

# Mesures des propriétés thermiques d'assemblages en couches minces à haute température

Jean-Luc Battaglia

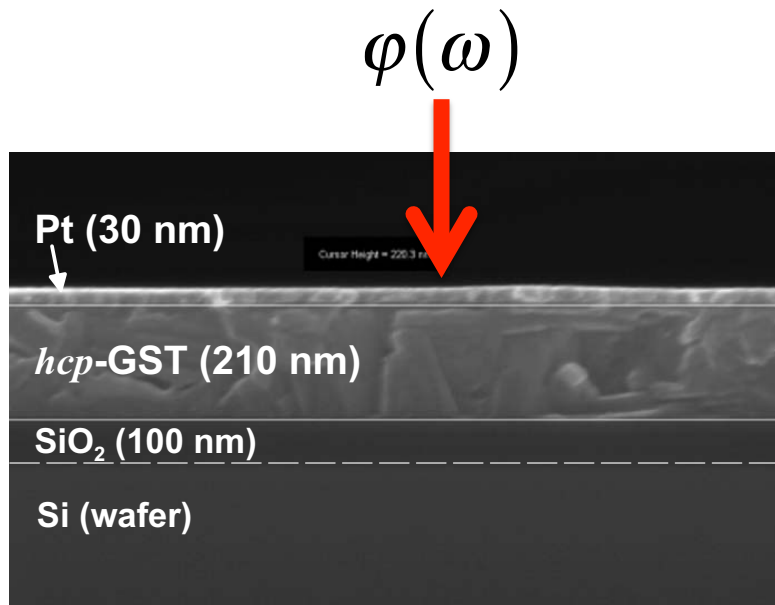
13/02/2014

# Quelques illustrations sur des travaux récents

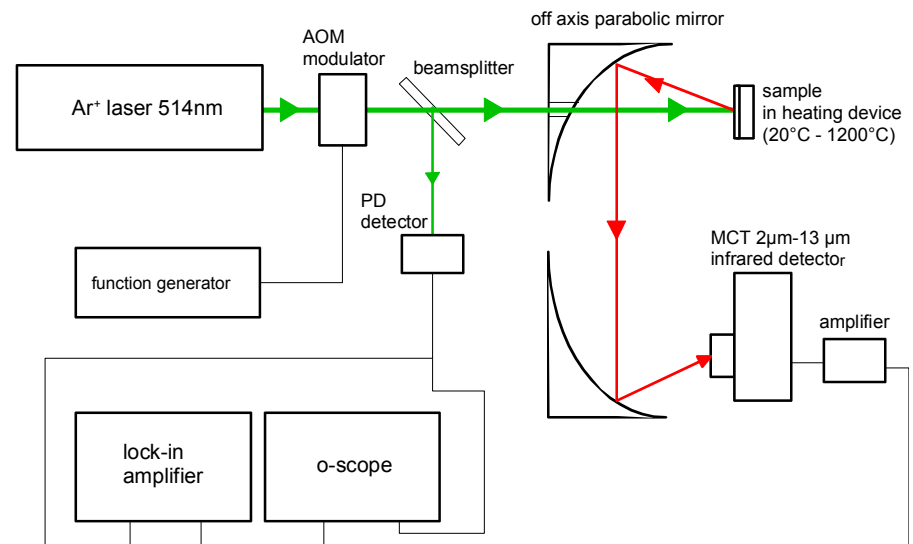
- Mesures des propriétés thermiques de matériaux à changement de phase pour la micro-électronique
- Mesures des propriétés thermiques de couches minces diélectriques en phase solide et liquide
- Mesure de la conductivité de matériaux pour le nucléaire
- Mesure de la conductivité thermique de films de diamant déposés par plasma assisté par laser

# Mesures des propriétés thermiques de matériaux à changement de phase pour la micro-électronique

J.-L. Battaglia, A. Kusiak, V. Shick, A. Cappella, C. Wiemer, M. Longo, E. Varesi, *Thermal characterization of the  $\text{SiO}_2\text{-Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$  interface from the ambient up to 400°C*, J. Appl. Phys. **107**, 044314 (2010).



## Radiométrie photothermique modulée



# Difficultés inhérentes à la mesure à haute température

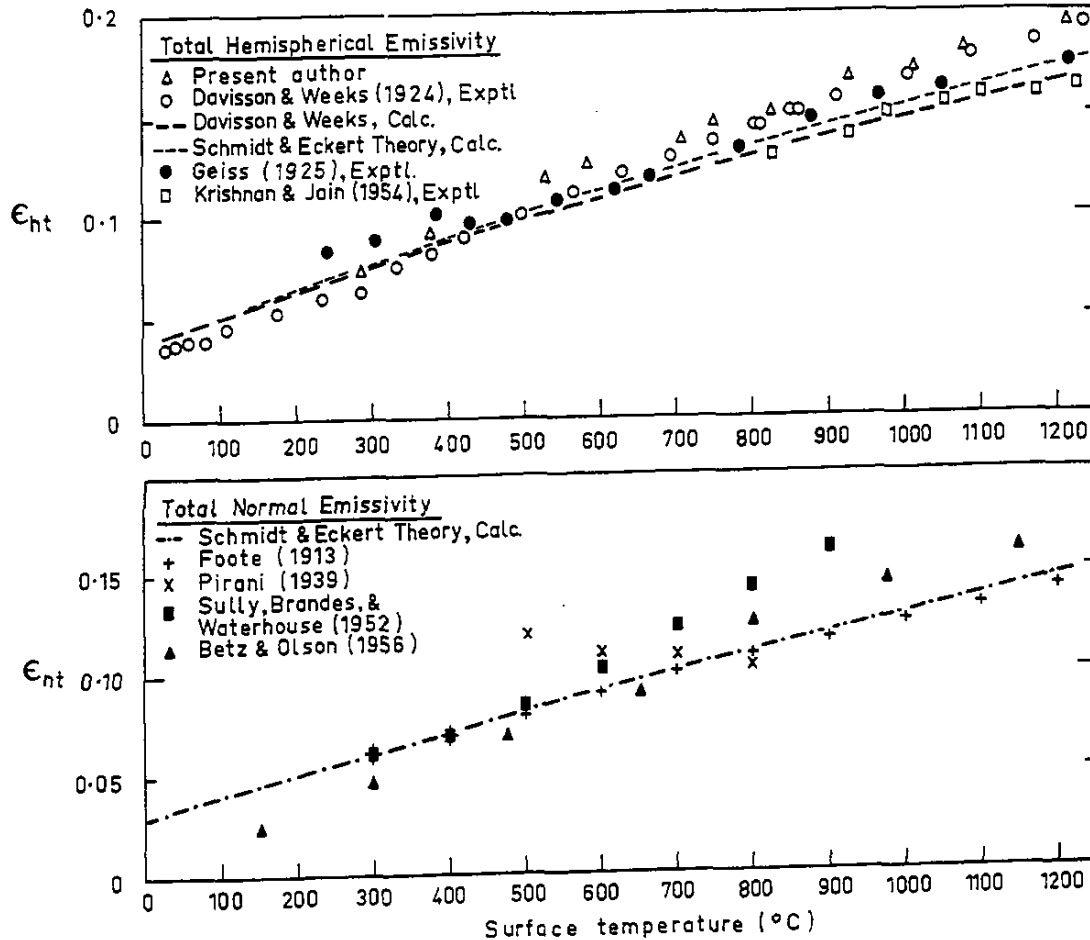
- La couche métallique supérieure joue le rôle de transducteur optique (métal, émissivité faible) et thermique (fréquence faible  $< 1\text{MHz}$ );
- Elle joue un rôle vis à vis de l'oxydation et de l'évaporation du matériau à caractériser;
- Elle évite le rayonnement à  $I_g$  dans le cas des SC;
- Elle doit rester intègre aux températures élevées à pression atmosphérique, sa température de fusion doit être grande devant la température maximale exploré (risque d'évaporation sur la fenêtre du four, surtout à basse pression).



# Les solutions trouvées

- Plusieurs types de couches métalliques ont été testées; le Pt ( $T_f = 1840$  K) est celle qui a donnée les meilleurs résultats;
- Il vaut mieux travailler sous atmosphère contrôlée que sous vide (fréquence d'excitation suffisamment élevée pour négliger les pertes, moins de risque d'évaporation de la couche métallique à température élevée).

# Emissivité du Pt en fonction de T



Application of hemispherical surface pyrometers to the measurement of the emissivity of platinum (a low-emissivity material)

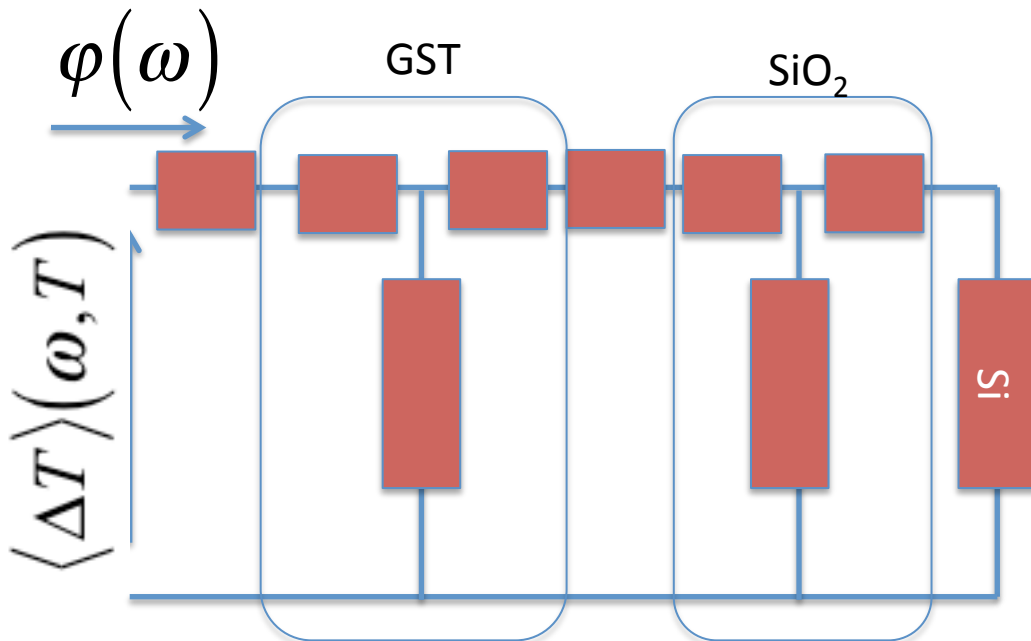
P. R. C. GOARD

Division of Coal Research, Commonwealth Scientific and Industrial Research Organization,  
Chatswood, N.S.W., Australia  
MS. received 29th November 1965

# Modèle

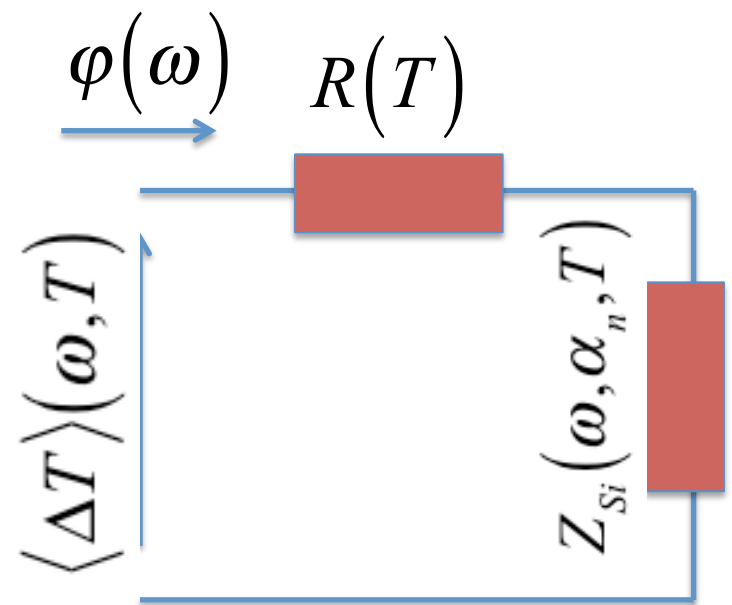
$\omega = 2\pi f$  tel que

$$e_d \gg \sqrt{\alpha_n / \pi f}$$

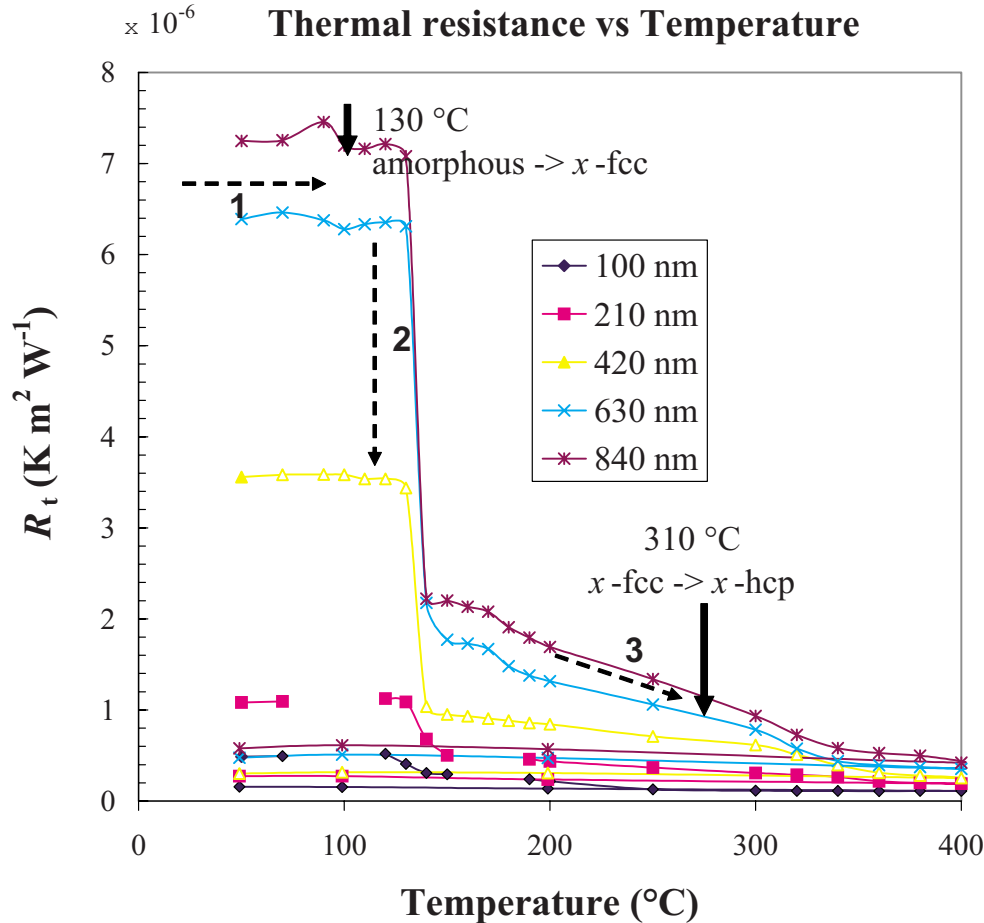


$\omega = 2\pi f$  tel que

$$e_d \ll \sqrt{\alpha_n / \pi f}$$



# Mesures de résistance thermique du dépôt



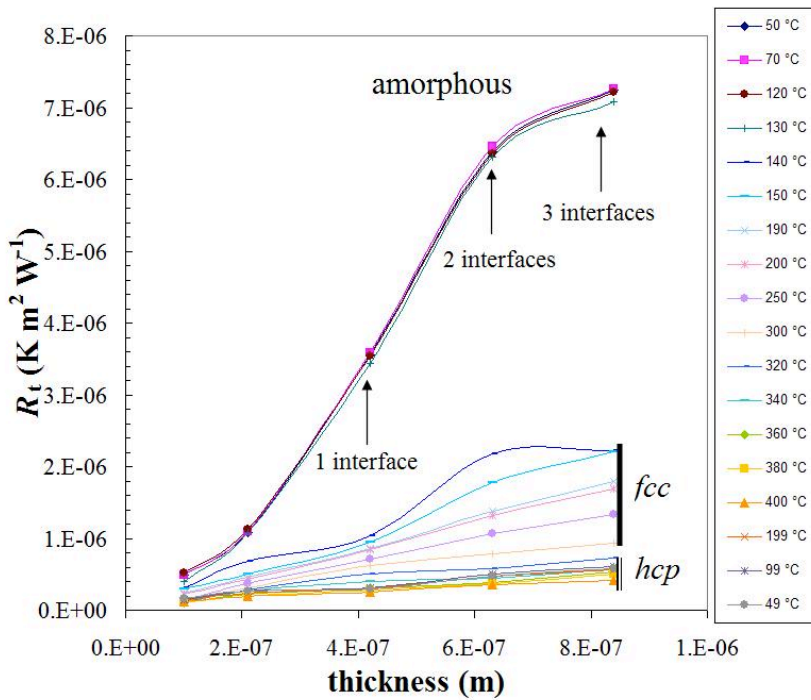
$$R(T) = \frac{e_{\text{GST}}}{k_{\text{GST}}(T)} + R_i(T) + \frac{e_{\text{SiO}_2}}{k_{\text{SiO}_2}(T)}$$

$$\underbrace{\hspace{10em}}_{R_t(T)}$$

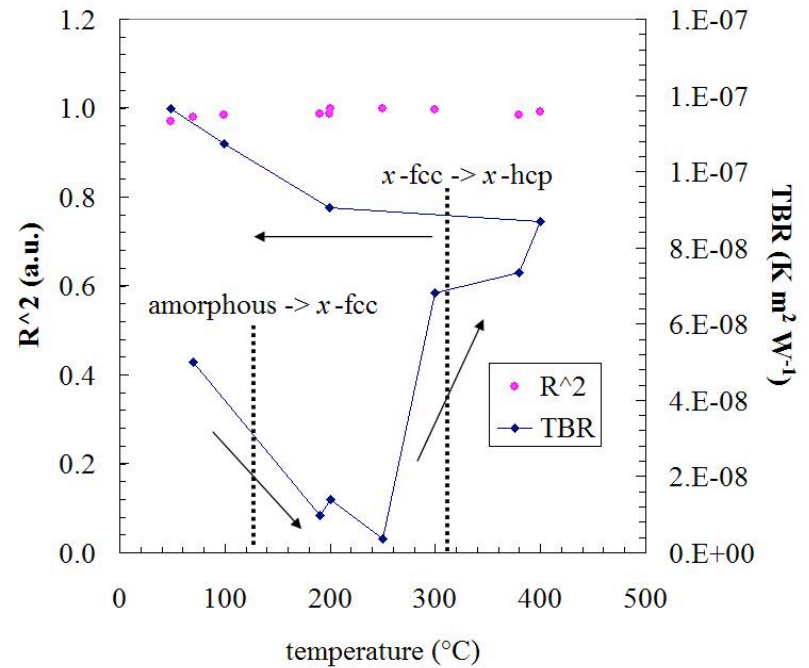
$R$  est identifié à partir de la mesure de phase

# Influences des interfaces

Thermal resistance vs GST thickness



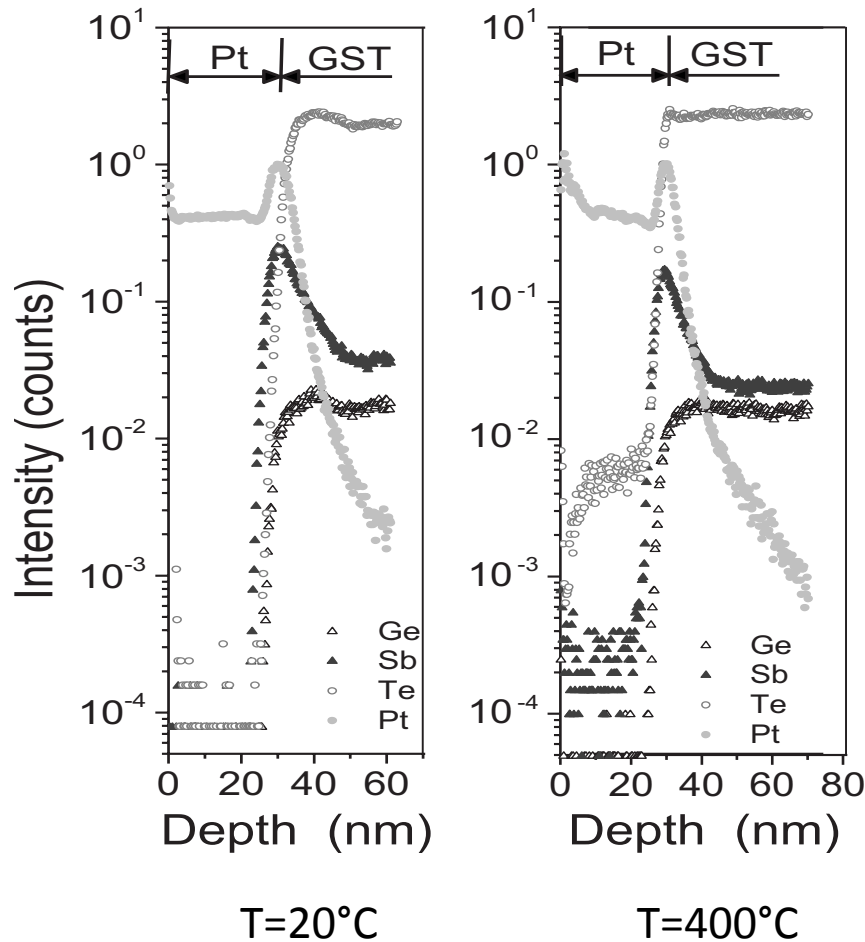
TBR vs T



Compatible  
avec modèle  
Phonon-phonon

Diffusion de  
masse

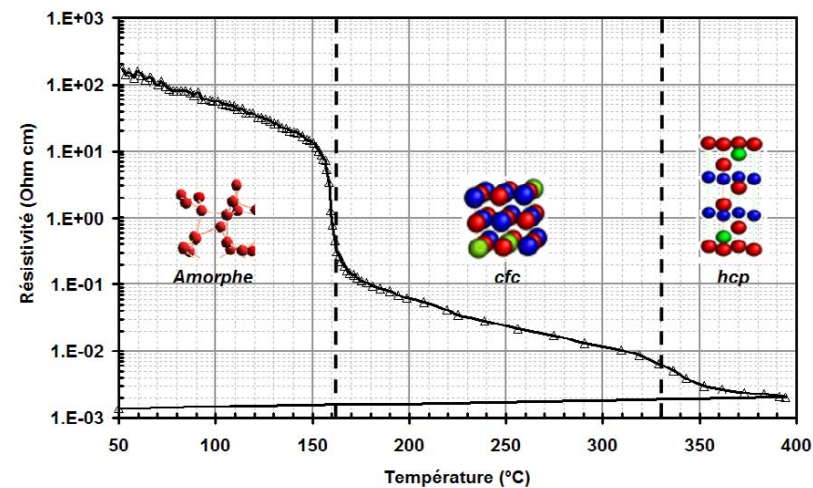
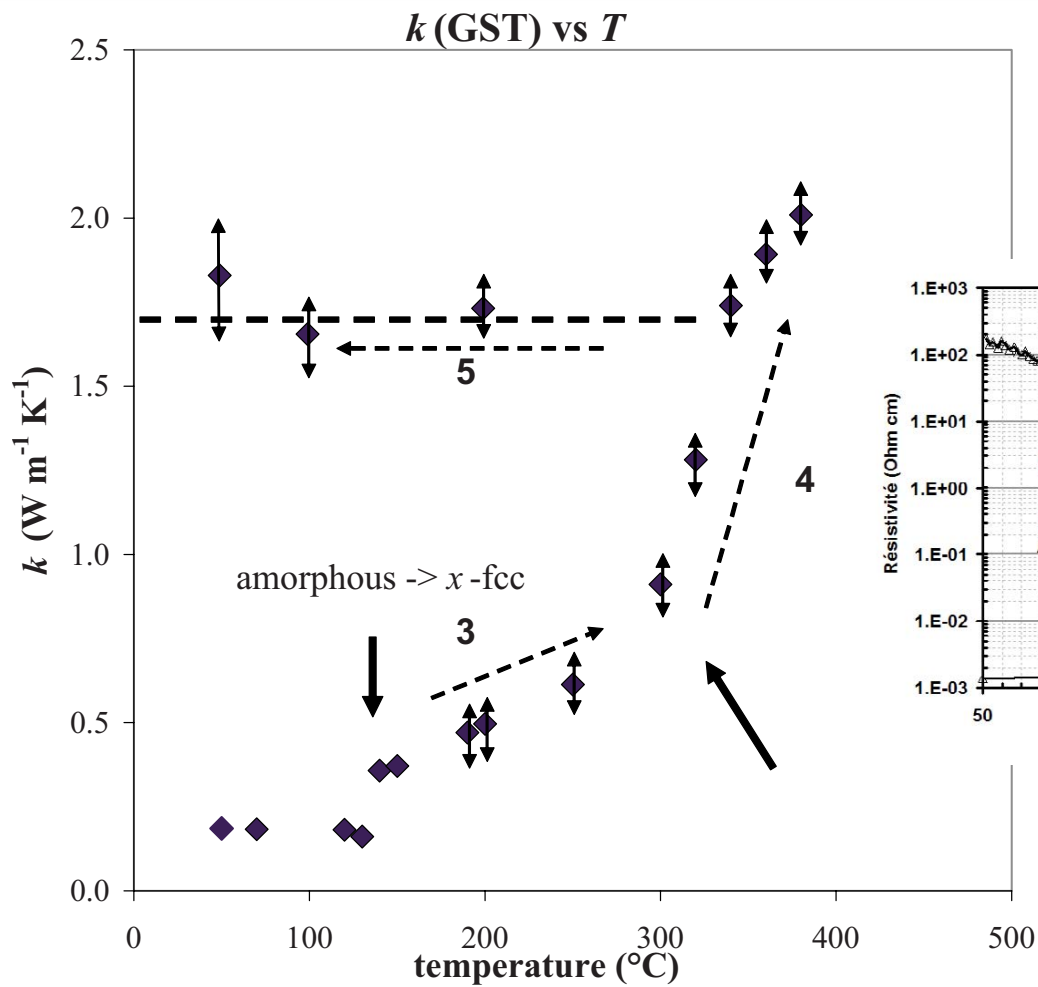
# Caractérisation physico-chimique



## Mesure ToF-SIMS

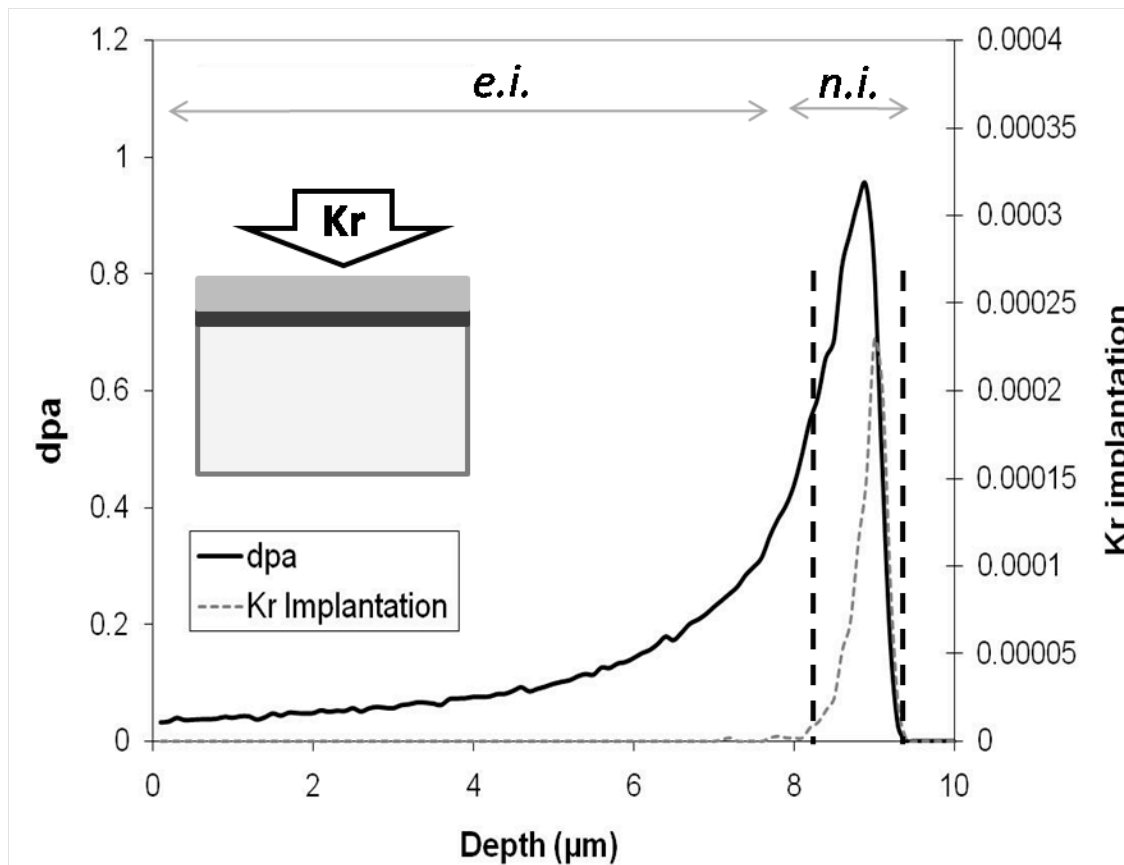
Légère diffusion du Pt dans la couche de GST lorsque la température augmente

# Conductivité thermique en fonction de la température



# Conductivité de SiC irradié

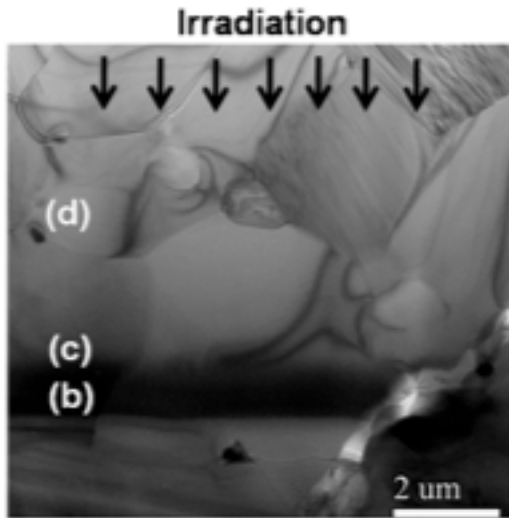
J. Cabrero, F. Audubert, R. Pailler, A. Kusiak, J.L. Battaglia, P. Weisbecker, *Thermal conductivity of SiC after heavy ions irradiation*, J. Nuc. Mat. **396**, 202–207 (2010).



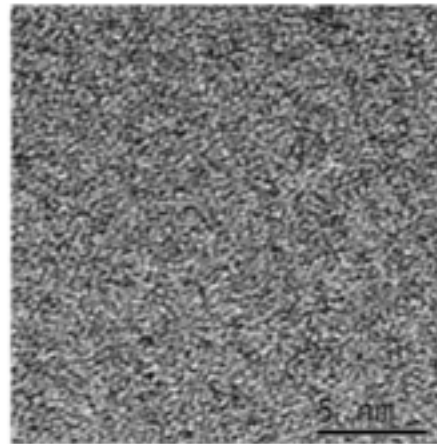
74 MeV Kr-  
Irradiated SiC,  
 $5 \times 10^{14}$  ions  $\text{cm}^{-2}$



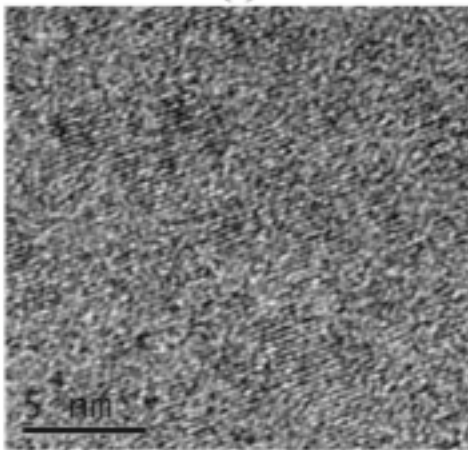
# Structure cristalline du matériau irradié



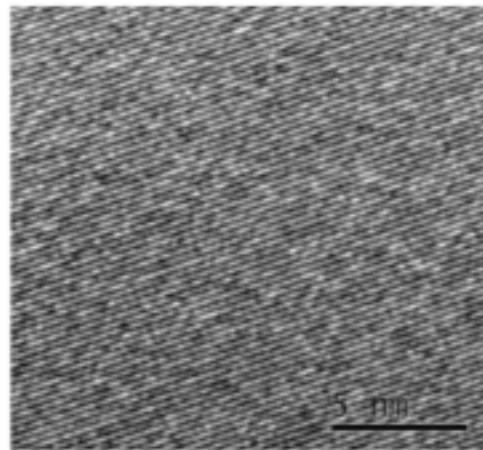
(a)



(b)



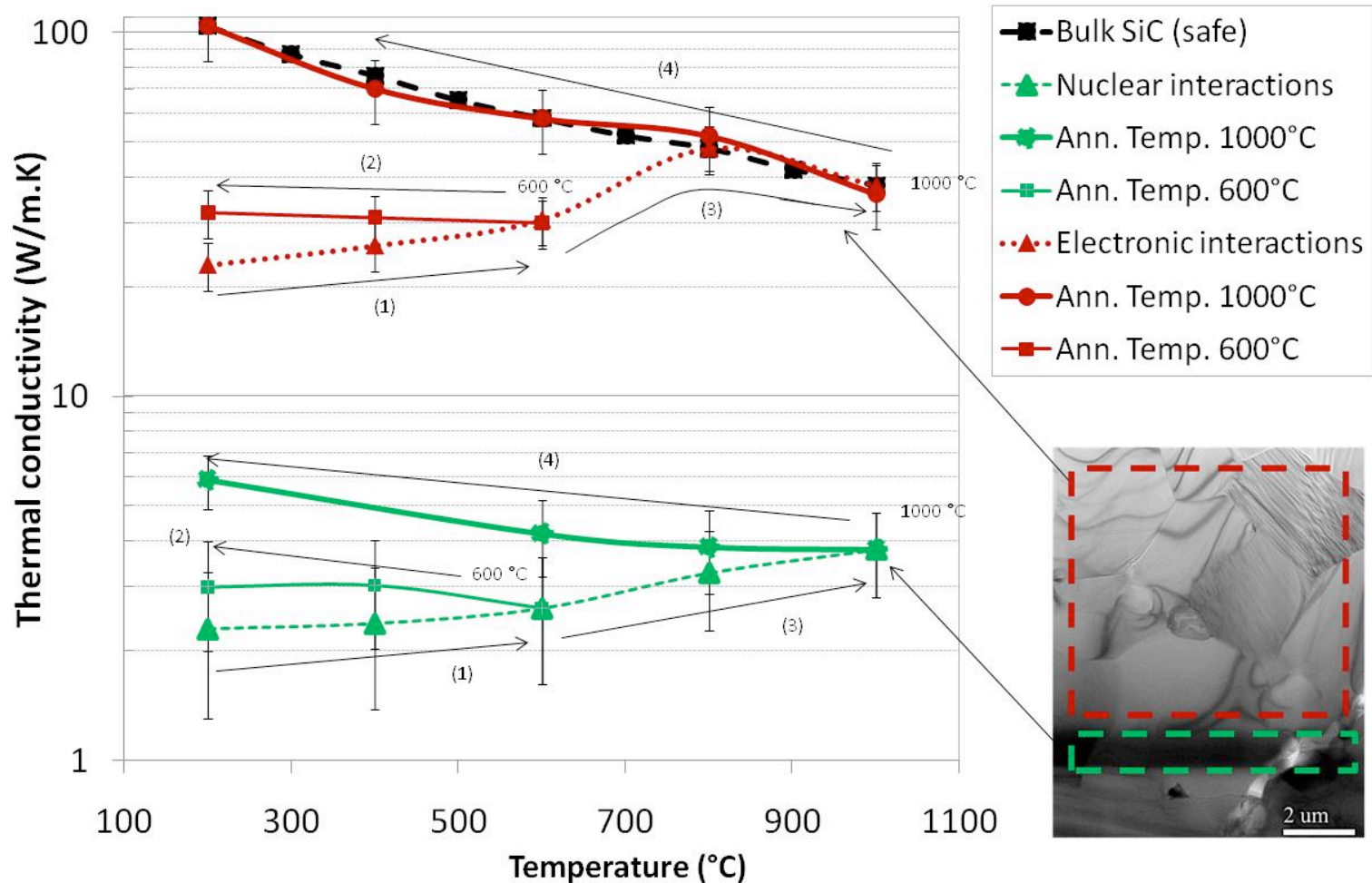
(c)



(d)

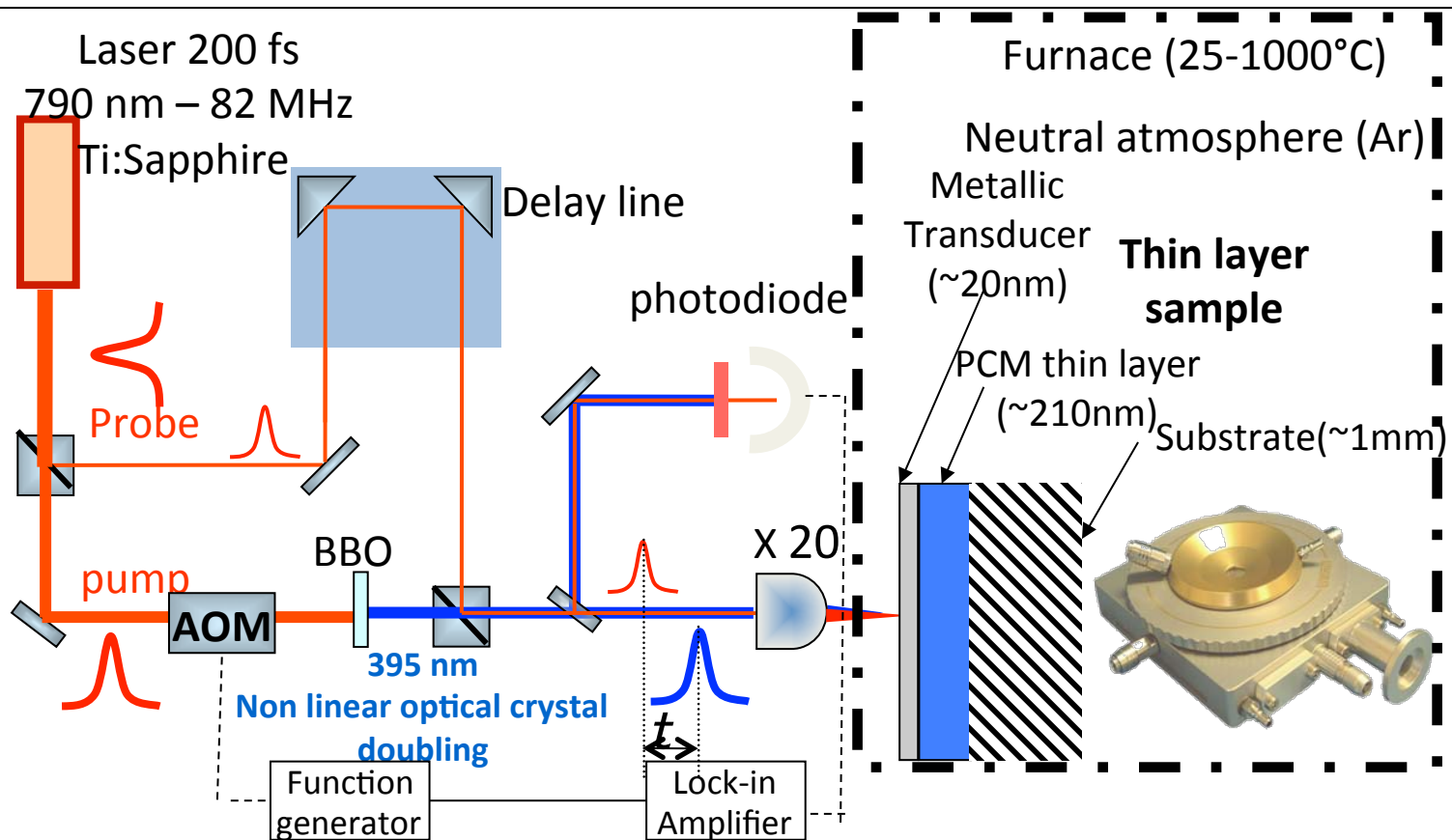
- (a) Implanted layer
- (b) Amorphous layer
- (c) Limit electronic interactions / nuclear interactions domain
- (d) Electronic interactions domain.

# Mesure de conductivité thermique jusqu'à 1000°C par MPTR



# Mesures des propriétés thermiques de couches mince par thermo-réflectométrie psec

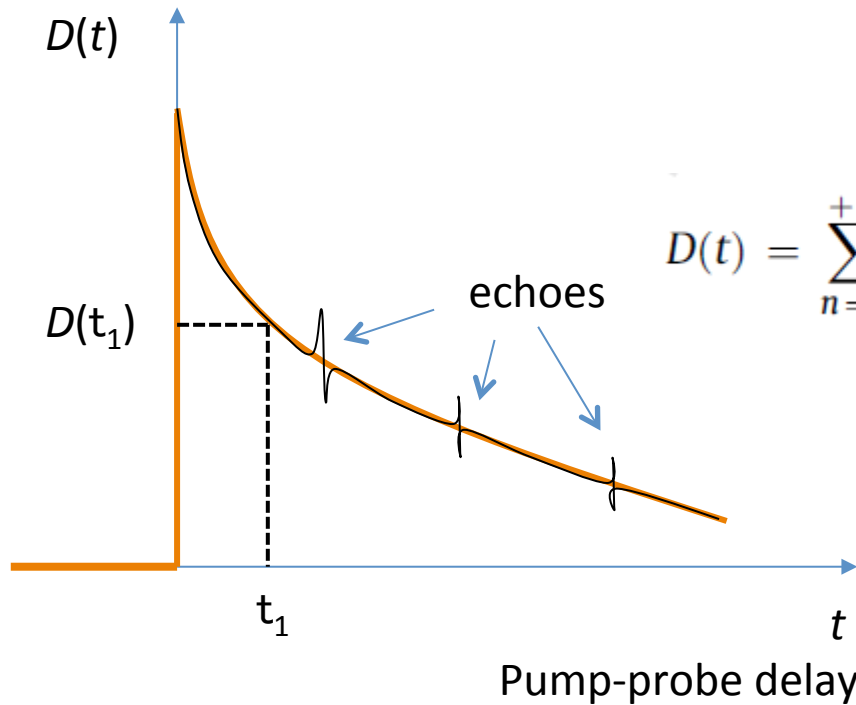
J.-L. Battaglia, V. Schick, C. Rossignol, A. Kusiak, I. Aubert and C. Wiemer, *Thermal resistance at Al-Ge<sub>2</sub>Sb<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> interface*, Appl. Phys. Lett. **102**, 181907, 2013;



# Caractérisation d'une interface métal-semi-conducteur jusqu'à 400°C

- Métal : Or, Al (bonne variation relative de réflectivité en fonction de la température)
- Bonne propagation des ondes acoustiques
- Basse température de fusion
- Bonne diffusion des espèces chimiques en fonction de la température

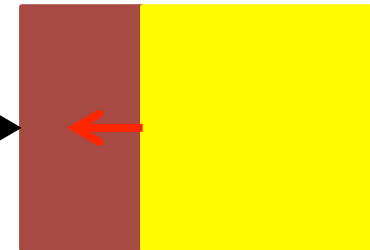
# Signal mesuré



$$D(t) = \sum_{n=0}^{+\infty} h(t + n\tau) \exp(-j2\pi f_m(t + n\tau))$$

↑  
Impulse response

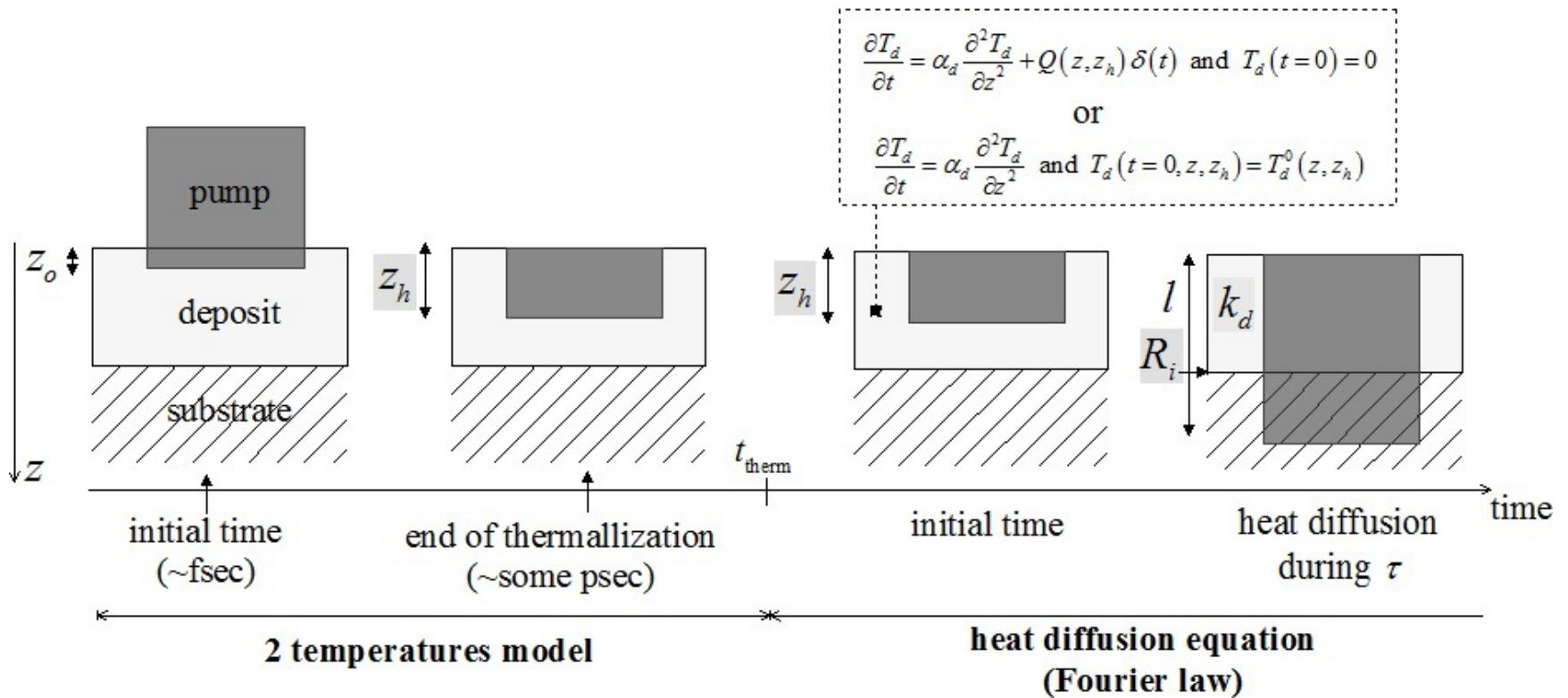
Thermal disturbance



Acoustic  
wave  
reflection

Repeating the experiment for several delay time

# Modèle



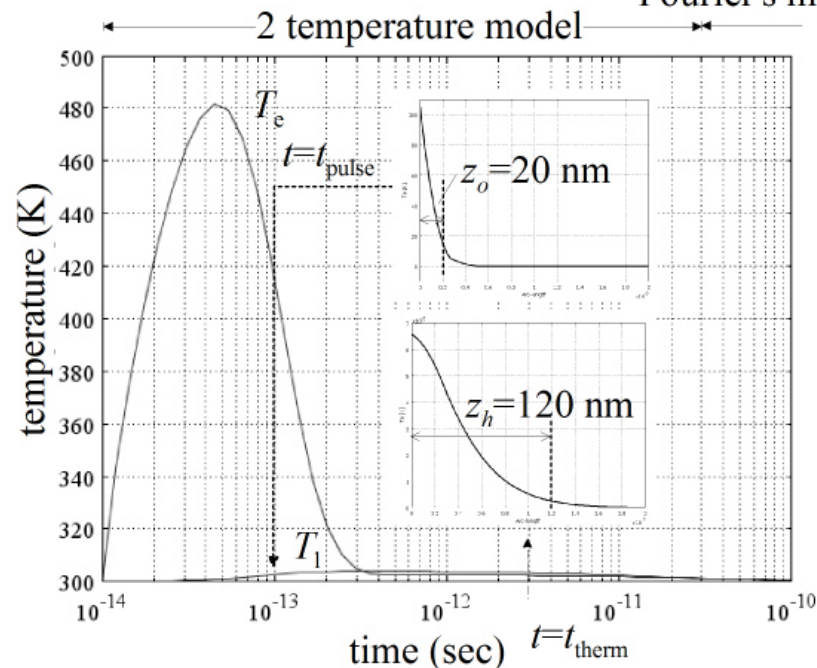


# Modèle « temps courts »

P. H. A. Nobrega, H. R. B. Orlande, J.-L. Battaglia, *Bayesian estimation of thermophysical parameters of thin metal films heated by fast laser pulses*, Int. Comm. In Heat and Mass Transfer **38**, 9, 1172-1177 (2011).

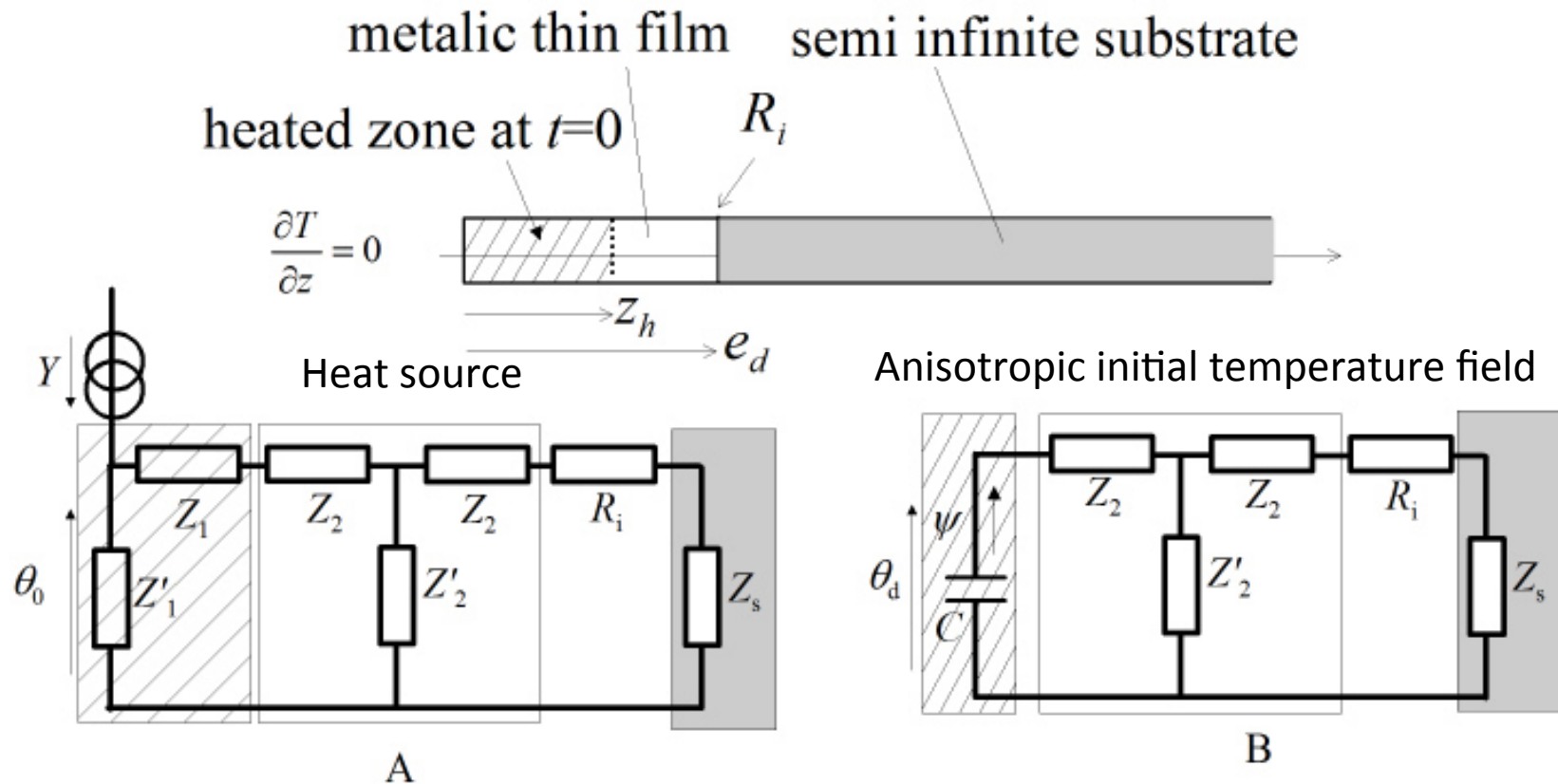
$$\begin{cases} C_e(T_e) \frac{\partial T_e}{\partial t} = \nabla \cdot (k_e(T_e, T_l) \nabla_{r,z} T_e) - G(T_e - T_l) + S \\ C_l \frac{\partial T_l}{\partial t} = G(T_e - T_l) \end{cases} \quad S = \frac{T_\lambda}{\pi z_0 r_h^2} e^{-z/z_0} e^{-(r/r_h)^2} I_0 f(t)$$

Fourier's model



# Modèle « temps longs »

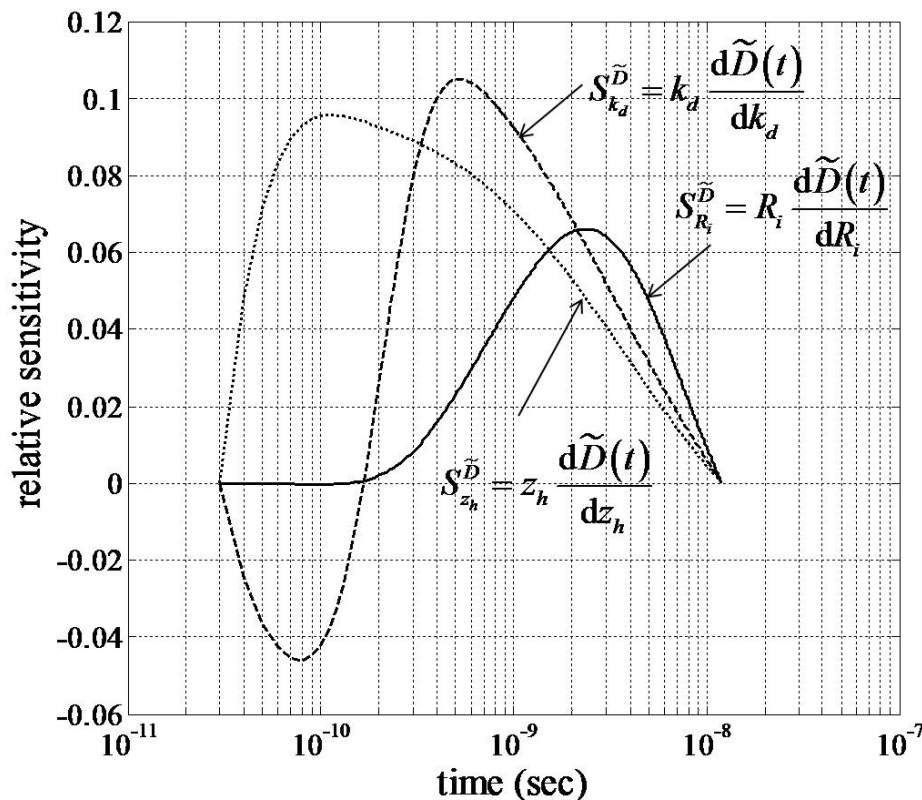
J. Pailhes, C. Pradere, J.-L. Battaglia, J. Toutain, A. Kusiak, A.W. Aregba, J.C. Batsale, *Improvement of the thermal quadrupole method for multilayered media with heat sources*, J. Thermal Sciences **53**, 49–55 (2012).





# Sensibilité aux propriétés recherchées

J.-L. Battaglia, V. Schick, C. Rossignol, O. Fudym, P. H. A. Nobrega, H. R. B. Orlande  
*Global estimation of thermal parameters from a picoseconds thermoreflectometry experiment*, Int. J. Thermal Sciences **57**, 17-24 (2012).

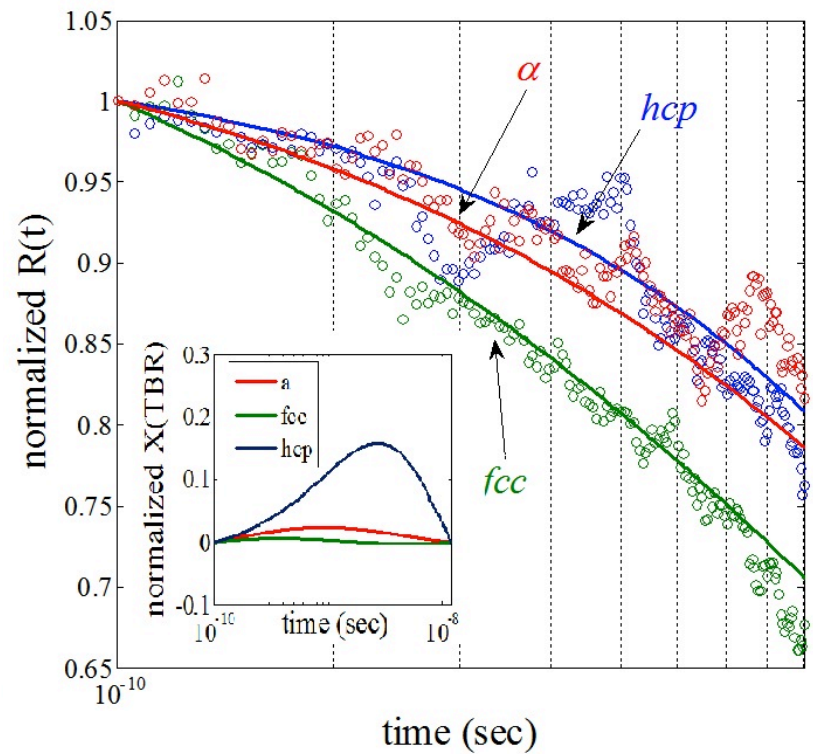
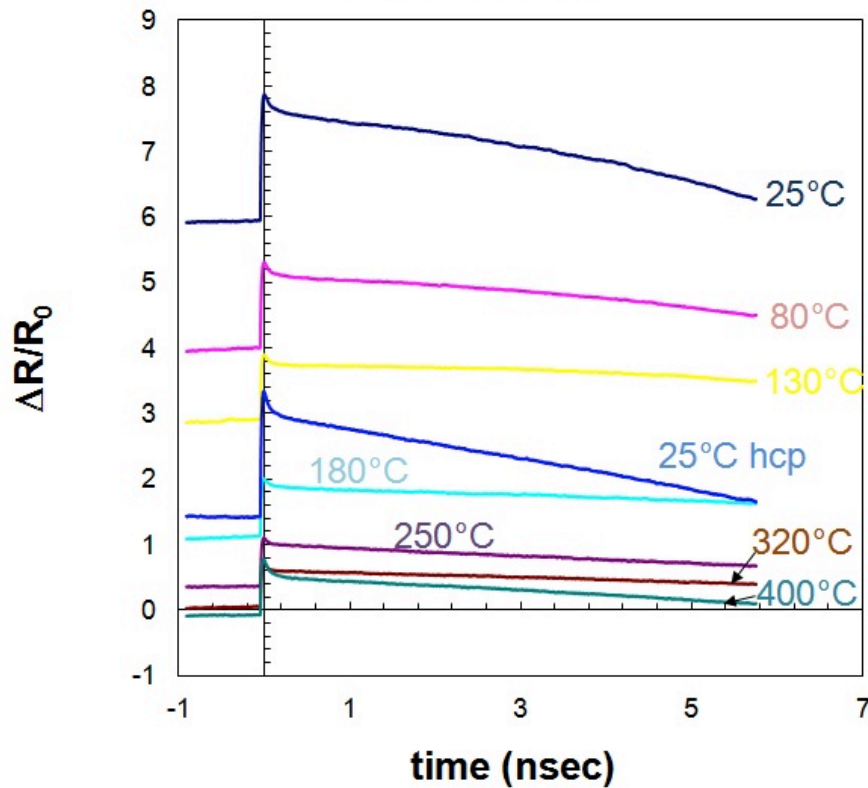


Goal : estimate  $k_d$ ,  $R_i$  and  $z_h$   
for a metal-Si substrate  
sample

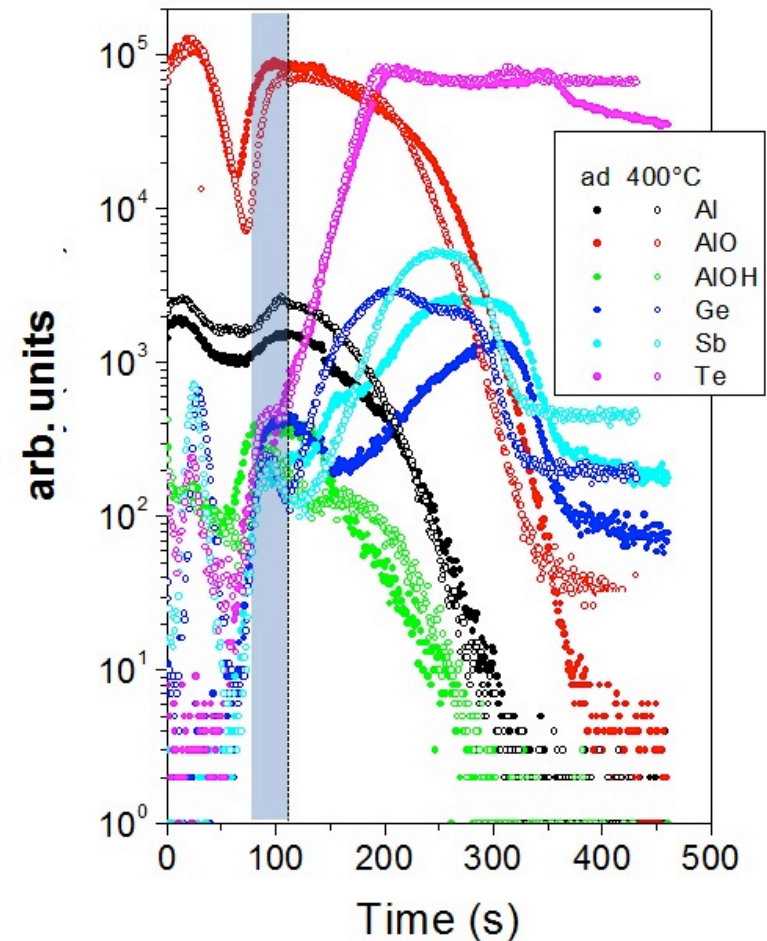
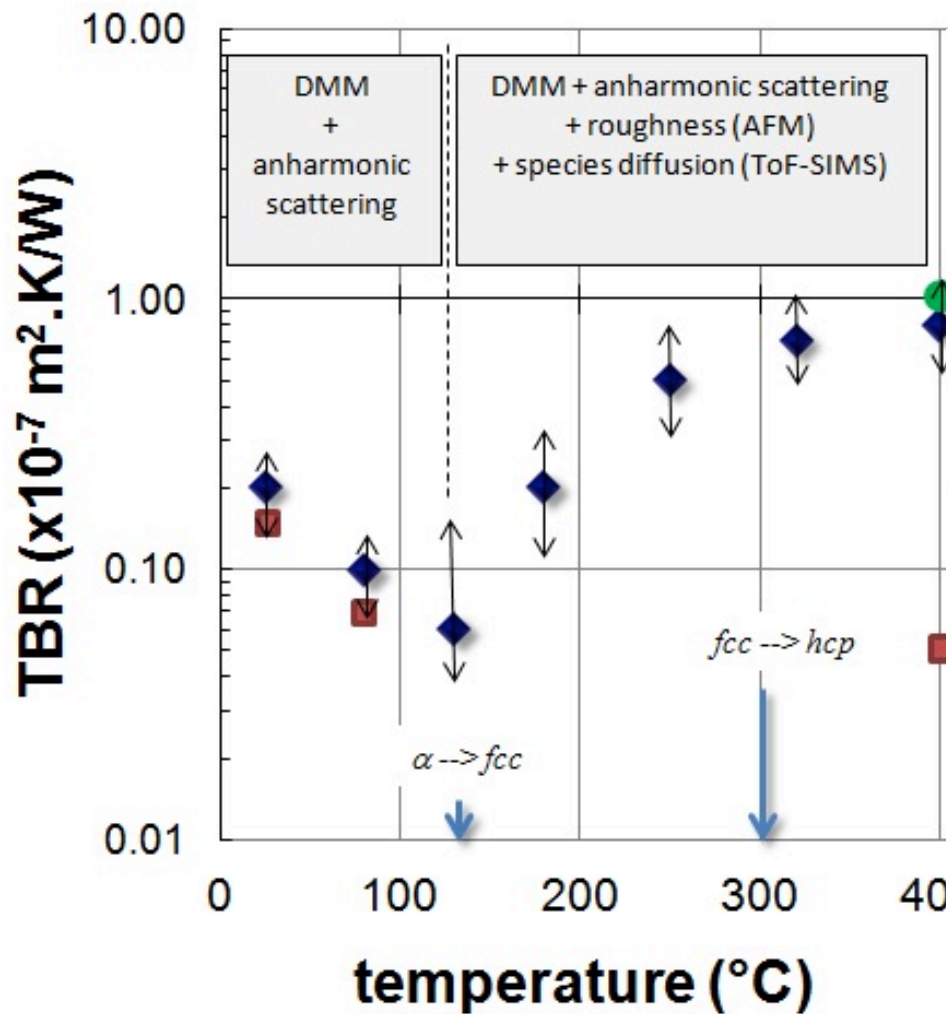
Les fonctions de sensibilité ne  
sont pas corrélées partout  
Une technique d'estimation  
Bayésienne est bien  
appropriée.

# Résultat des mesures

Al (20 nm)-GST

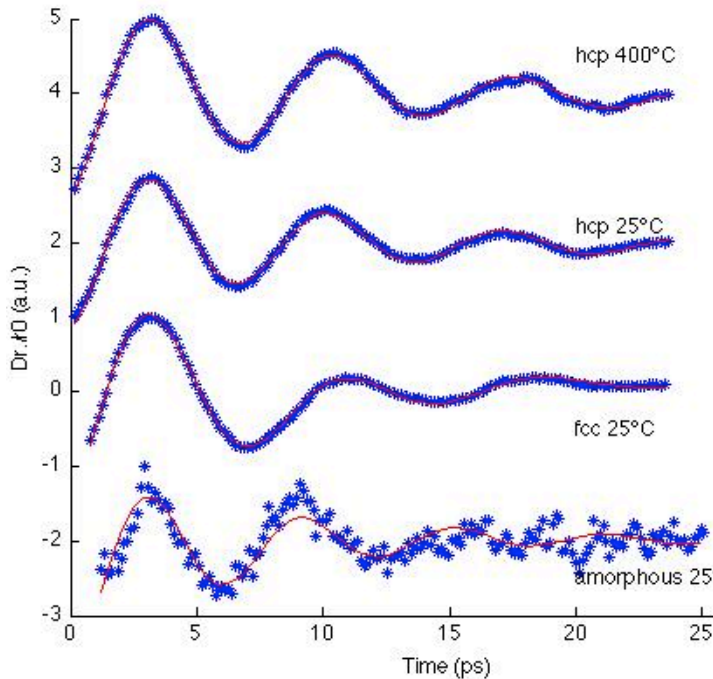


# Extraction de la résistance d'interface



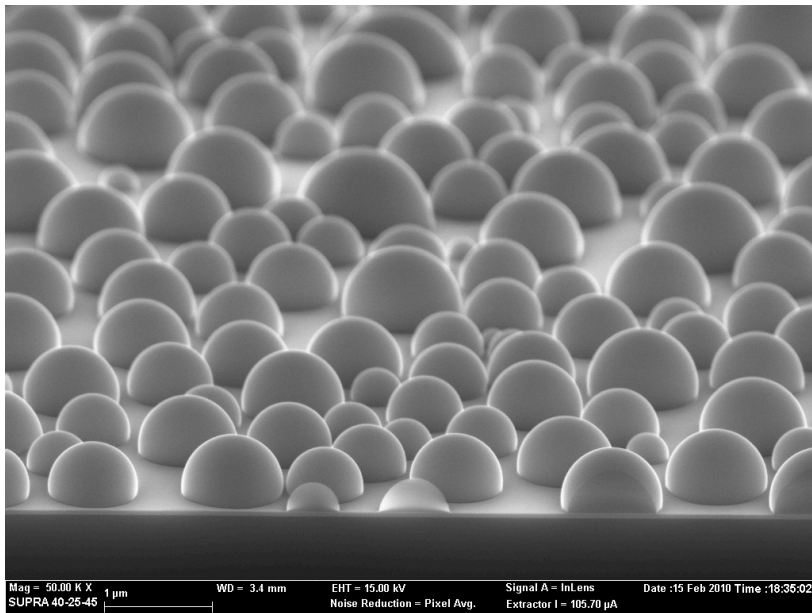
# Lien avec la mesure de raideur à l'interface

$$R_{ph-ph} = 4 / (\tau_{\text{GST-Al}} C_{p,\text{GST}}(T) v_{\text{GST}})$$

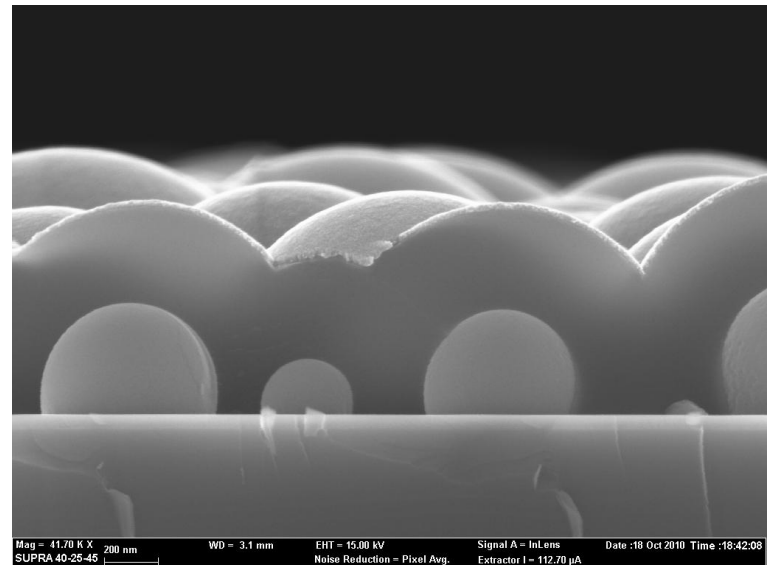


	Al-GST <sub>α</sub>	Al-GST <sub>fcc</sub>	Al-GST <sub>hcp</sub>
Measured TBR [m <sup>2</sup> .K.W <sup>-1</sup> ]	2 ± 0.5 × 10 <sup>-8</sup>	6 ± 2 × 10 <sup>-9</sup>	8 ± 2 × 10 <sup>-8</sup>
τ <sub>Al-GST</sub> (Theory, DOS)	0.865	0.73	0.73
R <sub>ph-ph</sub> [m <sup>2</sup> .K.W <sup>-1</sup> ] (High T model)	1.423 × 10 <sup>-8</sup>	5.647 × 10 <sup>-9</sup>	5.189 × 10 <sup>-9</sup>
R <sub>a</sub> (nm), on GST / Al (±0.1 nm)	0.4 / 0.7	0.5 / 0.8	0.7 / 0.9
μ <sub>exp</sub>	0.31 ± 0.01	0.15 ± 0.01	0.11 ± 0.01
f <sub>exp</sub> (GHz)	165 ± 20	130 ± 10	145 ± 10
R <sub>ac</sub> <sup>exp</sup>	0.15 ± 0.05	0.3 ± 0.05	0.45 ± 0.05
τ <sub>Al-GST</sub> <sup>exp</sup> (ACO)	0.69	0.52	0.29
k <sub>r</sub> [GPa.nm <sup>-1</sup> ]	75 ± 5	25 ± 3	15 ± 3

# Mesures des propriétés thermiques de couches minces en phase solide et liquide



400 nm  $Al_2O_3$

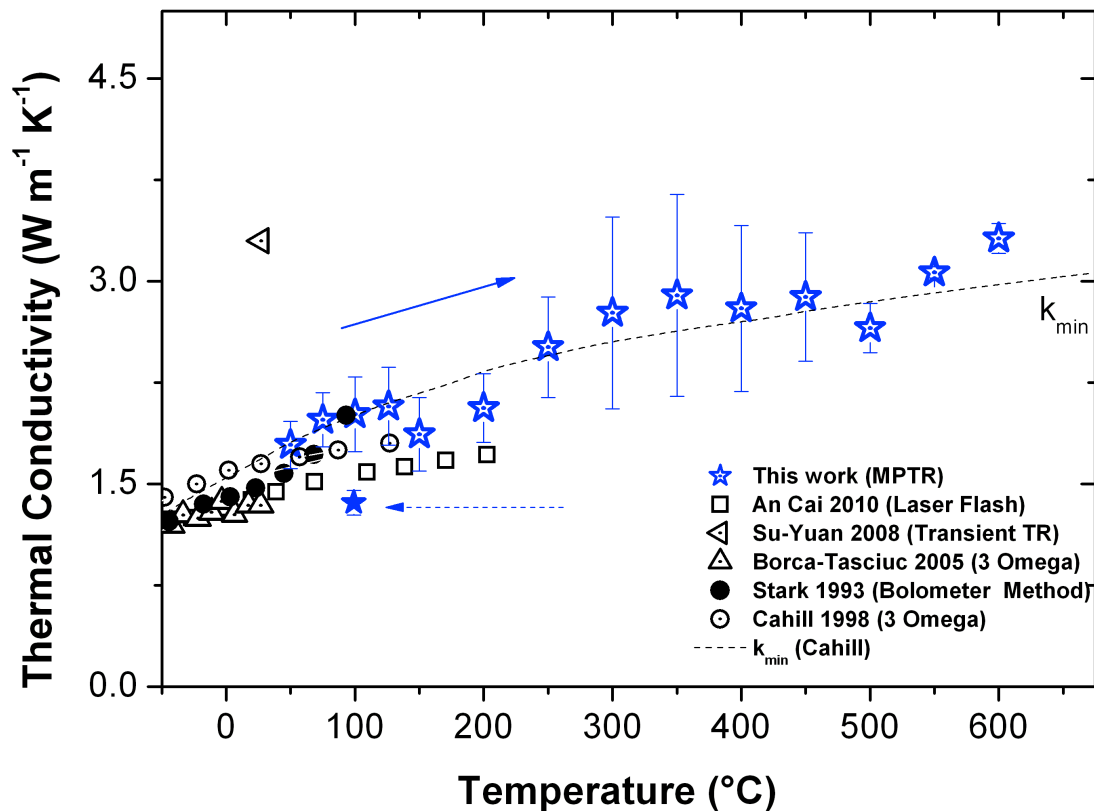


« Boules » de Te recouvertes par  $Al_2O_3$  et d'un transducteur optique en Pt

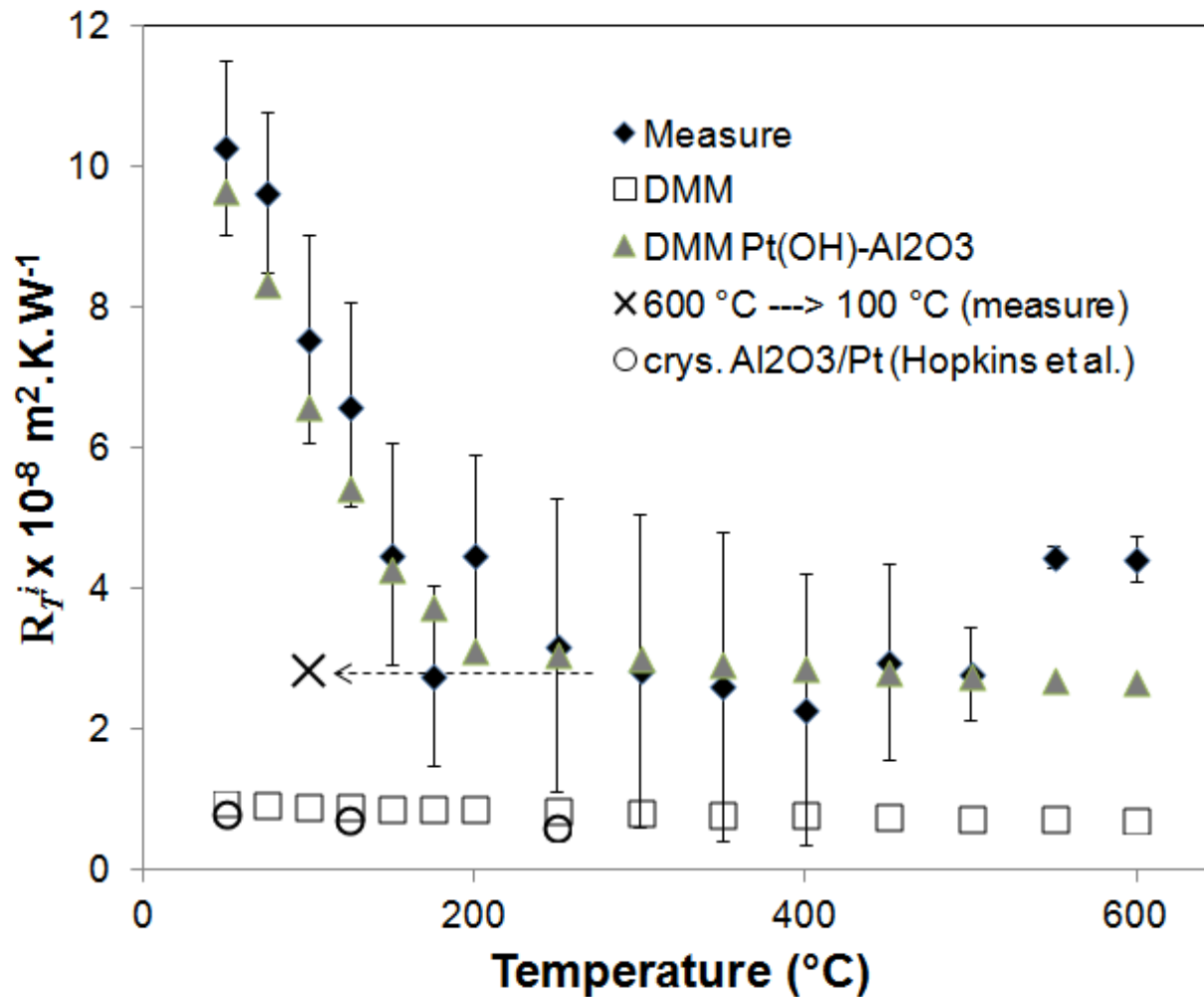


# Conductivité de la couche d' $\text{Al}_2\text{O}_3$ déposée par ALD

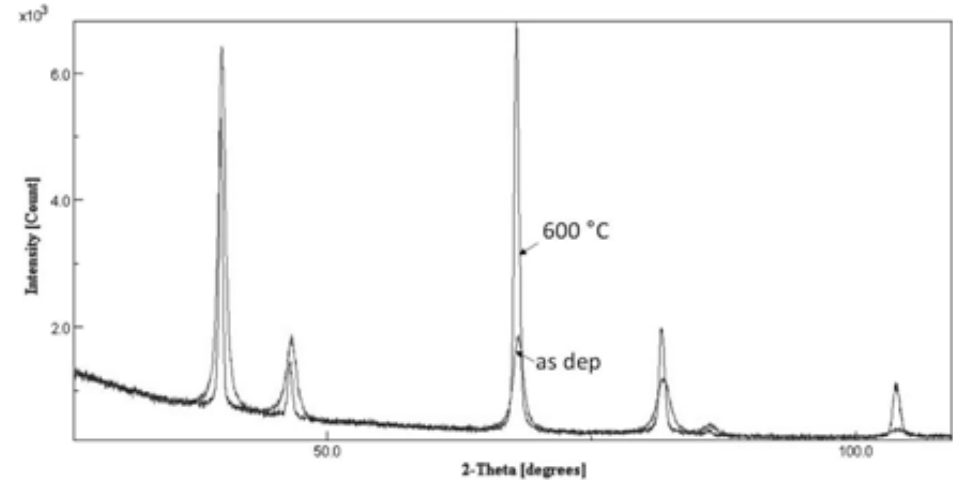
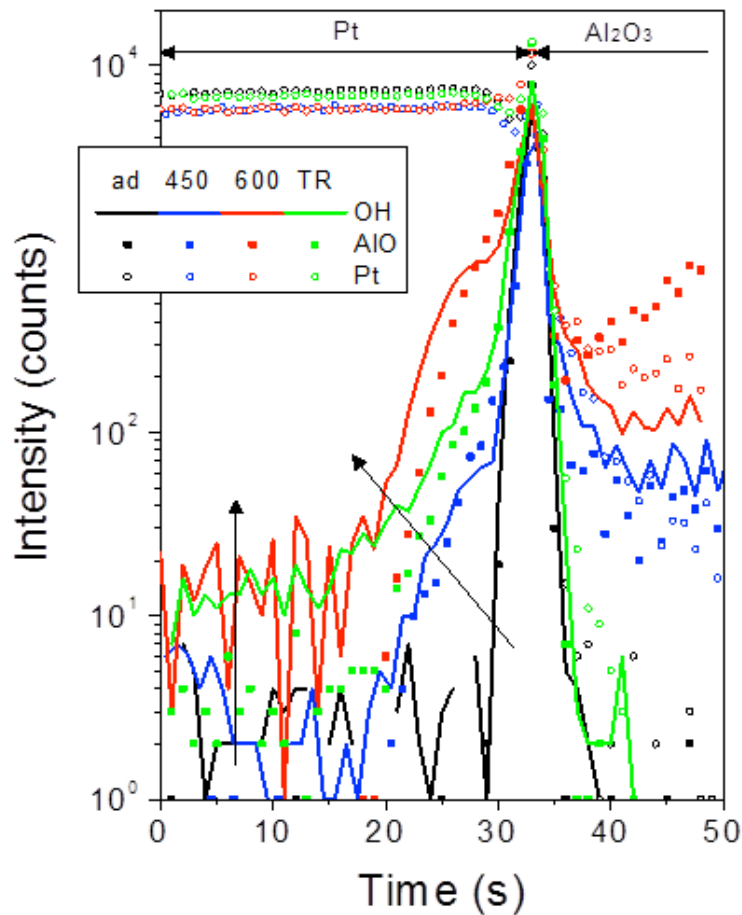
A. Cappella, J.-L. Battaglia, V. Schick, A. Kusiak, C. Wiemer and B. Hay, *High temperature thermal conductivity of amorphous  $\text{Al}_2\text{O}_3$  thin films grown by low temperature ALD*, Advanced Engineering Materials, DOI: 10.1002/adem.201300132, 2013.



# Résistance à l'interface entre Pt et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



# Caractérisation physico-chimique

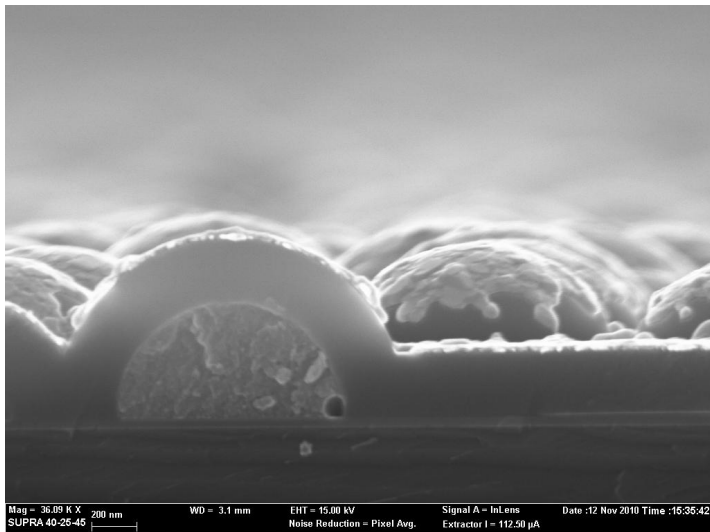


L' $Al_2O_3$  reste amorphe à haute température

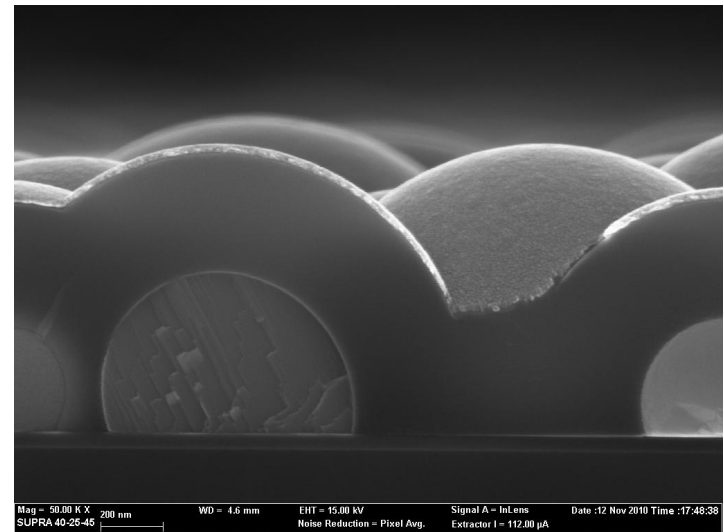


# Influence de l'épaisseur d' $Al_2O_3$

recuit  $450^\circ C$  / 20 min  
300 nm  $Al_2O_3$



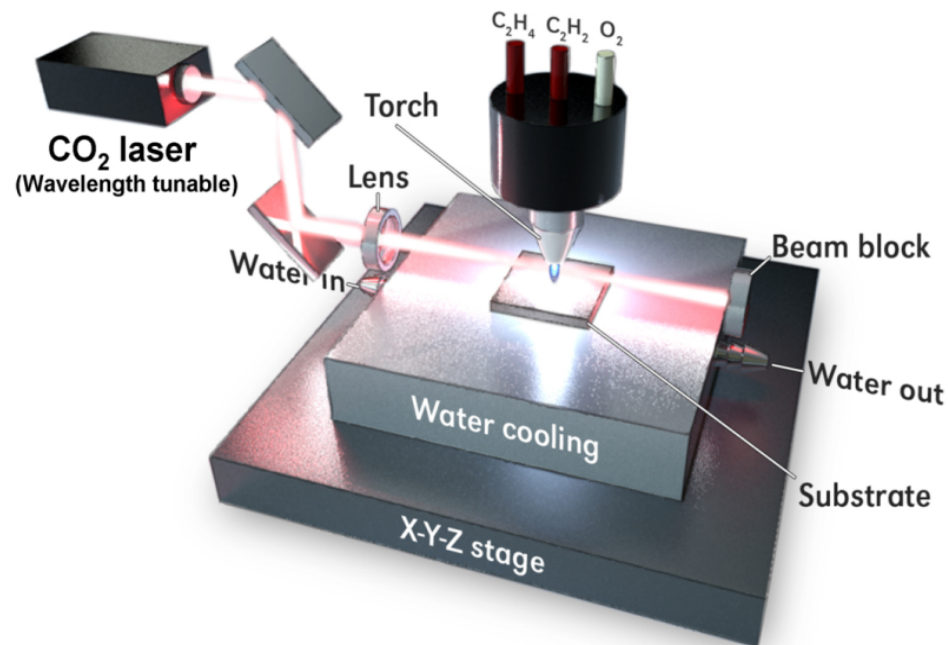
recuit  $450^\circ C$  / 20 min  
400 nm  $Al_2O_3$



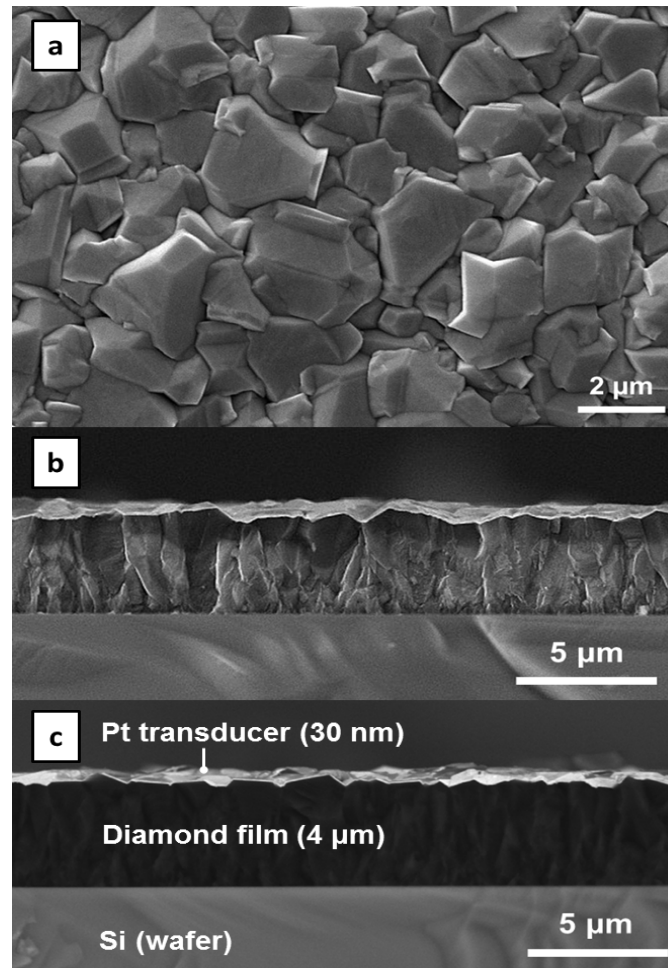
Malheureusement pas encore de résultats exploitables après  $350^\circ C$ ...

# Mesure de la conductivité thermique de films de diamant déposés par plasma assisté par laser

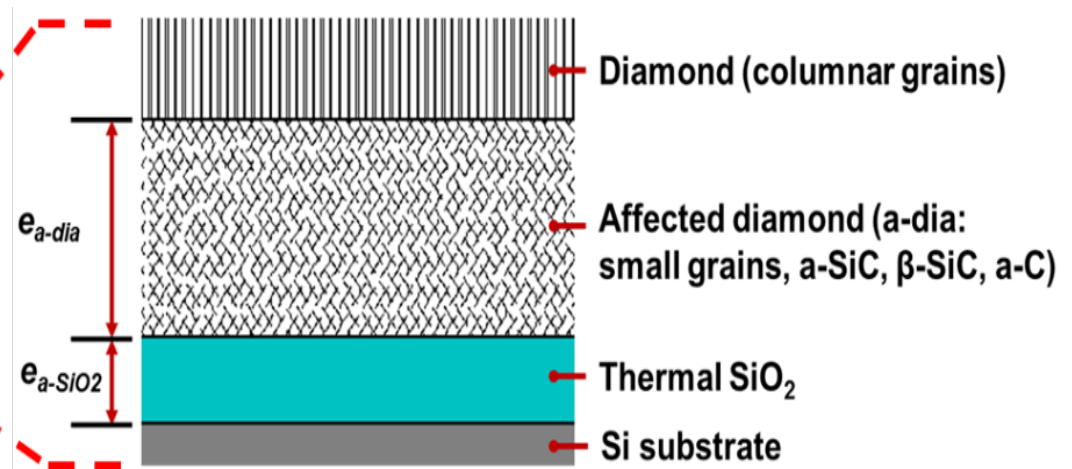
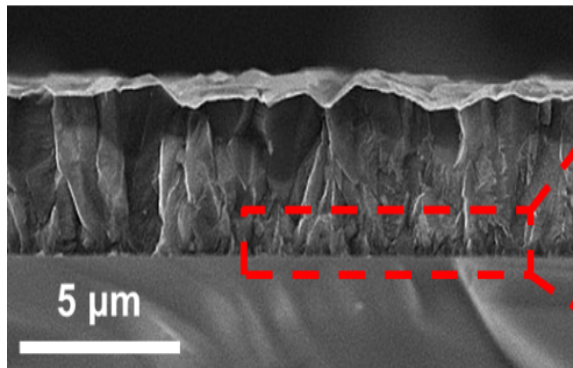
- T. Guillemet, A. Kusiak, L. Fan, J.-M. Heintz, N. Chandra, Y. Zhou, J.-F. Silvain, Y. Lu, and J.-L. Battaglia, *Thermal characterization of diamond films through modulated photothermal radiometry*, accepted in Journal Applied Physics.



# Mesure de la conductivité thermique de films de diamant déposés par plasma assisté par laser



# Mesure de la conductivité thermique de films de diamant déposés par plasma assisté par laser

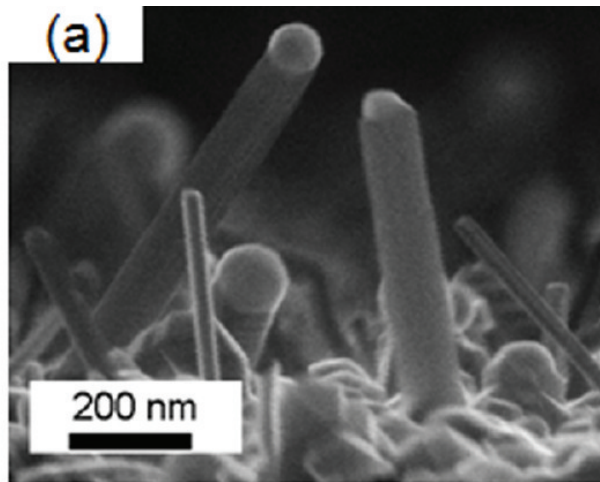


# Mesure de la conductivité thermique de films de diamant déposés par plasma assisté par laser

$e_{Dia}$ ( $\mu\text{m}$ )	5	10	12.5	15
$R_a$ (nm)	210	380	420	450
$R_{Pt/Dia}$ ( $\times 10^{-1}$ $\text{K}\cdot\text{m}^2\cdot\text{W}^{-1}$ )	0.51	0.91	0.97	1.10
$R_{Dia/Si}$ ( $\times 10^{-1}$ $\text{K}\cdot\text{m}^2\cdot\text{W}^{-1}$ )	3.69	3.09	1.72	1.71
$k_{a-Dia}$ ( $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ )	1.023	1.286	3.117	3.150

# Mesures des propriétés thermiques de GST et IST sous forme de nanofils.

- Projet Européen SYNAPSE



(MOCVD 400°C, 50 mbar)

