

Micro-transfert d'énergie dans un solide mince : effet de la résistance thermique de contact

Larbi BEDRA*, Nadjib SEMMAR, Anne-Lise THOMANN, Rémi DUSSART, Jacky MATHIAS, Yves TESSIER

GREMI-UMR 6606-CNRS-University of Orleans, 14 rue d'Issoudun, BP 6744, F-45067, Orleans, France

*(auteur correspondant : nadjib.semmar@univ-orleans.fr)

Résumé - Cet article porte sur l'étude de l'énergie transférée par un corps noir vers la surface d'un solide mince fixé sur une microsonde de flux. Après une opération d'étalonnage à blanc, la mesure de densité de flux de faible intensité (100 mW/cm^2) via deux échantillons minces (Si et Cu de 0.5 mm d'épaisseur) a été réalisée. Une simulation 3D de la conduction dans l'échantillon est alors développée à l'aide de COMSOL Multiphysics® pour obtenir les champs de flux de température sur l'ensemble du solide. L'étude porte principalement sur l'effet de la résistance de contact R_{ctc} qui apparaît à l'interface échantillon/fluxmètre. Son influence sur le temps d'accession à l'équilibre thermique et sur l'intensité de flux de chaleur détecté par la microsonde de flux est mise en évidence et comparée à l'expérience.

1. Introduction

L'échange d'énergie entre une surface solide et des particules réactives est d'une importance capitale dans la plupart des procédés plasma (gravure, croissance de couches minces, pulvérisation...). Bien que les concepts de base soient largement détaillés dans la littérature, l'efficacité réelle des transferts d'énergie est encore mal connue [1-3]. Or, pour un contrôle optimal des procédés plasmas, il est important d'évaluer la nature et la quantité d'énergie déposée sur les surfaces à traiter.

Nous développons un diagnostic pour une mesure directe du flux d'énergie à la surface de solides exposés à des plasmas RF. Pour ce faire, on propose une procédure d'étalonnage d'un fluxmètre commercial (HFM) selon le protocole NIST [4], dans une gamme de pressions ($3 \cdot 10^{-5}$ - 10^{-1} Pa) respectant les conditions de traitements sous plasmas. La source de chaleur radiative est un corps noir (CN) fabriqué dans notre laboratoire. La tension mesurée par le HFM est une des données utilisées pour tracer la courbe d'étalonnage. Le flux radiatif atteignant la surface du fluxmètre, calculé avec la loi de Stefan à partir de la température fixe du HFM (thermostat à 278 K) et celle mesurée du CN [5], est l'autre coordonnée de la droite d'étalonnage. Une procédure analogue est utilisée lorsqu'un échantillon de 0.5 mm est positionné sur la surface active de la microsonde de flux (HFM). Dans le cas d'échantillons de Si et Cu, la détermination des flux pour différentes conditions thermiques, est réalisée avec l'hypothèse que la température de leur surface est aussi à 278 K . Cependant, il est probable que la surface de ces échantillons, exposée au rayonnement du CN, ne soit pas rigoureusement celle du HFM refroidi, malgré leur faible épaisseur (0.5 mm) et leur grande conductivité. Par la suite, on propose une représentation réaliste de l'échantillon à l'aide de COMSOL multiphysics utilisé en mode *conduction thermique en régime transitoire*. Ainsi, on accède à la température et aux densités de flux de chaleur en tout point du substrat. Par ailleurs, cette simulation nous permet d'étudier les effets de la résistance thermique de contact à l'interface échantillon/HFM [6].

2. Montage expérimental

Dans la figure 1, on montre un schéma simplifié de l'appareillage expérimental [7] avec le réacteur à vide dont la pression varie de $3 \cdot 10^{-5}$ to 10^{-1} Pa. Le corps noir (CN) est constitué de trois cylindres creux de cuivre coaxiaux avec des surfaces internes peintes en noir. Le rapport élevé longueur/rayon (~ 20) du cylindre est choisi de telle sorte que les coefficients radiatifs, émissivité et absorptivité, soient proches de 1 [8]. Le fluxmètre Vattel® (HFM) dont la surface active est aussi peinte en noir, est positionné très près du corps noir (≤ 1 mm). Une telle configuration du dispositif expérimental nous permet d'être en accord avec le protocole de calibration NIST [4]. La température du corps noir (T_{CN}) peut varier entre 293 K et 523 K selon la tension de consigne appliquée à la source de courant continu. Par ailleurs, l'homogénéité de la température du CN est vérifiée sur toute sa longueur grâce à deux thermocouples placés à ses extrémités. ($\Delta T < 1$ K pour T_{CN} à 523 K).

Sur la figure 1, il apparaît aussi une description du porte échantillon avec le capuchon de serrage (Polysulfone SU®). Ce dernier permet de maintenir l'échantillon solide plaqué en position verticale contre la microsonde de flux de chaleur (HFM) tout en laissant passer le rayonnement issu du corps noir à travers un orifice de 13 mm de diamètre. La sonde de flux de chaleur est une thermopile constituée de 1600 thermocouples/cm². Un système de refroidissement maintient celle-ci à une température fixe de 278 K afin d'empêcher sa saturation thermique. Le signal électrique de la sonde (HFM), de faible intensité, est mesuré grâce à un nanovoltmètre de haute résolution (1 nV) : Keithley® 2182 [7].

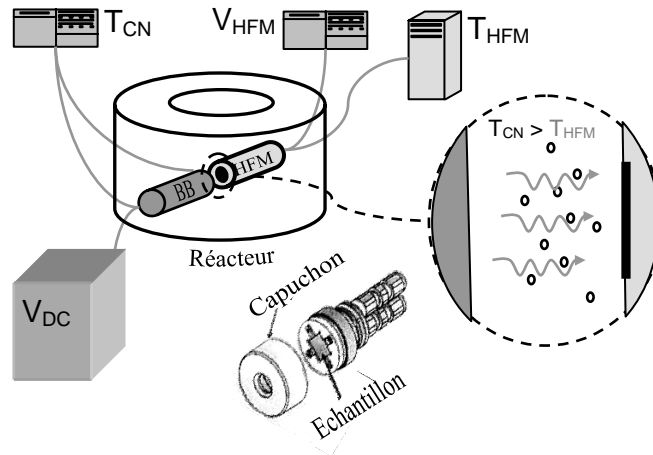


Figure 1: Montage expérimental : réacteur, porte échantillon et zone active.

3. Résultats expérimentaux

La procédure d'étalonnage consiste à vérifier l'équilibre thermique du corps noir par paliers de températures (tensions de consignes) et à évaluer les densités de flux radiatives atteignant la surface du HFM, via la loi de Stefan [5]:

$$\varphi_{CN/HFM} = \sigma \cdot (a_{HFM} \cdot \varepsilon_{CN} \cdot T_{CN}^4 - a_{CN} \cdot \varepsilon_{HFM} \cdot T_{HFM}^4) \quad (1)$$

La tension du HFM correspondante est relevée sur le nanovoltmètre pendant l'évolution de la température du corps noir. Sans échantillon plaqué contre lui, les coefficients d'absorption et d'émission du HFM sont égaux à 1 car sa surface est recouverte de peinture noire [9]. Cependant, ces paramètres doivent être ajustés dans la formule (1) quand un échantillon est fixé sur la sonde de flux. Etant donné la configuration géométrique du montage de calibration (figure1), le facteur de forme du système CN-HFM est maximum ($F=1$). La densité de flux

radiative nette échangée entre le corps noir et les surfaces exposées est finalement déduite de l'expression suivante :

$$\varphi_{CN/éch} = \sigma \cdot \varepsilon_S \cdot (T_{CN}^4 - T_S^4) \quad (2)$$

où ε_S et σ sont respectivement l'émissivité de l'échantillon et la constante de Stefan-Boltzmann.

Les échantillons sont des plaques de cuivre ou de silicium (001) de $15 \times 15 \text{ mm}^2$ de surface et 0.5 mm d'épaisseur. Leurs propriétés thermo-physiques, basées sur les valeurs moyennes extraites de la littérature [5], sont regroupées dans le tableau 1.

	Masse volumique $\rho \text{ (kg.m}^{-3}\text{)}$	Emissivité ε	Conductivité thermique $\lambda \text{ (W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}\text{)}$	Capacité thermique $C_v \text{ (J.Kg}^{-1}\text{.K}^{-1}\text{)}$
Cuivre	8960	0.1	385	385
Silicium	2330	0.65	120	740

Tableau 1: Valeurs moyennes des propriétés thermo-physiques de Cu et Si

Le signal de sortie du HFM est tracé en fonction du temps dans la figure 2. Les températures du corps noir (T_{CN}) dans la légende correspondent aux états d'équilibres thermiques. On remarque que la tension affichée par le HFM, i.e. la densité de flux de chaleur incidente, varie non seulement en fonction de la température du CN mais suivant aussi la présence ou non et la nature de l'échantillon. Concernant la présence ou non de l'échantillon, la différence de flux s'explique par l'écart des surfaces de collecte de densité de flux de chaleur. En effet, l'aire de la microsonde est de 28.3 mm^2 , alors que l'échantillon est irradié sur 133 mm^2 (aire de l'orifice du bouchon de serrage). Quant à la différence des courbes pour Si et Cu, elle correspond au ratio des émissivités de chacun des matériaux.

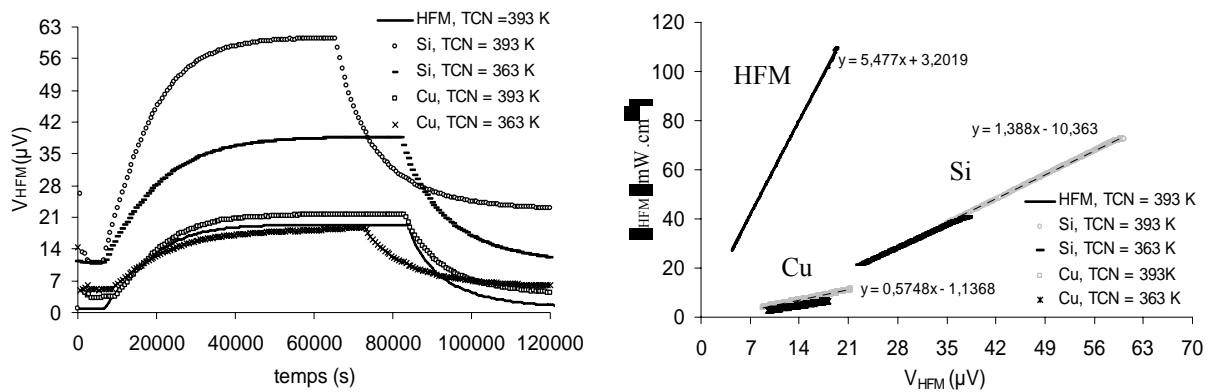


Figure 2 : Mesures expérimentales de densités de flux de chaleur (V_{HFM}) et courbes d'étalonnage en fonction de la température du corps noir (T_{CN}) à basses pressions ($\sim 10^{-5} \text{ Pa}$)

Les courbes d'étalonnage, obtenues suivant le protocole NIST, sont représentées sur le graphique de droite de la figure 2. Leurs équations sont précisées et permettent de remonter à la densité φ_{HFM} de flux de chaleur atteignant la microsonde, même au travers d'un échantillon. Cependant, la température de surface de l'échantillon intervenant dans les calculs (équation 2) est supposée être la même que celle du HFM (278 K) en première approximation. Or cette dernière hypothèse n'étant pas démontrée, le champ de températures des échantillons est déterminé à partir de la résolution de l'équation de la chaleur en régime instationnaire pour affiner les résultats sur les densités de flux. Notons que ces densités de flux étant de faible







niveau, induisent des différences de températures de l'ordre du mK entre la face avant et la face arrière des échantillons.

4. Modélisation 3D

Notre système thermique est simulé à l'aide du logiciel COMSOL Multiphysics. La résistance de contact n'étant pas proposée par la bibliothèque du logiciel, celle-ci est introduite sous forme de condition aux limites de type Newton. Dès lors, on peut établir la relation suivante entre le coefficient d'échange convectif (h) et la résistance de contact (R_{ctc}).

$$h = \frac{1}{R_{ctc}} \quad (5)$$

L'ensemble des conditions aux limites est résumé dans le tableau 2 pour une géométrie de l'échantillon réduite à une portion de 1/8 afin d'affiner le maillage sans augmenter le temps de calcul. Au contact de l'échantillon, la température du gaz raréfié devient voisine de celle du solide mais d'un autre côté, le gaz est également chauffé par le corps noir, donc la température du gaz est volontairement estimée à 2K ou 3K au dessus de celle du solide. Pour les mêmes raisons, le bouchon de serrage est aussi supposé être à 2 K au-dessus de la température de la surface de l'échantillon.

Surfaces	Densité de flux de chaleur	Paramètres
	Gaz raréfié $\varphi = h \cdot ((T + 2) - T)$	$h = 3 \cdot \beta \cdot \sqrt{\frac{k_B \cdot P_{gaz}}{2 \cdot \pi \cdot m_{gaz} \cdot T}} \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1} *$
	Bain thermique $\varphi = \frac{1}{R_{ctc}} \cdot (T_{HFM} - T)$	$T_{HFM} = 278 \text{ K} ; R_{ctc} = 10^0, 10^{-1} \dots 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$
	Aire exposée au CN $\varphi = h \cdot ((T + 3) - T) + \varepsilon \cdot \sigma \cdot (T_{BB}^4 - T^4)$	$T_{CN} = 373.15 \text{ K}$
	Bouchon de serrage $\varphi = \frac{\lambda_{bou}}{e_{bou}} \cdot ((T + 2) - T)$	$\lambda_{bou} = 0.25 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} ; e_{bou} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ mm}$
	Surfaces isolées thermiquement $\varphi = 0$	Conditions aux limites ou axes de symétrie 

* Référence [10]

Table 2: Conditions aux limites utilisées dans la simulation 3D

La figure 3 fait apparaître un effet négligeable de la résistance thermique de contact R_{ctc} sur l'écart de température $\Delta T_{éch}$ entre les faces avant (exposée au CN) et arrière (en contact avec le HFM) des échantillons. Cependant, dans le cas du silicium $\Delta T_{éch}$ est dix fois supérieure à celle du cuivre, meilleur conducteur. Par contre, on peut constater les effets de la résistance de contact sur le délai d'accès au régime stationnaire : plus la résistance est faible, plus vite on atteint l'état d'équilibre. Remarquons aussi que le temps exprimé dans ce graphique n'est pas comparable à celui de la figure 2 qui dépend de l'inertie du CN. En effet, dans les simulations nous considérons que le corps noir est en régime stationnaire à 373 K. Par conséquent, l'évolution temporelle de la température de l'échantillon dépend uniquement du temps de réponse du système (HFM - R_{ctc} - échantillon) contrairement à l'expérience.

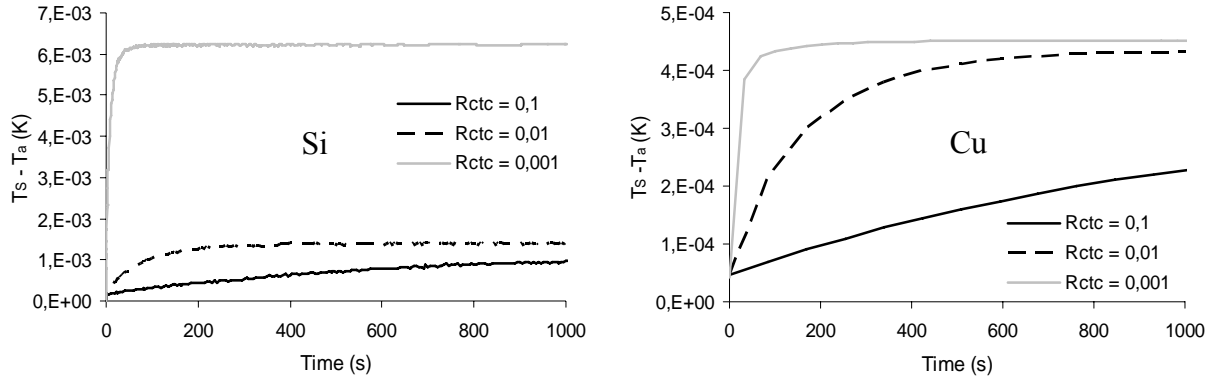


Figure 3: Simulation des différences moyennes de température entre les faces avant et arrière dans Si (gauche) et Cu (droite) pour plusieurs R_{ctc} (0,1 à 0,001 $K.W^1.m^2$)

Les températures (T_a) à l'arrière de l'échantillon, tracées dans la figure 4, dépendent fortement de R_{ctc} . On peut ainsi remarquer que la température de l'échantillon peut être relativement différente de celle de la microsonde de flux de chaleur (thermostat à 278 K), même lorsque la résistance de contact thermique est faible.

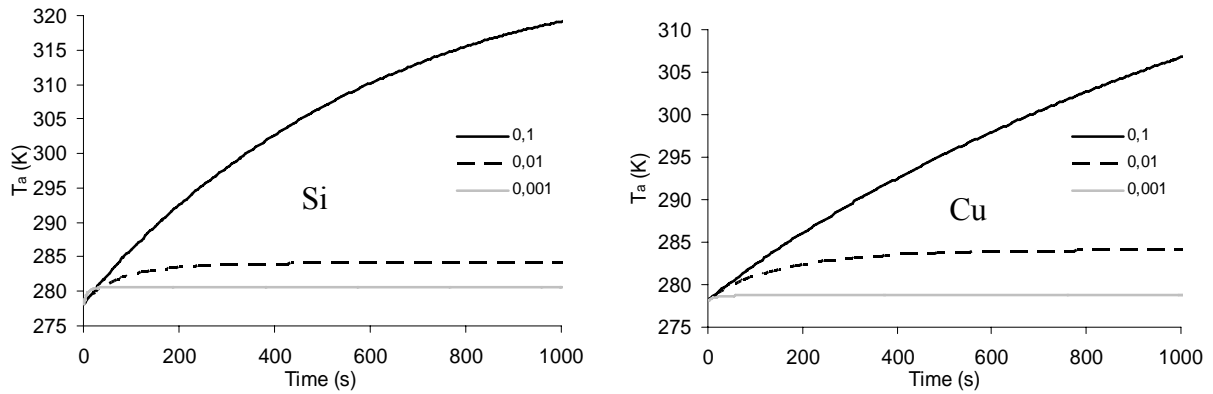


Figure 4: Simulation de l'évolution temporelle de la température T_a pour plusieurs valeurs de R_{ctc} (0.1 à 0.001 $K.W^1.m^2$).

Echantillons	T_{CN} (K)	Expériences	Simulations 3D pour $T_{CN} = 373$ K			
			R_{ctc} ($m^2.K.W^{-1}$) =	10^{-1}	10^{-2}	10^{-5}
Cuivre	363 K	12.5 mW		13 mW	17 mW	17.5 mW
	393 K	16 mW				
Silicium	363 K	53 mW		21 mW	63 mW	74 mW
	393 K	92 mW				

Table 3: Flux de chaleur mesurés et simulés à l'équilibre thermique, sur la microsonde en présence d'un échantillon.

Le tableau 3 fait la synthèse des flux de chaleur déterminés par les mesures expérimentales et ceux entièrement simulés dans des conditions similaires avec COMSOL Multiphysics. On peut remarquer que les deux méthodes conduisent à des résultats semblables, ce qui prouve par ailleurs que la résistance de contact thermique se situe dans le cas de notre dispositif expérimental entre 10^{-3} et $10^{-1} m^2.K.W^{-1}$. Ces résultats sont par ailleurs

en bon accord avec les valeurs de résistances thermiques fournies dans la littérature dans le cas de contacts entre solides [5].

5. Conclusion

Cet article décrit la phase de développement d'un diagnostic de micro-transfert d'énergie, dont l'aboutissement permettra l'étude de ces transferts vers des subsrats minces dans un plasma RF. Les expériences ont montré la bonne sensibilité du microfluxmètre. On a aussi pu remarquer l'impact de l'émissivité sur la quantité de flux traversant des échantillons de nature différente. Pour déterminer les quantités de flux thermiques traversant le HFM, des droites d'étalonnage du fluxmètre sont déterminées sous vide, en présence ou non d'un échantillon. Lorsqu'un substrat est plaqué contre le fluxmètre il apparaît une résistance thermique de contact entre les deux qui devient un paramètre influant sur la distribution du flux thermique sur l'ensemble du système. Nous avons par conséquent entrepris l'étude de l'effet des résistances de contact afin de conforter la mise au point de notre dispositif de mesure. Pour ce faire, nous avons réalisé une modélisation 3D des champs thermiques sur un échantillon à l'aide du logiciel COMSOL. Les résultats numériques montrent une faible différence de température ($\leq 6,5 \cdot 10^{-3}$ K) entre les faces avant et arrière de chaque échantillon mais avec un saut de température important à l'interface du HFM. Une comparaison avec les mesures expérimentales des flux de chaleur démontre que la valeur de R_{ctc} est, quelque soit l'échantillon, comprise dans l'intervalle 10^{-3} - 10^{-1} $m^2 \cdot K \cdot W^{-1}$.

L'étalonnage du fluxmètre ayant été achevé avec succès, l'étape à venir consistera à minimiser sans la calculer, à l'aide d'un fluide caloporteur par exemple, la valeur de la résistance de contact en raison de son intensité difficilement reproductible. Une étude de sensibilité aux paramètres thermophysiques (essentiellement émissivité et conductivité thermique) sur les transferts de flux est également envisagée. Une analyse sera finalement appliquée à des mesures de flux de chaleur atteignant des échantillons directement exposés aux plasmas RF.

Références

- [1] Rapakoulias D.E., Gerassimou D. E., Simulation of energy transfer from a glow discharge to a solid surface, *Journal of Applied Physics*, 62 (2), 402-408 (1987).
- [2] Yeh F.B., Wei P.S., Plasma energy transport to an electrically biased surface, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 47, 4019-4029 (2004).
- [3] Coufal H., Winters Harold F., Bay H. L., Energy transfer from noble gas ions to surfaces: Collisions with carbon, silicon, copper, silver, and gold in the range 100-4000 eV, *Physical Review B*, 44 (10), 4747-4758 (1991).
- [4] Pittsa W. M., Murthyb A. V., Risc J. L., Filtzd J.-R., Nygarde K., Smith D., Wetterlundg I., Round robin study of total heat flux gauge calibration at fire laboratories, *Fire Safety Journal* 41 459–475 (2006).
- [5] Incropera F. P., D. P. DeWitt, *Introduction to Heat Transfer*, 4th ed, Wiley,(2002).
- [6] Zhang X., Cong P.Z. and Fujii M., A Study on Thermal Contact Resistance at the Interface of Two Solids, *International Journal of Thermophysics*, 27,3, , 880-895, (2006).
- [7] Thomann A. L., Semmar N., Dussart R., Mathias J., Diagnostic system for plasma/surface energy transfer characterization, *Review of Scientific Instruments*, 77 , 1-5 (2006).
- [8] Chandos R.J. and Chandos R.E., *Appl.Opt.*, 13,2142, (1974).
- [9] Persky M. J., Review of black surfaces for space-borne infrared systems, *Review of Scientific Instruments*, 70 (5), 2193-2217 (1999).
- [10] Devienne F. M., *Advances in Heat Transfer*, Low Density Heat Transfer, 272-352(1965).