

Tricouches symétriques pour la caractérisation thermique de couches minces semi-transparentes par méthode opto-électrothermique.

Sébastien PEILLON^{1,2}, Petru NOTINGHER² et Christophe RODIET^{3*}.

¹EPF, 21 Boulevard Berthelot - 34000 Montpellier, France

²IES, Univ Montpellier, CNRS, Montpellier, France

³ITheMM, EA 7548, Université de Reims Champagne Ardenne, 51097 Reims, France

*(auteur correspondant : christophe.rodiet@univ-reims.fr)

Résumé - Ce papier propose une preuve de concept d'une méthode opto-électrothermique applicable aux matériaux minces bons conducteurs de chaleur. Elle est appliquée ici à un film mince ($\sim 100 \mu\text{m}$) d'AlN semi-transparent en configurations de mesure en faces avant et arrière. Dans ce but, des modèles quadripolaires tenant compte du transfert conducto-radiatif 1D au sein de l'échantillon sont développés et appliqués au cas expérimental après une étude numérique des performances de la méthode d'estimation. Les deux mesures expérimentales ont pu être corroborées entre elles avec un écart relatif de l'ordre de 2 %.

Nomenclature

a	diffusivité thermique ($\lambda/\rho c_p$), $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$	Φ	transformée de Laplace du flux de chaleur
c_p	capacité calorifique massique, $\text{J}.\text{kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$	ρ	masse volumique, $\text{kg}.\text{m}^{-3}$
E_f	effusivité, $\text{J}.\text{K}^{-1}.\text{m}^{-2}.\text{s}^{-1/2}$	σ	écart-type
e	épaisseur, m	τ_{laser}	temps d'impulsion laser, s
h	coefficient de transfert de chaleur par conducto-convection, $\text{W}.\text{m}^{-2}.\text{K}^{-1}$	τ_{cd}	temps de conduction thermique (e^2/a), s
\mathcal{L}	transformée de Laplace	θ	transformée de Laplace de la température
p	variable de Laplace	<i>Indices et exposants</i>	
Q	Énergie (émise par le laser), J	c	capacitif (modèle)
R	résistance électrique, Ω	$calc$	calculé
\mathcal{R}	réflectance, %	$estim$	estimé (paramètre)
R_{rad}	résistance radiative, $\text{m}^2.\text{K}.\text{W}^{-1}$	exp	expérimental
S	surface, m^2	f	film (milieu) / fini (modèle)
T	température, $^\circ\text{C}$	i	face (1 – avant/excitée ; 2 – arrière)
t	temps, s	ini	initial (temps)
U, V	tensions électriques, V	k, j	k -ième élément de la j -ième colonne
X	sensibilité	m	moyen (modèle) ou maximal
<i>Symboles grecs</i>		MC	Monte-Carlo (sur 100 échantillons)
α	coefficient de température, K^{-1}	r	ruban (transducteur/électrode)
ε	émissivité	rel	relatif
ϵ_{abs}	erreur absolue	si	semi-infini (modèle)
ϵ_{rel}	erreur relative, %	th	théorique
Λ	libre parcours moyen, m	*	valeur réduite
λ	conductivité thermique, $\text{W}.\text{m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	°	valeur nominale
φ	densité de flux de chaleur, $\text{W}.\text{m}^{-2}$		

1. Introduction

Parmi les couches minces diélectriques, le nitrure d'aluminium (AlN) est utilisé en microélectronique et permet de dissiper passivement la chaleur en raison de son excellente conductivité thermique de l'ordre de $100 \text{ W}.\text{m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à $200 \text{ W}.\text{m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Afin d'être en mesure de caractériser thermiquement ce type de matériau bon conducteur de chaleur et à faible temps de conduction, une méthode opto-électrothermique issue de la classe de méthodes Flash (excitation

optique pulsée [1] combinée ici à une mesure électrothermique) est développée [2]–[4], consistant à utiliser comme transducteur l'effet thermorésistif d'une électrode métallique afin de déterminer la variation de température en surface de l'électrode - au moyen d'un pont de Wheatstone équilibré et d'une sonde de mesure. Une méthode inverse permet finalement à partir de ces mesures temporelles de déterminer les propriétés du film mince.

Dans le cadre de la caractérisation thermique de couches minces, ce dépôt opaque est souvent utilisé comme moyen d'excitation électrothermique (méthodes 3ω [5]) ou de collecte d'une excitation optique en raison du caractère semi-transparent des couches minces (méthodes de ThermoReflectance [6]). De plus, lorsqu'une mesure simultanée des charges d'espace est réalisée pour caractériser électriquement le matériau (*e.g.* HVDC [7]), celui-ci peut être enchâssé entre deux électrodes métalliques, offrant une possibilité de mesure sur chacune de ses faces (avant et arrière). Cette communication propose une preuve de concept d'une méthode de caractérisation opto-électrothermique en l'appliquant, dans cette configuration symétrique (ruban/film/ruban), à un échantillon mince ($\sim 100 \mu m$) d'AlN bon conducteur de chaleur présentant des propriétés de semi-transparence. Il est ainsi montré que la méthode, présentée en section 2, est adaptable aux mesures en faces avant et arrière. A cette fin, différentes modélisations quadripolaires du transfert conducto-radiatif 1D au sein de l'échantillon sont proposés en section 3. En particulier, un modèle adapté aux mesures en face avant a été développé afin de pouvoir tenir compte des effets de semi-transparence du film en considérant un transfert conductif en milieu semi-infini. Une étude des performances de la méthode d'estimation sur données synthétiques est alors menée en section 4 afin d'évaluer l'influence des biais de modèles thermiques dus au transfert par conduction d'une part, puis cumulés aux effets de semi-transparence. Finalement, les résultats expérimentaux obtenus sur l'échantillon d'AlN sont présentés en section 5. Les mesures réalisées en face avant et arrière ont permis de corroborer des valeurs de conductivité effective du film avec un écart relatif de l'ordre de 2 %.

2. Méthode et présentation du problème

Deux rubans métalliques d'aluminium (Al, $e_{r,i} = 200 \text{ nm}$) sont déposés en faces avant et arrière d'un film mince à caractériser (voir Table 1 pour les valeurs numériques utilisées lors des simulations). L'obtention d'une conductivité effective λ_f du film est alors réalisée par une méthode opto-électrothermique utilisant une excitation laser pulsée ($\sim 10 \text{ ns}$, 1 cm de diamètre) réalisée en face avant conjointement à une mesure électrothermique d'un des rubans. Pour cela, ce dernier est relié à un pont de Wheatstone équilibré où il fait office de résistance électrique (voir Figure 1). Sa thermo-dépendance sert alors de transducteur pour déterminer sa température de surface $\Delta T_{r,i}(t)$, en mesurant à l'aide d'une sonde différentielle la tension de déséquilibre du pont de Wheatstone $U_{AB}(t)$ (affichée $V_{sortie}(t)$) à l'oscilloscope - voir Figure 1). Une photo de l'échantillon d'AlN caractérisé en section 5 est affichée en Figure 2.

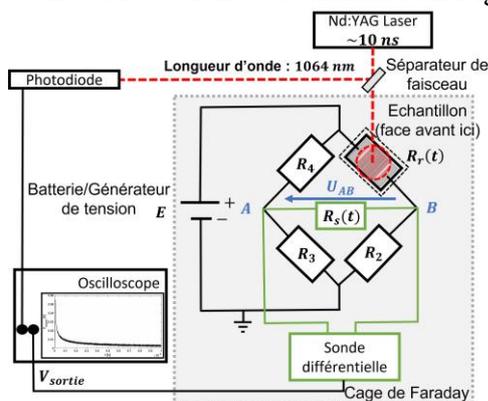


Figure 1 : Schéma de principe de la méthode opto-électrothermique

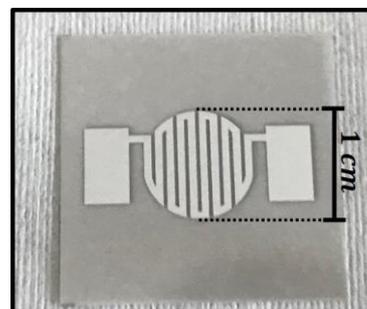


Figure 2 : Echantillon mince d'AlN avec rubans déposés en faces avant et arrière. Un masque de même motif que l'électrode est utilisé pour occulter le laser durant l'excitation

En conservant une élévation de température faible à l'endroit de la mesure ($\Delta T_{r,i,max} \leq 20 \text{ }^\circ\text{C}$) afin de limiter l'influence des non-linéarités et d'effets expérimentaux délétères (type délaminage du ruban), l'effet thermorésistif du ruban de résistance électrique $R_{r,i}$ peut être décrit en première approximation par (avec $\alpha_{r,i} \approx 3.7 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ [8]) :

$$R_{r,i}(T_{r,i}) = R_0(1 + \alpha_{r,i}\Delta T_{r,i}) = R_{0,i} + \Delta R_{r,i}(T_{r,i}) ; \Delta T_{r,i}(t) = T_{r,i}(t) - T_{r,i}(t_0) \quad (1)$$

Une méthode inverse est alors utilisée pour remonter à la propriété d'intérêt. Toutefois, le faible temps de conduction thermique des matériaux minces implique la mesure de signaux en hautes-fréquences dégradant les performances de la chaîne de mesure et par conséquent la fidélité de la mesure [4]. La face avant, excitée optiquement, est la plus sensible à cette problématique comparativement à une mesure en face arrière présentant un signal de dynamique plus lente, permettant en outre de s'affranchir plus facilement des bruits électromagnétiques générés par l'excitation laser (mesure décalée temporellement). Néanmoins, lorsque l'exploitation de cette face est possible (signal d'amplitude significative), elle s'accompagne de la nécessité de considérer des paramètres additionnels pour la méthode inverse (pour la modélisation des milieux, des échanges avec l'environnement, ...) pouvant dégrader les performances de l'estimation (section 4). En particulier, le potentiel caractère semi-transparent de la couche mince contraint à développer des modèles thermiques pouvant en tenir compte (section 3).

Le problème sera simplifié dans ce travail en supposant les deux électrodes parfaitement symétriques (mêmes caractéristiques et propriétés).

	$\lambda [W.m^{-1}.K^{-1}]$	$\rho c_p [J.m^{-3}.K^{-1}]$	$e [m]$	$\tau_{cd} [\mu s]$
Rubans - Al	120	$2.4 \cdot 10^6$	$200 \cdot 10^{-9} (\approx 10\text{\AA})$	$0.8 \cdot 10^{-3}$
Film - AlN	100 – 170	$2.7 \cdot 10^6$	$125 \cdot 10^{-6}$	245 – 416

Table 1 : Propriétés utilisés pour les simulations numériques

3. Modélisations thermiques

Afin de décrire au mieux l'évolution du signal mesuré avec un minimum de paramètres thermophysiques, différents modèles du transfert thermique ayant lieu au sein du tricouche sont comparés. En particulier, certaines modélisations permettent de tenir compte du caractère semi-transparent du film mince caractérisé. Il sera également montré qu'il existe des phases préférentielles pour l'estimation afin de réduire l'influence des biais thermiques.

Expérimentalement, le ruban en face avant (voir Figure 2) est complètement et uniformément irradiée (laser à front plat). Sa largeur (1 cm de diamètre), identique à celle du ruban déposé en face arrière, est grande devant son épaisseur (200 nm) et permet, en addition d'un temps de mesure conservé faible vis-à-vis du temps diffusif du film dans le plan, de considérer une diffusion de chaleur 1D instationnaire en première approximation. Le problème peut alors être modélisé par une expression quadripolaire [9] exprimée dans le domaine de Laplace avec :

$$\theta_{r,i}(p) = \mathcal{L}(T_{r,i}(t) - T_\infty)(p) = \int_0^{+\infty} (T_{r,i}(t) - T_\infty)e^{-pt} dt \quad (2)$$

où $\theta_{r,1}(p)$ et $\theta_{r,2}(p)$ sont respectivement la transformée de Laplace des variations de température de surface des rubans avant $\Delta T_{r,1}(t)$ et arrière $\Delta T_{r,2}(t)$ (voir eq. (1)).

Par ailleurs, la forme temporelle de l'excitation laser $U_{laser,exp}(t)$ est supposée connue car expérimentalement mesurée par une photodiode. Elle est modélisée sous sa forme réduite (*i.e.* $U_{laser,exp}(t)/\max(U_{laser,exp}(t))$), adimensionnée par l'expression (3) décrivant une fonction triangulaire exprimée dans le domaine de Laplace.

$$\mathfrak{A}_{laser}(p) = \frac{U_m}{\tau_m p^2} (1 - e^{-\tau_m p}) + \frac{U_m}{(\tau_m - \tau_{laser}) p^2} (e^{-\tau_m p} - e^{-\tau_{laser} p}) \quad (3)$$

où $U_m = 0.84$ (adim.), $\tau_m = 4.45 \text{ ns}$ et $\tau_{laser} = 8.69 \text{ ns}$ sont estimés par une méthode des moindres carrés [10].

Le flux de chaleur $\Phi_1(p)$ absorbé par le ruban en face avant apparaît comme facteur d'une fonction de transfert dans les modèles définis dans cette section et peut être exprimé dans l'espace de Laplace tel que :

$$\Phi_1(p) = Q(1 - \mathcal{R}_{Aluminium})\mathfrak{X}_{laser}(p)/(\tau_m S_1) \equiv \varphi_m \mathfrak{X}_{laser}(p) \quad (4)$$

3.1. Face avant

Il est possible de généraliser les modélisations de l'échantillon proposées (eq. (6) à (8)) sous la forme suivante ; les coefficients \mathcal{A} et \mathcal{B} , dépendants des modèles thermiques utilisés, seront ainsi précisés dans chaque cas :

$$\text{Face avant :} \quad \theta_{r,1}(p) = \frac{\mathcal{A}}{\mathcal{B}} \Phi_1(p) \quad (5)$$

Le premier modèle envisagé considère la température moyenne du ruban (mesure expérimentale de la résistance électrique moyenne du ruban) pour lequel un gradient de température selon l'épaisseur est considéré (eq. (6)) [11]. Le second modèle considère le ruban comme un milieu isotherme (hypothèse de milieu mince bon conducteur, eq. (7)) ; contrairement au premier modèle, il n'implique pas la connaissance de la conductivité thermique du ruban.

Le film peut quant à lui être considéré comme un milieu semi-infini en raison du court temps de mesure en comparaison du temps de conduction du film ($t_{fin} \leq 2 \mu s \ll 10 \tau_{cd,f}$, voir Table 1). Dans ce cadre, un modèle a été développé afin de tenir simultanément compte d'un comportement semi-transparent du film mince (présence d'un transfert radiatif paroi à paroi - opaques – au sein d'un milieu gris ou gris par bandes, voir Figure 3).

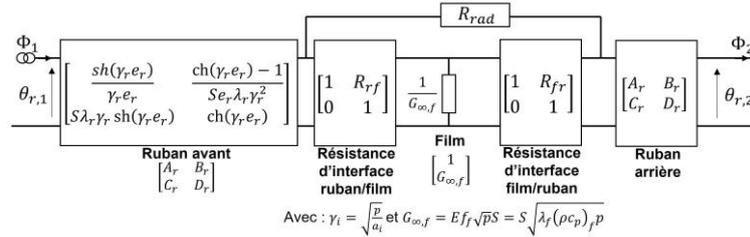


Figure 3 : Schéma quadripolaire du transfert thermique au sein d'un tricouche symétrique semi-transparent ($R_{rad} \rightarrow \infty$ pour un milieu purement diffusif) avec conduction en milieu semi-infini. La « température moyenne » des rubans est considérée [11]

Dans le cas d'un transducteur à « température moyenne », on obtient ainsi les coefficients suivants :

$$\begin{aligned} \text{Modèle } \theta_m^{si,rad} : \mathcal{A} &= [A_r + G_{\infty,f} B_{b1}] (R_{fr} C_r + A_r) + [A_r R_{rad} + \\ & B_{b1} (R_{rad} G_{\infty,f} + 1)] [G_{\infty,f} A_r + C_r (R_{fr} G_{\infty,f} + 1)] ; \\ \mathcal{B} &= (R_{fr} C_r + A_r) [C_r + G_{\infty,f} D_{d1}] + [G_{\infty,f} A_r + C_r (G_{\infty,f} R_{fr} + 1)] [R_{rad} C_r + \\ & (R_{rad} G_{\infty,f} + 1) D_{d1}] \end{aligned} \quad (6)$$

avec $B_{b1} = A_r R_{rf} + B_r$; $D_{d1} = R_{rf} C_r + D_r$; les coefficients du film et du ruban étant précisés en Figure 3.

En modélisant le transducteur par un milieu isotherme, ce modèle dégénère en (avec $C_r = S(\rho c_p)_r e_r p$) :

$$\text{Modèle } \theta_c^{si,rad} : \mathcal{A} = (R_{rf} G_{\infty,f} + 1) (R_{fr} C_r + 1) + [R_{rad} + R_{rf} (R_{rad} G_{\infty,f} + 1)] [G_{\infty,f} + C_r (R_{fr} G_{\infty,f} + 1)] ; \mathcal{B} = (R_{fr} C_r + 1) [C_r + G_{\infty,f} (R_{rf} C_r + 1)] \quad (7)$$

Toujours dans l'optique d'une réduction de modèles, un modèle ne considérant que le transfert conductif (*i.e.* $R_{rad} \rightarrow +\infty$) est envisagé [4]. Ainsi, pour un ruban isotherme (*i.e.* $C_r = S(\rho c_p)_r e_r p$) :

$$\text{Modèle } \theta_c^{si} : \mathcal{A} = (R_{rf} G_{\infty,f} + 1) ; \mathcal{B} = C_r + G_{\infty,f} (R_{rf} C_r + 1) \quad (8)$$

Enfin, notons que les échanges globaux h sont négligés en face avant grâce à la faible émissivité du transducteur métallique ($\varepsilon_{r,1} < 0.1$), de la variation de température et du temps de mesure,

contrairement à la face arrière pour laquelle le temps de mesure est plus long ($t_{etu} \approx 10^{-4}$ s) (présence expérimentalement visualisée - voir section 5).

3.2. Face arrière

Les expressions quadripolaires (eq. (10) à (12)) sont généralisables sous la forme suivante :

Face arrière :
$$\theta_{r,2}(p) = \frac{\Phi_1(p)}{\mathcal{B}} \quad (9)$$

On définit alors les coefficients $\mathbb{A} = \frac{AR_{rad}+B}{R_{rad}+B}$; $\mathbb{B} = \frac{BR_{rad}}{B+R_{rad}}$; $\mathbb{C} = -\left(\frac{1}{B} + \frac{1}{R_{rad}}\right) + \left(\frac{D}{B} + \frac{1}{R_{rad}}\right)\left(\frac{AR_{rad}+B}{B+R_{rad}}\right)$; $\mathbb{D} = \frac{B+R_{rad}D}{R_{rad}+B}$, avec $A = A_f + R_{rf}C_f$; $B = R_{fr}(A_f + R_{rf}C_f) + B_f + R_{rf}D_f$ et $D = C_fR_{fr} + D_f$.

A l'instar de la face avant, des modélisations en « température moyenne » (eq. (10)) et en milieu isotherme (eq. (11)) des rubans sont proposées. Le film est désormais considéré comme un milieu fini avec transfert radiatif paroi à paroi en son sein (milieu gris ou gris par bandes [12] - Figure 4).

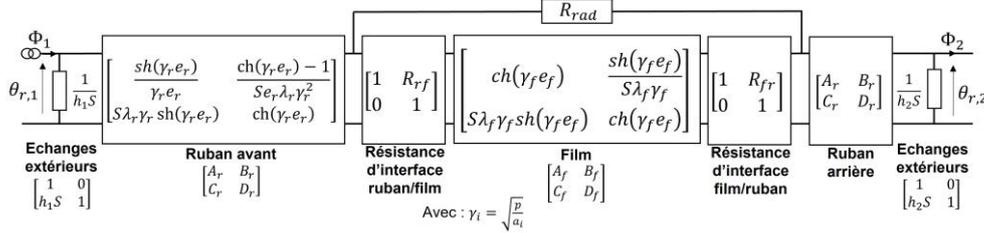


Figure 4 : Schéma quadripolaire du transfert thermique au sein d'un tricouche symétrique semi-transparent ($R_{rad} \rightarrow \infty$ pour un milieu purement diffusif) [12]. La « température moyenne » des rubans est considérée [11]

En considérant la température moyenne des électrodes, le coefficient \mathcal{B} de l'eq. (9) aura pour forme :

Modèle $\theta_m^{f,rad}$:
$$\mathcal{B} = A_r[\mathbb{A}(h_1SA_r + C_r) + \mathbb{C}(h_1SB_r + D_r)] + C_r[\mathbb{B}(h_1SA_r + C_r) + \mathbb{D}(h_1SB_r + D_r)] + h_2S[B_r[\mathbb{A}(h_1SA_r + C_r) + \mathbb{C}(h_1SB_r + D_r)] + D_r[\mathbb{B}(h_1SA_r + C_r) + \mathbb{D}(h_1SB_r + D_r)]] \quad (10)$$

Pour des rubans isothermes, ce modèle dégénère sous la forme (avec $C_r = S(\rho c_p)_r e_r p$) :

Modèle $\theta_c^{f,rad}$:
$$\mathcal{B} = \mathbb{A}(h_1S + C_r) + \mathbb{C} + C_r[\mathbb{B}(h_1S + C_r) + \mathbb{D}] + h_2S[\mathbb{B}(h_1S + C_r) + \mathbb{D}] \quad (11)$$

Dans le cas où seul le transfert conductif au sein de l'échantillon est considéré ($R_{rad} \rightarrow +\infty$), le coefficient \mathcal{B} devient (toujours avec rubans isothermes, *i.e.* $C_r = S(\rho c_p)_r e_r p$) :

Modèle θ_c^f :
$$\mathcal{B} = A_f C_{c2} + C_f D_{d2} + C_r [R_{fr} A_{d2} + B_f C_{c2} + D_f D_{d2}] + h_2 S [R_{fr} A_{d2} + B_f C_{c2} + D_f D_{d2}] \quad (12)$$
 avec $C_{c2} = h_1 S + C_r$; $D_{d2} = R_{rf} C_{c2} + 1$ et $A_{d2} = A_f C_{c2} + C_f D_{d2}$.

3.3. Comparaisons et analyse de sensibilités

Une inversion numérique de Laplace par un algorithme de De Hoog [13] permet l'obtention de ces modèles dans l'espace temporel ($T_m^{si,rad}$, $T_c^{si,rad}$ et T_c^{si} pour la face avant ; $T_m^{f,rad}$, $T_c^{f,rad}$ et T_c^f pour la face arrière). La Figure 5 compare les biais de modélisation du ruban ainsi que l'influence de la résistance thermique d'interface ruban/film dans le cas d'une mesure en face avant en milieu opaque (*i.e.* $R_{rad} \rightarrow \infty$). Il apparaît alors préférable d'estimer durant la phase de relaxation du signal, au cours de la descente, afin de limiter ce biais (étudié en section 4.1). La Figure 6 illustre quant à elle l'influence de la semi-transparence du film sur le thermogramme en face avant. Celle-ci ne devient notable sur la phase de relaxation du signal qu'à partir de $R_{rad} < 10^{-6} m^2.K.W^{-1}$ - d'autant plus rapidement que R_{rf} est faible. Son influence augmente toutefois aux temps longs

méthode annexe pour la détermination des deux premiers termes. Enfin, il est possible de réduire le nombre de paramètres en globalisant les termes h_1 et h_2 par un paramètre unique h , et les résistances d'interface R_{rf} et R_{fr} par le terme R_{th} .

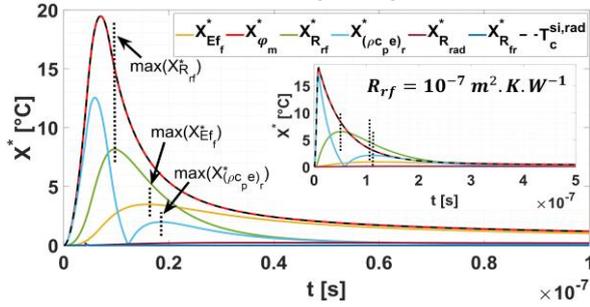


Figure 9 : Sensibilités réduites aux paramètres (Face avant, $T_c^{si,rad}$, $\lambda_f = 170 W.m^{-1}.K^{-1}$, $R_{rf} = 10^{-8} m^2.K.W^{-1}$, $R_{rad} = 10^{-7} m^2.K.W^{-1}$)

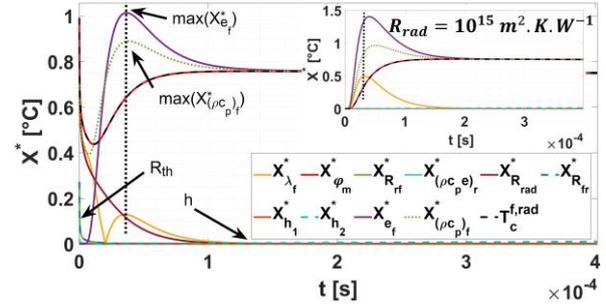


Figure 10 : Sensibilités réduites aux paramètres (Face arrière, $T_c^{f,rad}$, $\lambda_f = 170 W.m^{-1}.K^{-1}$, $R_{th} = R_{rf} = R_{fr} = 10^{-8} m^2.K.W^{-1}$, $R_{rad} = 10^{-6} m^2.K.W^{-1}$)

4. Estimation de paramètres

Les estimations sont réalisées par une méthode des moindres carrés associée à un algorithme de descente de type Levenberg-Marquardt régularisé [10]. L'algorithme minimise la somme des écarts quadratiques entre la tension mesurée expérimentalement V_{exp} et la tension calculée V_{calc} , représentée par la fonction coût suivante :

$$J(\boldsymbol{\beta}) = \sum_{k=k_1}^{k_2} \left(\Delta V_{exp}(t_k) - \Delta V_{calc}(t_k, \boldsymbol{\beta}) \right)^2 \Rightarrow \hat{\boldsymbol{\beta}} = \arg \min_{t \in [t_{ini}; t_{fin}]; \boldsymbol{\beta}} (J(\boldsymbol{\beta})) \quad (13)$$

où $\boldsymbol{\beta}$ est le vecteur paramètre estimé précisé selon les cas traités, comprenant au minimum λ_f et φ_m (voir eq. (4)).

Dans le cas d'une mesure en face avant, les estimations sont réalisées sur la phase de relaxation du signal délimitée par $[t_{ini}; t_{fin}]$ afin de réduire la sensibilité aux biais de modèles (voir section 3.3) ainsi qu'à la forme temporelle de l'excitation laser et aux déformations engendrées par les non-idéalités de la chaîne de mesure en hautes-fréquences [4]. t_{ini} sera alors défini tel que $t_{ini} = t(2/3 \cdot \max(\Delta V_{exp}))$ pour $t \in [t_m; t_{fin}]$ (t_m le temps du maximum du signal) afin de bénéficier du maximum de sensibilité théorique à λ_f (voir section 3.3). Le temps de fin d'étude t_{fin} sera restreint tel que $t_{fin} \leq 2 \mu s$ afin de limiter l'influence de R_{rad} (voir section 3.3) et respecter l'hypothèse de milieu semi-infini. Dans le cas d'une mesure en face arrière, t_{ini} est le premier point de mesure et t_{fin} est fixé pour les simulations à $0.4 ms$ ($\approx \tau_{cd,f}$, voir Table 1).

Dans cette section, le bon fonctionnement de la méthode d'estimation est vérifié sur des données synthétiques générées dans un cadre proche du cas expérimental traité en section 5 (conductivités thermiques cibles de $\lambda_f = 170 W.m^{-1}.K^{-1}$ et $\lambda_f = 100 W.m^{-1}.K^{-1}$ - voir Table 1). Pour cela, les estimations sont réalisées sur signaux bruités (bruit gaussien de moyenne nulle et d'écart-type $\sigma_B = 1\%$ de l'amplitude maximale du signal synthétique), permettant grâce à une méthode de Monte-Carlo d'obtenir les propriétés statistiques des estimations réalisées en tenant compte des performances de l'algorithme d'estimation. Les résultats obtenus sur signaux non bruités, non reportés dans un souci de synthèse, sont compris dans les écarts-types affichés, indiqués en pourcent de la valeur estimée.

4.1. Biais sur la modélisation du ruban et influence des résistances d'interface pour un transfert thermique diffusif

Le biais de modélisation du ruban par un milieu isotherme (modèles $T_c^{si,rad}$ et T_c^{si} pour la face avant ; $T_c^{f,rad}$ et T_c^f pour la face arrière) comparativement à un milieu dont la température

moyenne est considérée (modèles $T_m^{si,rad}$ en face avant et $T_m^{f,rad}$ en face arrière) est étudié dans cette section en tenant compte dans l'estimation des résistances thermiques d'interface. Numériquement, $R_{rad} = 10^{15} m^2.K.W^{-1}$ afin de s'assurer dans un premier temps du fonctionnement de la méthode d'estimation en présence des biais uniquement liés à la diffusion thermique dans l'échantillon ; le biais dû à la semi-transparence est étudié en section 4.2.

4.1.1. Face avant

Modèles: exp. / estim.	$R_{rf,th}$ [$m^2.K.W^{-1}$]	$\lambda_{f,estim}$ [$W.m^{-1}.K^{-1}$]	$\epsilon_{rel,\lambda_{f,estim}}$ [%]	$\sigma_{MC,\lambda_{f,estim}}$ [%]	$R_{rf,estim}$ [$m^2.K.W^{-1}$]	$\epsilon_{rel,R_{rf,estim}}$ [%]	$\sigma_{MC,R_{rf,estim}}$ [%]
$T_m^{si,rad} /$ T_c^{si}	10^{-8}	175.86	3.45	2.62	$1.06 \cdot 10^{-8}$	5.91	1.20
$T_m^{si,rad} /$ T_c^{si}	10^{-7}	170.71	0.42	0.62	$1.01 \cdot 10^{-7}$	0.59	0.32

Table 2 : Estimations de $\beta = (\lambda_f, \varphi_m, R_{rf})$ en face avant ($\lambda_f = 170 W.m^{-1}.K^{-1}$)

Précisons que le bon fonctionnement de l'algorithme a été observé dans le cas où les deux modèles capacitifs T_c^{si} et $T_c^{si,rad}$ sont utilisés entre eux (écart relatif maximal de 0.5 % causé par la présence de bruit – nul autrement) et que des performances similaires de ces deux modèles ont été observées en présence de biais de modèle. Celui-ci apparait de façon plus prégnante dans le cas où $R_{rf} = 10^{-8} m^2.K.W^{-1}$, conformément aux observations réalisées en section 3.3, avec une erreur maximale d'estimation sur la conductivité commise de l'ordre de 6 %. Ces biais sont faibles du fait de réaliser l'estimation sur la phase de relaxation du signal (voir Figure 5). On remarquera également les bonnes performances de l'estimation de la résistance thermique d'interface R_{rf} . Le cas de conductivité cible $\lambda_f = 100 W.m^{-1}.K^{-1}$ a présenté strictement les mêmes performances.

4.1.2. Face arrière

On remplacera ici l'estimation des résistances d'interface par celle du coefficient d'échanges h (voir section 3.3).

Modèles : exp. / estim.	$R_{th,th}$ [$m^2.K.W^{-1}$]	h_{th} [$W.m^{-2}.K^{-1}$]	$\lambda_{f,estim}$ [$W.m^{-1}.K^{-1}$]	$\epsilon_{rel,\lambda_{f,estim}}$ [%]	$\sigma_{MC,\lambda_{f,estim}}$ [%]	h_{estim} [$W.m^{-2}.K^{-1}$]	$\epsilon_{rel,h_{estim}}$ [%]	$\sigma_{MC,h_{estim}}$ [%]
$T_m^{f,rad} /$ T_c^f	10^{-8}	0	169.90	0.06	0.08	0.65	/	$4.20 \cdot 10^4$
		10^4	169.96	0.02	0.08	$9.94 \cdot 10^4$	0.61	0.14
$T_m^{si,rad} /$ T_c^{si}	10^{-7}	0	169.74	0.15	0.08	62.12	/	263.10
		10^4	169.72	0.16	0.08	$1.00 \cdot 10^4$	0.33	2.09

Table 3 : Estimations de $\beta = (\lambda_f, \varphi_m, h)$ en face arrière ($\lambda_f = 170 W.m^{-1}.K^{-1}$)

Précisons ici également que le bon fonctionnement de l'algorithme a été retrouvé lorsque les modèles capacitifs sont utilisés pour l'estimation et la génération du signal expérimental (erreurs sur la conductivité estimée inférieures à 0.2 %), et que des performances similaires des modèles T_c^f et $T_c^{f,rad}$ sont trouvées en présence de biais de modèle. Celles-ci sont du même ordre de grandeur d'erreurs qu'en l'absence de biais de modèle, confirmant l'observation réalisée en Figure 7. De façon analogue, la faible sensibilité aux résistances d'interface observée en section 3.3 est confirmée par les faibles erreurs obtenues en les négligeant lors de l'estimation. Toutefois, leur influence n'est pas négligeable en présence d'un transfert radiatif paroi/paroi (voir sections 3.3 et 4.2.2). Ce constat est partagé pour $\lambda_f = 100 W.m^{-1}.K^{-1}$, avec des ordres de grandeurs strictement similaires.

4.2. Influence des transferts radiatifs paroi/paroi au sein de l'échantillon

Le biais dû à la non prise en compte du caractère semi-transparent du film (modèles T_c^{si} et T_c^f) ainsi que le comportement de la méthode inverse lors de l'estimation de R_{rad} (modèles $T_c^{si,rad}$ et

$T_c^{f,rad}$) sont investigués dans cette section en présence du biais de modèle (conductif) thermique des rubans précédemment mis en évidence.

4.2.1. Face avant

L'estimation de R_{rad} à l'aide d'un modèle conducto-radiatif apparait nécessaire dès lors que $R_{rad} = 10^{-7} m^2.K.W^{-1}$ ou $R_{rf} = 10^{-7} m^2.K.W^{-1}$ (erreurs relatives sur la conductivité estimée pouvant excéder 100 % en cas d'utilisation d'un modèle d'estimation purement conductif – cas grisés) et permet globalement de bonnes estimations de la conductivité : le cas où $R_{rad} = R_{rf} = 10^{-7} m^2.K.W^{-1}$ voit toutefois un écart-type important sur la valeur estimée de λ_f pouvant amener à dépasser 15 % d'erreur et devra être considéré avec prudence. Notons également l'amélioration des estimations de la résistance R_{rf} avec l'estimation de R_{rad} .

Modèle s : exp. / estim.	$R_{rad,th}$	$R_{rf,th}$	$\lambda_{f,estim}$ [$W.m^{-1}.K^{-1}$]	$\epsilon_{rel,\lambda_{f,estim}}$ [%]	$\sigma_{MC,\lambda_{f,estim}}$ [%]	$R_{rf,estim}$ [$m^2.K.W^{-1}$]	$\epsilon_{rel,R_{rf,estim}}$ [%]	$\sigma_{MC,R_{rf,estim}}$ [%]	$R_{rad,estim}$ [$m^2.K.W^{-1}$]	$\epsilon_{rel,R_{rad,estim}}$ [%]	$\sigma_{MC,R_{rad,estim}}$ [%]
	[$m^2.K.W^{-1}$]	[$m^2.K.W^{-1}$]									
$T_m^{si,rad} / T_c^{si}$	10 ⁻⁶	10 ⁻⁸	171.66	0.98	2.74	1.14 · 10 ⁻⁸	14.46	1.25			
		10 ⁻⁷	189.72	11.60	0.63	1.02 · 10 ⁻⁷	1.87	0.31			
$T_m^{si,rad} / T_c^{si,rad}$	10 ⁻⁶	10 ⁻⁸	174.60	2.71	2.75	1.06 · 10 ⁻⁸	6.29	1.60	9.92 · 10 ⁻⁷	0.85	11.49
		10 ⁻⁷	170.58	0.34	3.82	1.01 · 10 ⁻⁷	0.57	0.59	1.15 · 10 ⁻⁶	14.90	63.83
$T_m^{si,rad} / T_c^{si}$	10 ⁻⁷	10 ⁻⁸	201.10	18.29	2.19	1.51 · 10 ⁻⁸	51.41	1.15			
		10 ⁻⁷	345.79	103.41	0.69	1.06 · 10 ⁻⁷	6.33	0.29			
$T_m^{si,rad} / T_c^{si,rad}$	10 ⁻⁷	10 ⁻⁸	175.06	2.98	2.79	1.06 · 10 ⁻⁸	5.68	2.57	9.71 · 10 ⁻⁸	2.88	9.42
		10 ⁻⁷	176.22	3.66	11.26	1.01 · 10 ⁻⁷	0.90	0.77	1.08 · 10 ⁻⁷	7.67	21.02

Table 4 : Estimations de $\beta = (\lambda_f, \varphi_m, R_{rf}, R_{rad})$ (sauf cas grisés) en face avant ($\lambda_f = 170 W.m^{-1}.K^{-1}$)

Modèle s : exp. / estim.	$R_{rad,th}$	$R_{rf,th}$	$\lambda_{f,estim}$ [$W.m^{-1}.K^{-1}$]	$\epsilon_{rel,\lambda_{f,estim}}$ [%]	$\sigma_{MC,\lambda_{f,estim}}$ [%]	$R_{rf,estim}$ [$m^2.K.W^{-1}$]	$\epsilon_{rel,R_{rf,estim}}$ [%]	$\sigma_{MC,R_{rf,estim}}$ [%]	$R_{rad,estim}$ [$m^2.K.W^{-1}$]	$\epsilon_{rel,R_{rad,estim}}$ [%]	$\sigma_{MC,R_{rad,estim}}$ [%]
	[$m^2.K.W^{-1}$]	[$m^2.K.W^{-1}$]									
$T_m^{si,rad} / T_c^{si}$	10 ⁻⁶	10 ⁻⁸	95.47	4.53	2.83	1.23 · 10 ⁻⁸	22.56	1.54			
		10 ⁻⁷	114.59	14.59	0.48	1.03 · 10 ⁻⁷	2.86	0.34			
$T_m^{si,rad} / T_c^{si,rad}$	10 ⁻⁶	10 ⁻⁸	102.74	2.74	2.84	1.06 · 10 ⁻⁸	6.25	2.16	9.95 · 10 ⁻⁷	10.11	10.15
		10 ⁻⁷	100.37	0.37	2.64	1.01 · 10 ⁻⁷	0.63	0.56	1.04 · 10 ⁻⁶	3.51	19.52
$T_m^{si,rad} / T_c^{si}$	10 ⁻⁷	10 ⁻⁸	115.01	15.01	2.42	1.79 · 10 ⁻⁸	78.66	1.36			
		10 ⁻⁷	226.53	126.53	0.64	1.09 · 10 ⁻⁷	8.52	0.30			
$T_m^{si,rad} / T_c^{si,rad}$	10 ⁻⁷	10 ⁻⁸	102.62	2.62	2.98	1.07 · 10 ⁻⁸	6.54	3.02	9.99 · 10 ⁻⁸	0.07	10.71
		10 ⁻⁷	110.29	10.29	12.23	1.01 · 10 ⁻⁷	1.18	0.95	1.21 · 10 ⁻⁷	21.30	23.88

Table 5 : Estimations de $\beta = (\lambda_f, \varphi_m, R_{rf}, R_{rad})$ (sauf cas grisés) en face avant ($\lambda_f = 100 W.m^{-1}.K^{-1}$)

4.2.2. Face arrière

Les estimations sont réalisées en tenant compte dans l'estimation des pertes ($h_{th} = 10^4 W.m^{-2}.K^{-1}$) ainsi que de l'influence des résistances thermiques d'interface (voir section 3.3). L'algorithme d'estimation n'a pu converger s'il ne tenait pas compte dans la procédure d'estimation de R_{rad} ; seuls les résultats ayant convergés sont donc présentés ici. Il apparait ainsi ici nécessaire de prendre en compte l'influence des transferts radiatifs au sein de l'échantillon pour la face arrière. L'erreur d'estimation maximale commise sur la conductivité est alors de l'ordre de 6 % pour les deux conductivités cibles (performances similaires obtenues).

Modèles : exp. / estim	$R_{rad,t}$ $R_{th,t}$		$\lambda_{f,estim}$ [$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$]	$\epsilon_{rel,\lambda_{f,es}}$ [%]	$\sigma_{MC,\lambda_{f,es}}$ [%]	$R_{th,estim}$ [$m^2 \cdot K \cdot W^{-1}$]	$\epsilon_{rel,R_{th,e}}$ [%]	$\sigma_{MC,R_{th,e}}$ [%]	$R_{rad,estim}$ [$m^2 \cdot K \cdot W^{-1}$]	$\epsilon_{rel,R_{rad,e}}$ [%]	$\sigma_{MC,R_{rad,e}}$ [%]	h_{estim} [$W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$]	$\epsilon_{rel,h_{est}}$ [%]	$\sigma_{MC,h_{es}}$ [%]
	[$m^2 \cdot K \cdot W^{-1}$]	[$m^2 \cdot K \cdot W^{-1}$]												
$T_m^{f,rad} / T_c^{f,rad}$	10^{-6}	10^{-8}	170.03	0.02	0.19	$1.00 \cdot 10^{-8}$	0.43	1.60	$1.00 \cdot 10^{-6}$	0.03	0.31	$9.95 \cdot 10^3$	0.52	2.19
		10^{-7}	170.32	0.19	2.87	$1.00 \cdot 10^{-7}$	0.29	1.77	$9.98 \cdot 10^{-7}$	0.20	3.56	$8.55 \cdot 10^3$	14.53	49.47
$T_m^{f,rad} / T_c^{f,rad}$	10^{-7}	10^{-8}	169.77	0.14	1.76	$1.01 \cdot 10^{-8}$	1.26 1.19	7.22	$1.01 \cdot 10^{-7}$	0.68	4.91	$9.97 \cdot 10^3$	0.29	13.84
		10^{-7}	170.10	0.06	6.13	$1.00 \cdot 10^{-7}$	0.40	2.47	$9.65 \cdot 10^{-8}$	3.46	31.61	$1.14 \cdot 10^4$	14.09	116.67

Table 6 : Estimations de $\beta = (\lambda_f, \varphi_m, R_{th}, R_{rad}, h)$ face arrière ($\lambda_f = 170 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$, $h_{th} = 10^4 W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$)

5. Premiers résultats expérimentaux sur échantillon d'AIN

Des premiers essais expérimentaux sont conduits avec le banc présenté en section 2 sur un échantillon d'AIN ($e_f = 0.125 \text{ mm}$) sur lequel deux électrodes d'aluminium ont été déposées en face avant et arrière ($e_{r,i} = 200 \text{ nm}$) par évaporation effet Joule (voir Figure 2). Les signaux estimés à partir des mesures expérimentales sont affichés en Figure 11 pour la face avant et en Figure 12 pour la face arrière. La Table 7 présente en détail les résultats d'estimation obtenus. Précisons que ces deux expérimentations ont été conduites successivement, pour deux apports d'énergie différents du laser (l'obtention d'un signal significatif en face arrière requiert un apport d'énergie en face avant provoquant un échauffement local trop élevé pour une mesure).

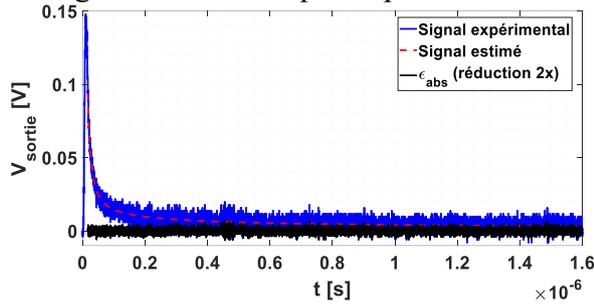


Figure 11 : Signal exp. face avant, estimé sur $[t_{ini}; t_{fin}]$ (estim. par T_c^{si}). $Q_{laser} = 35 \text{ mJ}$

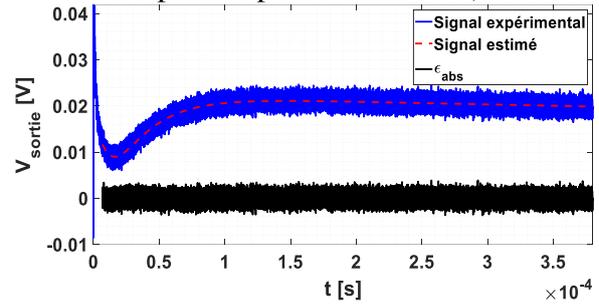


Figure 12 : Signal exp. face arrière, estimé sur $[t_{ini}; t_{fin}]$ (estim. par $T_c^{f,rad}$). $Q_{laser} = 750 \text{ mJ}$

	Modèle estim.	t_{ini} [s]	t_{fin} [s]	$\lambda_{f,estim}$ [$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$]	[$m^2 \cdot K \cdot W^{-1}$]	$R_{rad,estim}$ [$m^2 \cdot K \cdot W^{-1}$]	h_{estim} [$W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$]	\bar{m}_{res} [V]	σ_{res} [V]
Avant	T_c^{si}	$1.7 \cdot 10^{-8}$	$1.6 \cdot 10^{-6}$	147.07	$R_{rf,estim}$	$8.70 \cdot 10^{-4}$		$1.02 \cdot 10^{-5}$	$1.23 \cdot 10^{-5}$
					$1.55 \cdot 10^{-8}$				
	$T_c^{si,rad}$			144.18	$1.58 \cdot 10^{-8}$			$6.62 \cdot 10^{-5}$	$1.23 \cdot 10^{-5}$
Ar.	$T_c^{f,rad}$	$7.5 \cdot 10^{-6}$	$3.8 \cdot 10^{-4}$	146.97	$R_{th,estim}$	$5.11 \cdot 10^{-6}$	$5.19 \cdot 10^4$	$6.74 \cdot 10^{-7}$	$7.10 \cdot 10^{-7}$

Table 7 : Estimations sur signaux exp., avec $\bar{m} = \frac{1}{nt} \sum (\Delta V_{sortie,exp} - \Delta V_{calc})$ [V] et $\sigma = \sqrt{Var(\bar{m})}$ [V] respectivement les valeurs moyennes et les écarts-types des résidus sur la plage d'estimation $[t_{ini}; t_{fin}]$.

Les valeurs de conductivité obtenues sont peu différentes avec un écart relatif inférieur à 2 % entre les mesures en face avant et celle en face arrière, permettant ainsi de les corroborer entre elles. Notons également le faible écart ($\sim 2.1 \%$) entre les valeurs obtenues en face avant avec ou sans considération de la semi-transparence du film (faible influence de cette dernière lors d'une faible élévation de température - voir Figure 6). Rappelons toutefois que ces conductivités ont été déterminées en utilisant les valeurs bulk de $(\rho c_p)_r$ et $(\rho c_p)_f$ (voir Table 1). Des mesures complémentaires sont donc nécessaires afin de réduire les incertitudes sur les paramètres supposés

connus (e_f , $(\rho c_p)_r$, $(\rho c_p)_f$) et permettre l'obtention d'une valeur de conductivité fiable ; les applications réalisées ici ne visant qu'à fournir une première preuve de concept de la méthode.

6. Conclusion

Ce papier propose une preuve de concept d'une méthode de caractérisation opto-électrothermique applicable aux matériaux minces bons conducteurs de chaleur. Des premières mesures expérimentales ont été réalisées en faces avant et arrière d'un échantillon mince d'AlN présentant des propriétés de semi-transparence et ont permis l'obtention de valeurs de conductivité corroborantes ($\epsilon_{rel} \approx 2\%$). Ces estimations ont montré que le transfert radiatif au sein du film était négligeable dans ce cas expérimental pour la face avant (faible échauffement requis pour l'obtention d'un signal expérimental exploitable en face avant). Il peut néanmoins être pris en compte par le modèle développé dans ce papier, adapté à la modélisation d'un transfert conductif en milieu semi-infini. En revanche, il a été montré numériquement que la face avant est plus sensible que la face arrière aux biais de modélisation de l'électrode de mesure par un milieu isotherme (modèles capacitifs en conduction, 6 % d'erreur maximale sur l'estimation de la conductivité contre 0.2 % en face arrière), et ce malgré la réalisation de l'estimation sur un intervalle de temps préférentiel. L'emploi d'un critère d'estimation pourrait ainsi bénéficier à l'estimation [3]. Par ailleurs, des travaux précédents [4] (non appliqués ici) ont pu montrer que la face avant était impactée par la dégradation des performances de la chaîne de mesure (qui doit donc être correctement dimensionnée) du fait de son spectre fréquentiel élevé. L'exploitation de la mesure en face arrière, de dynamique fréquentielle plus lente, a cependant nécessité la mise en place de modèles tenant compte de la semi-transparence du film en raison de l'échauffement plus important requis en face avant pour obtenir un signal exploitable. Ce modèle fait toutefois intervenir davantage de paramètres, dont certains doivent être déterminés par des méthodes annexes pour l'obtention d'une valeur de conductivité fiable.

Références

- [1] W. J. Parker, *et al.*, « Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity », *J. Appl. Phys.*, 1961.
- [2] S. Orain, *et al.*, « Use of genetic algorithms for the simultaneous estimation of thin films thermal conductivity and contact resistances », *Int. J. Heat Mass Transf.*, 2001.
- [3] C. Rodiet, *et al.*, « Caractérisation thermique de couches minces par technique électrothermique : Validation numérique », *SFT*, 2016.
- [4] S. Peillon et C. Rodiet, « Caractérisation thermique de couches minces par une méthode opto-électrothermique : étude de l'influence des biais et des non-idéalités expérimentales. », *SFT.*, 2020.
- [5] D. G. Cahill, « Thermal conductivity measurement from 30 to 750 K: the 3ω method », *Rev. Sci. Instrum.*, 1990.
- [6] A. J. Schmidt, *et al.*, « Characterization of thin metal films via frequency-domain thermoreflectance », *J. Appl. Phys.*, 2010.
- [7] J. Castellon, *et al.*, « Review of space charge measurements in high voltage DC extruded cables by the thermal step method », *IEEE*, 2017.
- [8] A. I. Oliva et J. M. Lugo, « The physical properties of nanomaterials: A challenge in materials science », 12th ICEECSAC (CCE), 2015.
- [9] D. Maillat, *Thermal quadrupoles: solving the heat equation through integral transforms*, 2000.
- [10] P. E. Gill et W. Murray, « Algorithms for the Solution of the Nonlinear Least-Squares Problem », *SIAM*, 1978.
- [11] M. Rammal *et al.*, « High Thermal Conductivity Thin Film for Heat Spreading Enhancement in Microelectronic Measured Using Short Pulsed Photothermal Technique », *International Heat Transfer Conference 16*, 2018.
- [12] A. Degiovanni, *et al.*, « Transient radiation-conductive heat transfer problems: “The quadrupole method” », *J. Therm. Sci.*, 2002.
- [13] F. R. de Hoog, *et al.*, « An Improved Method for Numerical Inversion of Laplace Transforms », *SIAM*, 1982.