de la journée GDRe, axe « Sonde » qui s'est tenue** à l'ESPCI de Paris en 2011.
- **Préparation de la proposition et organisation de l'école thématique européenne "THERMAL INSTRUMENTATION AND METROLOGY FOR MICRO/NANO: FUNDAMENTALS AND APPLICATIONS"** qui s'est tenue à Fréjus (Var, France), du 30 novembre au 5 décembre 2014. <http://www.quantitheat.eu/index.php/scientific-school> (dans le cadre du projet QUANTIHEAT, action soutenue par le CNRS) en collaboration avec le manager du projet QUANTIHEAT et Pierre-Olivier Chapuis, Chargé de Recherche au CETHIL.
- **Préparation d'une proposition de session Microscopie Thermique** dans le programme du Congrès Européen de Microscopie (EMC2016, <http://emc2016.fr/en>) qui aura lieu à Lyon du 28 novembre au 2 septembre 2016 (via le Centre Lyonnais de Microscopie).

Dans une démarche plus personnelle :

- **Intervention en milieu associatif** : Témoignage en tant que chargée de recherche CNRS à la soirée « Conférence sur les métiers de l'ingénieur » : Les métiers de la Recherche (2006).
- **Organisation de l'accueil et encadrement d'un étudiant de troisième pour un stage de découverte du monde de la recherche dans le domaine physique-chimie** (2007).
- **Participations à la fête de la Science** en 2006, 2007 et 2011 (tenue de stands).

#### AIV.4 PARTICIPATION A DES OUVRAGES DE VULGARISATION

- **Participation à la rédaction d'un texte intitulé « Optimisation thermique des matériaux et systèmes pour un développement durable »** (par S. Gomès, J. Bonjour, G. Krauss, D. Baillis et C. Ménézo)  **dans le cadre des Controverses technologiques de l'INSA de Lyon**, ouvertes au grand public et qui se sont tenues le 8 novembre 2008 en présence de la presse à l'INSA de Lyon (<http://www.insa-lyon.fr/controverses>).
- **Un article de revue** :  
Gomès S., Chapuis P.-O., «Etat de l'art et perspectives en nanométrie thermique», Spectra Analyse 294, 59-68 59-68 (2013)

#### AIV.5 INTERVENTIONS DANS LA PRESSE ECRITE ET AUDIOVISUELLE

Articles parus suite à des interviews avec la presse dans :

- le progrès du 31/07/06, "Médaille de Bronze par le CNRS pour Séverine Gomès"
- VIVA Villeurbanne, n°200 10/06 "la physique lui a mis la puce à l'oreille"
- Talents 2005 CNRS Médaille de bronze p.28
- le Journal du CNRS "Les maladies rares " N°202 Novembre 2006, rubrique JEUNES CHERCHEURS
- Participation à la rédaction du communiqué de presse datant du 4 décembre 2013 et annonçant le lancement du projet QUANTIHEAT en collaboration avec la délégation DR7. <http://www.cnrs.fr/insis/recherche/actualites/2013/transfertdechaleur.htm>

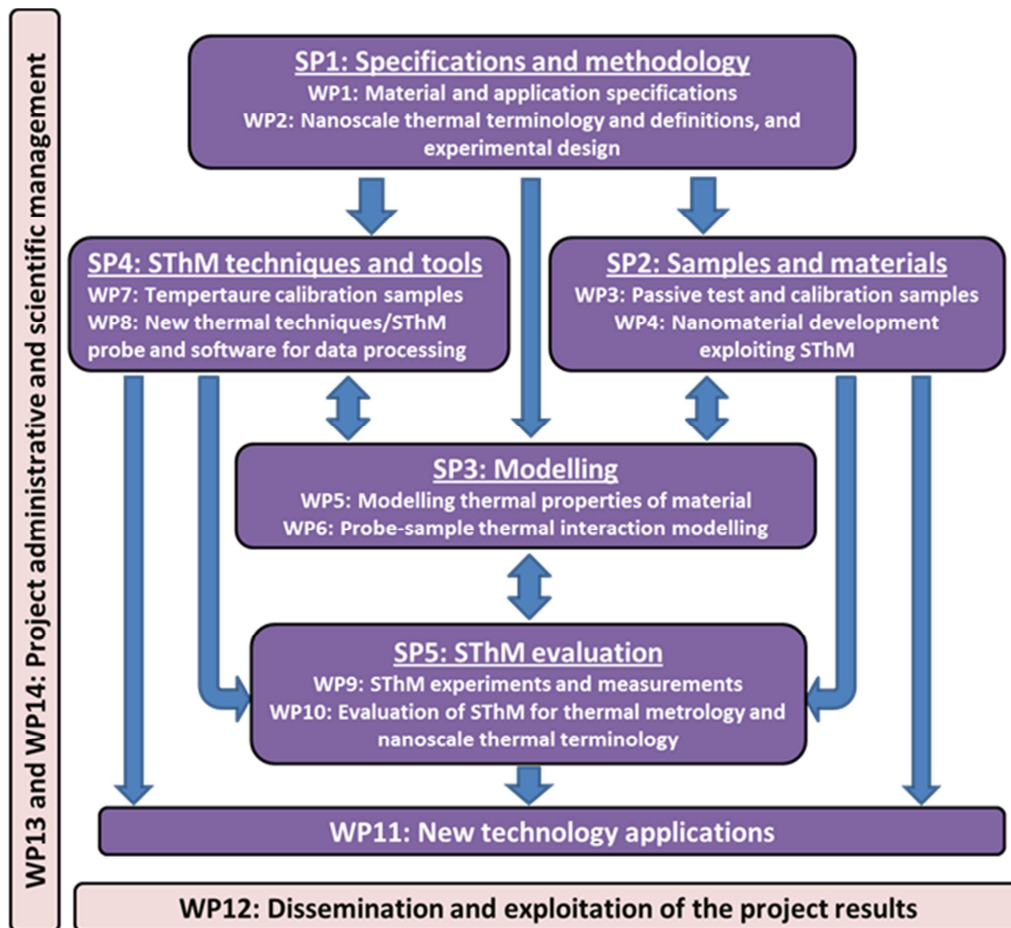


## ANNEXE V

## ENCADREMENT, ANIMATION ET ADMINISTRATION DE LA RECHERCHE

## AV.1 RESPONSABILITE DANS L'ANIMATION DE PROGRAMMES OU PROJETS FRANÇAIS, EUROPEENS OU INTERNATIONNAUX

- Déc. 2014-** **Membre du Cluster « Characterization » pour les nanosciences de la commission européenne** dont le rôle est *d'accompagner et de préciser la politique de définition des programmes H2020 sur ce même thème.*
- Déc. 2013-** **Coordination scientifique du projet européen QUANTIHEAT (GA n°604668), Large Scale FP7 collaborative project, programme THEME [NMP.2013.1.4-2, Metrology research for the development and validation of design rules for engineering of nanostructured and nanoenabled materials and devices Metrology research for the development and validation of design rules for engineering of nanostructured and nano-enabled materials and devices].**  
 QUANTIHEAT est structuré en 5 sous-projets (SP) constitués chacun de 2 « Workpackages » (WP) (voir Figure AV.1) dont :  
 - 2 concernent le management scientifique et le management administratif et financier du projet,  
 - 1 regroupe l'activité des partenaires pour la diffusion et l'exploitation des résultats du projet,  
 - 1 traite de l'application des nouvelles technologies qui seront développées.  
*Mes actions en tant que coordonnatrice du projet comprennent :*
- *l'organisation de la réunion de lancement du projet (17 et 18 déc. 2013) ;*
  - *la supervision de la progression des travaux scientifiques dans chaque WP (activités de 10 WPs) ; la conduite des conseils/entretiens avec les responsables de WP-SP ;*
  - *la gestion du Conseil Scientifique ;*
  - *l'examen des livrables (contenu scientifique, qualité, etc.) ;*
  - *l'organisation liée au Conseil consultatif externe ;*
  - *la conduite des réunions du Consortium.*
- Je suis par ailleurs membre du bureau chargé du management administratif, financier et juridique avec l'appui d'un manager de projet (Sylvie Rault), recruté à temps partiel (quotité de travail: 70%) sur les fonds propres du projet, et en collaboration avec la délégation CNRS DR7.*
- Je participe également à la gestion de la diffusion et l'exploitation des résultats du projet en collaboration avec un expert de la CE pour la consolidation et à la mise en œuvre du plan d'exploitation du projet.*
- Janv. 2010-déc. 2014** **Coordination du groupe « Metrology- probe » avec Oleg Kolosov Dpt Physics/U Lancaster (UK) de l'axe transverse « Metrology » du Groupement De Recherche Européen CNRS « Network for Thermal Nanoscience and Nanoengineering » piloté par S. Volz (EM2C)**  
*Dans ce cadre,*
- *Organisation et animation des réunions annuelles des membres du groupe ;*
  - *recherche de nouveaux partenaires/collaborateurs européens ;*
  - *montage de projets européens ;*
  - *organisation d'une école thématique (Déc. 2014 Fréjus).*



**Figure AV.1:** Work packages (in Subproject / SP) overall strategy of QUANTIHEAT: The sub-project **Specifications and methodology** (SP1) provides common requirements for the end users of the metrology tools and of the design rules for heat transfer management in nanomaterials and, common nanoscale thermal terminology and design of experiments. The output of SP1 is fed into sub-projects **Samples and materials** (SP2) and **Advanced SThM techniques and tools** (SP4); the former being responsible for reference sample/material development work for test and calibration purposes and also for material development of new nanomaterials, which benefits from the QUANTIHEAT characterization techniques. The latter (SP4) is responsible for active temperature reference devices and SThM tools such as probes and software. Sub-project **Modeling** (SP3) gives the thermophysical and SThM modeling contribution and SThM techniques are experimentally evaluated and verified in sub-project **SThM evaluation** (SP5). The sub-projects support the full project applications on SThM tool improvement and nanomaterials to be realized in the **New technology applications** work package. Each SP is divided into two goal oriented work packages, which are divided into different tasks (EXTRAIT DU RAPPORT PERIODIQUE POUR LA PERIODE 1 (01/12/2013-30/11/2014) DU PROJET QUANTIHEAT).

**Janv. 2006-  
déc. 2010** **Co-ordination** avec Laurent Thiery, Maître de Conférences à l'Institut FEMTO-ST de Belfort/Besançon de l'axe « sonde » du Groupement de Recherches CNRS « Thermique des nanomatériaux et nanosystèmes ».

Dans ce cadre, animation de l'activité du GDR en ce qui concerne le développement de la microscopie thermique à sonde locale : organisation du The second international workshop on: Quantitative Micro and Nano Thermal Imaging and Analysis et coordination d'un groupe de réflexion pour le développement d'un standard d'étalonnage de microscopie thermique à sonde locale, auquel ont participé, entre autres, plusieurs laboratoires du GDR (FEMTO-ST, ESPCI Paris, EM2C Paris, UTAP Reims, CPMOH, Bordeaux). Cette dernière action a été soutenue par le département ST2I (Projet PEPS 2007).

- 2002 – 2007**      **Membre du Conseil de Gestion du Consortium de Laboratoires d'Analyses par Microscopie à Sondes locales** de l'INSA de Lyon, en tant que représentante chercheuse du CETHIL.
- 2007-**      **Membre du Conseil de Gestion de la fédération « Centre Lyonnais de Microscopie » (CLYM)** de l'INSA de Lyon, en tant que représentante chercheuse du CETHIL.  
*Le rôle de ce Conseil de Gestion est :*
- *de discuter et de définir les axes prioritaires scientifiques et techniques,*
  - *de coordonner les actions scientifiques,*
  - *de produire un bilan annuel des activités scientifiques menées,*
  - *de fixer les orientations financières en matière de fonctionnement et d'investissement,*
  - *d'examiner et d'analyser les comptes d'utilisation et d'exploitation,*
  - *d'arbitrer en vue de garantir l'équilibre des temps d'accès aux instruments.*

#### **Actions plus ponctuelles :**

- **Participation en décembre 2007 à la délégation de l'INSA de Lyon, ayant pour objectif de définir les contours et les premières actions d'échanges scientifiques dans le cadre du montage d'un projet de mise en œuvre d'un laboratoire international commun INSA de Lyon – Universités de Tokyo et de Tohoku (Japon).**
- **Participation en 2007 au montage de la Plateforme Nanofils et Nanotubes Lyonnais (P2NL),** rattachée à la Fédération de Recherche André Marie Ampère (FRAMA 3127), en collaboration avec le LPMCN, le LMI et le LMPB. Les objectifs de cette plateforme physique/chimie sont de rassembler des compétences et mettre du matériel en commun pour les sujets ayant trait à la synthèse, la caractérisation et l'étude des systèmes nanométriques. Le Projet Nanometrether (ANR JCJC 2008-2012) s'intègre aux projets de cette plateforme.

### **AV.2 RESPONSABILITE ET ACTIVITES DE DIRECTION D'EQUIPE OU DE LABORATOIRE**

**Fév. 2016-**      **Responsable du Groupe du « MICRO ET NANOTHERMIQUE » DU CETHIL.**

*Cette fonction est une activité journalière d'animation pour assurer, avec l'ensemble des acteurs de cette thématique (2 Maîtres de Conférences, 1 Directeur de Recherche, 1 Chargé de Recherche, 4 doctorants, 1 post-doctorant, 1 Ingénieur d'Etude actuellement), le développement et l'évolution du thème scientifique. Mes missions portent en particulier sur les points suivants :*

- *l'animation de la prospective scientifique pour une définition harmonieuse des orientations scientifiques et des projets d'intérêt commun du Groupe,*
- *la veille de l'équilibre budgétaire,*
- *le relais de la Direction,*
- *membre invité permanent du Conseil de Laboratoire.*

**Déc. 2013-Fév 2016**      **Coordinatrice de l'activité de recherche relative aux membres du CETHIL, intervenants dans le projet QUANTIHEAT.**

*Le projet QUANTIHEAT s'intègre totalement dans l'activité du groupe « Micro et nanothermique » du CETHIL. Je coordonne plus particulièrement l'activité des personnels affectés au projet et au développement de l'activité expérimentale du projet au sein du*

groupe. Cette coordination concerne notamment l'activité d'un manager de projet, deux ingénieurs d'étude, un doctorant et un post-doctorant.

**Juil. 2006 – Responsable de l'axe de recherche « transfert et génération de chaleur aux micro et nano échelles » de la thématique « micro et nanothermique » du CETHIL.**  
**janv. 2013**  
*Responsabilités scientifique, technique et budgétaire*

**Juil. 2006 – Coordinatrice de la Thématique Scientifique (TS) « Micro et Nano Thermique » du CETHIL.**  
**juil. 2011**

*Cette fonction était une activité journalière d'animation pour assurer, avec l'ensemble des acteurs de cette thématique (1 Maître de Conférences, 2 Professeurs, 2 Chargés de Recherche, 2 doctorants, 3 post-doctorants pour la période 2010-2011), le développement et l'évolution du thème scientifique. Mes missions portaient en particulier sur les points suivants :*

- *l'animation de la prospective scientifique pour une définition harmonieuse des orientations scientifiques et des projets d'intérêt commun de la TS,*
- *la veille des équilibres budgétaires entre les axes relevant de la TS,*
- *la coordination avec les autres TS,*
- *la préparation du rapport d'activité scientifique et du programme quadriennal de l'Unité,*
- *le relais de la Direction,*
- *la recherche et la préparation de candidats potentiels aux postes de chercheur demandés pour renforcer l'activité de la thématique.*

### AV.3 RESPONSABILITE ET ACTIVITES COLLECTIVES

**2004-2008**      **Membre élu du Conseil de laboratoire du CETHIL.**  
**2009-2015**

**2005-2010**      **Correspondante Formation de l'unité**

*Mes rôles dans cette activité concernaient :*

*- la rédaction et la mise en œuvre du plan formation du CETHIL,*

*Dans ce cadre, je gérais chaque année la diffusion et l'analyse des réponses de deux questionnaires s'adressant à l'ensemble des personnels du laboratoire à deux niveaux :*

*(i) Individuel : quelle formation chaque personnel attend-il de la structure en vue de l'évolution de ses projets ?*

*(ii) Collectif : quelle formation chaque groupe ou catégorie de personnels attend-il pour soutenir ses projets ?*

*Pour établir le plan formation.*

- *le suivi administratif des demandes de formation en collaboration étroite avec les bureaux de la formation des tutelles du laboratoire. Pour les demandes de formations très spécifiques et non proposées par les tutelles de l'Unité, je rédigeais un cahier des charges de formation avec l'agent concerné. Ce cahier des charges était alors transmis aux tutelles du CETHIL pour un appui dans la recherche de la formation visée.*

**2006-juillet**      **Membre permanent de la Commission scientifique du CETHIL**  
**2011**

**Membre de la commission « règlement intérieur » de la Cellule d'Evolution du laboratoire mise en place par Madame Dany Escudié, alors Directrice du CETHIL.**

**2002-2004**      **Responsable de l'organisation et de la distribution des locaux au sein de l'équipe TIM du CETHIL**

- 2002-2008** Représentante et Interlocutrice du CETHIL auprès de l'Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire.
- 2002-2008** Membre du Comité technique et d'utilisation du Consortium de Laboratoires d'Analyses par Microscopie à Sondes locales (CLAMS) de LYON dont le rôle est de veiller à l'entretien et à la maintenance des appareils, de gérer au quotidien au bon déroulement de leur utilisation, de veiller à et organiser la formation et l'assistance des utilisateurs ainsi que de rendre compte au conseil de gestion de la plate-forme.
- Mai 2016-** Membre du groupe de travail GT 'Procédés Avancés d'Elaboration et Matériaux' de la Fédération de Recherche Lyon- Saint Etienne Ingénierie (FR CNRS 3411 IngeLySE) dont le rôle est d'amorcer des actions pour fédérer la recherche en ingénierie sur le site Lyon- Saint Etienne.
- Fév. 2016** Animation du Réseau Lyon Rhône-Alpes [LRA] Nanothermique (<http://cethil.insa-lyon.fr/index.php?page=reseau-lra-nanothermique>) avec P.-O. Chapuis.

## ANNEXE VI

### TRAVAUX D'EXPERTISE

#### AVI.1 EXPERTISES DE TRAVAUX DE THESE DE DOCTORAT (HORS CETHIL)

##### Membre du jury de la thèse de :

1. Sébastien Toullier, doctorant à l'Institut FEMTO-ST (CNRS UMR 6174) à BESANCON, Département des Sciences Louis Néel. Soutenance le 4 décembre 2008.
2. Julien Cabrero, Ingénieur ENSIL, SPÉCIALITÉ : PHYSICO-CHIMIE DE LA MATIERE CONDENSEE, à l'Université de BORDEAUX 1 (ÉCOLE DOCTORALE DE SCIENCES CHIMIQUES), Soutenance le 20 novembre 2009.
3. Etienne Puyoo, SPÉCIALITÉ : Laser, Matière et Nanosciences, à l'Université de BORDEAUX 1 (ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGENIEUR), Soutenance le 23 novembre 2010.
4. Elika Saidi, SPÉCIALITÉ : Nanophysique, nanostructures, nanomatériaux, imagerie, instrumentation, à l'ESPCI de Paris. Soutenance le 19 janvier 2012.
5. Hossein Ftouni, SPÉCIALITÉ : Physique de la Matière Condensée et du Rayonnement, Université de Grenoble. Soutenance le 12 décembre 2013. (rôle : rapporteur).
6. Alexia Bontempi, doctorant à l'Institut FEMTO-ST (CNRS UMR 6174) à BESANCON, SPÉCIALITÉ : Sciences et technologie industrielles. Soutenance le 6 mai 2015.
7. Mickael Geitner, doctorant à l'ENS Lyon, SPÉCIALITÉ : Physique. Soutenance le 23 octobre 2015.

#### AVI.2 EXPERTISES D'ARTICLES

##### Expertises d'articles soumis pour publication

- dans des journaux internationaux : *European Physical Journal AP*, *Ultramicroscopy*, *International Journal of Thermal Sciences*, *Sensors and actuators : A Physical*, *International Journal of Thermophysics*, *Nanoscale*, *JVST B: Journal of Vacuum Science and Technology*
- dans les actes de Congrès nationaux et internationaux : *Eurotherm 2012 (Poitiers)*, *SFT 2002, 2003, 2007 et 2014*, *QMNTIA 2013 (Reims)*, *QMNTIA 2007 (Villeurbanne)*, *75<sup>ème</sup> Congrès Eurotherm (Reims, 2003)*.

##### Membre de Comités Scientifiques de 5 Congrès/workshops internationaux :

*108<sup>ème</sup> Congrès Eurotherm (Grèce, 2016)*, *E-MRS Fall 2015- Symposium "Heat transfer at short time and length scales" (Varsovie)*, *QMNTIA 2013 (Reims)*, *QMNTIA 2007 (Villeurbanne)*, *75<sup>ème</sup> Congrès Eurotherm (Reims, 2003)*.

#### AVI.3 EXPERTISES DE PROJETS

##### Expertises de projets de recherche :

Programme blanc de l'ANR, Sujets de thèse pour diverses Universités, Projet dans le cadre de l'appel d'offre IFCPAR/CEFIPRA, Programme blanc international de l'ANR, Projet Région Aquitaine.

#### AVI.4 EXPERTISES DE CANDIDATURES A UN POSTE DE MAITRE DE CONFERENCE

##### Membre du comité de sélection pour les postes :

- "Nanothermique" (MCF 0425) à l'Institut Lumière Matière de Lyon, Université Claude Bernard Lyon I,
- "Thermique" (MCF 1281) à de l'UFR Systèmes Industriels et Techniques de Communication (SITEC) Université Paris Ouest.

#### AVI.5 AUTRES TRAVAUX D'EXPERTISES

Participation à l'expertise de mémoires d'étudiants de MASTER-Recherche-2, candidats à l'obtention d'un prix honorifique par la section sud-est de la SF2M. INSA de Lyon.

## ANNEXE VII

## Nouvelle méthode de mesure par contact en régime modulé

**Intervenants CETHIL:** S. Gomès, A. Assy, E. Pané Farré, P. Chantrenne

**Autres intervenants :** Département GIS Micro- Nano- Technologies (GIS MNT) de Ecole Supérieure d'Ingénieurs en Electronique et Electrotechnique,(ESIEE, Noisy-le-Grand) qui pilote le projet ; le laboratoire « Matériaux : Ingénierie et Science » (MATEIS, Lyon), GRESPI (Université de Reims Champagne-Ardenne)

**Cadre :** Projet du programme PNANO 2007, volet Emergence et valorisation, financé par l'ANR (2008-2012). Contrat de recherche avec la société SOITECH de Grenoble.

L'une des problématiques scientifiques de la thématique micro et nanothermique du CETHIL concerne la thermique des films ultra-minces et aux interfaces. Afin de répondre à cette problématique, nous avons depuis 2008 travaillé au développement d'une nouvelle méthode de mesure par contact en régime modulé pour la caractérisation des transferts thermiques au sein de matériaux multicouches tels que les super-réseaux mis au point pour des applications thermoélectriques dans le cadre du projet COFISIS ou des substrats de SOI fabriqués par la société SOITECH de Grenoble.

Principe de la méthode en développement

Pour les mesures, le matériau multicouche à étudier doit être sous la forme d'un film suspendu. Comme représenté en figure AVII.1, un réseau de longs fils résistifs parallèles est déposé sur les deux faces de l'échantillon (face avant et face arrière). La ligne centrale du réseau en face avant est chauffée avec un courant modulé à la fréquence  $f$ . La diffusion conductive de l'énergie de cette source produit un échauffement continu et alternatif à la fréquence  $2f$  de l'échantillon. Les autres fils résistifs des réseaux sont utilisés pour mesurer les variations de la température en surface de l'échantillon à différentes distance de la source. Pour les mesure de température, un courant continu très faible alimente les fils sondes afin d'éviter leur échauffement par effet joule. La mesure de la variation de la tension continue aux bornes de ces fils sondes permet d'estimer l'élévation en régime continu de la température de l'échantillon. L'analyse avec un amplificateur à détection synchrone de la tension à la fréquence  $2f$  aux bornes de ces fils, permet d'obtenir les variations de la température modulée.

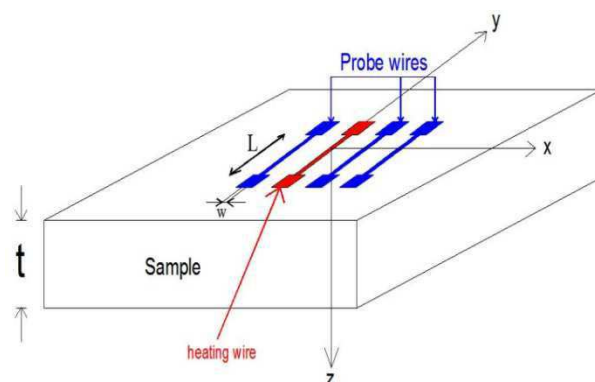
A l'instar des méthodes photothermiques, l'analyse de l'élévation de la composante de la température modulée en surface de l'échantillon en fonction de la fréquence et/ou de la distance au fil source devrait permettre de déterminer :

- les propriétés thermophysiques des matériaux d'un multicouche (diffusivités et conductivités thermiques dans le plan et orthogonales aux couches),
- la résistance d'interface entre les couches,
- l'effet de l'épaisseur d'un film mince sur la conduction thermique lorsque cette épaisseur avoisine ou est inférieure au libre parcours moyen des porteurs d'énergie thermique dans les systèmes multicouches nanostructurés.

Travaux réalisés

- Des simulations par éléments finis utilisant le logiciel COMSOL ont été réalisées par Ali ASSY durant son stage recherche de MASTER afin de dimensionner l'échantillon et le réseau de fils résistifs à déposer en face avant et arrière de l'échantillon.

- La longueur des fils a été choisie de sorte qu'ils puissent être supposés isothermes dans une première approche de la mesure et que la diffusion de la chaleur se réalise perpendiculairement aux



**Figure AVII.1:** Principe de la méthode.

fil : le comportement thermique de l'échantillon peut dans ces conditions être analysé avec un modèle à deux dimensions.

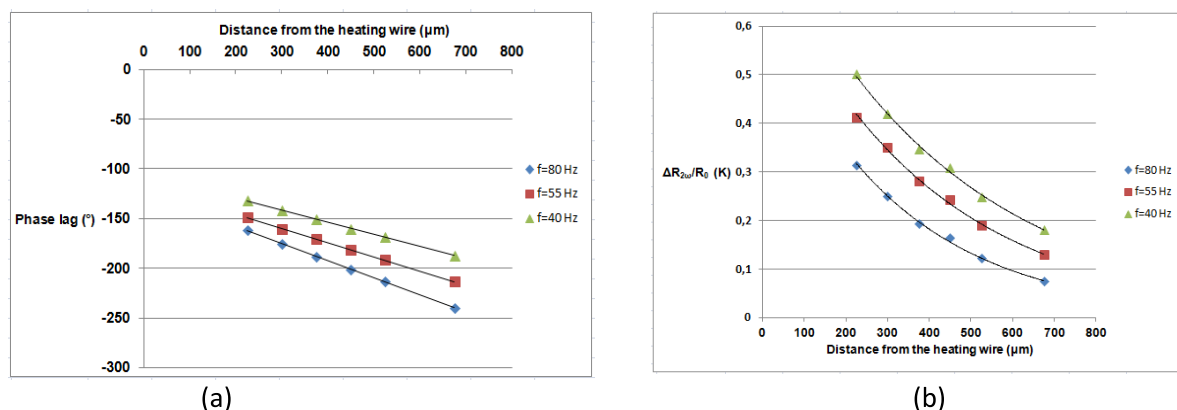
- Compte tenu de la sensibilité et de la résolution de nos appareils de mesure, une mesure de température n'est envisageable en face arrière de l'échantillon que pour des films d'environ 200 $\mu\text{m}$  d'épaisseur.

- J'ai moi-même développé un modèle direct analytique 2D de diffusion de la chaleur en vue de son inversion pour l'identification des propriétés thermiques d'échantillons multicouches. Ce modèle est basé sur la résolution de l'équation de la chaleur dans le système via une décomposition en transformée de Fourier du champ de la température en régime modulé. Il prend en compte la largeur finie des lignes source et sondes, les résistances de contact entre ces lignes et l'échantillon et entre les couches qui composent l'échantillon ainsi que les pertes convectives et radiatives en surface du système.

- Une chaîne de mesure a été mise au point par Ali ASSY durant son stage MASTER sous mon encadrement. Afin de tester et valider le principe de la méthode proposée, de premiers lots d'échantillons constitués de silicium fortement résistif, fournis par SOITECH) ont été instrumentés par L'ESIEE- Paris.

- Une étape de caractérisation des réseaux de fils déposés (mesures de la résistivité électrique, des dimensions exactes par microscopies AFM et optique, du coefficient en température du métal composant les fils) a précédé les campagnes de mesures destinées à l'estimation de la diffusivité et la conductivité thermiques de ces échantillons tests. Notons que trois lots différents d'échantillons ont été préparés par l'ESIEE-Paris avant que nous puissions réaliser des mesures (ce qui explique un retard des travaux sur cette action).

- La méthode a été testée avec succès sur les échantillons tests de silicium et ce pour différents niveaux de chauffage continu (jusque 500K) de l'échantillon. Les résultats de cette étude ont été présentés au workshop THERMINIC 2012 (Fig. AVII.2) et sont l'objet d'un article <sup>2</sup>.



**Figure AVII.2:** Variations du déphasage (a) et de l'amplitude (b) de la tension à la fréquence  $2f$ , mesurée en face avant de l'échantillon, en fonction de la distance à la source pour différentes fréquences et un courant modulé dans la source de 60mA. La diffusivité thermique du silicium est estimée à  $5,3 \pm 0.3 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$  à 485 K, ce qui est en très bon accord avec la littérature scientifique<sup>3</sup>.

Notons que ces travaux montrent la possibilité d'utiliser un modèle 1D très simple de diffusion de la chaleur pour estimer, à partir de mesures en surface supérieure de l'échantillon, la diffusivité thermique dans le plan de l'échantillon lorsque les fréquences de modulation de la source sont telles que l'échantillon peut être supposé infiniment mince (i.e. la longueur de diffusion thermique est très élevée par rapport à l'épaisseur du film).

<sup>2</sup> Assy A., Gomès S., Chantrenne P., Pavy N., Parasuraman J., Kleber X., Basset P., «Investigation of the thermal properties of thin solid materials at different temperature levels using a set of microresistors», *Microelectronics Journal*, 45, 5, p. 508-514 (2014)

<sup>3</sup> H. R. Shanks, P. D. Maycock, P. H. Sidles, and G. C. Danielson, *Phys. Rev* 130, pp. 1743–1748 (1963).

- De premières mesures sur des substrats de SOI qui nous ont été fournis par la société SOITECH ont dernièrement été effectuées par un étudiant en projet de fin d'étude au CETHIL, sous mon encadrement. Une méthodologie d'inversion du modèle direct analytique 2D de diffusion de la chaleur développé par le laboratoire est mise au point afin de caractériser à partir de ces mesures les échantillons de SOI.

Ces travaux vont être poursuivis dans les années qui viennent. Des améliorations de la chaîne de mesure et des modèles utilisés sont planifiées.

Cette méthode a été mise au point dans le cadre du projet COFISIS qui vise le développement d'un nouveau matériau thermoélectrique de type super-réseau. Déterminer le facteur de mérite d'un tel matériau impose non seulement de connaître ses propriétés thermiques mais également sa conductivité électrique et son coefficient Seebeck. Nous nous sommes également intéressés à ces deux aspects lors de la conception des masques des réseaux filaires à déposer sur les échantillons. Des mesures de ces grandeurs seront effectuées à l'aide du dispositif de mesure de conductivité thermique in situ déposé sur le super réseau. Des fenêtres en surface des échantillons, permettant la mesure de la différence de potentiel entre des points du super réseau et dont la température sera mesurée in situ, ont été prévues pour l'analyse du coefficient Seebeck. Des mesures de conductivité électrique seront effectuées sur ces mêmes points.

Un second article scientifique est en cours de finalisation en collaboration avec le laboratoire GRESPI de l'Université de Reims Champagne-Ardenne.