



Etude expérimentale d'un amortisseur thermique composite MCP-NTC

Christophe Kinkelin

► To cite this version:

Christophe Kinkelin. Etude expérimentale d'un amortisseur thermique composite MCP-NTC. Thermique [physics.class-ph]. Université de Lyon, 2016. Français. NNT : 2016LYSEI100 . tel-01503152

HAL Id: tel-01503152

<https://theses.hal.science/tel-01503152>

Submitted on 6 Apr 2017

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.



N°d'ordre NNT : 2016LYSEI100

THESE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LYON
opérée au sein de
I'INSA LYON

Ecole Doctorale ED162
MEGA de Lyon
(Mécanique, Energétique, Génie Civil, Acoustique)

Spécialité de doctorat : Thermique et Energétique

Soutenue publiquement le 18/10/2016, par :
Christophe KINKELIN

**Etude expérimentale d'un amortisseur
thermique composite MCP-NTC**

Devant le jury composé de :

BERTIN, Yves	Professeur (ISAE-ENSMA)	Président
LE MASSON, Philippe	Professeur (Université de Bretagne-Sud)	Rapporteur
LE NILIOT, Christophe	Professeur (Université d'Aix-Marseille)	Rapporteur
DELMAS, Agnès	Maître de Conférences HDR (INSA-Lyon)	Examinatrice
SARTRE, Valérie	Maître de Conférences HDR (INSA-Lyon)	Examinatrice
SOUPREMANIEN, Ulrich	Ingénieur de Recherche (CEA-LITEN)	Examineur
LEFEVRE, Frédéric	Professeur (INSA-Lyon)	Directeur de thèse
LIPS, Stéphane	Maître de Conférences (INSA-Lyon)	Co-directeur de thèse

Remerciements

Je remercie chaleureusement tous les membres du jury pour leur participation à la soutenance ainsi que pour leurs commentaires. Je suis très sensible à l'honneur que m'ont fait P. Le Masson et C. Le Niliot en acceptant de juger mon travail de manière approfondie et constructive. J'exprime toute ma gratitude à Y. Bertin, A. Delmas, V. Sartre et U. Soupremanien pour leur examen de mes travaux, pour leur intérêt et pour les échanges très intéressants que nous avons eus.

Mes plus vifs remerciements vont à F. Lefèvre et S. Lips : merci pour votre patience, votre disponibilité et votre soutien constant, éléments qui auront été très précieux pour la réalisation de cette thèse. J'ai beaucoup apprécié la grande qualité de votre encadrement tant sur le plan scientifique que sur le plan humain.

Je remercie les membres du projet THERMA3D pour leur disponibilité et pour tous les échanges passionnants, notamment : U. Soupremanien, H. Le Poche, E. Ollier, Y. Kaplan, S. Lhostis, M. Zegaoui et N. Rolland.

Mes remerciements s'adressent également à D. Varieras et C. Navarro de la société Influtherm pour leur sens du service et leur collaboration toujours efficace et plaisante.

Un grand merci à tous les chercheurs et enseignants-chercheurs du CETHIL pour les discussions diverses et variées ainsi que pour l'esprit d'entraide qui règne dans le laboratoire. Merci en particulier à P-O. Chapuis, R. Vaillon et A. Delmas pour les discussions scientifiques entre autres. Merci à S. Cioulachtjian pour ses explications toujours très intéressantes sur le vaste domaine de la bulle. Merci à V. Sartre, M. Amara et H. Pabiou pour les discussions de tous ordres et à P. Haberschill pour sa bonne humeur. Merci à J. Bonjour pour son écoute et sa bienveillance en tant que directeur du labo. Merci à S. Xin, S. Gomès, S. Rault, M. Roger, O. Merchiers, C. Galizzi et A. Trabelsi pour leur convivialité.

J'exprime toute ma gratitude à l'équipe TP moteurs (R. Knikker, M. Kühni, S. Lefèvre, J-F. Léone et R. Revellin) pour les bons moments passés ensemble et les discussions très intéressantes. Un peu de moteurs dans ce monde de températures...

Je remercie chaleureusement tous les membres du secrétariat passés et présents pour leur aide précieuse ainsi que pour les discussions sympathiques : F. Canale, S. Grenier, M. Galindo, C. Di Rienzo, S. Sinama Valliamée, C. Dayeyan, R. Meunier et G. Tailland-Vaissier.

Un grand merci aux collègues doctorants, post-doctorants, ATER et ingénieurs pour tous les bons moments passés ensemble : Weï (une pensée spéciale pour toi !), David (fils spirituel de François Damiens), Maxime M. (manie aussi bien l'humour que son vélo), Manoj (ambassadeur d'Inde), Wassim (et son éternelle bonne humeur), Daha (Sahit !), Yunxin, Fouad, Sofiane, Chengsi, Yiqin, Antoine, Quentin (et son estomac !), Thibaut L., Loïc F., Sandra, Léon, Aurélia, Nicolas B., Thibaut B., Farida, Zakaria, Abdelkader, Ali (« je dois rigoler, là ? »), Romain C., Pablo, Roula, Esti, Sébastien, Carolina, Patrizio, Mathieu, Xin, Martin, la team des Damien G., Sylvain, Luyi, Lucie (et ses bons gâteaux !), Etienne B., Adrien, Rémi, Kevin T., Zakariaa, Téo, Anna, Nathanaël, Hazem, Philémon, Eloïse, Longfeng, Pierre-Clément...

Un remerciement spécial pour l'équipe de l'atelier et du service technique, d'une part pour le super travail effectué, et d'autre part pour la très bonne ambiance. Merci notamment à E. Mathieu

et S. Buathier pour votre aide efficace dans le montage de la manip et pour votre convivialité. Merci également à C. Ducat (à quand un Stirling sur la moto ?), N. Pouchot (les meilleurs viennent de Theys) et J. Girard (bourreau des cœurs) pour vos coups de main efficaces et fort sympathiques. Merci enfin à A. Buthod (et ses encouragements), B. Lecareux et L. Guilnard pour votre disponibilité.

Un remerciement encore plus spécial à l'équipe de la « Réunion », pas l'île, l'autre. Ces réunions auront permis de beaux moments d'évasion tout en faisant progresser la philosophie et la philocerevisia à leurs meilleurs niveaux. A ce titre, il convient de tirer son chapeau et de remercier vivement les membres fondateurs de la confrérie, à la sagesse bien sûr infinie, à savoir les Agents D., M. et P., ainsi que le commando « B » arrivé en renfort, à savoir les Agents B., B. & B. (mais où cela va-t-il s'arrêter !?), au savoir sans limites, et enfin les VIP occasionnels.

Je remercie tout particulièrement mes compagnons de bureau qui ont été d'un grand soutien durant cette aventure : Nabil (champion en vélo, en cuisine, en maniement d'orties, mais aussi en informatique, en attentions, en goûters improvisés, et la liste est encore longue... Merci pour tout !), Kim (créateur d'un art de vivre franco-coréen unique, merci pour toutes nos discussions, pour ta convivialité et ta chaleur ! C'est sûrement pour ça que tu avais besoin du ventilateur ;-)) et Florine (championne de ski de fond, mais aussi de la rédaction ; merci d'avoir remonté la moyenne du bureau sur ce point ;-)) et merci aussi pour ta bonne humeur !). Je salue aussi chaleureusement les co-bureaux de la fin, Kevin D., Armand et Mostafa B.

Merci également à tous les amis et proches de Lyon, Villeurbanne, Saint-Genis-les-Ollières, Paris, Grenoble, Meximieux, de Suisse, d'Allemagne et d'ailleurs.

A mes parents : je vous remercie du fond du cœur de m'avoir supporté dans tous les sens du terme, votre soutien aura été très précieux ; et merci pour tous les supers moments passés ensemble autour de la table durant ces quelques années. Merci également à mon frère, à mes sœurs et à toute la famille pour vos encouragements. Elise, finalement j'ai assez de pages, je n'ai donc pas retenu ta proposition d'insérer des pages de ta thèse sur la reproduction des ours polaires, mais merci quand même.

Enfin, Ingrid, merci infiniment pour ton soutien indéfectible, ta compréhension et ta bonne humeur, et tout le reste (pas la place de lister toutes tes qualités !). Allez, une petite comparaison pour la route : durant cette thèse, tu auras été comme les bulles d'une bonne bière : indispensable et toujours pétillante ! ;-)) Ou en un peu plus poétique, comme une étoile : toujours légère et scintillante !

Merci également à la cantine du CNRS, à Zambla et à mon vélo sans qui cette thèse aurait été encore plus compliquée.

Département FEDORA – INSA Lyon - Ecoles Doctorales – Quinquennal 2016-2020

SIGLE	ECOLE DOCTORALE	NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE
CHIMIE	CHIMIE DE LYON http://www.edchimie-lyon.fr Sec : Renée EL MELHEM Bat Blaise Pascal 3 ^e etage secretariat@edchimie-lyon.fr Insa : R. GOURDON	M. Stéphane DANIELE Institut de Recherches sur la Catalyse et l'Environnement de Lyon IRCELYON-UMR 5256 Équipe CDFA 2 avenue Albert Einstein 69626 Villeurbanne cedex directeur@edchimie-lyon.fr
E.E.A.	ELECTRONIQUE, ELECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE http://edeca.ec-lyon.fr Sec : M.C. HAVGOUDOUKIAN Ecole-Doctorale.eea@ec-lyon.fr	M. Gérard SCORLETTI Ecole Centrale de Lyon 36 avenue Guy de Collongue 69134 ECULLY Tél : 04.72.18 60.97 Fax : 04 78 43 37 17 Gerard.scorletti@ec-lyon.fr
E2M2	EVOLUTION, ECOSYSTEME, MICROBIOLOGIE, MODELISATION http://e2m2.universite-lyon.fr Sec : Safia AIT CHALAL Bat Darwin - UCB Lyon 1 04.72.43.28.91 Insa : H. CHARLES Safia.ait-chalal@univ-lyon1.fr	Mme Gudrun BORNETTE CNRS UMR 5023 LEHNA Université Claude Bernard Lyon 1 Bât Forel 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cédex Tél : 06.07.53.89.13 e2m2@univ-lyon1.fr
EDISS	INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES-SANTÉ http://www.ediss-lyon.fr Sec : Safia AIT CHALAL Hôpital Louis Pradel - Bron 04 72 68 49 09 Insa : M. LAGARDE Safia.ait-chalal@univ-lyon1.fr	Mme Emmanuelle CANET-SOULAS INSERM U1060, CarMeN lab, Univ. Lyon 1 Bâtiment IMBL 11 avenue Jean Capelle INSA de Lyon 696621 Villeurbanne Tél : 04.72.68.49.09 Fax : 04 72 68 49 16 Emmanuelle.canet@univ-lyon1.fr
INFOMATHS	INFORMATIQUE ET MATHEMATIQUES http://infomaths.univ-lyon1.fr Sec : Renée EL MELHEM Bat Blaise Pascal 3 ^e etage infomaths@univ-lyon1.fr	Mme Sylvie CALABRETTO LIRIS – INSA de Lyon Bat Blaise Pascal 7 avenue Jean Capelle 69622 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72. 43. 80. 46 Fax 04 72 43 16 87 Sylvie.calabretto@insa-lyon.fr
Matériaux	MATERIAUX DE LYON http://ed34.universite-lyon.fr Sec : M. LABOUNE PM : 71.70 –Fax : 87.12 Bat. Saint Exupéry Ed.materiaux@insa-lyon.fr	M. Jean-Yves BUFFIERE INSA de Lyon MATEIS Bâtiment Saint Exupéry 7 avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72.43 71.70 Fax 04 72 43 85 28 Ed.materiaux@insa-lyon.fr
MEGA	MECANIQUE, ENERGETIQUE, GENIE CIVIL, ACOUSTIQUE http://mega.universite-lyon.fr Sec : M. LABOUNE PM : 71.70 –Fax : 87.12 Bat. Saint Exupéry mega@insa-lyon.fr	M. Philippe BOISSE INSA de Lyon Laboratoire LAMCOS Bâtiment Jacquard 25 bis avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72 .43.71.70 Fax : 04 72 43 72 37 Philippe.boisse@insa-lyon.fr
ScSo	ScSo* http://recherche.univ-lyon2.fr/scso/ Sec : Viviane POLSINELLI Brigitte DUBOIS Insa : J.Y. TOUSSAINT viviane.polsinelli@univ-lyon2.fr	Mme Isabelle VON BUELTZINGLOEWEN Université Lyon 2 86 rue Pasteur 69365 LYON Cedex 07 Tél : 04.78.77.23.86 Fax : 04.37.28.04.48

*ScSo : Histoire, Géographie, Aménagement, Urbanisme, Archéologie, Science politique, Sociologie, Anthropologie

Abstract

The purpose of the studied thermal damper is to smooth the temperature peaks of transient electronic components via a composite structure consisting of an array of carbon nanotubes (CNT) filled with solid-liquid phase change material (PCM), the whole being embedded in a silicon (Si) casing. This passive system is intended to increase the thermal inertia per unit of volume of the electronic component thanks to the latent heat of the PCM while maintaining a high thermal conductance thanks to the CNT.

A versatile test bench was specifically developed in order to characterize the different generations of samples fabricated by the partners of the THERMA3D project. The thermal excitation of the front side of the sample is generated by a laser and the thermal response is measured simultaneously on the front and back sides by an infrared camera. A selected paint can be deposited on the sample in order to access its temperature by means of a dedicated calibration.

Parameter estimation methods were developed in order to quantify both main characteristics of the thermal damper: its heat storage capacity and its thermal resistance. The sensitivities of the thermal resistance to the features of the Si/CNT connection and to the length of the CNT were studied and it was found out that the interfacial thermal resistances Si/CNT are dominant in the system. Thermal cycling tests enabled to assess the reliability of the thermal damper in an accelerated manner.

The behavior of the PCM and the quality of the sealing material were optically analyzed. Besides, the infrared visualization of the CNT array through the semi-transparent silicon enabled to identify the highest of both Si/CNT interfacial thermal resistances. Finally, a non-destructive testing method for the evaluation of the quality of Si/CNT interfaces was developed for the latest generation of thermal dampers.

Résumé

L'amortisseur thermique étudié dans le cadre de cette thèse a pour objectif de limiter les pics de température des composants électroniques fonctionnant en régime transitoire au moyen d'une structure composite consistant en un réseau de nanotubes de carbone (NTC) rempli de matériau à changement de phase (MCP) solide-liquide, le tout étant contenu dans un boîtier en silicium (Si). Ce système passif vise à augmenter l'inertie thermique volumique du composant grâce à la chaleur latente du MCP tout en maintenant une bonne conductance thermique grâce aux NTC.

Un dispositif expérimental polyvalent a été développé spécifiquement pour caractériser les différentes générations d'échantillons fabriqués par les partenaires du projet THERMA3D. L'excitation thermique de l'échantillon est réalisée au moyen d'un laser en face amont et la réponse thermique est mesurée par caméra infrarouge simultanément sur les faces amont et aval. L'application d'une peinture sélectionnée sur l'échantillon permet d'accéder à sa température après un étalonnage dédié.

Des méthodes d'estimation de paramètres ont été développées pour quantifier les deux caractéristiques essentielles de l'amortisseur thermique que sont sa capacité de stockage thermique et sa résistance thermique. Les sensibilités de la résistance thermique aux caractéristiques de la connexion Si/NTC et à la longueur des NTC ont été étudiées et les résistances thermiques d'interface Si/NTC ont été identifiées comme dominantes au sein du système. Des essais de cyclage thermique ont permis d'évaluer la fiabilité de l'ensemble de manière accélérée.

Le comportement du MCP et la qualité du matériau de scellement ont été analysés par voie optique. Par ailleurs, la plus élevée des deux résistances thermiques d'interface Si/NTC a été localisée grâce à la visualisation infrarouge du réseau de NTC à travers le silicium semi-transparent. Enfin, une méthode de contrôle non destructif de la qualité de l'interface Si/NTC a été développée pour les amortisseurs thermiques de dernière génération.

Table des matières

Nomenclature	13
Abréviations	17
Introduction	19
Chapitre 1. Principe de l’amortisseur thermique et état de l’art	23
1.1 Etude bibliographique	23
1.1.1 Contexte et objectifs de l’amortisseur thermique T3D	23
1.1.2 Stockage thermique par chaleur latente.....	31
1.1.3 Amélioration de la conduction de la chaleur	34
1.2 Analyse théorique de la réponse thermique d’un amortisseur	46
1.2.1 Configurations géométrique et thermique de l’amortisseur étudié.....	46
1.2.2 Amortisseur thermique idéal	47
1.2.3 Modélisation de l’amortisseur thermique	54
1.2.4 Résultats et exploitation des modèles	60
1.3 Conclusions.....	67
Chapitre 2. Dispositif expérimental	71
2.1 Constitution des amortisseurs T3D	71
2.1.1 Dimensions caractéristiques de l’amortisseur thermique T3D	71
2.1.2 Procédés de fabrication des quatre générations d’amortisseur	72
2.1.3 Caractéristiques des matériaux constitutifs des amortisseurs	75
2.2 Présentation du banc d’essai.....	82
2.2.1 Excitation thermique par laser	82
2.2.2 Thermographie infrarouge	86
2.2.3 Banc d’essai préliminaire à lampe flash classique.....	89
2.2.4 Banc d’essai en configuration standard	90
2.2.5 Configuration pour le cyclage thermique.....	97
2.2.6 Equipements de protection individuelle	98
2.2.7 Conclusions.....	98
2.3 Mesure de température par thermographie IR	99
2.3.1 Choix du revêtement opaque.....	99

2.3.2	Détermination de l'épaisseur minimale de peinture	100
2.3.3	Etalonnage de la mesure de température par thermographie IR	104
2.3.4	Influence de la peinture sur le thermogramme aval	108
2.3.5	Conclusions.....	109
2.4	Caractérisation des conditions aux limites thermiques de l'échantillon	110
2.4.1	Bilan thermique de l'échantillon pour des chauffes supérieures à la seconde... ..	110
2.4.2	Estimation de la conductance thermique G_{env} entre l'échantillon et l'environnement.....	112
2.4.3	Estimation de la puissance de refroidissement P_{ref} donnée de l'échantillon à l'environnement.....	114
2.5	Conclusions.....	115
Chapitre 3.	Estimation des performances thermiques	117
3.1	Caractérisation de la capacité de stockage thermique de l'amortisseur	117
3.1.1	Réponse de l'amortisseur à une sollicitation de type créneau	117
3.1.2	Signature thermique du changement de phase.....	119
3.1.3	Méthode d'estimation de la chaleur latente du MCP	120
3.1.4	Robustesse et sensibilité de l'estimation de la chaleur latente des échantillons.....	125
3.1.5	Estimation de l'écèlement en température sans échantillon de référence.....	129
3.1.6	Conclusions.....	131
3.2	Caractérisation de la résistance thermique des amortisseurs avec NTC	132
3.2.1	Estimation de la résistance thermique R_{ff} à partir d'une sollicitation flash	132
3.2.2	Influence des NTC.....	136
3.2.3	Conclusions.....	147
3.3	Influence du cyclage thermique sur les propriétés thermiques des amortisseurs	148
3.3.1	Définition du cyclage thermique « T3D »	148
3.3.2	Dispositif expérimental.....	149
3.3.3	Évolution de la résistance thermique d'interface Si/NTC au poinçonnement....	152
3.3.4	Évolution de la résistance thermique totale de l'amortisseur	154
3.3.5	Évolution de la chaleur latente.....	156
3.3.6	Conclusions.....	157

3.4	Conclusions.....	158
Chapitre 4.	Contrôle non destructif par voie optique.....	161
4.1	Analyse optique de la distribution du MCP dans la cavité	161
4.1.1	Échantillons testés.....	161
4.1.2	Organisation et comportement du MCP dans la cavité	162
4.1.3	Etude de la possibilité d'estimer la masse de MCP par voie optique	164
4.1.4	Conclusions.....	166
4.2	Analyse des propriétés du scellement	167
4.2.1	Estimation de la résistance thermique R_{ff} à partir d'une sollicitation créneau... 167	
4.2.2	Influence du scellement sur la résistance thermique entre plaques R_{ff}	170
4.2.3	Influence du MCP sur la résistance thermique entre plaques R_{ff}	174
4.2.4	Conclusions.....	176
4.3	Evaluation de la résistance thermique d'interface Si/NTC par diagnostic optique	176
4.3.1	Propriétés optiques IR des constituants de l'amortisseur	176
4.3.2	Localisation de la résistance thermique d'interface Si/NTC dominante	182
4.3.3	Diagnostic optique de la qualité du poinçonnement	188
4.3.4	Conclusions.....	194
4.4	Conclusions.....	194
	Conclusions et perspectives	197
	Bibliographie	201
Annexe A.	Principe de mesure de la caméra IR	205
Annexe B.	Fiches techniques du matériel expérimental	210
Annexe C.	Spécifications et propriétés des matériaux.....	218
Annexe D.	Mesures complémentaires.....	226
Annexe E.	Calculs et analyses complémentaires.....	235
Annexe F.	Influence de l'émissivité considérée pour la mesure flash	242
Annexe G.	Comparaison des deux méthodes d'estimation de la résistance thermique R_{ff} . 243	
Annexe H.	Spécifications des échantillons testés	245

Nomenclature

Lettres latines

a	Diffusivité thermique [$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$]
b	Constante [-]
c	Capacité thermique massique [$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$]
c_0	Vitesse de la lumière dans le vide [m s^{-1}]
c_p	Capacité thermique massique à pression constante [$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$]
$c_{p,eq,fus}$	Capacité thermique massique équivalente due uniquement à la fusion du MCP à pression constante [$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$]
$c_{p,eq,sol}$	Capacité thermique massique équivalente due uniquement à la solidification du MCP à pression constante [$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$]
$C_{p,m}$	Capacité thermique molaire à pression constante [$\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$]
d	Diamètre de trou dans le tapis de NTC ou diamètre de pilier de NTC [m]
D	Diamètre des îlots hexagonaux de NTC [m]
e	Distance bord à bord entre trous du tapis de NTC ou entre piliers de NTC [m]
E	Distance bord à bord entre îlots de NTC [m]
f	Constante [-]
f_{corr}	Facteur de correction de la caméra IR [-]
g	Constante [-]
G	Conductance thermique [W K^{-1}]
G_{env}	Conductance thermique globale de l'échantillon vers l'environnement [W K^{-1}]
h	Coefficient d'échange thermique ou conductance thermique d'interface [$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$]
h	Constante de Planck [J s]
H	Enthalpie [J]
k	Constante de Boltzmann [J K^{-1}]
K	Constante [ua]
l	Épaisseur [m]
L	Luminance [$\text{W m}^{-2} \text{sr}^{-1}$]
L^0	Luminance du corps noir [$\text{W m}^{-2} \text{sr}^{-1}$]
$L_{\Delta\lambda}$	Luminance entre 2,5 et 5,5 μm [$\text{W m}^{-2} \text{sr}^{-1}$]
$L^0_{\Delta\lambda}$	Luminance du corps noir entre 2,5 et 5,5 μm [$\text{W m}^{-2} \text{sr}^{-1}$]
m	Masse [kg]

$(mc_p)_{tot}$	Capacité thermique totale apparente à pression constante [$J\ kg^{-1}\ K^{-1}$]
$\mathcal{M}$	Masse molaire [$g\ mol^{-1}$]
$\varnothing$	Diamètre d'un nanotube [m]
ρ	Longueur d'un côté d'hexagone [m]
P	Puissance [W]
q	Flux thermique surfacique [$W\ m^{-2}$]
q_{λ}^0	Flux surfacique hémisphérique spectral du corps noir [$W\ m^{-2}\ \mu m^{-1}$]
Q_{abs}	Flux thermique laser absorbé par l'échantillon [W]
Q_{tr}	Flux thermique transmis de la plaque amont à la plaque aval [W]
r	Résistance thermique de surface [$m^2\ K\ W^{-1}$]
R	Résistance thermique [$K\ W^{-1}$]
s	Signal électrique délivré par la caméra IR [ua]
S	Surface [m^2]
t	Temps [s]
$t_{1/2}$	Temps de demi-montée en température [s]
T	Température [$^{\circ}C$] ou [K]
T_0	Moyenne temporelle de la température [$^{\circ}C$] ou [K]
T_{∞}	Température finale [$^{\circ}C$] ou [K]
T_{λ}	Transmittance spectrale au sein du silicium [-]
U	Tension électrique [V]
V	Volume [m^3]
x	Fraction massique de MCP liquide [-]
Z_{th}	Impédance thermique [$K\ W^{-1}$]

Lettres grecques

α	Absorptance
α'_{λ}	Absorptance monochromatique quasi normale [-]
β	Constante [-]
γ	Constante [-]
Δh_{fus}	Enthalpie massique de fusion, chaleur latente de fusion [$J\ kg^{-1}$]
Δh_{sol}	Enthalpie massique de solidification, chaleur latente de solidification [$J\ kg^{-1}$]
$\Delta T/2$	Moitié de la variation totale de température lors d'une mesure flash [K]
ε	Émittance ou émissivité [-]
ε'_{λ}	Emissivité monochromatique quasi normale [-]

ϑ	Température [kK]
κ_λ	Coefficient d'absorption monochromatique [m^{-1}]
λ	Conductivité thermique [$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$]
λ	Longueur d'onde [m]
ν	Taux de NTC [-]
ξ	Réponse spectrale relative du détecteur IR [sr^{-1}]
ρ	Masse volumique [kg m^{-3}]
ρ	Réflectance ou réflectivité
$\rho_\lambda'^n$	Réflectance ou réflectivité monochromatique quasi normale hémisphérique [-]
σ	Constante de Stefan-Boltzmann [$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-4}$]
σ_T	Ecart type de la fonction gaussienne modélisant le glissement de température [K]
τ	Transmittance [-]
$\tau_\lambda'^n$	Transmittance monochromatique quasi normale hémisphérique [-]
φ	Constante [-]
ω	Pulsation [rad s^{-1}]

Indices

<i>1/2</i>	relatif à la demi-montée en température
<i>A</i>	avec MCP
<i>adh</i>	adhésif
<i>am</i>	amont
<i>amb</i>	ambiante
<i>app</i>	apparent(e)
<i>av</i>	aval
<i>cam</i>	caméra IR
<i>cat</i>	catalyseur
<i>cha</i>	chauffe
<i>cc</i>	corps chaud
<i>CM</i>	couches minces
<i>cond</i>	conduction
<i>eff</i>	effective
<i>env</i>	environnement, vers l'environnement
<i>eq</i>	équivalent(e)

<i>ff</i>	entre les deux faces de l'amortisseur
<i>fus</i>	fusion
<i>ga</i>	grise apparente
<i>i</i>	initial(e)
<i>In</i>	Indium
<i>inf</i>	inférieur
<i>int</i>	interface
<i>IR</i>	Infrarouge
<i>LB</i>	ligne de base
λ	monochromatique ou spectral(e)
<i>m</i>	moyenne spatiale
<i>max</i>	maximum
<i>MCP</i>	matériau à changement de phase
<i>mes</i>	mesuré
<i>min</i>	minimum
<i>mir</i>	miroir IR
<i>poi</i>	poinçonnement
<i>pt</i>	peinture
<i>sol</i>	solidification
<i>ray</i>	rayonnement
<i>ref</i>	refroidissement ou référence (selon le contexte)
<i>S</i>	sans MCP
<i>Si</i>	silicium
<i>ss</i>	entre les surfaces en regard des deux composants en contact thermique
<i>sup</i>	supérieur
<i>tot</i>	total
<i>vue</i>	vu(e) par la caméra IR

Exposants

$'$	quasi normal(e)
$\cap$	hémisphérique
$^{\circ}$	du corps noir

Abréviations

BGA	Ball Grid Array (type de boîtier électronique)
CNT	Carbon NanoTubes (en français : NTC)
CNUC	Compensated NUC (en français : NUC compensée en température caméra)
CVD	Chemical Vapor Deposition (en français : dépôt chimique en phase vapeur)
DL	Digital Level
DSC	Differential Scanning Calorimetry (en français : calorimétrie différentielle à balayage)
EPI	Equipement de protection individuelle
IR	Infrarouge
ITRS	International Technology Roadmap for Semiconductors
MEB	Microscope Électronique à Balayage
MET	Microscope Électronique en Transmission
MCP	Matériau à Changement de Phase
MWCNT	Multi-walled carbon nanotubes (en français : NTC multifeuillets)
NETD	Noise-Equivalent Temperature Difference (fr. : température équivalente de bruit)
NIST	National Institute of Standards and Technology
NTC	NanoTubes de Carbone
NUC	Non Uniformity Correction (en français : correction de non-uniformité)
PCB	Printed Circuit Board (circuit imprimé, plateforme)
PCM	Phase Change Material (en français : MCP)
PVD	Physical Vapor Deposition (en français : dépôt physique en phase vapeur)
Si	Silicium
SWCNT	Single-walled carbon nanotubes (en français : NTC monofeuillet)
T3D	THERMA3D
TIM	Thermal Interface Material (en français : matériau d'interface thermique)
ua	unité arbitraire
VACNT	Vertically aligned CNT (en français : NTC alignés verticalement)
VIS	Visible
xGNP	exfoliated graphite nanoplatelets (nanoplaquettes de graphite exfolié)

Introduction

Les appareils électroniques sont de plus en plus répandus dans tous les secteurs d'activités (transports, énergie, santé, production, communication...). Par exemple, le nombre d'abonnements de téléphonie mobile équivaut aujourd'hui au nombre d'humains sur Terre, soit plus de sept milliards, avec un nombre d'abonnements par habitant de 0,93 dans les pays en « développement » et de 1,26 dans les pays « développés » (chiffres : International Telecommunication Union 2015), alors qu'il n'y avait quasiment aucun téléphone mobile vingt ans auparavant. Les appareils électroniques sont également de plus en plus petits et de plus en plus mobiles. Pour illustrer cette tendance, on peut citer, par ordre d'apparition sur le marché, les ordinateurs fixes, les ordinateurs portables, les smartphones, et aujourd'hui les montres connectées. Enfin, conformément à l'esprit de la loi de Moore qui prévoit une augmentation exponentielle des performances des microprocesseurs, les capacités de calcul et de mémoire de ces appareils augmentent constamment afin de traiter des flux de données de plus en plus importants (traitement de textes, de photos puis de vidéos pour les téléphones mobiles, régulation de plus en plus fine par les calculateurs embarqués pour la dépollution des moteurs à combustion interne...).

Les performances croissantes des composants électroniques combinées à une diminution de leur volume et parfois à une intégration 3D (empilement des composants) mènent à des densités de puissance thermique dissipée croissantes. Or, leur température doit rester en deçà d'une certaine limite afin de ne pas dégrader leur durée de vie ni leur performance. La dissipation de chaleur dans les circuits électroniques est ainsi devenue l'une des principales limites à la poursuite de l'augmentation de leurs performances (Waldrop, 2016). Pour les composants électroniques fonctionnant en régime stationnaire, la principale solution consiste à augmenter la conductance thermique entre les sources de chaleur et la source froide, ce qui permet d'augmenter la puissance thermique évacuée sans hausse des températures maximales. Pour les composants électroniques fonctionnant uniquement en régime transitoire, une solution plus simple peut être d'augmenter leur inertie thermique afin de lisser les pics de température liés aux phases d'activité du composant.

Cette thèse a été supportée par l'Agence Nationale de la Recherche (ANR) dans le cadre du projet THERMA3D (Thermal Management for 3D electronics) N°ANR-11-NANO-0011. Ce projet a été retenu lors de l'appel à projet ANR P2N (Nanotechnologies et Nanosystèmes) en 2011. Il a démarré en janvier 2012 et s'est terminé en juin 2015. Le projet THERMA3D (ou T3D) s'inscrit dans la problématique de la gestion thermique des composants électroniques fonctionnant de manière intermittente. L'objectif du projet T3D est de fabriquer et de caractériser thermiquement un système permettant d'augmenter l'inertie thermique d'un composant électronique à encombrement constant tout en conservant une conductivité thermique proche de celle du silicium plein. Pour ce faire, un matériau à changement de phase (MCP) solide-liquide est placé dans une cavité au cœur du silicium afin d'augmenter l'inertie thermique grâce à sa chaleur latente de fusion. Une structure en nanotubes de carbone (NTC) à la conductivité thermique plus élevée que le silicium traverse le MCP afin de compenser la faible conductivité thermique de ce dernier. Pour plus de clarté, ce dispositif d'abord appelé « interposeur thermique » a finalement été renommé « amortisseur thermique » dans le cadre de cette thèse, terme plus explicite compte tenu de sa vocation à atténuer les oscillations de température du composant.

Cinq partenaires ont participé au projet T3D. STMicroelectronics, entreprise internationale majeure de l'industrie des semi-conducteurs, a défini le cahier des charges de l'amortisseur thermique. L'unité mixte de recherche IEMN (Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie) a été en charge de la gravure des cavités dans le silicium ainsi que d'une partie des travaux relatifs au scellement à basse température et au dépôt de couches minces. La société Kaplan Energy (aujourd'hui Clauger), jeune entreprise spécialisée dans les MCP, a sélectionné puis fourni la paraffine utilisée. Le CEA/LITEN (Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives / Laboratoire d'Innovation pour les Technologies des Energies nouvelles et les Nanomatériaux) a fabriqué les NTC, développé différentes méthodes de densification de ces derniers et réalisé les différentes étapes de l'assemblage de l'amortisseur (dépôt de certaines couches minces, intégration du MCP, connexion des NTC avec les plaques en silicium, scellement). Enfin, l'unité mixte de recherche CETHIL (Centre d'Energétique et de Thermique de Lyon) était en charge de l'étude thermique de ces amortisseurs.

Même si le laboratoire bénéficie d'une expérience passée importante dans le domaine de la caractérisation des propriétés thermiques des matériaux, il faut noter que de nombreux dispositifs ont été transférés à la société Influtherm, spin-off du CETHIL, depuis une quinzaine d'années. Par ailleurs, les amortisseurs thermiques T3D ont une géométrie particulière. Dans ce contexte, une partie de ce travail de thèse a consisté à concevoir puis réaliser un banc de caractérisation thermique. Outre le développement du banc, les objectifs de cette thèse étaient de développer des méthodes d'estimation des paramètres thermiques d'intérêt, de réaliser et d'analyser les essais de caractérisation thermique des différents échantillons et d'émettre des recommandations pour améliorer les performances thermiques de l'amortisseur. Dans ce cadre-là, des méthodes de contrôle non destructif par voie optique ont également été développées.

Le premier chapitre de cette thèse présente tout d'abord l'étude bibliographique relative aux différents aspects des amortisseurs thermiques T3D. Le contexte thermique de l'électronique est exposé, de même que le principe et le cahier des charges de l'amortisseur thermique T3D. Le stockage d'énergie par chaleur latente est ensuite abordé. Enfin, les différents moyens d'améliorer la conduction de la chaleur au sein de l'amortisseur sont présentés. A cette occasion, une vue d'ensemble des propriétés des NTC ainsi que des matériaux d'interface thermique (TIM) est proposée. Dans la deuxième partie de ce chapitre, l'étude théorique et numérique réalisée au début du projet T3D préalablement à cette thèse est présentée. Elle permet d'illustrer les plages d'utilisation optimale mais aussi les limites d'un amortisseur thermique tout en étudiant la sensibilité de la réponse thermique à différents paramètres.

Le deuxième chapitre traite de l'ensemble du dispositif expérimental. L'architecture des différentes générations d'échantillon et les spécifications connues de leurs principaux matériaux constitutifs sont tout d'abord passées en revue. Le choix du matériel expérimental ainsi que la conception et les caractéristiques du banc d'essai développé dans le cadre de cette thèse sont explicités. Le test comparatif de différentes peintures destinées à opacifier les échantillons et contrôler leur émissivité est présenté, puis la procédure d'étalonnage de la mesure de température par thermographie IR avec la peinture retenue est exposée. Enfin, les échanges thermiques entre l'échantillon et le banc d'essai sont estimés.

Le troisième chapitre présente les méthodes de caractérisation développées pour estimer les propriétés thermiques de l'amortisseur thermique ainsi que les résultats obtenus. La capacité de

stockage d'énergie thermique par chaleur latente, fonction première des amortisseurs, est tout d'abord étudiée. L'aptitude à conduire la chaleur, seconde fonction principale des amortisseurs, est ensuite caractérisée et les performances mesurées sont comparées à celles de systèmes approchants dans la littérature. Enfin, des essais de cyclage thermique sont présentés et l'évolution des propriétés thermiques de l'amortisseur soumis à ce test de vieillissement thermomécanique accéléré est évaluée.

Le quatrième et dernier chapitre est consacré principalement aux méthodes de contrôle non destructif par voie optique développées dans le cadre de cette thèse. Une étude du comportement du MCP dans la cavité par semi-transparence à travers le silicium est tout d'abord présentée. La qualité du scellement reliant les deux plaques en silicium est ensuite analysée grâce à des mesures thermiques et optiques. Puis les propriétés radiatives IR de certains constituants clés des amortisseurs sont évaluées. La connaissance de ces propriétés permet alors de développer une méthode de localisation de la plus élevée des deux résistances thermiques d'interface Si/NTC. Enfin, une méthode de contrôle non destructif des propriétés mécaniques et thermiques des interfaces Si/NTC de dernière génération est proposée.

Chapitre 1. Principe de l'amortisseur thermique et état de l'art

Ce chapitre se divise en deux grandes parties. La première partie est consacrée à l'étude bibliographique des différents aspects relatifs à l'amortisseur thermique. Le contexte thermique de l'électronique ainsi que l'amortisseur thermique T3D et sa finalité sont tout d'abord présentés. Les spécificités du stockage thermique par changement de phase solide-liquide sont ensuite abordées. Enfin, les solutions permettant d'améliorer la conduction de la chaleur au sein du matériau à changement de phase ainsi qu'à l'interface entre deux composants sont passées en revue et les caractéristiques des nanotubes de carbone sont exposées.

La deuxième partie porte sur l'étude théorique du comportement de l'amortisseur thermique. Les performances maximales atteignables par un tel système sont tout d'abord analysées au moyen du concept d'amortisseur idéal. La modélisation de l'amortisseur réel T3D est ensuite présentée. Enfin, les résultats numériques issus de la modélisation sont discutés et permettent d'explicitier les avantages mais aussi les limites de l'amortisseur thermique.

1.1 Etude bibliographique

Cette partie présente tout d'abord le contexte actuel de la gestion thermique dans le domaine de l'électronique, le concept de l'amortisseur thermique ainsi que les applications visées par STMicroelectronics, le partenaire industriel du projet T3D. Le stockage d'énergie thermique par chaleur latente de changement de phase solide-liquide, première fonction de l'amortisseur thermique T3D, est ensuite abordé. La troisième section traite de l'amélioration de la conduction de la chaleur, ce qui correspond à la seconde fonction principale de l'amortisseur thermique T3D. Les techniques d'amélioration de la conduction de la chaleur au sein du MCP sont abordées, ainsi que les caractéristiques des nanotubes de carbones (NTC) et celles des matériaux d'interface thermique (TIM) auxquels il est pertinent de comparer l'amortisseur thermique T3D. Enfin, dans la dernière section, les systèmes conçus pour la régulation thermique des composants électroniques en régime transitoire au moyen d'un MCP sont comparés à l'amortisseur thermique développé dans le projet T3D.

1.1.1 Contexte et objectifs de l'amortisseur thermique T3D

1.1.1.1 Contexte thermique de l'électronique

La loi de Moore prévoit le doublement de la densité des transistors et donc des performances des microprocesseurs tous les deux ans (Moore, 1975). Cette loi exponentielle énoncée de manière empirique sur la base des évolutions passées s'est vérifiée dans les années 1970 et 1980 avant d'être explicitement choisie comme feuille de route par l'industrie des semiconducteurs à partir des années 1990 (Waldrop, 2016). La figure 1-1 illustre cette tendance avec le nombre de transistors par microprocesseur, soit plus ou moins la puissance de calcul, qui double tous les deux ans depuis 40 ans. Cependant, cette loi atteint aujourd'hui ses limites, la période de doublement tendant actuellement vers les trois ans d'après Brian Krzanich, PDG d'Intel (Loukil, 2015).

Les deux principales limites physiques à la poursuite de la miniaturisation de l'électronique sont la dissipation de chaleur et les effets quantiques. Depuis 2004 déjà, la fréquence d'horloge, c'est-à-dire la fréquence d'exécution des opérations par les microprocesseurs, stagne afin de limiter

la chaleur dissipée (figure 1-1). La seconde limite sera probablement atteinte dans la décennie à venir lorsque la taille des transistors, aujourd'hui de 14 nm, s'approchera de 2-3 nm soit une dizaine d'atomes, taille pour laquelle le comportement des électrons est gouverné par les lois de la physique quantique, rendant alors les transistors non fiables (Waldrop, 2016). Parallèlement à l'augmentation de la performance des composants électroniques, leur volume diminue constamment, comme le montre la figure 1-2.

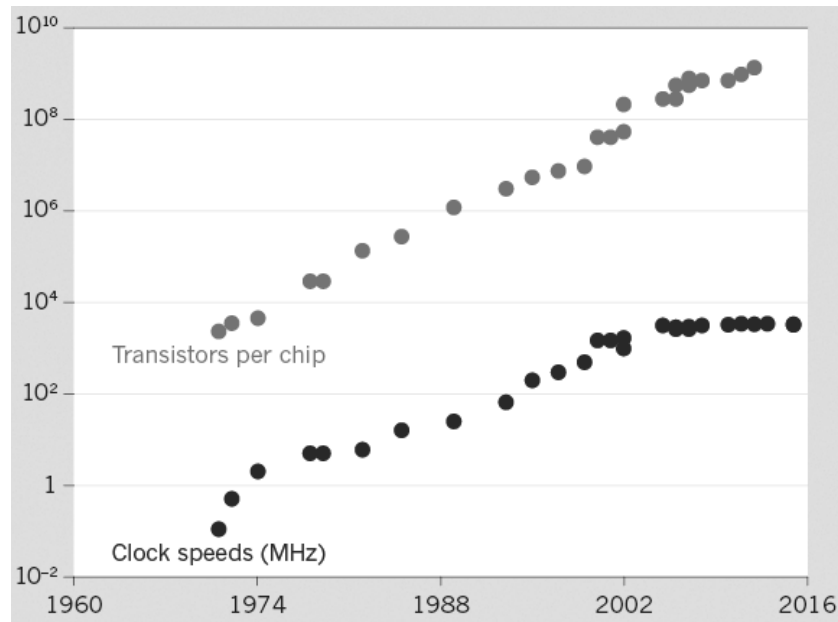


Figure 1-1. Evolution du nombre de transistors par microprocesseur et de la fréquence d'horloge des microprocesseurs (Waldrop, 2016).

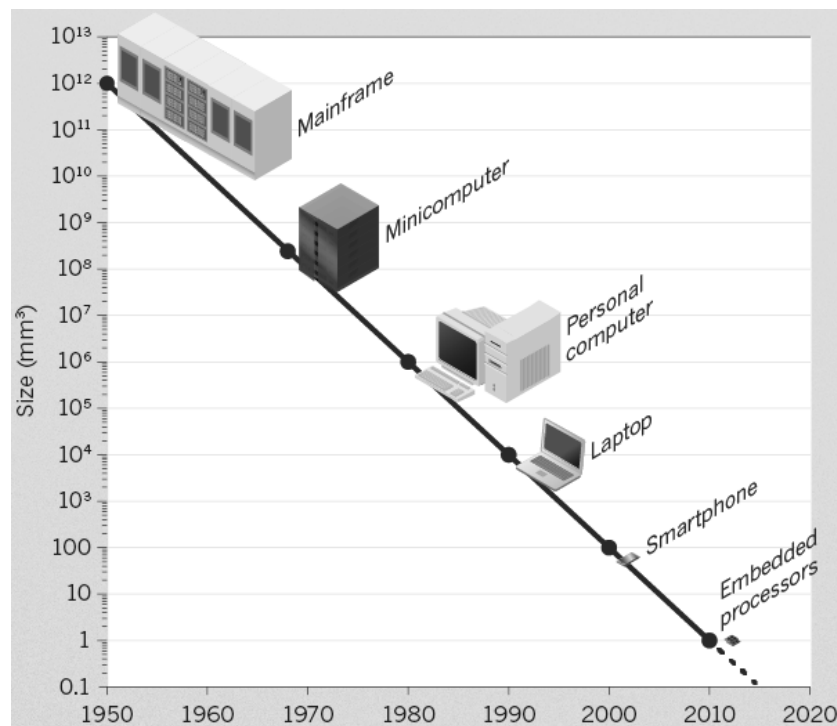


Figure 1-2. Evolution de la taille des appareils électroniques avec le temps (Waldrop, 2016).

Une solution permettant de poursuivre l'augmentation des performances des circuits électroniques par unité de volume est de passer d'une intégration 2D, où les composants sont disposés dans un même plan, à une intégration 3D (figure 1-3). Le fait d'empiler les composants électroniques permet en outre de diminuer la consommation électrique et donc la puissance thermique générée du fait de la distance réduite entre les différents composants (Dutoit et al., 2013).

Cependant, l'architecture 3D représente une contrainte supplémentaire en termes de gestion de la chaleur puisque la source froide se retrouve plus éloignée des sources chaudes et car la surface d'échange avec la source froide rapportée à la puissance thermique générée diminue. La figure 1-4 montre de manière schématique le flux de chaleur dirigé du haut de l'empilement vers le bas pour une architecture 3D donnée. Le boîtier BGA (Ball Grid Array) constitue la source froide pour les deux composants électroniques situés au-dessus. Actuellement, l'architecture 3D ne fonctionne qu'avec des puces mémoire car celles-ci ne génèrent de la chaleur que lorsqu'elles sont consultées, c'est-à-dire suffisamment peu fréquemment (Waldrop, 2016).

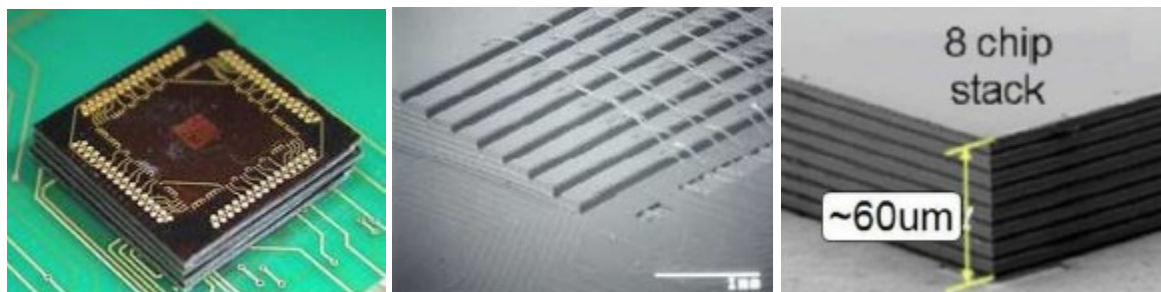


Figure 1-3. Composants électroniques 3D (source gauche : Fraunhofer IZM ; milieu : ITRS 2009 ; droite : AES, Samsung).

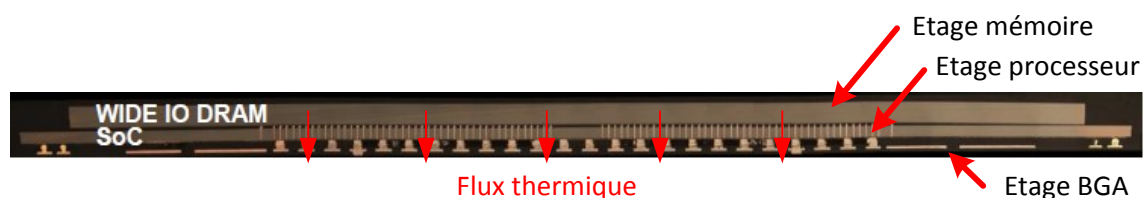


Figure 1-4. Exemple de composant électronique 3D conçu par ST-Ericsson / CEA et représentation schématique du flux thermique entre les différents étages (d'après Vivet et Guérin, 2011).

Les principales causes de défaillance des appareils électroniques sont la température, la tension et l'intensité électriques, l'humidité, le rayonnement, les vibrations et la poussière (Pecht, 2008). La température est un des paramètres de première importance pour la fiabilité de l'électronique puisqu'elle est liée à plus de la moitié des défaillances des appareils électroniques (Anandan et Ramalingam, 2008; Du, 2008).

L'augmentation de la performance et de la puissance électrique consommée des composants électroniques combinée à leur miniaturisation continue mène à des densités de puissance thermique croissantes. Cependant, les températures maximales admissibles pour les différents composants électroniques n'évoluent pas. Ces températures maximales sont propres à chaque type de composant et à chaque application (téléphonie mobile, avionique, automobile...). Par exemple, pour une application mobile, une puce mémoire DRAM ne doit pas dépasser 85 °C tandis qu'un microprocesseur ne doit pas dépasser 125 °C de température de jonction, d'après STMicroelectronics. Le non respect des températures maximales admissibles réduit la durée de vie

du composant électronique. Pour les semi-conducteurs, une hausse de 10 K entraîne une réduction de la fiabilité de 50 % (Jiang et al., 2012).

En plus des températures maximales de jonction, c'est-à-dire de la température de la partie active des composants, des températures maximales admissibles pour les assemblages de composants sont également définies pour assurer la fiabilité de ceux-ci. Un exemple de mécanisme de défaillance liée à la température est la rupture de connexion au niveau des billes et des piliers de jonction assurant la conduction électrique entre les différents niveaux de l'assemblage. Cette rupture résulte des contraintes thermomécaniques liées au coefficient d'expansion thermique différant entre les différents matériaux constituant l'assemblage.

Enfin, pour des raisons de confort et/ou de sécurité, certaines applications imposent que la surface externe de l'appareil ne dépasse pas une certaine température de surface pour une température ambiante donnée, celles-ci dépendant de l'appareil et de l'application. Par exemple, la température ambiante maximale définie par l'ITRS (International Technology Roadmap for Semiconductors) pour un smartphone est de 45 °C. La figure 1-5 illustre les différentes températures évoquées précédemment pour un téléphone. BGA signifie Ball Grid Array et désigne un type de boîtier. PCB signifie Printed Circuit Board, c'est un circuit imprimé ici appelé plateforme.

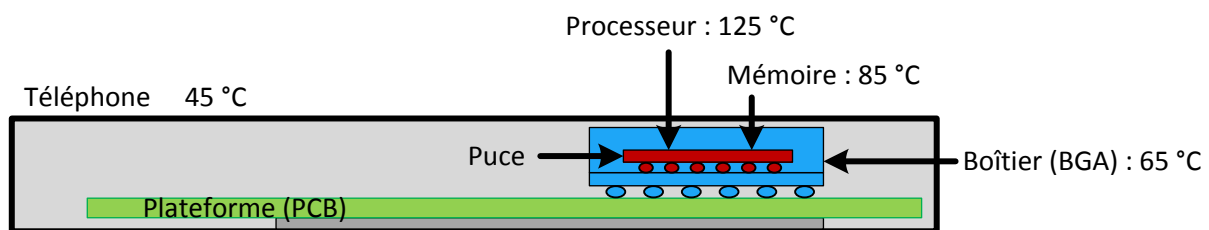


Figure 1-5. Températures maximales admises à différents endroits d'un système de type téléphone portable (source : STMicroelectronics).

1.1.1.2 Principe de l'amortisseur thermique T3D

D'une manière générale, différentes solutions permettent d'évacuer la chaleur générée par les composants électroniques. Elles peuvent être classées en deux catégories : les systèmes actifs, assistés mécaniquement ou électriquement (convection forcée, projection d'un spray, système thermoélectrique, thermopompe...), et à l'inverse, les systèmes passifs (dissipateurs thermiques, diffuseurs thermiques...) (Anandan et Ramalingam, 2008). Les systèmes actifs permettent d'atteindre des puissances de refroidissement plus élevées, mais ils sont peu compatibles avec les appareils électroniques mobiles du fait notamment de leur volume et de leur masse.

Les composants électroniques peuvent fonctionner en régime permanent ou transitoire. En transitoire, la puissance thermique est générée durant un intervalle de temps et non en continu, ce qui mène à un pic de température dans le composant électronique. Pour les composants fonctionnant en régime transitoire, les matériaux à changement de phase (MCP) constituent une solution simple et légère pour réduire la taille et le coût du système de refroidissement (Anandan et Ramalingam, 2008). La thèse de Romain Hodot (2015) présente une étude bibliographique exhaustive sur les solutions de refroidissement en régime permanent.

De nombreuses études traitent de la gestion thermique de composants électroniques fonctionnant en régime transitoire grâce à l'intégration de MCP. Tan et Tso (2004) ont ainsi mené

une étude expérimentale basique sur le refroidissement d'appareils électroniques mobiles de type ordinateur portable ou PDA (agenda électronique) incluant quatre réservoirs de MCP afin de limiter la hausse de température résultant d'une utilisation de l'appareil. La chaleur générée par les composants électroniques est simulée par quatre résistances chauffantes (heater) et les réservoirs de MCP (PCM) sont situés dans une plaque en aluminium représentant l'appareil électronique (figure 1-6). La surface supérieure du montage est refroidie par convection naturelle avec l'air. Il ressort que la présence de MCP permet de maintenir la température de puce sous la température maximale admissible durant 2 h. Le temps caractéristique de fonte du MCP et la quantité de MCP ($\approx 50 \text{ cm}^3$) sont très supérieures à celles visées par le projet T3D, mais ceci illustre de manière simple le principe de l'écrêtage en température au moyen d'un MCP.

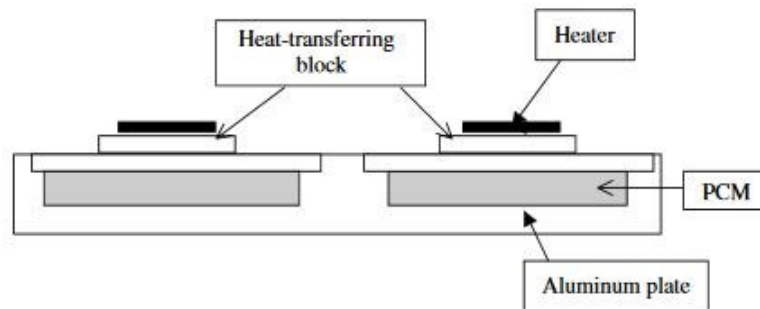


Figure 1-6. Dispositif expérimental reproduisant un appareil électronique avec ses sources thermiques et ses réservoirs de MCP (Tan et Tso, 2004).

Une surface d'échange importante entre le MCP et son contenant est souhaitable pour obtenir des puissances de stockage/déstockage d'énergie thermique élevées. Une méthode simple pour augmenter cette surface d'échange est de disposer des ailettes au sein du MCP, par exemple en utilisant un dissipateur thermique traditionnel. Cette solution a été étudiée numériquement (Wang et al., 2007) et expérimentalement (Kandasamy et al., 2008; Setoh et al., 2010) dans le cadre du refroidissement de composants électroniques en régime transitoire. Il ressort que les ailettes permettent d'abaisser la température des composants électroniques en permettant une vitesse de fusion plus élevée du MCP, c'est-à-dire une puissance de stockage thermique plus importante. En revanche, par rapport à un dissipateur thermique classique à ailettes, ces dernières perdent une partie de leur surface d'échange avec l'air, ce qui diminue leur puissance de refroidissement en régime stationnaire. Ceci montre qu'il est préférable d'intégrer le MCP de manière à dégrader le moins possible l'échange thermique du système avec la source froide.

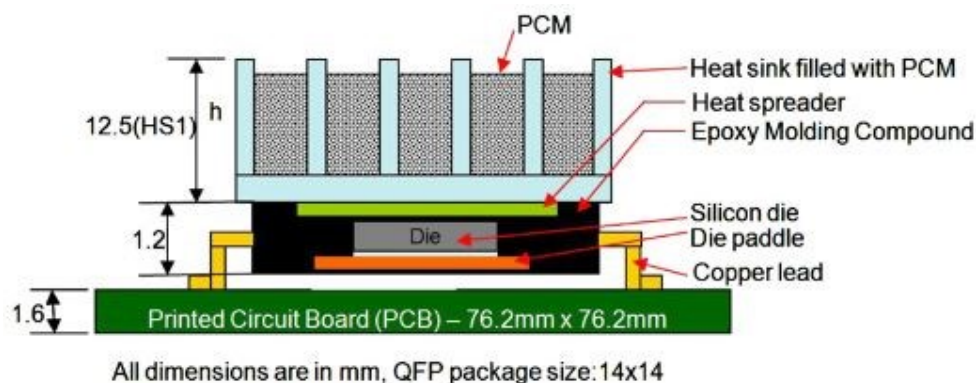


Figure 1-7. Dissipateur thermique intégrant du MCP entre ses ailettes (Kandasamy et al., 2008).

Afin de conserver la surface d'échange élevée entre le dissipateur thermique et l'air tout en intégrant le MCP, Jaworski (2012) a développé un système d'ailettes cylindriques creuses remplies de MCP (figure 1-8). Grâce à la surface d'échange air/métal élevée, ce système destiné au refroidissement de l'électronique permet de diminuer la résistance thermique entre le dissipateur et l'air en régime stationnaire par rapport à un dissipateur thermique classique auquel est ajouté du MCP (figure 1-7). En régime transitoire, l'inertie thermique supplémentaire liée à la chaleur latente du MCP permet de ralentir la montée en température lors d'un pic de puissance ou lors d'une défaillance de ventilateur par exemple. La puissance de stockage du MCP est élevée grâce à la surface d'échange importante entre le MCP et le dissipateur. Cette solution montre qu'une géométrie bien choisie pour le MCP et la structure conductrice peut améliorer notablement les performances du système à la fois en régime stationnaire et en régime transitoire.

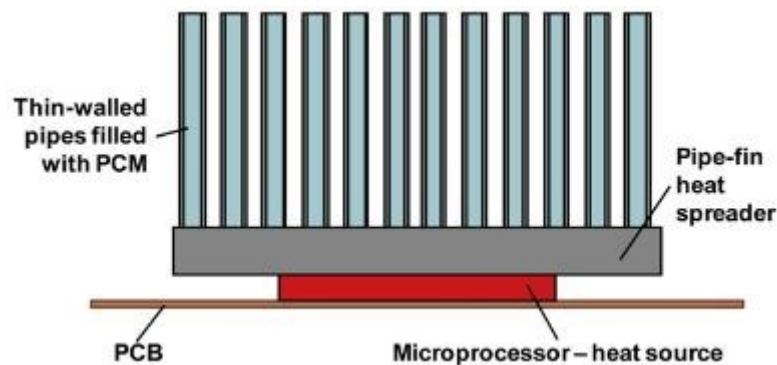


Figure 1-8. Dissipateur thermique à ailettes cylindriques creuses contenant du MCP (Jaworski, 2012).

Toujours dans l'optique d'améliorer la puissance instantanée maximale que le MCP peut stocker, Shaikh et Lafdi (2010) ont disposé des matériaux de conductivité thermique élevée dans et autour du MCP. Leur système dédié à la protection de l'électronique transitoire contre les pics de température consiste en un boîtier en carbone de conductivité thermique élevée délimitant trois compartiments contenant du MCP et des NTC (figure 1-9). Le tout est relié à une source chaude et une source froide via un matériau d'interface thermique (TIM) intégrant lui aussi des NTC. Trois cas sont étudiés expérimentalement, avec ou sans TIM et avec ou sans les NTC dans le MCP. Il ressort que la température de la source chaude est abaissée par la présence de NTC dans le MCP mais surtout par la présence des TIM. Ceci montre qu'en plus de comporter des surfaces d'échange thermique importantes avec le MCP, la matrice doit être bien connectée thermiquement à la source chaude.

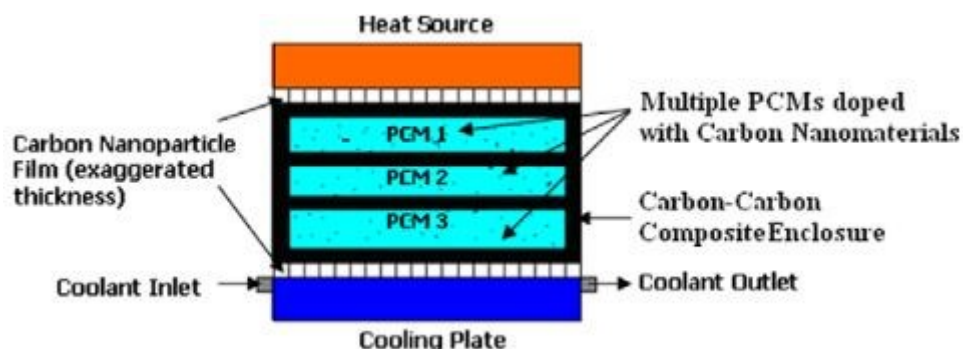


Figure 1-9. Structure en carbone contenant du MCP et des NTC (Shaikh et Lafdi, 2010).

Une solution permettant d'obtenir une grande surface d'échange avec le MCP relativement au volume de MCP ainsi qu'une matrice de conductivité thermique élevée et bien connectée à la source chaude a été développée par Muratore et al. (2012). Ils ont conduit l'étude d'un réseau de microréservoirs de MCP (40 μm de diamètre, 10 μm de profondeur) inclus à la surface d'un substrat en silicium pour le contrôle de la température de cette même surface lors de sollicitations thermiques transitoires courtes (figure 1-10). Il ressort que cette solution permet de stabiliser la température de surface pour les sollicitations thermiques considérées. Cependant, la quantité d'énergie stockée par chaleur latente par unité de surface (0,08 J cm^{-2}) est nettement plus faible que celle visée dans le projet T3D ($\approx 2 \text{ J cm}^{-2}$).

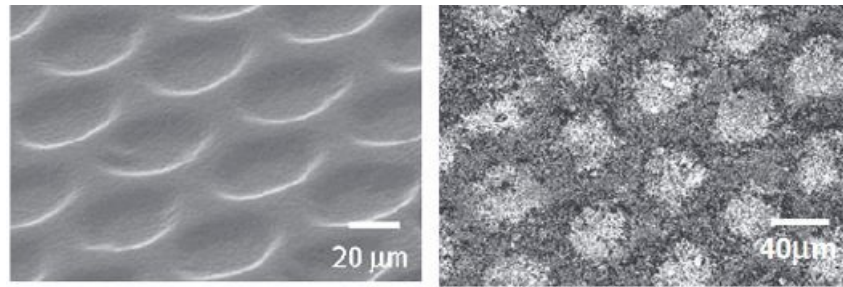


Figure 1-10. Réseau de réservoir de MCP avant (gauche) et après (droite) remplissage avec le MCP (Muratore et al., 2012).

Différents systèmes consistant en une matrice en carbone (graphite, mousse de carbone...) contenant du MCP ont été développés (Alshaer et al., 2015; Mills et al., 2006), mais aucun système identique à l'amortisseur thermique T3D n'a été identifié lors de la recherche bibliographique. Les systèmes les plus proches sont des TIM de type tapis de nanotubes de carbone alignés verticalement (VACNT) et contenant du MCP de type paraffine (Cola et al., 2008). Cependant, l'objectif du MCP est de diminuer la résistance thermique d'interface substrat/NTC et non de stocker de l'énergie thermique. De plus, contrairement au projet T3D, les NTC ne sont pas densifiés, ou alors très légèrement et de manière involontaire et désordonnée.

L'amortisseur thermique développé dans le projet T3D a pour vocation d'écarter les pics de température des composants électroniques fonctionnant de manière intermittente tout en conduisant efficacement la chaleur en son sein. A cet effet, il comporte du matériau à changement de phase (MCP) et des nanotubes de carbone (NTC). Cette structure hybride MCP/NTC est intégrée dans un boîtier en silicium (Si) (figure 1-11). La chaleur latente de fusion du MCP doit permettre de stocker l'énergie excédentaire lors d'un pic de puissance et ainsi d'assurer la première fonction de l'amortisseur thermique qu'est l'écarter en température. Cette énergie est relâchée lors de la solidification du MCP lorsque le composant électronique fonctionne à puissance moindre ou nulle. La conductivité thermique élevée des NTC doit permettre de compenser la faible conductivité thermique du MCP et ainsi d'assurer la deuxième fonction de l'amortisseur qu'est la conduction de la chaleur à travers le dispositif. Les NTC ne sont pas simplement dispersés dans le MCP ; au contraire, ils sont liés à chacune des deux plaques de silicium via une interface Si/NTC spécifique dans le but de conduire efficacement la chaleur entre celles-ci.

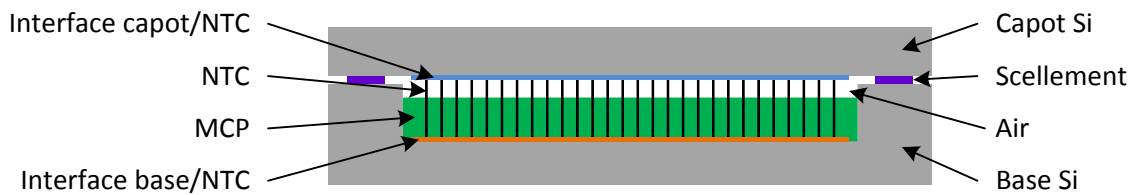


Figure 1-11. Représentation schématisée de l'amortisseur thermique T3D vu en coupe.

Le cahier des charges fourni par STMicroelectronics fait état de pics de puissance compris entre 2 W et 30 W pour les applications visées (tableau 1-1). La fréquence de ces pics thermiques est comprise entre 0,1 Hz et 10 Hz et correspond à la fréquence d'allumage/extinction des composants électroniques visés. Les puissances moyennes dissipées sont de l'ordre de 0,1 W cm⁻² pour des puces mémoires et 100 W cm⁻² pour des puces logiques comme les processeurs (STMicroelectronics).

Tableau 1-1. Puissance pic des applications visées par STMicroelectronics dans le projet T3D.

Application	Puissance dissipée par les composants actuels	Evolution de la puissance dissipée prévue à 3 ans
Téléphonie mobile	2-3 W	≈ 10 W
Multimédia	5-15 W	≈ 30 W

L'intégration des futurs amortisseurs thermiques aux assemblages électroniques est envisagée de différentes manières par STMicroelectronics :

- Cavité creusée dans la puce active avec un capot rapporté
- Cavité creusée dans une plaque de silicium avec la puce active servant de capot
- Cavité creusée dans une plaque de silicium avec un capot rapporté, le tout formant un composant indépendant comme l'amortisseur thermique de la figure 1-11. Le tout serait ensuite assemblé par collage direct à la puce active. Cette dernière possibilité est envisagée plus sérieusement par ST pour des raisons de faisabilité industrielle.

Deux positions sont envisagées par ST pour l'amortisseur thermique : entre la source chaude et la source froide dans le cas d'une intégration 3D des composants électroniques, ou à côté de la source chaude mais sans être sur le chemin thermique vers la source froide dans la cadre d'une architecture classique. Dans tous les cas, le MCP doit être localisé au plus proche des sources de chaleur ou « point chauds » afin d'écarter la température à l'endroit où elle est critique, et non au niveau du PCB. Pour le cas de l'amortisseur thermique situé entre les sources chaudes et froides, l'objectif est que la conduction de la chaleur par les NTC soit aussi bonne qu'avec du silicium pur. Dans le cas de cavités de profondeur $l = 150 \mu\text{m}$, cela correspond à une résistance thermique de surface d'environ $l_{Si}/\lambda_{Si} \approx 10^{-6} \text{ m}^2 \text{ K W}^{-1}$.

L'objectif de l'amortisseur thermique T3D est donc d'augmenter l'inertie thermique volumique du composant électronique grâce à la chaleur latente du MCP tout en maintenant une conductivité thermique élevée entre le composant et le MCP d'une part et entre le composant et la source froide d'autre part, ce grâce aux NTC. Il est à souligner que l'amortisseur thermique est destiné aux composants électroniques fonctionnant en régime transitoire uniquement, l'inertie thermique ne jouant aucun rôle en régime permanent.

Après avoir présenté l'amortisseur thermique développé dans le projet T3D ainsi que son contexte, la section suivante aborde les différents types de MCP ainsi que certaines de leurs propriétés physiques.

1.1.2 Stockage thermique par chaleur latente

Différents phénomènes physiques ou chimiques permettent de stocker de la chaleur de manière réversible : chaleur sensible, chaleur latente, sorption, réactions chimiques... Le principe d'un matériau à changement de phase (MCP) solide-liquide a été retenu par les partenaires du projet T3D afin d'assurer la fonction de stockage de l'énergie thermique excédentaire sous forme de chaleur latente de fusion. Dans cette section, les différents types de MCP sont abordés. Quelques applications utilisant du MCP sont ensuite présentées, ainsi que le phénomène de surfusion et l'effet de sollicitations thermiques répétées sur le MCP.

Dans le domaine de l'énergie et des transferts thermiques, le terme MCP désigne un matériau utilisé pour sa capacité à absorber ou délivrer une grande quantité d'énergie sur un intervalle de température restreint grâce à sa chaleur latente de changement de phase. Les différents changements de phase possibles sont les suivants : solide-liquide, liquide-vapeur, solide-vapeur et solide-solide, ce dernier correspondant à un changement de structure cristalline. Le changement de phase solide-solide possède une chaleur latente généralement plus faible que celle du changement de phase solide-liquide (Mehling et Cabeza, 2008). Le changement de phase liquide-vapeur, bien que possédant généralement une chaleur latente élevée, n'est pas utilisé pour stocker de l'énergie thermique dans des systèmes fermés du fait de la grande différence de masse volumique entre les deux phases entraînant des variations de pression importantes et par conséquent une température variable au cours du changement de phase. Il en est de même pour le changement de phase solide-vapeur. En revanche, la variation de volume lors de la fusion-solidification d'un MCP est en général inférieure à 10 %. Pour un système fermé pouvant contenir la phase la plus volumineuse, généralement la phase liquide, la variation de pression associée à la fusion-solidification est suffisamment faible pour que la température de changement de phase n'en soit pas affectée. Dans le cas d'un corps pur ou d'un eutectique, cette température de changement de phase est constante et est nommée température de fusion. Pour un mélange non eutectique, le changement de phase s'étale sur une plage de température.

Les applications des MCP sont nombreuses. L'eau (H_2O) constitue probablement le MCP le plus ancien utilisé par l'homme. En effet, l'utilisation d'eau comme MCP solide-liquide sous forme de neige ou de glace pour la conservation de denrées alimentaires est attestée du temps des Romains ainsi que dès 2000 ans avant J.-C. dans la région de l'Euphrate (Delaire, 2012) et remonte sans doute à bien avant encore. Son utilisation est encore très répandue aujourd'hui : glace sur les étals de poisson, glaçons dans le pastis... Une autre application très ancienne et très répandue de l'eau comme MCP est la régulation de température grâce à la forte chaleur latente d'évaporation de l'eau, que ce soit la température corporelle (transpiration) ou la température de cuisson des aliments (cuisson à l'eau, à la vapeur, au bain-marie...).

A ces applications traditionnelles s'ajoutent les applications développées à l'époque moderne pour les MCP solide-liquide, notamment dans le domaine du stockage d'énergie solaire ou d'énergie excédentaire en heures creuses, de la régulation thermique passive des bâtiments (MCP intégré dans les murs : « BASF-Micronal » commercialisé depuis 2000, « Dupont de Nemours-Energain »

commercialisé depuis 2008), de la protection thermique de produits sensibles (aliments, produits biologiques et médicaux) et de la protection thermique d'appareils électroniques (Zalba et al., 2003).

Les MCP solide-liquide peuvent être classés en matériaux organiques (paraffines, acides gras, alcools de sucre...) et inorganiques (sels hydratés, eau, métaux...) et ils peuvent se trouver sous forme de corps pur ou de mélange de plusieurs corps, eutectique ou non (figure 1-12). Les caractéristiques, avantages et inconvénients des différents types de MCP sont détaillés dans la littérature (Abhat, 1983; Dincer et Rosen, 2002; Mehling et Cabeza, 2008; Zalba et al., 2003).

Parmi tous les paramètres menant au choix d'un MCP, deux critères primordiaux sont la température de changement de phase et l'enthalpie massique ou volumique de changement de phase. La figure 1-13 présente différentes familles de MCP couramment utilisés en fonction de ces caractéristiques. Il ressort que globalement, l'enthalpie volumique de fusion augmente avec la température de fusion du MCP. Une multitude d'autres critères comme la tendance à la surfusion (phénomène décrit ci-après), la toxicité, la compatibilité chimique avec les autres matériaux employés, le coût, etc., sont également pris en compte lors de la sélection du MCP (Abhat, 1983). Le MCP retenu par la société Kaplan Energy pour le projet T3D est une paraffine (détails dans la section 2.1.3.2). Les paraffines présentent en effet plusieurs avantages, notamment une pression de vapeur faible durant la fusion, une bonne stabilité chimique, une faible tendance à la surfusion et un faible coût d'achat (Shi et al., 2013).

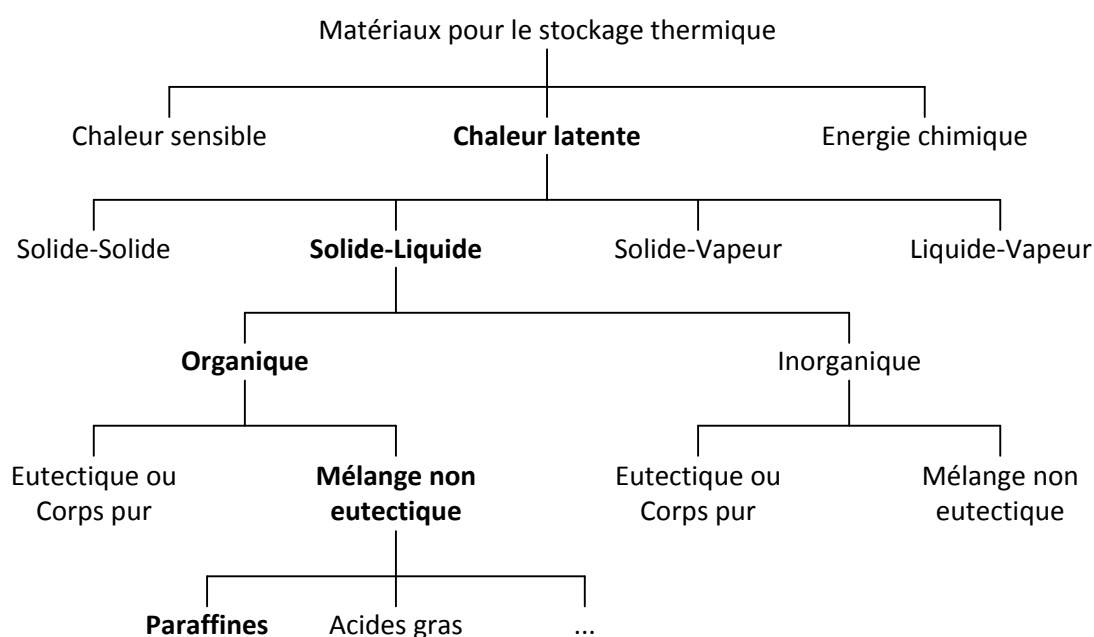


Figure 1-12. Classification des matériaux pour le stockage thermique (d'après Zalba et al., 2003). En gras : MCP retenu pour l'amortisseur thermique T3D.

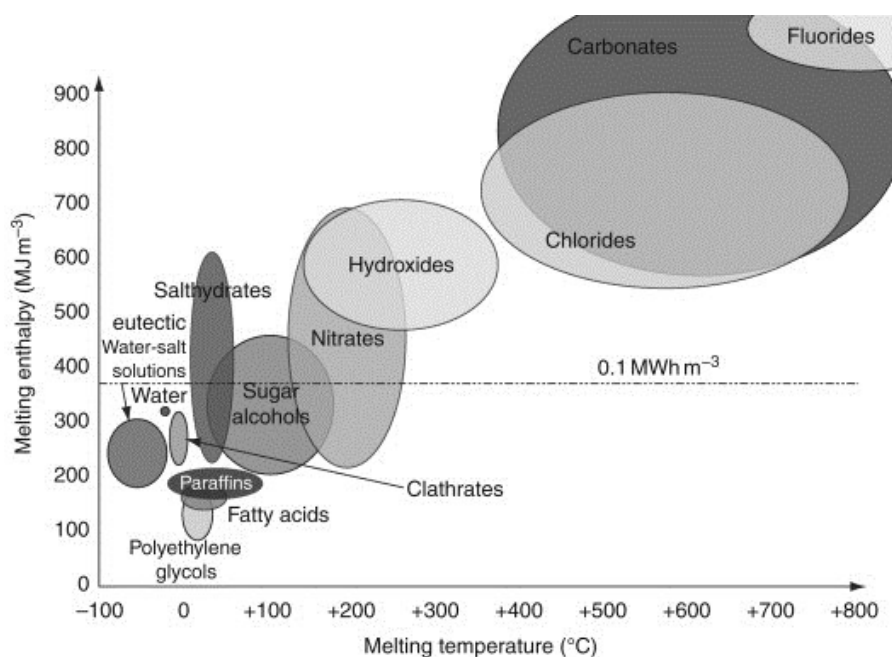


Figure 1-13. Plages de température de fusion et d'enthalpie volumique de fusion de différentes familles de MCP (source : ZAE Bayern).

Lorsqu'un solide est chauffé, il fond toujours à la même température appelée température de fusion pour une pression donnée. En revanche, lors du refroidissement, il arrive que le matériau reste à l'état liquide à une température inférieure à la température de fusion : c'est l'état de surfusion. Le degré de surfusion est défini comme la différence entre la température de fusion et la température du liquide surfondu (Dumas, 2002). Le degré de surfusion peut atteindre 20 K pour un volume d'eau de l'ordre du mm^3 et même 40 K pour l'eau et plusieurs centaines de kelvins pour les métaux pour des volumes de l'ordre du μm^3 (Schüllli, 2011).

La surfusion est due au fait que les cristaux initiaux doivent dépasser une taille critique pour continuer à croître, c'est-à-dire qu'une barrière d'énergie doit être franchie pour que la cristallisation du MCP ait lieu. La rupture de surfusion ou rupture de métastabilité peut intervenir suite à des vibrations mécaniques, des chocs, des ultrasons, suite à un ensemencement (nuclei à partir desquels commence la cristallisation) ou de manière spontanée lorsque la température est suffisamment basse. En effet, la barrière d'énergie diminue lorsque la température baisse ou lors de la présence d'un solide étranger comme une paroi ou des impuretés. Le degré de surfusion dépend du MCP, il diminue avec l'augmentation du volume de MCP et avec la présence d'agents nucléants mais il dépend peu de la pression. Enfin, la surfusion présente un caractère stochastique, c'est-à-dire que le degré de surfusion ne sera *a priori* pas identique pour deux essais ou deux systèmes identiques (Dumas, 2002). La figure 1-14 présente une courbe schématisée de chauffe et de refroidissement d'un MCP avec surfusion.

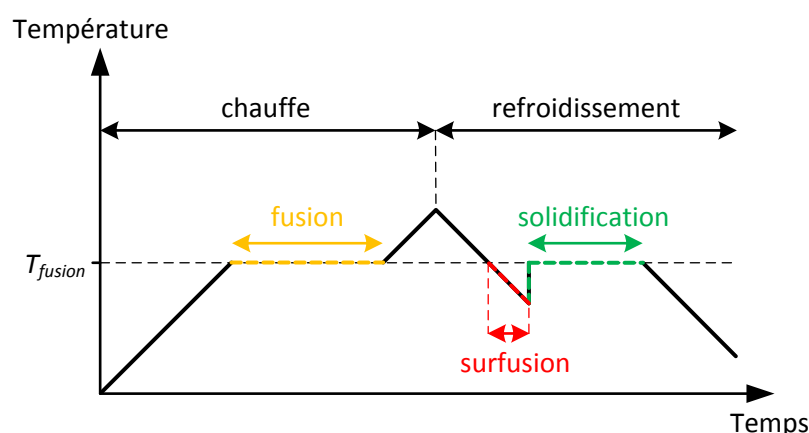


Figure 1-14. Courbe de température d'un corps pur ou d'un eutectique avec surfusion lors du refroidissement.

Les propriétés du MCP peuvent évoluer au fil des cycles de chauffe/refroidissement subis. Il en est ainsi du degré de surfusion (Dumas, 2002) et de la chaleur latente de fusion (Abhat, 1983). Par exemple, l'énergie thermique stockée sous forme latente par le sel hydraté $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (anciennement sel de Glauber) a diminué de 74 % après seulement 40 cycles thermiques alternant entre 27 °C et 38 °C (Marks, 1980). Les paraffines sont réputées moins sensibles au cyclage thermique que les sels hydratés. Un cyclage thermique de paraffines et d'acide laurique (acide gras) comprenant 120 cycles n'a montré aucune dégradation du MCP (Abhat, 1983). De même, la chaleur latente de deux mélanges de paraffines est restée constante à $\pm 2\%$ près après 900 cycles thermiques alternants entre 28 °C et 70 °C (Hadjieva et al., 1992). Cependant, les essais menés sur deux paraffines commerciales montrent une diminution de la chaleur latente de l'ordre de 20 % après 600 cycles thermiques (Shukla et al., 2008). De même, la chaleur latente de la paraffine commerciale testée par Sharma et al. (2002) a diminué d'environ 25 % après 1500 cycles thermiques. Ceci montre que toutes les paraffines ne se comportent pas de la même manière face au cyclage thermique. Ce point est donc également important pour la paraffine retenue pour le projet T3D.

La conductivité thermique des MCP organiques tels que la paraffine retenue pour l'amortisseur thermique T3D étant faible, la section suivante présente différents moyens pour améliorer la conduction de la chaleur au sein du MCP.

1.1.3 Amélioration de la conduction de la chaleur

1.1.3.1 Techniques d'augmentation de la conductivité thermique du MCP

La conductivité thermique des MCP organiques solide-liquide est faible (Shi et al., 2013). Celle de la plupart des paraffines utilisées comme MCP est comprise entre $0,15$ et $0,35 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ à l'état solide (Abhat, 1983; Zalba et al., 2003). Parmi les paraffines passées en revue par Zalba et al. (2003), celles pour lesquelles les conductivités thermiques à l'état solide et à l'état liquide sont disponibles montrent que la conductivité thermique à l'état liquide est légèrement plus faible qu'à l'état solide, avec environ $0,15 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ contre environ $0,35 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$. Shi et al. (2013) ont également constaté cette tendance qu'ils attribuent à la destruction du réseau cristallin de la paraffine lors de la fusion.

La vitesse de stockage/déstockage de l'énergie sous forme de chaleur latente dépend de la résistance thermique entre le front de fusion/solidification du MCP et le contenant du MCP, elle-même dépendant de la distance entre le front et le contenant et de la conductivité thermique du

MCP. Cette problématique du temps de réponse du système est par exemple présente dans le cadre du stockage d'énergie solaire thermique ou de la régulation thermique de l'électronique. Elle a motivé de nombreuses études portant sur l'augmentation de la conductivité thermique du MCP par adjonction d'un matériau de conductivité thermique élevée au sein de celui-ci, appelé ici dopant. Ces matériaux dopant la conductivité thermique peuvent prendre la forme de particules dispersées dans le MCP ou d'une matrice conductrice fixe remplie de MCP.

Khodadadi et al. (2013) ont rédigé une synthèse des différentes études traitant de l'augmentation de la conductivité thermique du MCP par adjonction de structures nanométriques de conductivité thermique élevée. Ces suspensions colloïdales sont constituées de nanostructures en carbone (NTC mono- et multifeuillets, nanofibres, nanoplaquettes, flocons de graphène, cf. figure 1-15), de nanoparticules métalliques oxydées ou non (alumine Al_2O_3 , oxyde de magnésium MgO , dioxyde de titane TiO_2 , oxyde de cuivre CuO , aluminium Al , argent Ag , cuivre Cu , carbone-cuivre C/Cu) et de nanofils (argent Ag).

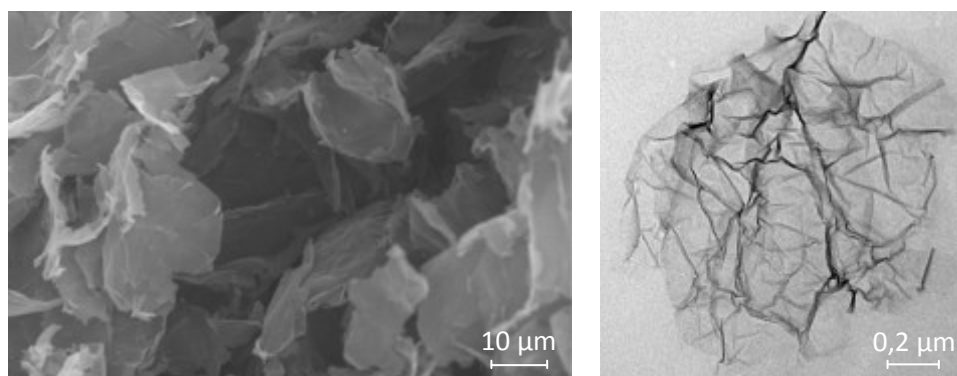


Figure 1-15. Gauche : image MEB de nanoplaquettes de graphite exfolié (xGNP) ; droite : image MET d'un flocon de graphène (d'après Shi et al., 2013).

La plupart des résultats montrent que la conductivité thermique du MCP est augmentée de manière nettement plus importante avec les structures en carbone plutôt qu'avec les nanoparticules de métal et d'oxyde métallique, même agglomérées. Ceci est dû à la morphologie des structures carbonées dont au moins une dimension est grande devant les autres, ce qui permet à la chaleur de parcourir rapidement cette distance, tandis que les nanoparticules ont une forme plus sphérique. Cependant, la quasi-totalité de ces études montrent que la conductivité thermique du MCP ainsi dopé (notée λ) ne dépasse pas le double de celle du MCP pur (λ_0) pour des fractions massiques en matériau dopant comprises entre 0 et 10 % (figure 1-16).

Un effet dopant plus marqué ($\lambda/\lambda_0 \approx 10$) est rapporté pour de la paraffine avec des xGNP (nanoplaquettes de graphite exfolié) à hauteur de 5 % en volume (Xiang et Drzal, 2011) ainsi que 10 % en masse (Shi et al., 2013). La conductivité du MCP ainsi dopé atteint environ $2,5 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, ce qui reste un à deux ordres de grandeur inférieur à la conductivité thermique des métaux ou du silicium, et ce même lorsque le seuil de percolation est atteint, c'est-à-dire lorsque les éléments dopants de conductivité thermique élevée forment un réseau interconnecté. Ceci est dû aux résistances thermiques d'interface entre les éléments dopants en contact les uns avec les autres, traduction d'un mauvais couplage phononique entre eux faute de liaisons covalentes (Shi et al., 2013).

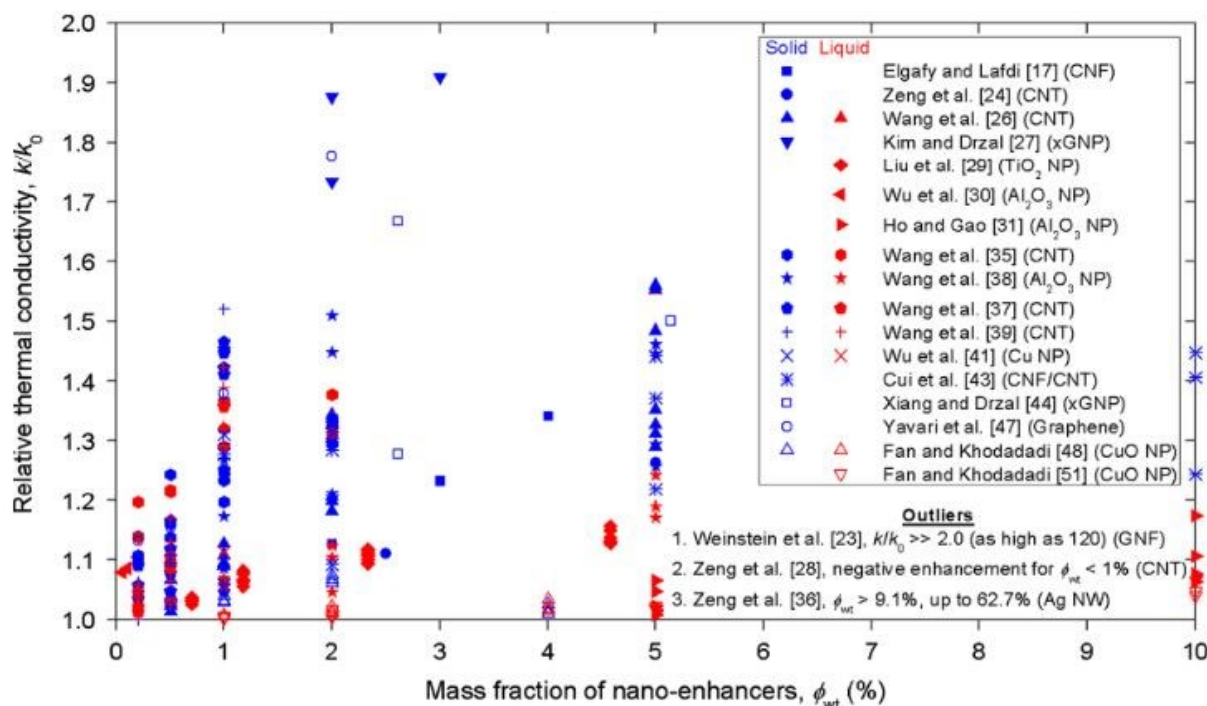


Figure 1-16. Facteur d'augmentation λ/λ_0 (ici k/k_0) de la conductivité thermique du MCP en fonction de la fraction massique (ϕ_{wt}) de matériau dopant nanométrique (Khodadadi et al., 2013). CNF, CNT, xGNP, NP et NW signifient respectivement nanofibres de carbone, nanotubes de carbone, nanoplaquettes de graphite exfolié, nanoparticules et nanofils.

Dans l'article de synthèse de Khodadadi et al. (2013), l'étude de Weinstein et al. (2008) se démarque nettement des autres par un effet dopant très important pouvant atteindre une valeur de $\lambda/\lambda_0 \approx 120$ avec 5 % en masse de nanofibres de carbone dans le MCP. Cependant, les nanofibres de carbone utilisée sont fabriquées ensemble par croissance sur un substrat catalytique et les auteurs rapportent que pour une des trois formes de nanofibres fabriquées, celles-ci peuvent former une structure commune poreuse. Il en est probablement de même pour les deux autres formes car les valeurs de conductivité thermique obtenues sont très supérieures aux autres études où les matériaux dopants ne sont pas liés par des liaisons covalentes.

Les matrices conductrices fixes peuvent être constituées de cuivre, d'aluminium, de nickel, d'acier, d'inox, de fibres de carbone, de graphite, d'alumine, etc., et elles peuvent prendre des formes variées : ailettes, nids d'abeille, mousses, laine, gaze, plaques, fibres organisées en brosse... (revue de Fan et Khodadadi, 2011). Les matrices en graphite (figure 1-17) imprégnées de MCP sont décrites comme étant une solution performante du fait de leur conductivité thermique élevée ($\lambda/\lambda_0 \approx 20-130$), de leur fraction volumique de MCP élevée et leur simplicité de fabrication (Mills et al., 2006). Le même ordre de grandeur ($\lambda/\lambda_0 \approx 50-100$) est rapporté par Mehling et Cabeza (2008).

Il a été montré expérimentalement que des fibres de carbone disposées en brosse avec les fibres parallèles au flux thermique permettent d'atteindre une conductivité thermique plus élevée qu'avec des fibres de carbone dispersées aléatoirement dans le MCP (Fukai et al., 2000). Le même principe est valable aux échelles plus grandes, comme l'illustre l'utilisation de caloducs pour le stockage d'énergie solaire thermique, ce qui permet de conduire efficacement la chaleur au cœur du MCP (Robak et al., 2011).

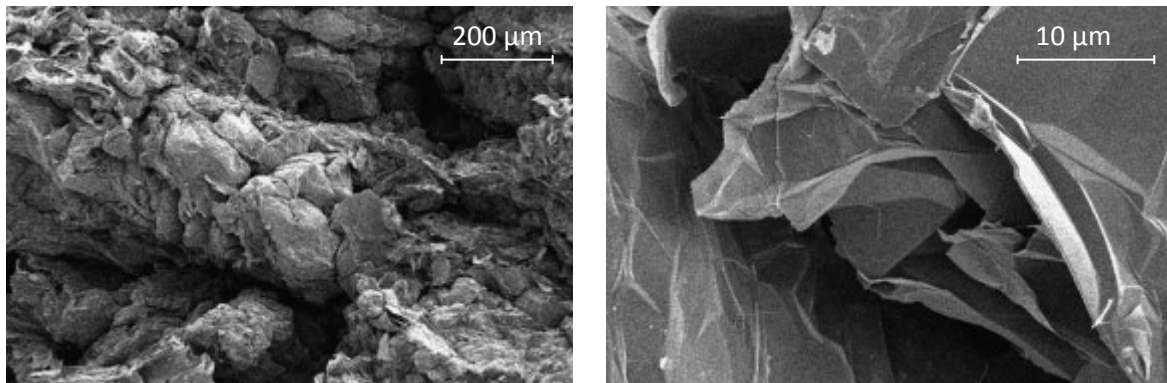


Figure 1-17. Images MEB avec deux grossissements différents de la région centrale d'une matrice de graphite ouverte pour visualisation des particules de graphite imbriquées les unes dans les autres (Mills et al., 2006).

En conclusion, la dispersion dans le MCP d'un matériau conducteur sous forme de petites entités (particules, nanofibres...) ne permet pas d'augmenter significativement la conductivité thermique du MCP, même lorsque les particules dopantes sont suffisamment nombreuses pour former un réseau continu (seuil de percolation), et même lorsque celles-ci ont une conductivité thermique propre très élevée (NTC par exemple). Ceci est dû à la résistance thermique d'interface entre les éléments conducteurs qui est importante en l'absence de liaisons covalentes entre eux. Il ressort cependant que parmi les différents matériaux visant à améliorer la conductivité thermique du MCP, le carbone est parmi les meilleurs, notamment les NTC grâce à leur capacité à transporter la chaleur dans une direction privilégiée.

Pour le projet T3D, la solution retenue pour améliorer la conduction de la chaleur consiste en des NTC reliant directement les deux plaques en silicium. Ceci doit permettre de conduire la chaleur de la manière la plus directe possible tout en minimisant le nombre de résistances thermiques d'interface à deux, à chaque interface Si/NTC. La section suivante présente les propriétés des nanotubes de carbone.

1.1.3.2 Caractéristiques des NTC

Un nanotube de carbone (NTC) peut être vu comme un feuillet de graphène enroulé de manière à former un cylindre creux. Les atomes de carbone forment un réseau hexagonal, comme pour le graphite. Les NTC peuvent compter un seul feuillet (SWCNT : single-walled carbon nanotube) ou plusieurs feuillets (MWCNT : multi-walled carbon nanotube) disposés de manière concentrique comme le montre la figure 1-18. Les NTC ont un diamètre compris entre 1 et 100 nm. Leur longueur est souvent supérieure à 1 µm et elle peut largement dépasser 1 mm (par exemple 6 mm pour Ivanov et al., 2006), ce qui leur confère un facteur de forme (ratio longueur/diamètre) particulièrement important.

Différentes géométries d'enroulement, ou chiralités, ou hélicités, sont possibles (figure 1-19). La chiralité et le diamètre influent sur les propriétés du nanotube, par exemple sur son caractère métallique ou semi-conducteur (Dresselhaus et al., 1995). La longueur, le diamètre et la chiralité sont les trois paramètres définissant un nanotube.

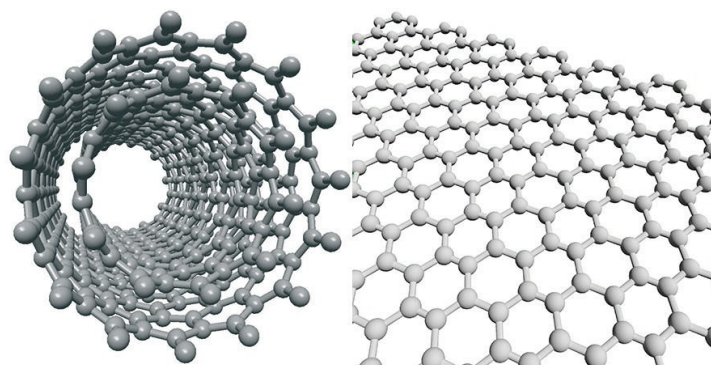


Figure 1-18. Modélisations d'un nanotube de carbone bi-feuillet (à gauche) et d'un feuillet de graphène (à droite). Images E. Flahaut; V. Bouchiat/CNRS Photothèque.

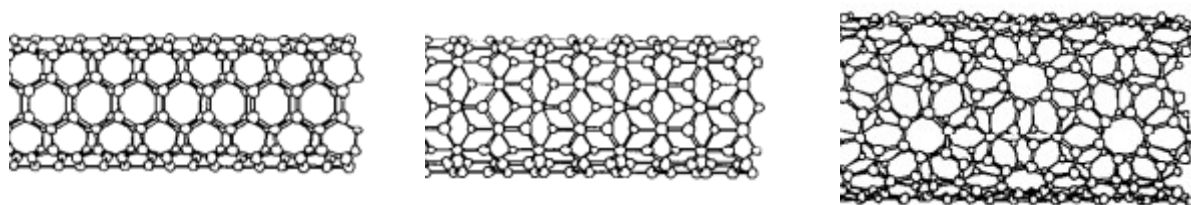


Figure 1-19. Représentation schématique de trois possibilités de chiralité pour un SWCNT (d'après Dresselhaus et al., 1995).

Les NTC se distinguent des fibres de carbone par leur diamètre et leur structure ainsi que par leurs propriétés thermiques. Les phénomènes quantiques sont dominants pour les NTC tandis que les propriétés classiques du graphite massif s'appliquent pour les fibres de carbone de diamètre important (diamètre > 1000 nm) (Endo et al., 2013). A noter qu'il existe également des nanotubes composés à partir d'autres atomes ou molécules que le carbone : oxyde de titane TiO_2 , silice SiO_2 (Pouget, 2006), silicium Si (Park et al., 2009), nitrure de bore BN (Maguer, 2007), etc.

Les NTC ont des propriétés mécaniques, électriques et thermiques exceptionnelles (Marconnet et al., 2013), ces dernières étant détaillées dans la suite. En revanche, et malgré la relative nouveauté de ce matériau et donc le faible recul sur leur toxicité, il est déjà avéré que les NTC sont génotoxiques, c'est-à-dire qu'ils induisent des lésions génétiques (dégradation de l'ADN, mutations, aberrations chromosomiques...), qu'ils perturbent le système de division cellulaire, et certains NTC sont déjà classés par le CIRC (Centre International de Recherche sur le Cancer) comme peut-être cancérogènes pour l'homme et cancérogènes pour l'animal de laboratoire (Grosse et al., 2014).

La conductivité thermique des NTC individuels (SWCNT et MWCNT) déterminée expérimentalement à la température ambiante est comprise entre 34 et 13 350 $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ selon les études, la plupart des valeurs étant comprises entre 500 et 3000 $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ (Marconnet et al., 2013). Ces valeurs de conductivité thermique sont calculées avec une section correspondant à l'aire délimitée par le tube externe du NTC, soit $\pi\phi^2/4$, avec ϕ le diamètre externe du NTC. La conductivité thermique des MWCNT est réputée décroître avec l'augmentation du nombre de feuillets (Balandin, 2011).

La conductivité thermique élevée des NTC est remarquable car elle peut être supérieure à la conductivité thermique du matériau macroscopique le plus conducteur à température ambiante, le diamant monocristallin (2300 $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$), alors que la conductivité thermique des nanofils est généralement inférieure à celle du matériau macroscopique à cause des différences dans le transport

de phonons à ces échelles (Balandin, 2011). Dans les matériaux en carbone, la chaleur est transportée principalement par les phonons, c'est-à-dire par les vibrations des atomes au sein du réseau cristallin, et peu par les électrons, même pour le graphite qui a pourtant des propriétés métalliques (Balandin, 2011).

La conductivité thermique des NTC dépend de la température, de la géométrie du NTC (chiralité, diamètre, longueur) et de la qualité du réseau cristallin (défauts, impuretés). La conductivité thermique des NTC (SWCNT et MWCNT) est maximale aux alentours de la température ambiante (Marconnet et al., 2013). La figure 1-20 illustre cette tendance pour un nanotube mono-feuillet (SWCNT) individuel ainsi que l'effet de la longueur sur la conductivité thermique. A mesure que la longueur des NTC augmente et dépasse le libre parcours moyen des phonons, le régime de conduction de la chaleur passe de ballistique à diffusif. Dans le cas du régime diffusif, la conductivité thermique ne dépend plus de la longueur du NTC. Lorsque le diamètre augmente, les résultats expérimentaux montrent que la conductance thermique augmente mais que la conductivité thermique avec comme surface de référence $\pi\phi^2/4$ diminue (Marconnet et al., 2013). La chiralité d'un nanotube est difficile à déterminer expérimentalement. Elle peut entraîner une variation de la conductivité thermique pouvant atteindre 20 %. La présence de défauts ou d'impuretés dans le réseau cristallin diminue la conductivité thermique de manière significative, cette diminution pouvant dépasser un facteur 2 pour de faibles concentrations de défauts (Marconnet et al., 2013).

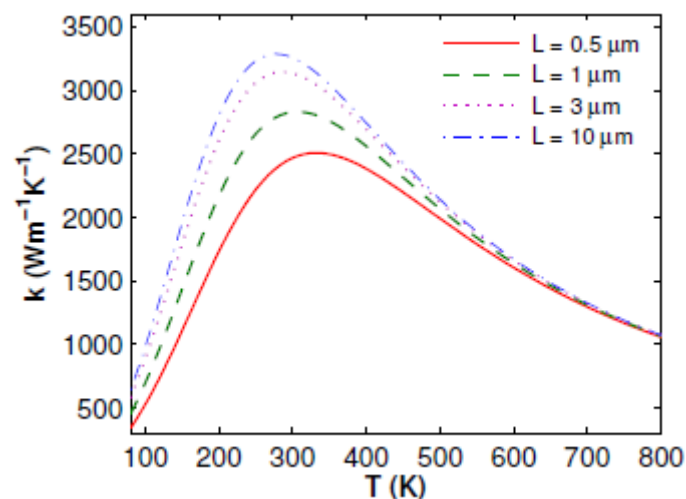


Figure 1-20. Conductivité thermique (k) d'un SWCNT individuel en fonction de la température T et de la longueur L calculée à partir d'un modèle empirique basé sur des données expérimentales. Une variation de chiralité peut entraîner une variation pouvant atteindre 20 % (Pop et al., 2006).

Afin d'exploiter au mieux la conductivité thermique élevée des NTC individuels, ceux-ci peuvent être disposés parallèlement les uns aux autres de manière à former un réseau ou tapis de NTC verticalement alignés ou VACNT (vertically aligned carbon nanotubes) reliant les deux surfaces entre lesquelles une conduction efficace de la chaleur est souhaitée. La conductivité thermique des tapis de VACNT mesurée expérimentalement varie de $0,14 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ à $267 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ selon les études (Marconnet et al., 2013). A noter que la conductivité des VACNT a tendance à diminuer avec la longueur des NTC. Une explication possible à cela est l'augmentation du nombre de défauts avec la longueur des NTC à concentration de défaut constante (Marconnet et al., 2013). Pour les études où il n'était pas possible de distinguer la résistance thermique propre du tapis de VACNT des résistances thermiques d'interface entre le tapis de VACNT et les substrats se trouvant aux deux extrémités de

ce tapis, la résistance thermique totale de l'ensemble mesurée vaut entre $5 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \text{ K W}^{-1}$ et $6 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2 \text{ K W}^{-1}$ (Marconnet et al., 2013).

Les résistances thermiques d'interface entre les NTC et les matériaux à leurs extrémités sont du même ordre de grandeur voire nettement supérieures à la résistance thermique des seuls VACNT selon les études (Marconnet et al., 2013). Ceci est dû au fait que tous les NTC ne sont pas forcément en contact avec l'interface (rugosité du tapis de NTC et de la surface de contact), mais aussi au couplage phononique imparfait entre la structure massive 3D que constitue le substrat et la structure quasi 1D que constitue le NTC (Marconnet et al., 2013).

De plus, le contact NTC/NTC au sein du tapis de VACNT (résultant d'imperfections géométriques) peut augmenter la résistance thermique de celui-ci par augmentation du nombre de sites de diffusion de phonons ou par amortissement de certains modes phononiques au sein des nanotubes (Marconnet et al., 2013). Ces phénomènes sont en compétition avec la diminution de la résistance thermique du VACNT grâce au chemin thermique additionnel que peut fournir un contact NTC/NTC dans le cas de NTC non connectés aux deux extrémités. La figure 1-21 illustre ces deux effets concurrents.

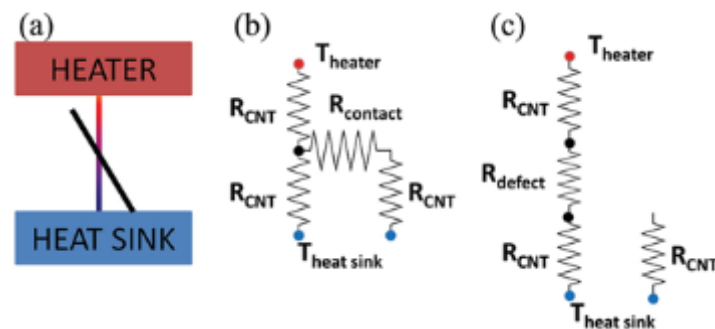


Figure 1-21. (a) Représentation schématique d'un NTC en contact avec les sources chaude (heater) et froide (heat sink) et d'un second NTC en contact avec le premier NTC et la seule source froide. (b) Schéma des résistances thermiques illustrant le bénéfice pour la conduction thermique que constitue le second NTC, celui-ci ouvrant un second chemin pour la chaleur malgré une résistance thermique de contact NTC/NTC « $R_{contact}$ ». (c) Schéma des résistances thermiques illustrant par une résistance additionnelle « R_{defect} » le déficit pour la conduction thermique engendrée par la diffusion des porteurs d'énergie ou phonons à l'endroit du contact NTC/NTC (image : Marconnet et al., 2013).

En conclusion, la conductivité thermique des NTC individuels peut atteindre des valeurs exceptionnellement élevées, de l'ordre de $3000 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$. Cependant, plusieurs facteurs limitent les performances thermiques expérimentales des tapis de NTC alignés verticalement (VACNT) enserrés entre deux substrats : la présence de résistances thermiques d'interface NTC/substrat aux deux extrémités du tapis de NTC, les interactions tube/tube et la présence de défauts et d'impuretés au sein de la structure cristalline des NTC.

La structure de l'amortisseur thermique T3D présente des similarités importantes avec les VACNT. Ces derniers sont actuellement développés entre autres pour servir de matériau d'interface thermique ou TIM (matériau placé entre deux composants électroniques pour faciliter la conduction de la chaleur entre eux). De plus, il a été vu que les résistances thermiques d'interface entre les tapis de NTC et les surfaces les enserrant sont un point critique pour la conduction thermique des VACNT. L'amortisseur thermique pouvant également être situé entre deux composants électroniques, la section suivante traite des résistances thermiques associées aux TIM, y compris ceux de type VACNT.

1.1.3.3 Matériaux d'interface thermique et résistance thermique d'interface

Lorsque deux solides sont en contact, la surface de contact effective est bien inférieure à la surface de contact apparente S_{app} du fait des défauts de planéité et de la rugosité de chaque surface (figure 1-22). La conduction de la chaleur par les contacts solide/solide est efficace. En revanche, au niveau des zones d'air, la conduction de la chaleur peut être très faible et le transfert de chaleur par rayonnement entre les surfaces y est négligeable (Lienhard, 2011).

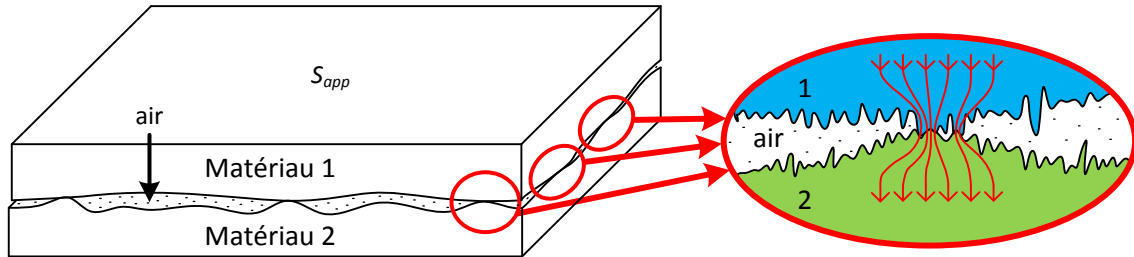


Figure 1-22. Illustration schématique de la planéité imparfaite (gauche), de la rugosité des deux surfaces en contact (droite) ainsi que de la constriction du flux thermique principal en l'absence de matériau d'interface thermique. Les déformations sont exagérées.

La zone d'interface entre les deux matériaux peut être représentée par une résistance thermique d'interface totale R_{ss} en série avec les résistances thermiques propres des matériaux $l_1/(\lambda_1 S_{app})$ et $l_2/(\lambda_2 S_{app})$ (avec l_1 et l_2 les épaisseurs des matériaux 1 et 2, et λ_1 et λ_2 leurs conductivités thermiques), ainsi que par une résistance thermique d'interface de surface r_{ss} telles que :

$$\Delta T = R_{ss} Q = \frac{r_{ss} Q}{S_{app}} \quad (1)$$

avec S_{app} la surface apparente de contact entre les deux pièces, Q le flux thermique entre les deux pièces et ΔT la différence de température entre les deux surfaces en regard. Il est aussi courant de parler de conductance thermique d'interface $h_{ss} = 1/r_{ss}$.

La résistance thermique d'interface dépend de la géométrie des surfaces (planéité, rugosité), des matériaux eux-mêmes, de la pression avec laquelle ils sont pressés l'un contre l'autre, de la température à l'interface et enfin de la substance présente dans les zones interstitielles entre les deux matériaux. Lorsque les matériaux sont simplement séparés par de l'air comme sur la figure 1-22, la résistance thermique d'interface de surface est généralement de l'ordre de $10^{-4} \text{ m}^2 \text{ K W}^{-1}$ à $10^{-3} \text{ m}^2 \text{ K W}^{-1}$ pour des matériaux de type métal, céramique, etc., avec une rugosité normale et pour des pressions de contact modérées (1-10 atm) (Lienhard, 2011).

Une solution courante dans le domaine de l'électronique pour diminuer cette résistance thermique d'interface est de placer un matériau d'interface thermique (Thermal Interface Material ou TIM) entre les deux surfaces, par exemple entre un processeur dégageant de la chaleur et un dissipateur thermique destiné à l'évacuer. Le TIM est censé épouser au mieux les surfaces des deux composants afin de combler au mieux les zones d'air peu conductrices, tout en ayant la conductivité thermique intrinsèque la plus élevée possible. La résistance thermique totale entre les surfaces des deux composants R_{ss} peut alors être modélisée par trois résistances thermiques en série : la résistance thermique d'interface R_{int1} entre la surface du premier composant et le TIM, la résistance

thermique de conduction R_{cond} du seul TIM, et la résistance thermique d'interface R_{int2} entre la surface du deuxième composant et le TIM (figure 1-23) :

$$R_{ss} = R_{int1} + R_{cond} + R_{int2} \quad (2)$$

La résistance thermique R_{cond} dépendant de l'épaisseur l_{TIM} du TIM, de sa conductivité thermique λ_{TIM} et de sa section S ($R_{cond} = l_{TIM}/(\lambda_{TIM} S)$), l'équation (2) devient :

$$r_{ss} = r_{int1} + \frac{l_{TIM}}{\lambda_{TIM}} + r_{int2} \quad (3)$$

avec $r = R S$ la résistance thermique de surface associée à la résistance thermique R correspondante.

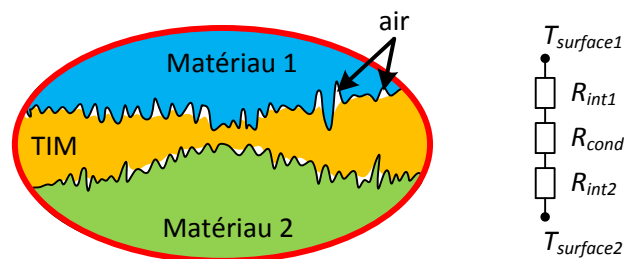


Figure 1-23. Représentation schématique d'une interface avec un TIM remplaçant une partie de l'air et modélisation des résistances thermiques entre les deux surfaces.

En plus d'être un bon conducteur thermique, un TIM doit aussi être adapté aux conditions environnementales de l'application (humidité, température, vibrations...), réduire les contraintes thermomécaniques liées à des coefficients d'expansion thermique différents entre les deux surfaces et le TIM, de préférence permettre le démontage des composants pour une éventuelle réparation, maintenir la performance thermique tout au long de sa durée de vie, se conformer à la géométrie réelle des surfaces avec une pression minimale et avoir une épaisseur minimale (Otiaba et al., 2011). Les TIM sont utilisés à différents niveaux du chemin thermique entre la source chaude et la source froide, par exemple directement au niveau des puces électroniques dégageant la chaleur, ou en fin de chaîne thermique, par exemple entre le circuit imprimé PCB et le dissipateur thermique comme sur la figure 1-24.

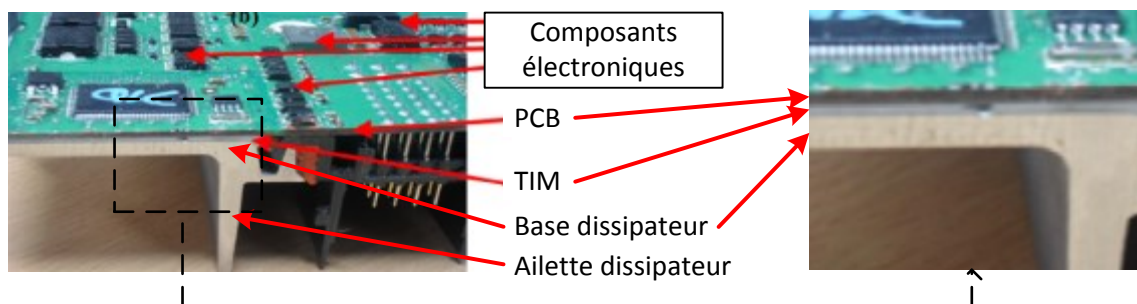


Figure 1-24. Gauche : coupe d'un calculateur de moteur thermique automobile muni de son dissipateur thermique à ailettes et d'un TIM placé entre le circuit électronique (source chaude) et le dissipateur (source froide). Droite : zoom de l'image de gauche. (d'après Otiaba et al., 2011).

Deux grandes familles se dégagent parmi les TIM traditionnels : ceux constitués exclusivement de métal et ceux constitués d'une matrice en silicone ou en polymère contenant des particules de conductivité thermique élevée (métal, céramique, carbone) de diamètre généralement compris entre 2 μm et 25 μm (Otiaba et al., 2011).

Les TIM exclusivement métalliques peuvent consister en une feuille de métal mou, par exemple des alliages constitués d'indium (In), d'étain (Sn), de bismuth (Bi), de plomb (Pb)... Le TIM doit se conformer à la géométrie des surfaces grâce à cette faible dureté. Sa température de fusion est supérieure à la température maximale admissible du composant électronique. Les feuilles métalliques ont une conductivité thermique plutôt élevée, de l'ordre de 20-90 $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$. En revanche, la présence de poches d'air emprisonnées entre le TIM et les surfaces qui l'enserrent peut poser problème (Chiu et al., 2002).

La matrice des TIM de la seconde famille est molle, toujours dans le but que le TIM se conforme à la géométrie des surfaces des composants. Les particules de haute conductivité thermique ont pour but d'élever la conductivité thermique du TIM car le matériau mou est généralement peu conducteur. La conductivité thermique de l'ensemble reste malgré tout faible, de l'ordre de 5 à 10 $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ pour les meilleurs TIM du commerce (Due et Robinson, 2013). Les pâtes ou graisses thermiques, les « pads », les « matériaux à changement de phase », les gels et les adhésifs rentrent dans cette catégorie.

Chaque type de TIM présente des avantages et des inconvénients spécifiques qui le rendent plus ou moins pertinent pour une application donnée (Otiaba et al., 2011). Par exemple, les pâtes thermiques sont simples à mettre en oeuvre tout en offrant de bonnes performances thermiques. De plus, il est possible de démonter les composants liés par la pâte thermique en cas de réparation ou de maintenance. Elles sont de ce fait largement employées en microélectronique et pour le refroidissement de modules de puissance. En revanche, leur durée de vie est limitée par différents mécanismes de défaillance, les deux plus courants étant l'expulsion de la pâte thermique par pompage ou « pump-out » au fil des cycles thermiques et des dilatations/rétractations associées, et le séchage de la pâte thermique ou « dry-out », augmentant dans les deux cas la quantité d'air en remplacement de la pâte thermique (Due et Robinson, 2013).

Il est à signaler que dans le domaine des TIM, le terme « matériau à changement de phase » ou « MCP » désigne généralement des paraffines, des polymères ou des copolymères dont la température de fusion est souvent comprise entre 50 °C et 90 °C, et auxquels sont adjoints des particules de conductivité thermique élevée. Lorsque ces matériaux atteignent leur température de fusion qui doit être inférieure à la température maximale de fonctionnement, leur viscosité chute notablement, ce qui permet au TIM de bien se conformer aux deux surfaces l'enserrant (Otiaba et al., 2011). Aucune fonction de stockage thermique par chaleur latente n'est mentionnée, contrairement au MCP contenu dans l'amortisseur thermique T3D.

Le tableau 1-2 récapitule les propriétés thermiques des différentes catégories de TIM traditionnels. Il ressort que les TIM offrant la résistance thermique r_{ss} la plus faible sont les TIM métalliques, suivis par les adhésifs, les pâtes thermiques, les « MCP » et les gels, et enfin, les pads élastomères. La conductivité thermique très élevée des NTC a suscité l'idée de les utiliser dans les TIM. Lorsque les NTC sont simplement dispersés dans une phase porteuse, la conductivité thermique de l'ensemble est de l'ordre de seulement deux fois celle de la matrice sans NTC, comme cela est

expliqué dans la section 1.1.3.1. En revanche, les tapis de nanotubes de carbone verticalement alignés (VACNT) évoqués précédemment présentent un potentiel intéressant comme TIM du fait de la liaison directe qu'ils constituent entre les deux surfaces. Marconnet et al. (2013) montrent dans leur revue que la résistance thermique totale (donc incluant les résistances thermiques d'interface substrat/NTC aux deux extrémités du tapis de NTC) des meilleurs TIM de type VACNT est comprise entre celle des meilleurs TIM non métalliques commerciaux (pâte thermique, gels, « MCP ») et celle des TIM métalliques commerciaux à épaisseur identique (figure 1-25). Une bonne maîtrise des résistances thermiques d'interface substrat/NTC et de la conductivité thermique des NTC permettrait d'atteindre une résistance thermique totale inférieure à celle des meilleurs TIM actuels, comme le suggère la droite continue de la figure 1-25.

Tableau 1-2. Conductivité thermique intrinsèque du TIM et résistance thermique totale de surface entre les deux surfaces enserrant le TIM pour différents types de TIM (C : Chiu et al., 2002; M : Marconnet et al., 2013; N : Narumanchi et al., 2008; O : Otiaba et al., 2011; St : Sartre et Lallemand, 2001; Sv : Sarvar et al., 2006).

TIM	λ_{TIM} [$W m^{-1} K^{-1}$]	r_{ss} [$m^2 K W^{-1}$] (état neuf)
Pâte thermique	0,4 – 5 (O) < 10 (M)	$2 \cdot 10^{-5} - 1 \cdot 10^{-4}$ (O) $2 \cdot 10^{-5} - 4 \cdot 10^{-4}$ (N) $1,5 \cdot 10^{-4} - 3 \cdot 10^{-4}$ (St)
Pad élastomère	-	$1 \cdot 10^{-4} - 3 \cdot 10^{-4}$ (O)
« MCP »	< 10 (M)	$3 \cdot 10^{-5} - 7 \cdot 10^{-5}$ (O)
Gel	2 – 5 (O)	$4 \cdot 10^{-5} - 8 \cdot 10^{-5}$ (O)
Adhésif	Faible (O)	$1,5 \cdot 10^{-5} - 1 \cdot 10^{-4}$ (O)
Métal	20 – 90 (C) 30 – 86 (Sv) 40 – 90 (M)	$< 5 \cdot 10^{-6}$ (O) $5,7 \cdot 10^{-6} - 1,2 \cdot 10^{-5}$ (C)

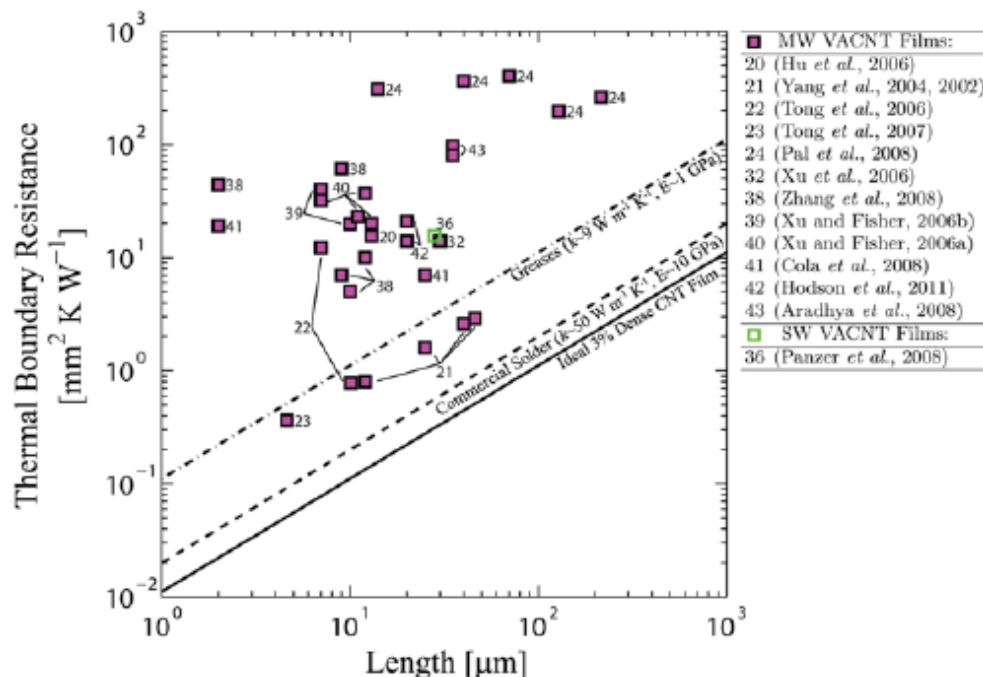


Figure 1-25. Résistance thermique totale des VACNT en fonction de la longueur des NTC (inclut la résistance thermique intrinsèque des NTC ainsi que les deux résistances thermiques d'interface aux deux extrémités du VACNT). Les trois droites représentent, de haut en bas, la limite basse approximative de la résistance thermique des pâtes thermiques commerciales, la résistance thermique approximative des TIM métalliques commerciaux, et enfin la résistance thermique théorique d'un VACNT dénué de résistances thermiques d'interface et constitué de NTC de conductivité thermique $3000 W m^{-1} K^{-1}$ et de fraction volumique 3 % (source : Marconnet et al., 2013).

La résistance thermique d'interface substrat/NTC est un point clé dans l'abaissement de la résistance thermique totale des TIM de type tapis de NTC verticalement alignés (VACNT). Il est possible de diminuer cette résistance thermique d'interface substrat/NTC par l'adjonction d'un matériau à changement de phase à l'interface substrat/NTC (Cola et al., 2008; Xu et Fisher, 2006), par l'ajout d'une couche d'indium entre les NTC et le substrat (Tong et al., 2007) ou par une fine couche dite de couplage phononique permettant de lier les NTC au substrat par des liaisons covalentes dans le but de limiter la diffusion de phonons à l'interface (Hu et al., 2008; Lin et al., 2010). Dans l'étude expérimentale de Xu et Fisher (2006), l'adjonction d'un matériau à changement de phase au tapis de NTC permet d'abaisser la résistance thermique d'interface substrat/NTC d'un facteur 4 (à noter que le MCP n'a ici aucune fonction de stockage d'énergie thermique, contrairement à l'amortisseur thermique T3D). Tong et al. (2007) montrent expérimentalement que l'ajout d'une couche d'indium d'épaisseur 1 μm entre le tapis de NTC et une surface en verre permet d'abaisser la résistance thermique d'interface verre/NTC d'un ordre de grandeur, d'environ $10^{-5} \text{ m}^2 \text{ K W}^{-1}$ pour les NTC reliés au verre par des liaisons de type Van der Waals à environ $10^{-6} \text{ m}^2 \text{ K W}^{-1}$ pour l'interface verre/In/NTC.

Les performances thermiques disponibles dans la littérature correspondent généralement au TIM à l'état neuf. Or, la résistance thermique d'un TIM peut évoluer dans le temps (figure 1-26). La connaissance de ses performances thermiques à la fin de sa durée de vie prévue est donc très importante pour optimiser la conception de l'installation électronique, son coût ainsi que sa fiabilité (Due et Robinson, 2013). L'étude de la fiabilité de l'amortisseur thermique T3D constitue l'objet de la partie 3.3 du présent manuscrit.

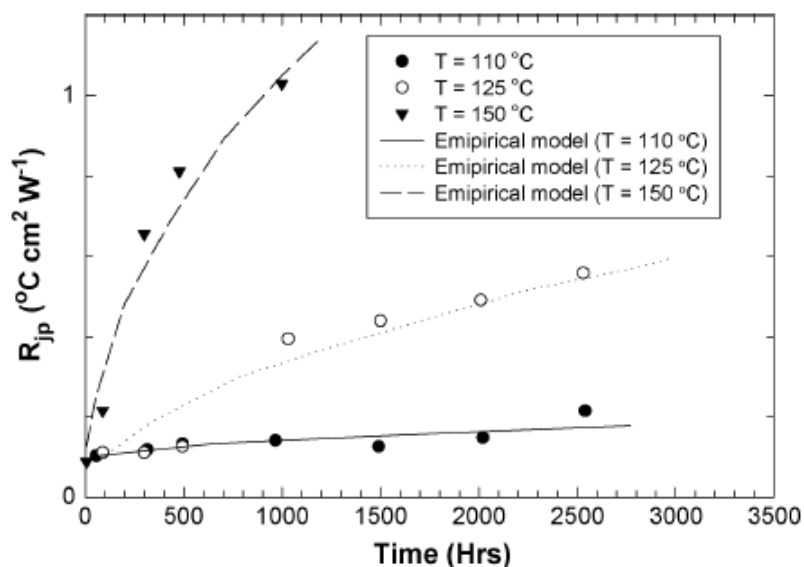


Figure 1-26. Exemple de dégradation de la résistance thermique d'interface avec le temps en fonction du niveau de température pour un TIM de type « MCP » (image : Prasher, 2006). Les marqueurs correspondent aux mesures, les courbes à une interpolation empirique.

En conclusion, il existe différents types de matériaux d'interface thermique (TIM) présentant des avantages et des inconvénients spécifiques. Les TIM basés sur des tapis de NTC alignés verticalement (VACNT) présentent un potentiel intéressant d'abaissement de la résistance thermique d'interface par rapport aux TIM commerciaux. Cependant, les TIM de type VACNT n'ont encore pas atteint le niveau des TIM métalliques du fait notamment des défauts présents dans les tapis de NTC ainsi que des résistances thermiques d'interface aux extrémités du tapis de NTC. Les TIM ont une

fonction de conduction de la chaleur mais pas de fonction de stockage d'énergie thermique, y compris ceux nommés « matériaux à changement de phase » ou contenant du MCP.

Après l'étude bibliographique relative à l'amortisseur thermique et ses matériaux constitutifs, la partie suivante illustre le fonctionnement de l'amortisseur thermique et présente les paramètres influant sur ses performances au moyen d'une étude théorique et numérique.

1.2 Analyse théorique de la réponse thermique d'un amortisseur

Cette partie repose sur l'étude théorique et numérique réalisée au CETHIL par Stéphane Lips avant le début de cette thèse pour les besoins du projet T3D. Il avait été envisagé en début de projet de comparer les résultats de ces modèles numériques aux résultats expérimentaux. Cependant, ces modèles se sont révélés inutilement complexes pour caractériser les échantillons T3D étant donné les difficultés expérimentales rencontrées lors de leur fabrication et des modèles beaucoup plus simples ont donc été utilisés dans cette thèse. C'est la raison pour laquelle cette partie numérique est présentée dans le chapitre consacré à l'état de l'art.

Dans cette partie, la configuration de l'amortisseur thermique considérée pour l'étude théorique et numérique est tout d'abord présentée. La définition d'un amortisseur thermique idéal permet d'illustrer le principe de fonctionnement ainsi que les performances d'un tel système idéal. Deux modèles numériques sont ensuite développés afin de calculer la réponse thermique d'amortisseurs non idéaux. Les résultats issus de ces modèles permettent d'explicitier l'intérêt et les plages d'utilisation optimale de l'amortisseur thermique ainsi que les paramètres à prendre en compte pour optimiser ses performances.

1.2.1 Configurations géométrique et thermique de l'amortisseur étudié

La configuration étudiée dans le projet est une puce dissipant de la chaleur à travers un amortisseur thermique, l'ensemble étant fixé sur un PCB (printed circuit board). Le rôle du PCB est d'assurer les connexions électriques avec le reste du système ainsi que l'évacuation du flux de chaleur produit par la puce. Dans cette étude, seul l'amortisseur est modélisé. La densité de puissance q dissipée par le composant électronique est prise en compte à l'aide d'une condition aux limites de type Neumann. Les échanges thermiques avec le PCB sont pris en compte par une condition de Fourier avec un coefficient d'échange de référence ou de refroidissement h_{ref} et une température de référence T_{ref} du PCB considérée constante (figure 1-27).

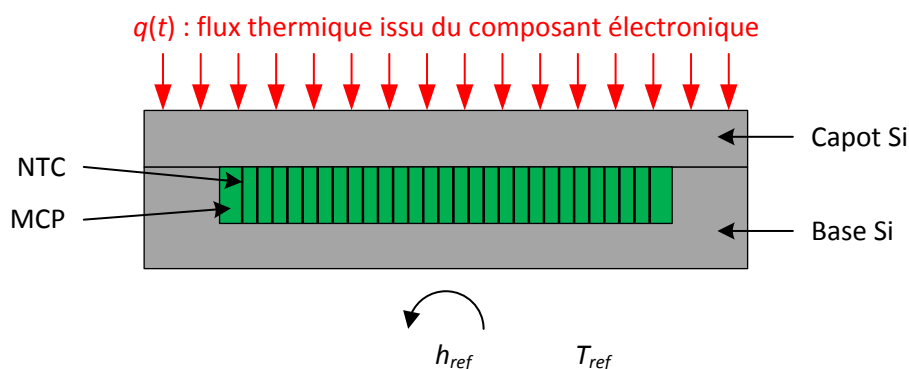


Figure 1-27. Conditions aux limites pour l'amortisseur thermique.

Sauf indication contraire, les calculs de la partie 1.2 sont réalisés pour l'amortisseur thermique initialement envisagé au début du projet : base et capot en silicium d'épaisseur 380 μm et de surface 20 x 20 mm^2 et cavité de dimensions 100 μm x 10 x 10 mm^2 (figure 1-28).

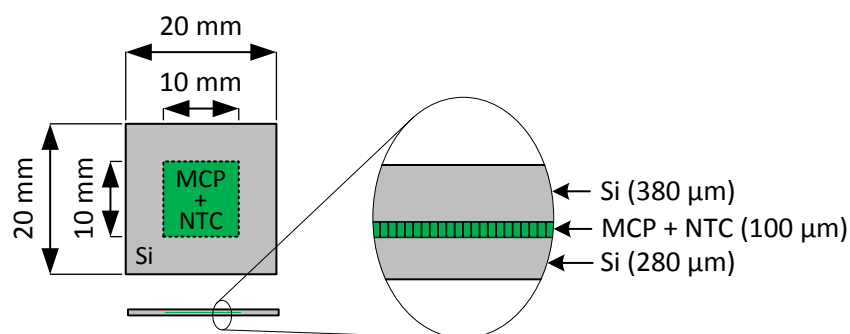


Figure 1-28. Dimensions de l'amortisseur thermique initialement prévu pour le projet T3D et servant de référence à l'étude numérique.

Les propriétés du silicium sont données dans la section 2.1.3.1. Les propriétés du MCP considérées pour l'étude théorique et numérique sont récapitulées dans le tableau 1-3. σ_T représente l'écart type de température correspondant à la distribution gaussienne du changement de phase lorsque son glissement de température n'est pas négligé. Ces notions sont explicitées dans la section 1.2.3.1.

Tableau 1-3. Propriétés du MCP considérées pour l'étude numérique en début de projet. Ces valeurs peuvent légèrement différer des valeurs affinées considérées dans les chapitres suivants.

Type de MCP	Plage de température de changement de phase	Masse volumique	Chaleur latente de fusion	Capacité thermique	Conductivité thermique
Paraffine PCM-89 Kaplan Energy	80 °C $\pm$ $3\sigma_T$	800 kg m^{-3}	210 J g^{-1}	2,2 $\text{kJ kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	0,2 $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$

1.2.2 Amortisseur thermique idéal

Afin d'analyser les performances d'un amortisseur thermique, il est utile de formaliser la fonction de ce système. Pour cela, un modèle d'amortisseur idéal est développé et ses résultats sont analysés. Un amortisseur est dit idéal si l'ensemble de ses constituants ont une conductivité thermique infinie et si le glissement de température lors du changement de phase du MCP est nul, c'est-à-dire si le changement de phase a lieu à une température unique, comme dans le cas d'un corps pur. Dans ces conditions, l'amortisseur thermique est uniforme en température et son comportement peut être déterminé de manière quasi analytique.

1.2.2.1 Modélisation et bilan d'énergie d'un amortisseur idéal

Dans le cas d'un amortisseur thermique idéal, l'équation de bilan d'énergie s'écrit sous la forme :

$$\frac{dH}{dt} = qS - h_{ref} S(T - T_{ref}) \quad (4)$$

H et T sont respectivement l'enthalpie et la température de l'amortisseur et q est la densité de flux imposée sur la face supérieure de surface S (figure 1-27).

La variation d'enthalpie de l'amortisseur dépend d'un terme capacitif en zone monophasique et d'un terme prenant en compte le changement de phase. Il est possible de regrouper ces deux termes sous la forme d'une capacité thermique totale apparente $(mc_p)_{tot}$ intégrant le phénomène de fusion ou de solidification du MCP :

$$dH = (\sum_i m_i c_{p,i}) dT + m_{MCP} \Delta h_{fus} dx = (mc_p)_{tot} dT \quad (5)$$

où m_{MCP} est la masse de MCP dans l'amortisseur, Δh_{fus} est la chaleur latente de fusion, $\sum_i m_i c_{p,i}$ correspond à la somme des capacités thermiques classiques des différents matériaux (silicium, MCP et NTC) et x correspond à la fraction massique de MCP sous forme liquide.

1.2.2.2 Réponse à un échelon de puissance

Situation sans changement de phase

Hors d'une zone de changement de phase, l'équation de bilan de l'énergie devient :

$$(\sum_i m_i c_{p,i}) \frac{dT}{dt} = qS - h_{ref} S(T - T_{ref}) \quad (6)$$

Pour la zone centrale de l'amortisseur correspondant à la zone de la cavité ($10 \times 10 \text{ mm}^2$), ou pour un amortisseur sans effet de bord, il vient :

$$(\sum_i m_i c_{p,i}) = S \left(\rho_{Si} c_{p,Si} (l_{Si,sup} + l_{Si,inf}) + l_{cavité} (\nu \rho_{NTC} c_{p,NTC} + (1 - \nu) \rho_{MCP} c_{p,MCP}) \right) \quad (7)$$

où l est l'épaisseur et ν est la proportion de NTC dans le système NTC + MCP.

Cette équation peut s'écrire sous la forme :

$$\frac{dT}{dt} = \frac{q - h_{ref}(T - T_{ref})}{\rho_{Si} c_{p,Si} (l_{Si,sup} + l_{Si,inf}) + l_{cavité} (\nu \rho_{NTC} c_{p,NTC} + (1 - \nu) \rho_{MCP} c_{p,MCP})} \quad (8)$$

En négligeant la capacité thermique des NTC, la capacité thermique totale surfacique de l'amortisseur vaut environ $1200 \text{ J K}^{-1} \text{ m}^{-2}$. Si le flux net $(q_{net} = q - h_{ref}(T - T_{ref}))$ sur l'amortisseur est de 5 W cm^{-2} , l'élévation de température de l'amortisseur sera de l'ordre de 40 K s^{-1} .

Situation avec changement de phase

Dans la zone de changement de phase, la température de l'amortisseur est constante et l'équation devient :

$$\frac{m_{MCP} dx}{dt} = \frac{qS - h_{ref} S(T - T_{ref})}{\Delta h_{fus}} \quad (9)$$

La masse surfacique totale de MCP dans la cavité est égale à $(1 - \nu)\rho_{MCP}l_{cavité} = 65 \text{ g m}^{-2}$. Cela revient à une énergie latente de fusion surfacique d'environ $15\,000 \text{ J m}^{-2}$, soit $1,5 \text{ J cm}^{-2}$. Dans le cas d'un flux net de 5 W cm^{-2} , le temps nécessaire pour fondre l'ensemble du MCP est donc de $0,3 \text{ s}$.

Ce résultat montre que l'amortisseur permet d'écarter une montée en température lorsque l'énergie surfacique de la sollicitation thermique transitoire ne dépasse pas celle du MCP. Pour un MCP de chaleur latente volumique donnée, une épaisseur croissante de MCP augmente la capacité de l'amortisseur à écarter les pics de température.

1.2.2.3 Réponse à une sollicitation thermique non constante

Réponse à une sollicitation sinusoïdale centrée autour de zéro

Dans cette section, la densité de flux thermique q imposée à l'amortisseur est considérée comme sinusoïdale, centrée autour de zéro et d'amplitude crête à crête q_0 :

$$q(t) = \frac{q_0}{2} \sin(\omega t + \varphi) \quad (10)$$

Ce cas d'école correspond à une succession de période de chauffage ($q(t) > 0$) et de refroidissement ($q(t) < 0$) et ne correspond donc pas à une sollicitation réelle d'un composant électronique. Il est toutefois intéressant pour comprendre le fonctionnement d'un amortisseur thermique. Le lien avec une situation réelle est fait dans la section suivante.

Le système est équivalent au schéma électrique présenté sur la figure 1-29. Ce cas de figure correspond à un amortisseur thermique idéal, constitué d'une simple capacité et n'engendrant pas de résistance thermique spécifique. $Q = qS$ est le flux de chaleur imposé à l'amortisseur avec S la surface de l'amortisseur. R_{ref} est la résistance thermique entre l'amortisseur et le PCB, avec $R_{ref} = 1/(h_{ref}S)$.

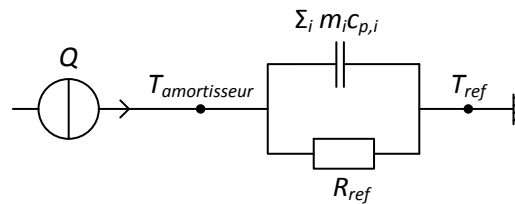


Figure 1-29. Schéma électrique équivalent d'un amortisseur idéal.

Ce schéma électrique correspond à un filtre passe-bas : l'amortisseur atténue les variations de flux thermiques à haute fréquence, mais laisse passer les basses fréquences. Pour caractériser ce filtre, il est possible d'utiliser la notion d'impédance thermique Z_{th} , qui correspond au rapport entre l'amplitude des oscillations de température sur l'amplitude des oscillations du flux thermique :

$$T_{amortisseur} - T_{ref} = Z_{th} Q_0 \quad (11)$$

L'impédance Z_{th} est directement liée aux impédances de la capacité et de la résistance :

$$Z_{th} = \frac{1}{\sqrt{((\sum_i m_i c_{p,i}) \omega)^2 + (h_{ref} S)^2}} \quad (12)$$

où ω est la pulsation de la sollicitation ($\omega = 2\pi f$). L'impédance du circuit diminue quand la pulsation augmente : une fluctuation de puissance à haute fréquence entraîne une très faible variation de la température de l'amortisseur.

Hors d'une zone de changement de phase, la capacité thermique totale apparente est égale à la capacité thermique du matériau. Elle peut être considérée comme constante et l'impédance est donc indépendante du flux thermique. La température de l'amortisseur varie sinusoïdalement autour de la valeur de la température de référence. La figure 1-30 présente l'évolution de l'impédance en fonction de la fréquence de la sollicitation pour différents coefficients d'échange h_{ref} . Le cas $h_{ref} = 0 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ correspond à un amortisseur adiabatique. Dans ce cas, l'impédance tend vers l'infini quand la fréquence tend vers 0. La fréquence de coupure correspondant à une impédance égale à la moitié de l'impédance du régime permanent est égale à $\omega_{1/2} = \sqrt{3}/((\sum_i m_i c_{p,i}) R_{ref})$. Pour des fréquences de sollicitation supérieures à cette fréquence de coupure, les oscillations de température sont amorties, même en l'absence de changement de phase. Pour des fréquences inférieures, la variation de la puissance thermique entraîne une variation importante de la température de l'amortisseur et donc du composant électronique à refroidir.

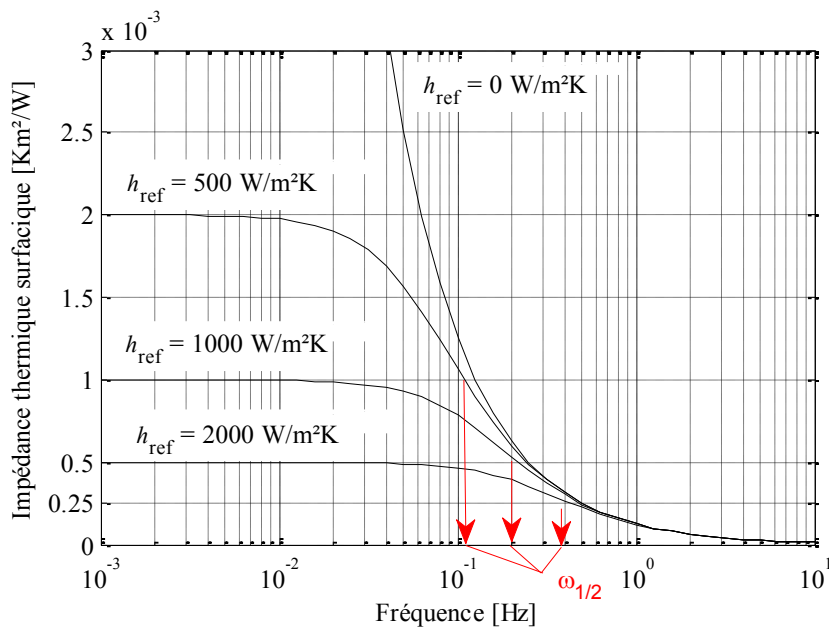


Figure 1-30. Impédance thermique surfacique d'un amortisseur idéal dans la zone monophasique.

Hors zone de changement de phase, le schéma électrique équivalent de la figure 1-29 représente un circuit linéaire. Ceci n'est plus vrai dans le cas où il y a présence de changement de phase. Si la température de référence est égale à la température de fusion, il y a présence de changement de phase et l'impédance dépend du flux thermique. La détermination analytique de l'impédance du système n'est pas simple à cause de la discontinuité due au changement de phase et il est plus simple de la calculer de manière numérique.

La figure 1-31 représente l'évolution de l'impédance du système en fonction de la fréquence de la sollicitation thermique pour différentes amplitudes du flux thermique et pour différentes résistances thermiques avec le PCB. La fréquence de coupure dépend directement de l'amplitude du flux thermique imposé tandis que l'asymptote pour les basses fréquences dépend uniquement de la résistance thermique avec le PCB. Au-delà d'une certaine fréquence, l'oscillation de température est totalement amortie, contrairement au cas où le MCP a un comportement monophasique. En effet, pour une sollicitation sinusoïdale, la quantité d'énergie imposée lors d'une demi-période est égale à Q_0/ω . Si cette énergie est inférieure à l'énergie de fusion du MCP $m_{MCP} \Delta h_{fus}$, la variation de température est nulle, ainsi que l'impédance de l'amortisseur. Si cette énergie est supérieure, l'impédance est non nulle, entraînant une oscillation de la température de l'amortisseur autour de la température de fusion. Dans tous les cas, l'impédance thermique en présence de changement de phase (figure 1-31) est plus faible qu'en zone monophasique (figure 1-30), surtout pour des oscillations de puissance thermique inférieures ou égales à 1 W cm^{-2} .

La figure 1-32 représente l'évolution de l'amplitude de la variation de température $\Delta T = T_{amortisseur} - T_{ref}$ en fonction de la fréquence de la sollicitation pour les mêmes conditions que la figure 1-31. En se fixant une hausse de température acceptable, il est donc possible de définir une plage d'utilisation de l'amortisseur thermique en termes de puissance, de fréquence et de la résistance thermique avec le PCB.

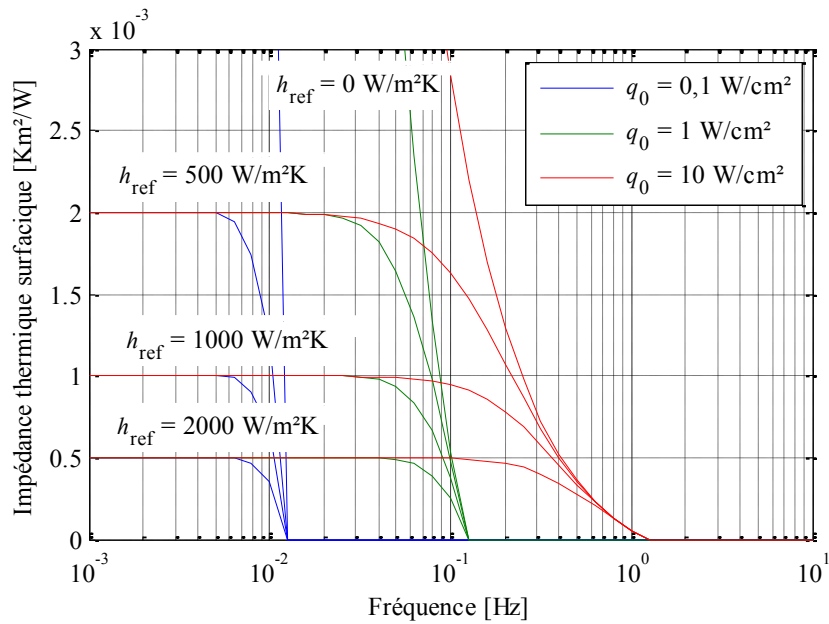


Figure 1-31. Impédance thermique surfacique d'un amortisseur idéal en présence de changement de phase.

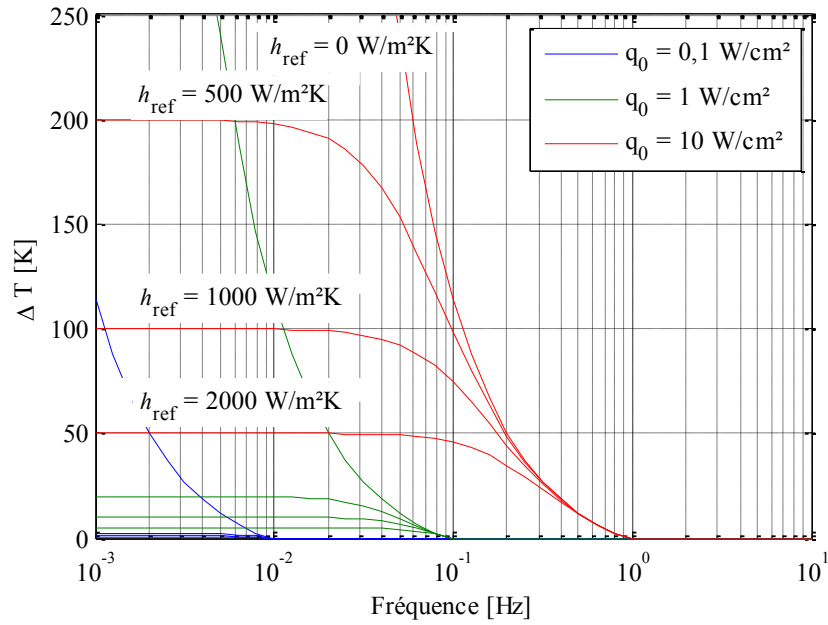


Figure 1-32. Variation de température d'un amortisseur idéal en présence de changement de phase.

Ces figures ne sont valables que pour le cas où la température de référence est exactement égale à la température de fusion. Si cette température est différente, mais proche de la température de fusion, il se peut qu'une partie seulement du MCP change de phase tout en subissant un échauffement ou un refroidissement dans la zone monophasique. La figure 1-33 récapitule différents cas de l'évolution de la température en fonction du flux de chaleur et de la température de référence par rapport à la température de fusion. Le même type de graphique pourrait être tracé pour une température de référence supérieure à la température de fusion. Pour de faibles flux, l'amortisseur idéal peut être vu comme une barrière thermique empêchant l'amortisseur de franchir (à la hausse ou à la baisse) une certaine température correspondant à la température de fusion. Pour de forts flux, l'amortisseur ne fait qu'amortir les oscillations.

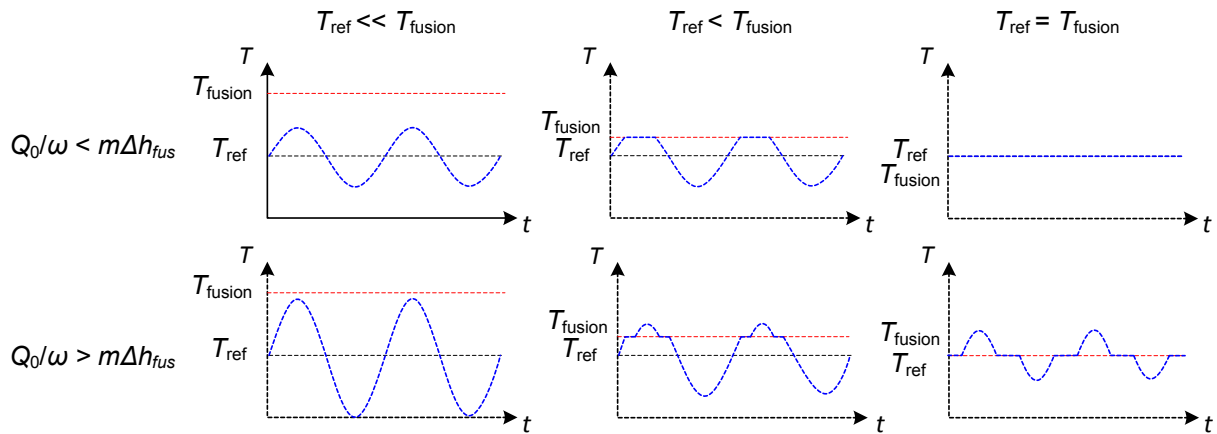


Figure 1-33. Récapitulatif des différentes configurations possibles pour un amortisseur soumis à une sollicitation sinusoïdale centrée autour de zéro.

Réponse à une sollicitation sinusoïdale non centrée autour de zéro

En pratique, le flux thermique imposé par un composant électronique est toujours positif. Un cas intéressant à étudier est celui où la sollicitation est la somme d'une composante continue et d'une fluctuation sinusoïdale.

$$Q(t) = Q_0 + \frac{dQ}{2} \sin(\omega t + \varphi) \quad (13)$$

Le flux évacué par le PCB est égal à :

$$\begin{aligned} Q_{PCB} &= h_{ref} S(T - T_{ref}) \\ &= h_{ref} S(T_0 - T_{ref}) + h_{ref} S(T - T_0) \end{aligned} \quad (14)$$

où T_0 est la température moyenne de l'amortisseur telle que $h_{ref} S(T_0 - T_{ref}) = Q_0$ en régime établi. Le bilan d'enthalpie sur l'amortisseur donne :

$$\begin{aligned} \frac{dH}{dt} &= Q - Q_{PCB} \\ &= Q_0 + \frac{dQ}{2} \sin(\omega t + \varphi) - Q_0 - h_{ref} S(T - T_0) \\ &= \frac{dQ}{2} \sin(\omega t + \varphi) - h_{ref} S(T - T_0) \end{aligned} \quad (15)$$

Le système sollicité par une sinusoïde non centrée en zéro peut donc se ramener à un système sollicité par une sinusoïde centrée en zéro avec pour température de référence la température moyenne de l'amortisseur T_0 . La figure 1-34 présente les différentes configurations présentées sur la figure 1-33 pour une sollicitation sinusoïdale non centrée en zéro. L'impédance de l'amortisseur est alors égale à l'impédance en régime permanent, plus l'impédance du régime sinusoïdale correspondant. Pour que l'amortisseur remplisse son rôle de barrière thermique pour les pics de températures, il faut que la température moyenne de l'amortisseur soit inférieure à la température de fusion du MCP.

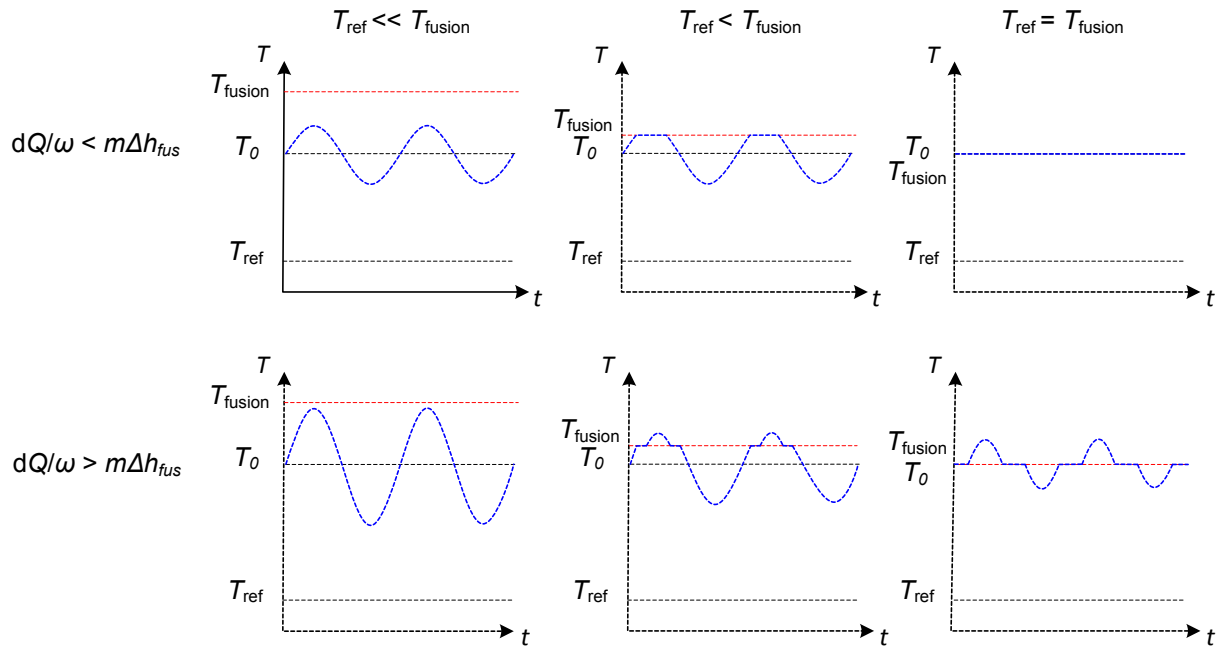


Figure 1-34. Récapitulatif des différentes configurations possibles pour un amortisseur soumis à une sollicitation sinusoïdale non centrée sur zéro.

1.2.2.4 Conclusions sur le rôle d'un amortisseur thermique

Un amortisseur thermique idéal a pour vocation d'augmenter l'inertie thermique des puces électroniques afin d'écarter les variations de températures dues aux variations de flux thermique. Ainsi, un amortisseur thermique ne permet pas de refroidir un composant, mais de stocker temporairement de l'énergie thermique pour la restituer ultérieurement lorsque la puissance thermique dissipée par le composant électronique est moindre.

Toute sollicitation thermique périodique peut-être décomposée en une composante moyenne constante dans le temps et une composante transitoire dont la moyenne temporelle est nulle. La notion d'amortisseur idéal permet de mettre en évidence le fait qu'un amortisseur thermique ne peut avoir un effet que sur cette composante transitoire. Un amortisseur thermique idéal peut fonctionner comme barrière thermique si l'énergie des fluctuations transitoires est inférieure à l'énergie de changement de phase du MCP. Si ce n'est pas le cas, l'amortisseur n'agira que comme un atténuateur de variation de température. Dans tous les cas, il faut que la température moyenne de l'amortisseur soit inférieure à la température de fusion du MCP pour obtenir le comportement désiré. La température moyenne du composant ne dépend que de la composante moyenne de la sollicitation thermique et des paramètres de refroidissement h_{ref} et T_{ref} .

Après avoir étudié le comportement d'un amortisseur idéal, la section suivante présente les modèles numériques développés pour étudier le comportement d'un amortisseur dont les matériaux ont une conductivité thermique finie dont le MCP est un mélange non eutectique, c'est-à-dire dont le changement de phase s'étale sur une certaine plage de température (glissement de température).

1.2.3 Modélisation de l'amortisseur thermique

Deux modèles à deux échelles différentes dédiés à l'étude du comportement thermique de l'amortisseur sont présentés dans cette section :

- Un modèle 2D de maille élémentaire, permettant d'étudier de manière fine les transferts thermiques entre le silicium, les NTC et le MCP.
- Un modèle d'amortisseur complet, où l'ensemble NTC + MCP est considéré comme un matériau homogène dont les propriétés sont calculées par le modèle de maille élémentaire. Ce niveau de modélisation permet de prendre en compte les effets de bords dus à la géométrie particulière de l'amortisseur.

En préambule, la manière de modéliser le MCP est également présentée dans cette section.

1.2.3.1 Modélisation du MCP

Dans un amortisseur idéal, le changement de phase a lieu à une température fixe, comme pour un MCP de type corps pur ou mélange eutectique. Pour les MCP de type mélange non eutectique comme le MCP retenu dans le projet T3D, un glissement de température est observé expérimentalement (mesures de calorimétrie différentielle à balayage ou DSC en Annexe C p. 222-223) : le changement de phase est réparti sur une plage de température d'environ 30 K. A partir des courbes de DSC, il est possible de déterminer une capacité équivalente de changement de phase du matériau prenant en compte uniquement la chaleur latente de fusion ou de solidification répartie sur une certaine plage de température. La figure 1-35 illustre ces capacités thermiques équivalentes : une courbe pour la fusion (chauffe) et une autre pour la solidification (refroidissement) du MCP, différente de la première du fait de la surfusion notamment.

En première approximation, l'évolution de la capacité thermique équivalente du changement de phase peut-être modélisée par une fonction gaussienne :

$$c_{p,tot} = c_p + c_{p,eq} = c_p + \frac{\Delta h_{fus}}{\sigma_T \sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(T-T_{fus})^2}{2\sigma_T^2}} \quad (16)$$

où σ_T est l'écart type de température correspondant à la distribution gaussienne et c_p la capacité thermique du MCP. La largeur à mi-hauteur et à la base d'une courbe gaussienne vaut respectivement $2,35 \sigma_T$ et $6 \sigma_T$. La distribution gaussienne choisie pour modéliser la capacité thermique équivalente du MCP est représentée sur la figure 1-35 ($T_{fus} = 80 \text{ °C}$; $\sigma_T = 5 \text{ K}$). L'aire sous la courbe représente bien la variation totale d'enthalpie latente du MCP :

$$\int_{-\infty}^{+\infty} \frac{1}{\sigma_T \sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(T-T_{fus})^2}{2\sigma_T^2}} dT = 1 \quad (17)$$

Le MCP est donc considéré numériquement comme un matériau monophasique remplissant l'ensemble des cellules de NTC et dont la capacité thermique totale apparente dépend fortement de la température. Cette manière de prendre en compte la chaleur latente de changement de phase permet de modéliser le comportement du MCP avec un temps de calcul réduit mais les phénomènes capillaires, de dilatation et de surfusion ne sont pas pris en compte.

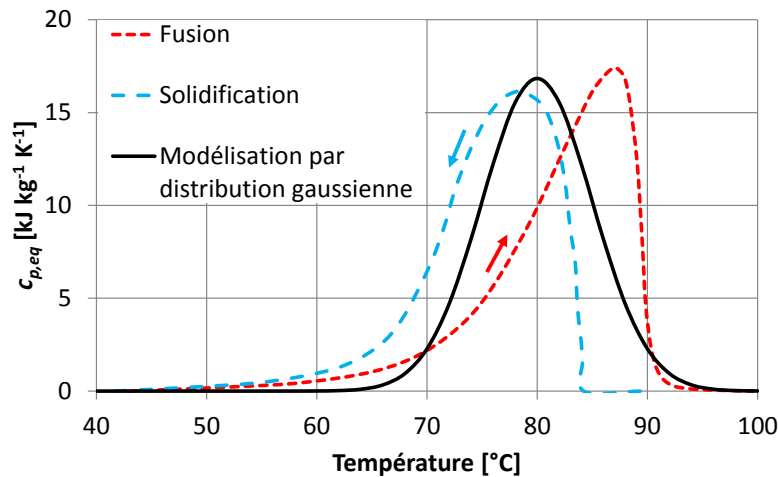


Figure 1-35. Capacité thermique équivalente du MCP due uniquement au changement de phase obtenue à partir des courbes de DSC, et distribution gaussienne considérée pour la modélisation ($\sigma_T = 5$ K).

1.2.3.2 Modèle de maille élémentaire 2D

Description du domaine de modélisation

La géométrie considérée pour la modélisation correspond à une cavité en silicium remplie de MCP cloisonné dans des cellules hexagonales dont les murs sont formés par des réseaux de NTC densifiés (figure 1-36). Cette structure en nid d'abeille correspond à la géométrie envisagée au début du projet T3D. Elle a évolué par la suite du fait de contraintes technologiques. En négligeant les effets de bord, le système peut être réduit à une seule cellule hexagonale. Au regard des axes de symétrie des structures en nid d'abeille, le domaine de modélisation d'une maille dans le plan de l'amortisseur peut se limiter à un triangle rectangle composé d'un demi mur de NTC et du MCP adjacent. Les limites du domaine correspondent à des axes de symétries et donc à des conditions aux limites d'adiabaticité.

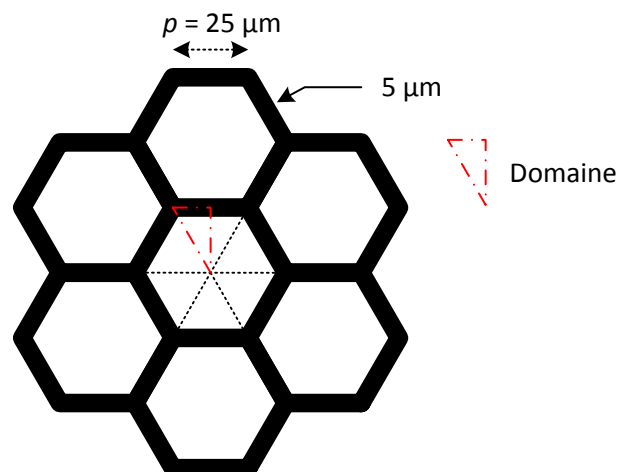


Figure 1-36. Structure en nid d'abeille et domaine considéré pour la modélisation dans le plan de l'amortisseur.

Dans un plan de coupe de l'amortisseur, le système est composé d'un capot en silicium, d'une cavité remplie de MCP et de murs de NTC et de la base en silicium (figure 1-37). Cette maille élémentaire constitue le domaine de modélisation.

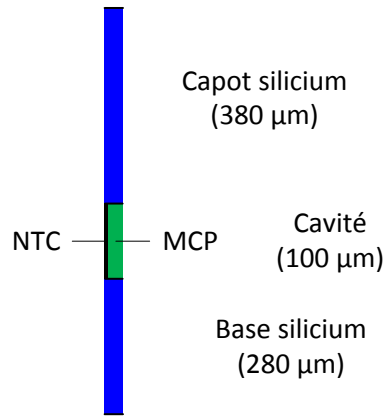


Figure 1-37. Domaine considéré pour la modélisation dans un plan orthogonal à l'amortisseur thermique.

Discretisation de la maille élémentaire 2D

La maille élémentaire 2D (figure 1-36 et figure 1-37) est discrétisée en éléments ayant la forme de prismes droits (figure 1-38). Les faces latérales des prismes sont adiabatiques pour les raisons de symétrie décrites sur la figure 1-36.

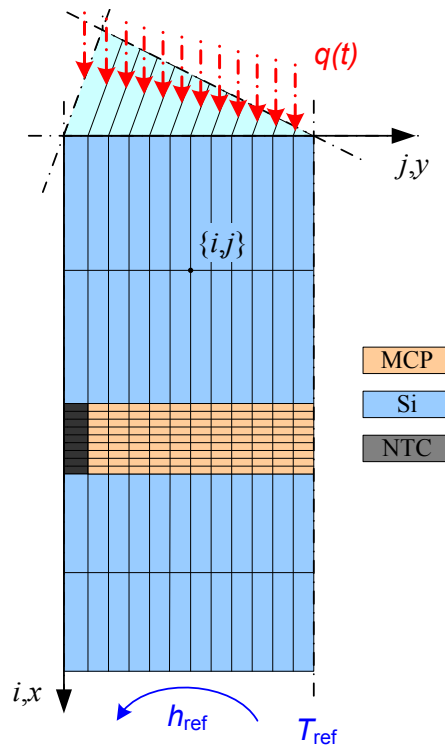


Figure 1-38. Principe de discrétisation pour le modèle de maille 2D.

Résistance thermique en régime permanent

En régime permanent, l'amortisseur est l'équivalent d'une simple résistance thermique. En négligeant les résistances thermiques d'interface, la résistance thermique de surface de l'amortisseur complet est égale à :

$$r_{théorique} = \frac{l_{Si,sup}}{\lambda_{Si}} + \frac{l_{cavité}}{v\lambda_{NTC} + (1-v)\lambda_{MCP}} + \frac{l_{Si,inf}}{\lambda_{Si}} \quad (18)$$

avec l l'épaisseur du matériau considéré, λ la conductivité thermique et $\nu = S_{NTC}/S_{tot}$ la section de passage des NTC sur la section totale. Dans le cas de la géométrie présentée sur la figure 1-36, ν vaut 0,22. En régime permanent, la conductivité thermique équivalente du mélange NTC + MCP dans un plan de coupe de l'amortisseur s'écrit :

$$\lambda_{eq} = \nu \lambda_{NTC} + (1 - \nu) \lambda_{MCP} \approx \nu \lambda_{NTC} \quad (19)$$

En considérant une conductivité des NTC de $1000 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, la conductivité thermique équivalente du milieu MCP + NTC est du même ordre de grandeur que celle du silicium ($\sim 150 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$) pour $\nu = 0,22$. Avec une telle conductivité équivalente, la résistance thermique de l'amortisseur devrait être comparable à celle d'une simple plaque en silicium de même épaisseur.

Dans l'équation (18), les trois composantes de la résistance thermique sont du même ordre de grandeur et la résistance thermique totale est environ égale à $5,3 \cdot 10^{-6} \text{ K m}^2 \text{ W}^{-1}$, soit une conductance de $190 \text{ kW m}^{-2} \text{ K}^{-1}$. Pour un flux thermique de 5 W cm^{-2} , on obtient alors une différence de température de part et d'autre de l'amortisseur de l'ordre de 0,3 K. Cette résistance thermique est donc négligeable par rapport aux autres résistances du système (résistance de contact avec le PCB, résistance convective avec le fluide de refroidissement, etc.). Pour comparaison, la résistance de contact avec le PCB est de l'ordre de $2 \cdot 10^{-4} \text{ K m}^2 \text{ W}^{-1}$ (Sartre et Lallemand, 2001), soit 40 fois plus importante.

1.2.3.3 Modèle d'amortisseur complet 2D

Le modèle de maille permet de modéliser relativement finement les transferts thermiques à l'échelle d'une cellule de NTC mais n'est pas capable de prendre en compte les effets de bords ou une sollicitation thermique spatialement non uniforme sur le dessus de l'amortisseur. Pour cela, un modèle 2D d'amortisseur complet est développé (figure 1-39). Afin de ne pas avoir à discrétiser chaque cellule de NTC au sein de la cavité, l'ensemble NTC + MCP est considéré comme un matériau homogène ayant une masse volumique, une conductivité et une capacité thermique équivalentes. Un joint de colle est pris en compte à la jonction des plaques supérieure et inférieure afin de modéliser le matériau de scellement des premiers amortisseurs du projet T3D.

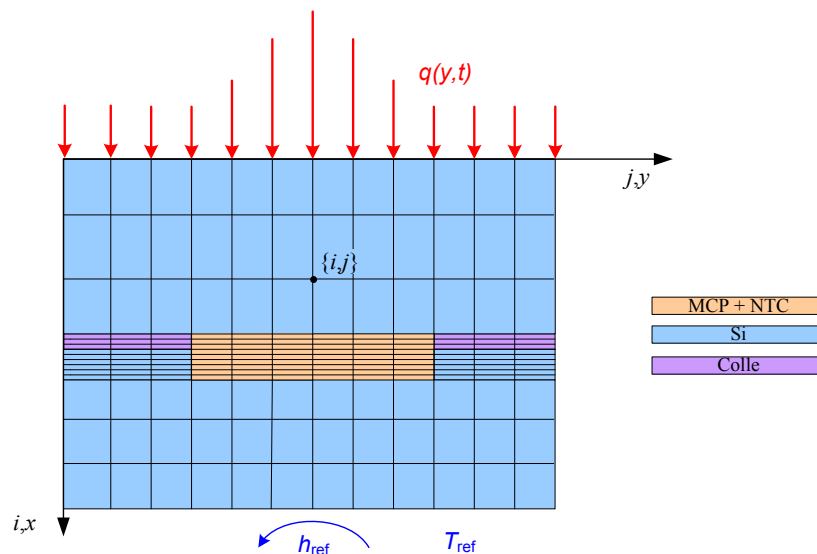


Figure 1-39. Modèle d'amortisseur complet 2D.

Pour déterminer précisément les effets de bords dans un amortisseur, il faudrait réaliser une modélisation 3D de l'amortisseur. Une telle modélisation serait très lourde en temps de calcul. Le modèle 2D permet de quantifier l'impact des effets de bords sur les résultats des mesures et de faire des études qualitatives satisfaisantes tout en limitant le temps de calcul.

Une autre limite de ce modèle tient au fait de considérer le milieu MCP+NTC comme un matériau homogène et aux approximations sur les propriétés équivalentes de ce milieu. En première approche, la conductivité thermique équivalente du milieu MCP+NTC peut-être estimée par l'équation (19). Cette relation est vérifiée en régime permanent et pour la direction perpendiculaire au plan de l'amortisseur. En revanche, la conductivité thermique dans le plan de l'amortisseur peut fortement différer de cette valeur et dépend principalement de la géométrie des cellules de NTC et de la conductivité perpendiculairement aux NTC dans les parois de NTC densifiés, celle-ci étant inconnue.

Le second paramètre équivalent du milieu MCP + NTC est sa capacité volumique équivalente ρc_p . Si les fluctuations de température sont suffisamment lentes, chaque cellule de NTC peut être considérée comme étant à température homogène. Par hypothèse, la capacité thermique volumique des NTC est négligée devant celle du MCP :

$$(\rho c_p)_{eq,NTC+MCP} = v(\rho c_p)_{NTC} + (1 - v)(\rho c_p)_{tot,MCP} \approx (1 - v)(\rho c_p)_{tot,MCP} \quad (20)$$

Les valeurs de conductivités et de capacités thermiques volumiques équivalentes sont des ordres de grandeurs. Si besoin, le modèle de maille élémentaire 2D peut être utilisé pour obtenir des valeurs plus précises.

1.2.3.4 Discussion sur les phénomènes non pris en compte

Dans les modèles présentés précédemment, les phénomènes suivants ne sont pas pris en compte ou alors de manière très approximative :

- La surfusion du MCP (figure 1-14), qui peut modifier notablement le fonctionnement de l'amortisseur thermique.
- La cinétique de solidification pouvant mener à différentes formes cristallines et donc différentes valeurs de chaleur latente associée.
- La distribution spatiale du MCP dans les cellules dépendant de la dilatation du MCP, de la présence d'air dans les cellules et du phénomène de capillarité. En pratique, il est nécessaire de laisser un petit peu d'air dans chaque cellule pour permettre l'expansion du MCP lors de sa fusion. Les essais réalisés par le CEA montrent une très bonne mouillabilité entre le MCP et les autres matériaux utilisés. On peut supposer que les forces capillaires contiennent les poches d'air au centre des cellules de NTC et que ces poches d'air ne pénalisent donc pas les transferts thermiques avec le MCP.
- Les résistances thermiques d'interface entre les différents matériaux (silicium, NTC, MCP...) sont négligées car inconnues. Pourtant, celles-ci peuvent impacter le fonctionnement de l'amortisseur thermique de manière conséquente. Les résistances thermiques d'interface importantes sont estimées expérimentalement dans les chapitres suivants.

- La conductivité thermique des NTC considérée pour les modèles n'est qu'un ordre de grandeur ($1000 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$). L'étude bibliographique a en effet montré que la conductivité thermique des NTC dépend de nombreux paramètres, inconnus *a priori*.

Dans la section suivante, les résultats issus des deux modèles d'amortisseur présentés précédemment sont exposés.

1.2.4 Résultats et exploitation des modèles

Le modèle de maille 2D permet de prédire le fonctionnement de l'amortisseur et en particulier l'amplitude de sa variation de température pour une sollicitation sinusoïdale d'amplitude et de fréquence quelconque. Cette section présente les résultats du modèle puis une étude de sensibilité aux paramètres géométriques et au glissement de température lors du changement de phase du MCP. Pour finir, un exemple de modélisation du comportement thermique d'un amortisseur pour différentes conditions de sollicitation thermique est proposé afin de mettre en évidence son fonctionnement.

1.2.4.1 Réponse de l'amortisseur à une sollicitation sinusoïdale centrée autour de zéro

La comparaison entre les réponses thermiques d'un amortisseur idéal et de l'amortisseur envisagé au début du projet (sans les effets de bord) est présentée sur la figure 1-40 en fonction de la fréquence de sollicitation pour différentes amplitudes et pour deux conditions de refroidissement données ($h_{ref} = 0 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ et $h_{ref} = 2000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$). La géométrie considérée pour la modélisation est donnée sur la figure 1-36 et les propriétés du MCP dans le tableau 1-3.

Pour les basses fréquences, l'amortisseur réel a un comportement très proche de l'amortisseur idéal : sa température peut être considérée comme uniforme et, avec la géométrie et les hypothèses considérées dans cette étude, notamment l'absence de résistances thermique d'interface entre la base et le capot en silicium et entre les NTC et le silicium, la résistance thermique de l'amortisseur envisagé au début du projet en régime permanent est similaire à celle de l'amortisseur idéal et elle est donc négligeable devant la résistance thermique avec le PCB.

Pour les fréquences plus élevées, l'amortisseur réel se distingue de l'amortisseur idéal par sa variation de température non nulle. Ceci s'explique par deux phénomènes pris en compte dans le modèle de maille 2D mais pas dans le modèle d'amortisseur idéal :

- La faible diffusivité thermique du MCP qui empêche le MCP situé au centre des cellules de changer de phase et donc de participer au stockage thermique pour des périodes d'excitation courtes, du fait de l'éloignement des structures conductrices (NTC, silicium).
- Le glissement de température, c'est-à-dire que le changement de phase n'a pas lieu à température constante, ce qui induit des variations de température dans l'ensemble de l'amortisseur.

Afin d'évaluer l'influence des deux paramètres évoqués ci-dessus, les deux sections suivantes présentent des études de sensibilité de la réponse thermique de l'amortisseur au glissement de température et à la taille des cellules de MCP.

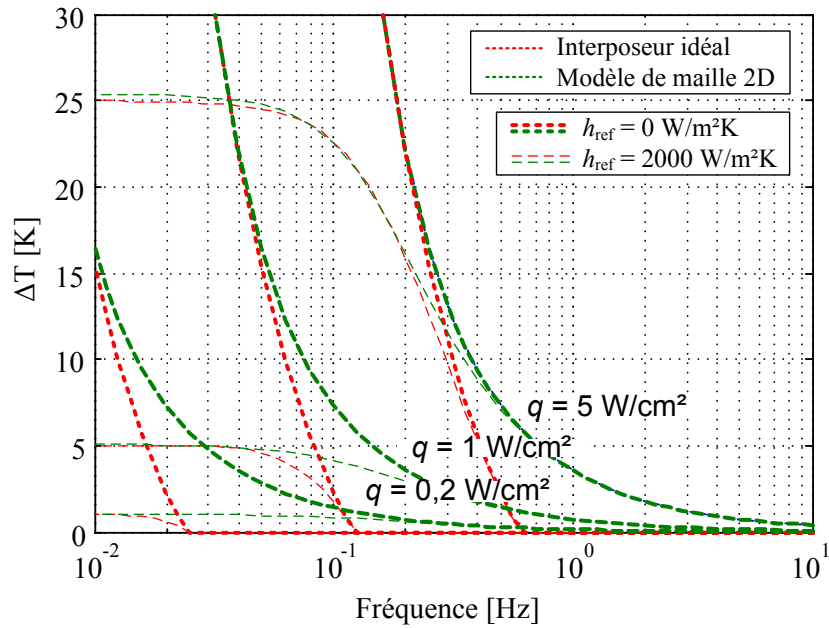


Figure 1-40. Comparaison de la réponse en fréquence du modèle d'amortisseur idéal et du modèle de maille 2D de l'amortisseur envisagé au début du projet sans effets de bord ($p = 25 \mu\text{m}$, $\sigma_T = 5 \text{ K}$).

1.2.4.2 Sensibilité au glissement de température du MCP

Le MCP retenu pour le projet T3D présente un glissement de température important, de l'ordre de 30 K, qui est pris en compte dans la modélisation par un écart type de la distribution normale associée σ_T de 5 K. Dans cette section, la sensibilité du comportement de l'amortisseur au glissement de température est étudiée. La chaleur latente de fusion est supposée constante, seule sa distribution en fonction de la température est modifiée en faisant varier σ_T .

La figure 1-41 présente l'évolution de l'amplitude des variations de température d'un amortisseur thermique soumis à un flux sinusoïdal de 1 W cm^{-2} centré autour de zéro pour différents glissements de température. Ces résultats de modélisation sont issus du code de maille élémentaire 2D. L'amortisseur est considéré comme adiabatique.

Si le MCP fond à une température unique, c'est-à-dire si le glissement de température est nul comme pour un corps pur (cas proche de $\sigma_T = 0,1 \text{ K}$), l'amortisseur agit comme une « barrière » thermique en empêchant la température de varier au-delà d'une certaine fréquence ; dans ce cas, la courbe de température en fonction du temps forme un plateau.

S'il existe un glissement de température, la chaleur latente de fusion est répartie sur une plage de température plus importante et le comportement de barrière thermique ou de plateau n'est plus observé. Néanmoins, les oscillations de température sont amorties par rapport à un système sans MCP. Dans les conditions présentées sur la figure 1-41, un glissement de température de 30 K (cas $\sigma_T = 5 \text{ K}$) induit une augmentation de la température maximale de l'amortisseur par rapport à un amortisseur thermique idéal pour des fréquences de l'ordre de grandeur des fréquences d'intérêt du projet T3D. Cette augmentation est ici maximale pour une fréquence d'environ 0,1 Hz et vaut environ 5 K.

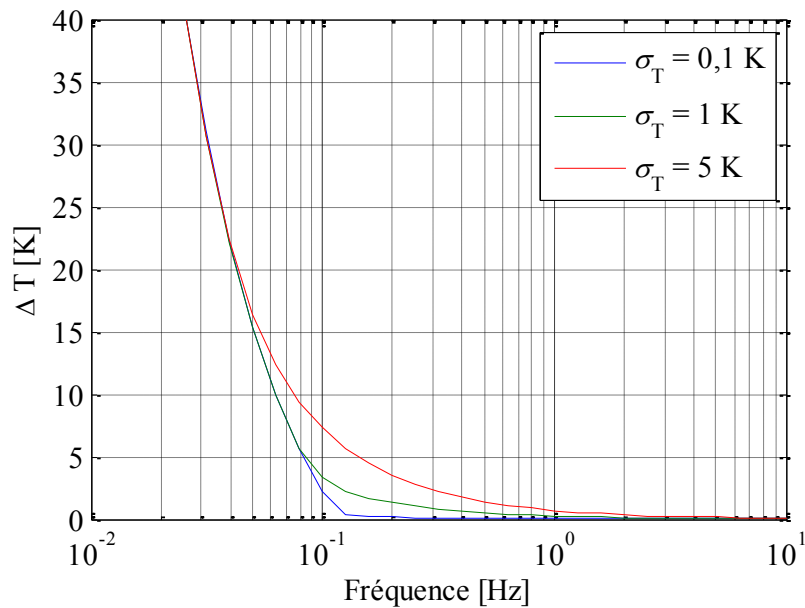


Figure 1-41. Influence du glissement de température sur l'amplitude des variations de température d'un amortisseur thermique soumis à un flux sinusoïdal centré autour de zéro ($q = 1 \text{ W cm}^{-2}$, $h_{ref} = 0 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$).

1.2.4.3 Sensibilité à la taille des cellules

La différence de performance entre un amortisseur idéal et un amortisseur réel dépend en partie de la taille des cellules de NTC contenant le MCP : plus ces cellules sont grandes et plus il est difficile d'échanger de la chaleur avec le cœur des cellules. Dans cette étude, l'épaisseur des parois de NTC est constante et égale à $5 \mu\text{m}$.

La figure 1-42 présente l'évolution de la variation de température pour un flux thermique sinusoïdal de 1 W cm^{-2} pour un amortisseur adiabatique et pour différentes tailles de cellule. Les résultats du modèle d'amortisseur idéal et du modèle de maille 2D sont respectivement représentés par les courbes en pointillés et les courbes continues. Il ressort que pour une épaisseur de paroi constante, la fréquence de coupure de l'amortisseur diminue légèrement quand la taille des cellules augmente car la masse de MCP augmente. L'écart de comportement entre l'amortisseur réel et l'amortisseur idéal est ici essentiellement dû au glissement de température important pour cette figure ($\sigma_T = 5 \text{ K}$). Il est à noter pour la suite qu'un modèle non présenté ici considérant l'interface silicium/MCP comme adiabatique donne les mêmes résultats que le modèle de maille 2D.

Afin de distinguer l'influence des paramètres géométriques de celle du glissement de température, la figure 1-43 présente les résultats de la figure 1-42 mais en prenant cette fois un écart type de la distribution de la chaleur latente de fusion σ_T égal à $0,1 \text{ K}$.

Contrairement au cas précédent ($\sigma_T = 5 \text{ K}$), la comparaison avec un modèle non détaillé ici considérant l'interface silicium/MCP comme adiabatique montre que la taille de cellule est un paramètre important pour la performance thermique de l'amortisseur (courbes en traits-tillés sur la figure 1-43). Pour des cellules de diamètre approximatif $250 \mu\text{m}$ ($p = 125 \mu\text{m}$) et surtout $500 \mu\text{m}$ ($p = 250 \mu\text{m}$), la quantité de MCP prenant part au changement de phase devient de plus en plus insuffisante à mesure que la fréquence diminue, c'est-à-dire à mesure que la chaleur à stocker par demi-période augmente, provoquant une augmentation des oscillations de température. Lorsque la fréquence diminue encore, les courbes du modèle sans échange de chaleur Si/MCP rejoignent les

asymptotes à basse fréquence de l'amortisseur idéal et du modèle de maille 2D, traduisant le fait que le temps disponible par demi-période est maintenant suffisant pour que l'ensemble du MCP change de phase, mais que la quantité de chaleur imposée dépasse la chaleur latente du MCP.

Au contraire, le modèle de maille 2D tenant compte de l'échange thermique silicium/MCP ne fait pas ressortir l'influence de la taille de cellule. Ceci tient au fait que l'épaisseur de cavité contenant le MCP vaut $100\text{ }\mu\text{m}$ et est donc inférieure au diamètre des cellules pour les valeurs de p supérieures à $50\text{ }\mu\text{m}$. Même pour des cellules de grande dimension, tout le MCP participe au changement de phase car la dimension la plus petite de la cellule, en l'occurrence son épaisseur de $100\text{ }\mu\text{m}$, est déterminante dans la distance entre les parois conductrices et le front de fusion du MCP.

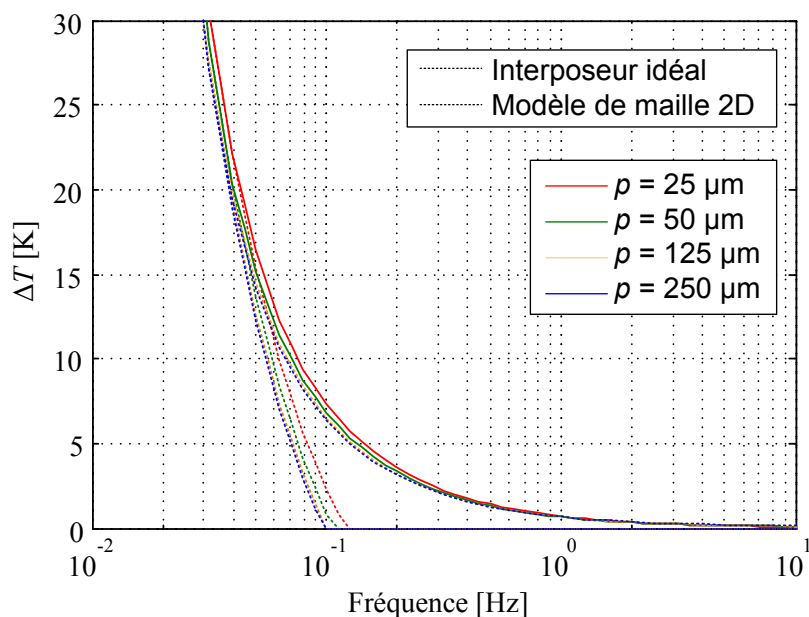


Figure 1-42. Influence de la taille des cellules pour un flux de 1 W cm^{-2} dans des conditions adiabatiques ($h_{ref} = 0\text{ W m}^{-2}\text{ K}^{-1}$) pour le MCP choisi dans le projet ($\sigma_T = 5\text{ K}$).

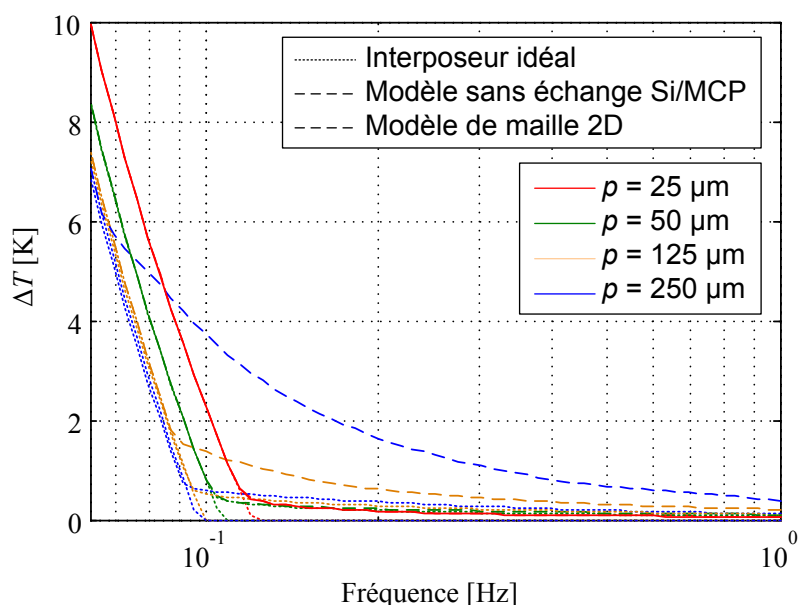


Figure 1-43. Influence de la taille des cellules pour un flux de 1 W cm^{-2} dans des conditions adiabatiques ($h_{ref} = 0\text{ W m}^{-2}\text{ K}^{-1}$) pour un MCP à température de fusion unique ($\sigma_T = 0,1\text{ K}$).

Ces résultats montrent que la taille de la cellule de MCP doit être suffisamment petite pour que tout le MCP change de phase. Ceci est dû à la résistance thermique croissante entre l'enveloppe de la cellule (silicium, NTC) et le front de fusion du MCP à mesure que celui-ci recule vers le centre de la cellule. L'effet de la taille des cellules peut être masqué par un glissement de température important du MCP, ce dernier pouvant provoquer une variation de température plus importante (figure 1-42) que celle provoquée par la fusion incomplète du MCP (figure 1-43).

En conclusion, la taille de la plus petite dimension de la cellule est déterminante dans la capacité à utiliser tout le MCP pour une sollicitation thermique donnée. Cette plus petite dimension (hauteur ou largeur de cellule selon le cas) doit être choisie en fonction notamment de la puissance thermique à stocker et des diffusivités thermiques de la structure conductrice et du MCP.

Après avoir étudié la sensibilité de la variation de température de l'amortisseur au glissement de température du MCP et à la taille des cellules de MCP, la section suivante présente des exemples de courbes de température en fonction du temps (ou thermogrammes) pour une géométrie d'amortisseur donnée.

1.2.4.4 Exemple de réponse thermique pour une sollicitation quelconque

Un exemple de comportement d'un amortisseur thermique est présenté dans cette section. L'amortisseur est soumis à un flux thermique qui est la somme d'une composante constante q et d'une composante transitoire dq . La composante transitoire consiste en une succession de 4 créneaux de puissance dq durant 0,1 s, les trois premiers étant séparés par un intervalle de temps de 0,1 s et les deux derniers par un intervalle de 0,2 s (figure 1-44). Dans cet exemple, la composante continue de la puissance thermique q est égale à 10 W cm^{-2} , la température de référence est de 20°C et le coefficient d'échange thermique est de $2000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$. La température de fusion du MCP est fixée à 80°C . La figure 1-44 présente l'évolution de la température de la face supérieure d'un amortisseur ayant une géométrie optimisée pour différentes amplitudes thermiques de créneau (de $2,5$ à 15 W cm^{-2}), en présence ou non du phénomène de changement de phase. En présence de changement de phase, deux glissements de température sont considérés ($\sigma_T = 0,1 \text{ K}$ et $\sigma_T = 5 \text{ K}$). La géométrie optimisée de l'amortisseur se distingue de la géométrie présentée sur la figure 1-28 par une base et un capot en silicium d'épaisseur respective $250 \mu\text{m}$ et $50 \mu\text{m}$ (de surface inchangée $20 \times 20 \text{ mm}^2$) et une cavité de dimensions $200 \mu\text{m} \times 16 \times 16 \text{ mm}^2$. Le modèle utilisé pour les calculs est celui de l'amortisseur complet 2D.

Pour des créneaux de faible puissance ($dq = 2,5 \text{ W cm}^{-2}$), la température de l'amortisseur sans glissement de température ($\sigma_T = 0,1 \text{ K}$) n'atteint pas la température de changement de phase du MCP. Le système réagit donc comme un système du premier ordre (monophasique). L'amortisseur présentant un glissement de température important ($\sigma_T = 5 \text{ K}$) monte légèrement moins en température que son homologue sans glissement car entre 70°C et 75°C , une partie du MCP change de phase, contrairement à l'amortisseur sans glissement.

Pour $dq = 5 \text{ W cm}^{-2}$, la température de l'amortisseur sans changement de phase dépasse 80°C . En présence de changement de phase sans glissement de température ($\sigma_T = 0,1 \text{ K}$), l'amortisseur agit comme une barrière thermique. L'énergie absorbée lors des créneaux est inférieure à la chaleur latente de fusion du MCP et la température ne dépasse donc pas 80°C . Pour un glissement de température important ($\sigma_T = 5 \text{ K}$), la température monte plus lentement et n'atteint pas 80°C car le MCP change de phase et donc stocke de l'énergie thermique sous forme de chaleur latente dès le

début de la montée en température. La température de l'amortisseur avec glissement qui est inférieure à 80 °C implique que moins de la moitié du MCP est fondue. Une fois les quatre créneaux passés, la température de l'amortisseur sans glissement de température devient inférieure à celle de l'amortisseur avec glissement car ce dernier a évacué moins de chaleur vers l'extérieur (même coefficient d'échange $h_{ref} = 2000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ mais différence de température avec l'extérieur $T - T_{ref}$ plus faible). Cette différence s'estompe ensuite avec le temps.

Pour $dq = 10 \text{ W cm}^{-2}$, les mêmes constats que pour $dq = 5 \text{ W cm}^{-2}$ peuvent être formulés, à la différence près que le système sans changement de phase atteint 100 °C, soit environ 17 K de plus que la température maximale des systèmes avec changement de phase. Dans cette situation, l'écrtage des pics de température est important et l'utilité de l'amortisseur thermique est évidente. L'influence du glissement de température est également visible : l'amortisseur avec glissement de température ($\sigma_T = 5 \text{ K}$) dépasse légèrement la température de 80 °C bien que tout le MCP ne soit pas encore fondu, tandis que l'amortisseur sans glissement ($\sigma_T = 0,1 \text{ K}$) ne la dépasse pas.

Pour des flux thermiques supérieurs ($dq = 15 \text{ W cm}^{-2}$), le MCP se retrouve complètement ($\sigma_T = 0,1 \text{ K}$) ou presque complètement ($\sigma_T = 5 \text{ K}$) à l'état liquide après trois créneaux de puissance thermique. L'intervalle de latence de 0,2 s ne suffit pas à resolidifier complètement le MCP et le quatrième créneau de puissance thermique fait fondre complètement le MCP, y compris pour le système avec glissement de température. Lors du refroidissement qui s'en suit, l'amortisseur agit alors comme une barrière thermique à la baisse en température en empêchant la température de redescendre sous la température de changement de phase.

Cet exemple montre les possibilités et les limites d'un amortisseur thermique diphasique. Tant que l'énergie de la sollicitation transitoire reste inférieure à une certaine valeur, l'amortisseur agit comme une barrière thermique empêchant la montée en température du composant. Par contre, si le MCP se retrouve complètement à l'état liquide, l'amortisseur agit comme une barrière thermique retardant la descente en température. Pour un fonctionnement optimal de l'amortisseur, la quantité de MCP ainsi que ses caractéristiques, notamment son glissement de température, doivent être en adéquation avec les sollicitations thermiques envisagées.

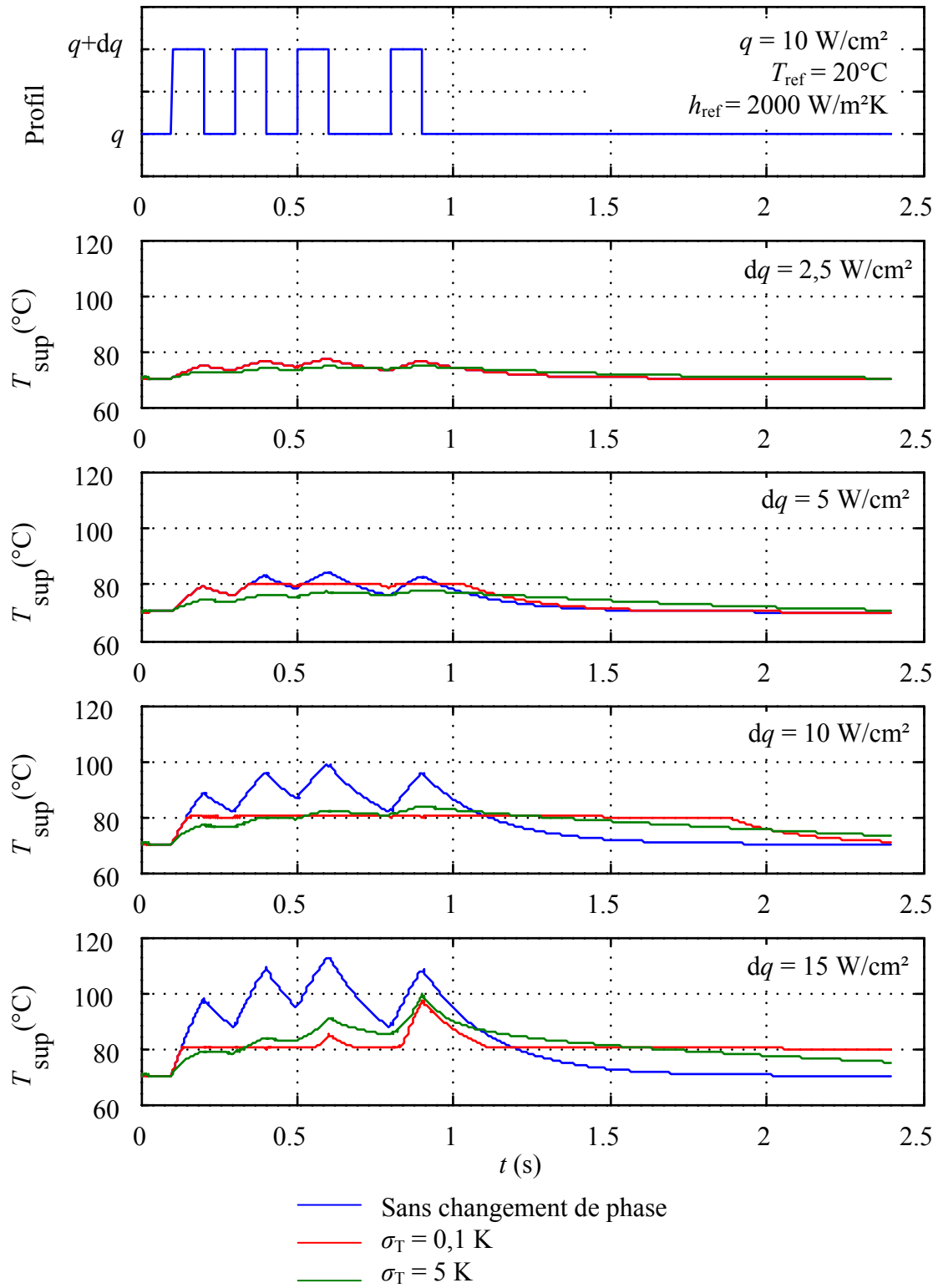


Figure 1-44. Evolution de la température supérieure de l'amortisseur à la géométrie optimisée pour un flux thermique en créneau. Comparaison avec un amortisseur équivalent sans changement de phase et effet du glissement de température lors du changement de phase ($q_{tot} = q + dq$ avec $q = 10 \text{ W cm}^{-2}$, $T_{ref} = 20^\circ\text{C}$, $h_{ref} = 2000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$, $T_{fusion} = 80^\circ\text{C}$).

1.3 Conclusions

La miniaturisation continue des systèmes électroniques, l'augmentation régulière de leurs performances ainsi que leur empilement (intégration 3D) engendrent des densités de flux thermique croissantes. Or, la température des composants électroniques doit rester en-dessous d'une valeur maximale définie afin de ne pas dégrader leur durée de vie ni leurs performances. L'amortisseur thermique proposé a pour objectif de limiter les pics de température des composants électroniques fonctionnant en régime transitoire. Il est constitué d'un boîtier en silicium contenant un réseau de nanotubes de carbone (NTC) rempli de matériau à changement de phase (MCP) solide-liquide. La structure composite MCP-NTC a vocation à augmenter l'inertie thermique du système grâce à la chaleur latente du MCP pour limiter les variations de température tout en maintenant une bonne conductance thermique grâce aux NTC, le tout dans un volume total limité.

L'étude bibliographique présente des systèmes approchant de l'amortisseur thermique T3D, mais aucun dispositif de stockage thermique comportant des NTC reliant directement les deux parois délimitant la cavité n'a été identifié lors de cette recherche. Il ressort que les matériaux d'interface thermique (TIM) constitués d'un tapis de NTC verticalement alignés (VACNT) sont les plus proches de l'amortisseur thermique car leurs NTC relient directement les deux parois enserrant le tapis de NTC. L'amortisseur thermique T3D se distingue cependant des VACNT par sa fonction de stockage d'énergie thermique ainsi que par la densification des NTC selon un motif précis.

Le MCP solide-liquide est une solution pertinente pour la gestion de l'électronique transitoire dans les applications mobiles telles qu'envisagées par STMicroelectronics car elle est passive, simple, légère et peu coûteuse. Cependant, le MCP doit être choisi attentivement pour répondre à différents critères, notamment une chaleur latente élevée et un faible degré de surfusion. La surfusion est un état métastable du MCP liquide en-dessous de sa température de fusion qui peut gêner le bon fonctionnement de l'amortisseur thermique. Un autre phénomène à prendre en considération est la possible dégradation des propriétés thermiques du MCP au fil des cycles de fusion/solidification. Ce point est abordé dans la partie 3.3. Enfin, la conductivité thermique des MCP est généralement faible, ce qui constitue un inconvénient pour l'amortisseur thermique T3D.

La simple dispersion dans le MCP d'additifs de conductivité thermique élevée (particules, nanofibres, NTC...) ne permet pas d'augmenter la conductivité thermique du MCP de plus d'un facteur 2, même lorsque les particules dopantes sont suffisamment nombreuses pour former un réseau continu (seuil de percolation). Ceci est dû aux résistances thermiques d'interface entre les éléments conducteurs, importantes en l'absence de liaisons covalentes entre eux. En revanche, lorsque le MCP est intégré à une matrice continue de conductivité thermique élevée, par exemple une matrice en graphite, la conductivité thermique du MCP ainsi dopé peut être augmentée de plus de deux ordres de grandeur. La solution retenue pour l'amortisseur thermique T3D tend vers le principe de la matrice conductrice continue, à savoir des NTC reliant directement les deux plaques en silicium. Ceci doit permettre de minimiser le nombre de résistances thermique d'interface à deux, aux deux extrémités du tapis de NTC.

Les NTC individuels présentent une conductivité thermique qui peut atteindre des valeurs exceptionnellement élevées, de l'ordre de $3000 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$. Cependant, plusieurs facteurs limitent les performances thermiques expérimentales des tapis de NTC alignés verticalement (VACNT) enserrés entre deux substrats, comme pour l'amortisseur thermique T3D : la présence de résistances

thermiques d'interface NTC/substrat aux deux extrémités du tapis de NTC, les interactions NTC/NTC et la présence de défauts et d'impuretés au sein de la structure cristalline des NTC.

L'amortisseur thermique T3D pouvant être situé entre deux composants électroniques, il est intéressant de comparer le potentiel de conduction de la chaleur des VACNT à celui des matériaux d'interface thermique traditionnels (TIM) utilisés pour diminuer la résistance thermique de contact entre deux composants électroniques, comme par exemple les pâtes thermiques, les gels ou les feuilles métalliques. Il ressort que les VACNT présentent un potentiel intéressant d'abaissement de la résistance thermique d'interface par rapport aux TIM commerciaux, mais que ces dispositifs prototypes de type VACNT n'ont pas encore atteint le niveau des TIM métalliques du fait notamment des défauts présents dans les tapis de NTC ainsi que des résistances thermiques d'interface aux extrémités du tapis de NTC. La mesure de la résistance thermique des amortisseurs thermiques fabriqués durant le projet T3D est l'objet de la partie 3.2.

Dans la seconde partie de ce chapitre, l'étude théorique d'un amortisseur thermique idéal de conductivité thermique infinie et de glissement de température nul a permis de montrer que celui-ci a un comportement de filtre passe-bas du point de vue thermique, comme tous les corps du reste. Cependant, la présence de MCP permet d'abaisser la fréquence de coupure de ce filtre, ce qui se traduit par une atténuation des variations de température par rapport au même cas sans changement de phase. La notion d'impédance thermique a été développée et permet de définir des plages d'utilisation optimale de l'amortisseur thermique en fonction de la puissance des sollicitations thermiques, de leur fréquence et de la résistance thermique avec la source froide, ici le PCB. L'étude du cas d'une sollicitation thermique sinusoïdale centrée en zéro permet d'analyser le comportement de l'amortisseur thermique, sachant qu'une sollicitation thermique non centrée en zéro, plus réaliste, peut s'y rapporter facilement. Ces études montrent que la température moyenne de l'amortisseur doit être inférieure à la température de fusion du MCP pour que la fonction d'écrtage en tempéture soit assurée correctement. Elles montrent également que comme prévu, l'amortisseur thermique ne peut jouer que sur les fluctuations de température liées à la composante transitoire d'une sollicitation thermique, la température moyenne étant elle uniquement dépendante de la puissance moyenne de la sollicitation thermique et de la puissance évacuée vers la source froide.

Deux modèles d'amortisseur thermique ont été développés. L'un est un modèle 2D d'une maille élémentaire de la structure MCP-NTC permettant une étude fine des transferts thermiques entre les NTC, le MCP et le silicium. L'autre est un modèle de l'amortisseur thermique complet qui permet de prendre en compte les effets de bord, c'est-à-dire les zones sans MCP-NTC. C'est un modèle 2D afin de limiter le temps de calcul, avec comme corollaire une moindre précision dans les résultats qu'un modèle 3D. Une autre limite de ce modèle d'amortisseur complet est que la structure MCP-NTC est considérée comme un matériau homogène et isotrope, ce qui n'est pas le cas en réalité. D'autres limites sont communes aux deux modèles, notamment le fait que la surfusion du MCP et les résistances thermiques d'interface soient négligées. En revanche, les deux modèles intègrent le glissement de température du MCP en le modélisant par une fonction gaussienne dont la largeur peut être ajustée. La chaleur latente du MCP est alors prise en compte grâce à une capacité thermique équivalente augmentant fortement sur la plage du changement de phase.

L'exploitation de ces modèles permet de tirer plusieurs conclusions. Tout d'abord, les variations de température de l'amortisseur ainsi modélisé sont supérieures à celles de l'amortisseur idéal du fait de la faible conductivité thermique du MCP et du glissement de température du MCP.

Une étude de sensibilité montre qu'une augmentation du glissement de température provoque une augmentation des fluctuations de températures et donc des températures maximales atteintes. Une seconde étude de sensibilité montre quant à elle que la plus petite dimension des cellules contenant le MCP (hauteur ou largeur selon le cas) est un paramètre important pour l'efficacité de l'écrêtage. Elle doit être suffisamment faible pour garantir que tout le MCP participe au stockage d'énergie thermique. Elle dépend principalement de la sollicitation thermique et de la diffusivité thermique du MCP. Enfin, des exemples de thermogrammes pour une sollicitation thermique quelconque mettent en évidence les effets précédemment discutés, et notamment le fait que l'écrêtage des températures est efficace jusqu'à une certaine amplitude de sollicitation thermique, mais que l'intérêt de ce système est moindre au-delà car l'amplitude de l'écrêtage diminue.

Les modèles présentés dans ce chapitre n'ont pas été utilisés dans le cadre de cette thèse car la caractérisation des échantillons réalisés ne nécessitait pas un tel niveau de raffinement. Les modèles simplifiés utilisés à cette fin sont présentés dans le chapitre 3.

Après avoir mené une étude bibliographique sur les différents aspects relatifs à l'amortisseur thermique T3D et après avoir présenté les résultats d'une étude théorique réalisée au CETHIL en amont de cette thèse, le chapitre suivant aborde le dispositif expérimental conçu et mis en œuvre dans le cadre de cette thèse pour accéder expérimentalement à certains paramètres thermiques d'intérêt comme la capacité effective de stockage thermique sous forme de chaleur latente ou les résistances thermiques présentes au sein des amortisseurs réels fabriqués par les partenaires du projet T3D.

Chapitre 2. Dispositif expérimental

Ce chapitre traite de l'ensemble du dispositif expérimental utilisé dans le cadre de la caractérisation thermique des amortisseurs thermiques T3D. L'architecture des différentes générations d'échantillon et les spécifications des matériaux les constituant sont tout d'abord passées en revue. La conception et les caractéristiques du banc d'essai développé dans le but de mener les différents tests thermiques sont ensuite présentées. La procédure mise en place pour mesurer la température des faces amont et aval des échantillons T3D ainsi que l'incertitude associée sont explicitées. Enfin, les échanges thermiques entre l'échantillon et son environnement sont modélisés puis quantifiés.

2.1 Constitution des amortisseurs T3D

La caractérisation thermique des amortisseurs T3D est basée d'une part sur les résultats des essais expérimentaux et d'autre part sur la connaissance préalable de la géométrie et de certaines propriétés thermophysiques et radiatives des constituants de l'amortisseur. Dans cette optique, les dimensions caractéristiques des amortisseurs thermiques T3D sont explicitées dans cette section. Les différentes méthodes de fabrication employées pour réaliser les quatre générations successives d'amortisseur sont ensuite présentées. Enfin, les caractéristiques des principaux matériaux constitutifs de l'amortisseur sont détaillées.

2.1.1 Dimensions caractéristiques de l'amortisseur thermique T3D

La figure 2-1 illustre l'architecture de l'amortisseur T3D de manière schématique et donne ses dimensions caractéristiques (pour certains échantillons préliminaires, ces dimensions peuvent différer et sont alors précisées dans la suite de l'étude).

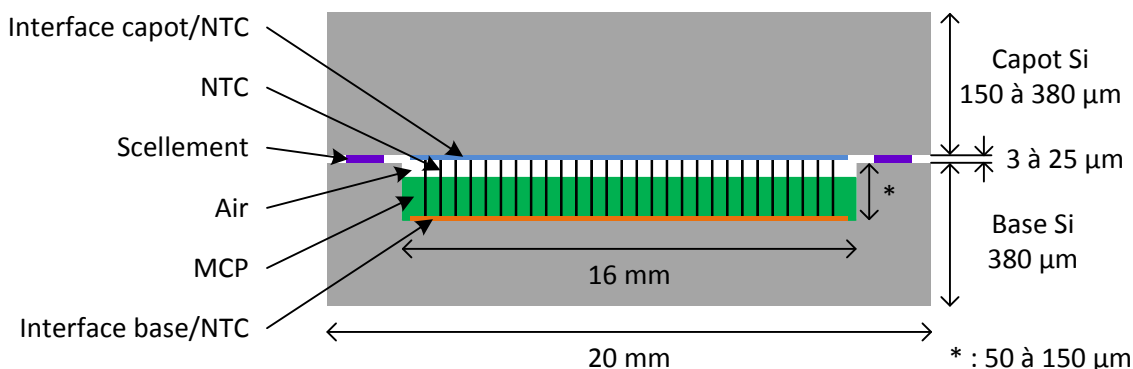


Figure 2-1. Coupe schématique de l'amortisseur T3D (échelles non respectées).

Dans le cadre du projet T3D, le matériau retenu pour contenir la structure active MCP/NTC est le silicium (Si), matériau constitutif des puces électroniques. Le contenant se compose de deux plaques en silicium de surface identique $20 \times 20 \text{ mm}^2$ dont une comportant une cavité de surface $16 \times 16 \text{ mm}^2$. L'épaisseur de la plaque « base » vaut $380 \text{ }\mu\text{m}$ tandis que celle de la plaque « capot » varie entre 150 et $380 \text{ }\mu\text{m}$ selon les échantillons. La structure MCP/NTC est située dans la cavité dont la profondeur varie entre 50 et $150 \text{ }\mu\text{m}$ environ selon les échantillons. Un matériau de scellement disposé entre la base et le capot en silicium doit permettre d'assurer l'étanchéité et la solidité de l'amortisseur thermique. La figure 2-2 donne un aperçu des proportions de l'amortisseur thermique

T3D et permet de visualiser l'intérieur d'une cavité contenant du MCP (mais pas de NTC). Il y a toujours de l'air dans la cavité afin de limiter la montée en pression lors de la fusion et de l'expansion volumique associée du MCP. Le taux de remplissage de MCP varie d'un échantillon à l'autre.

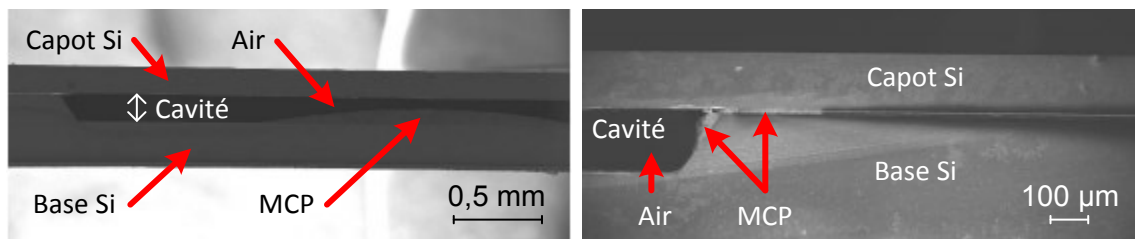


Figure 2-2. Images MEB d'un amortisseur de type Si-MCP-Si coupé (images IEMN). La base d'épaisseur 380 µm est scellée avec le capot d'épaisseur 150 µm au moyen d'un joint SU-8 de 1 mm de largeur avant scellement et de 30 µm d'épaisseur avant scellement. La cavité de surface 16 x 16 mm² et de profondeur 150 µm contient de l'air et du MCP. Sur l'image de droite, du MCP accumulé dans le coin de la cavité et dans l'interstice délimité par les plaques de silicium et le matériau de scellement est visible.

2.1.2 Procédés de fabrication des quatre générations d'amortisseur

Le procédé de fabrication des amortisseurs a évolué au fur et à mesure des avancées du projet T3D. Une vue d'ensemble des étapes de fabrication des différentes générations d'amortisseurs est présentée dans cette section.

Les amortisseurs du projet T3D ont tous en commun d'être constitués de deux plaques en silicium entre lesquelles se trouve le milieu étudié (MCP, NTC et air). Les échantillons de génération 0 ne comprennent pas d'autre matériau entre les plaques que le tapis de NTC. En revanche, les échantillons des générations ultérieures comportent un matériau de scellement qui prend la forme soit d'un adhésif (génération 1) soit d'une résine SU-8 (génération 2 et 3). Dans la suite, le volume intérieur délimité par les deux plaques de silicium et le matériau de scellement est désigné comme « cavité », que celle-ci soit creusée dans le silicium (génération 2 et 3) ou simplement délimitée par les plaques en silicium non creusées et l'adhésif (génération 1).

La figure 2-3 récapitule de manière schématique les étapes clefs de fabrication pour chacune des quatre générations d'amortisseurs testés. Pour chaque étape, les explications complémentaires nécessaires à la compréhension de l'architecture et des propriétés thermiques des amortisseurs sont données ci-dessous :

- a) Les amortisseurs de génération 0 et 1 ne disposent pas de cavités creusées dans le silicium. La surface des cavités délimitées par l'adhésif des amortisseurs de génération 1 varie d'un échantillon à l'autre et leur profondeur vaut 100 µm.
Les amortisseurs de génération 2 et 3 disposent d'une cavité creusée dans la plaque de base en silicium. Cette cavité est réalisée par gravure humide au KOH. La partie du silicium qui ne doit pas être gravée est recouverte d'une couche protectrice de nitrure de silicium (SiN) d'épaisseur initiale environ 200 nm. Cette couche de SiN, non retirée par la suite, donne sa couleur verte à la face arrière de la plaque accueillant la cavité. Toutes les cavités creusées dans le silicium ont une surface de 16 x 16 mm². Leur profondeur varie de 50 à 150 µm selon les échantillons.
- b) Le procédé de dépôt des couches minces d'alumine (Al₂O₃ 10 nm) et de fer (Fe 1 nm) destinées à la croissance des NTC est détaillé en section 2.1.3.3. Pour former l'ensemble de couches minces Ti/Au/In destiné au poinçonnement des NTC, trois dépôts sont réalisés

successivement : titane (Ti 20 nm), or (Au 100 nm) et indium (In 0,5 à 2,7 μm , épaisseur variant selon les échantillons et selon l'endroit du dépôt). Ces dépôts occupent tout (génération 0) ou partie de la surface du silicium (génération 1 : retrait des couches minces Ti/Au/In au scalpel dans la zone de l'adhésif ; génération 3 : utilisation d'un masque permettant de limiter le dépôt à la zone d'intérêt). Selon les échantillons, les dépôts de Ti/Au sont réalisés par PVD ou par pulvérisation et celui de la couche d'indium par PVD ou par évaporation.

- c) Les procédés de croissance et de densification des NTC sont détaillés en section 2.1.3.3. Les NTC, densifiés ou non, sont représentés par des traits noirs sur la figure 2-3. Pour des raisons de clarté, le dépôt de Ti/Au réalisé après la croissance des NTC y est représenté schématiquement par une couche de Ti/Au posée sur le sommet des NTC. Dans la réalité, ce dépôt de Ti/Au est réalisé par PVD ou par évaporation et selon le procédé employé, il couvre les NTC sur toute leur surface ou seulement sur la partie exposée de celle-ci.
- d) Les matériaux de scellement (adhésif ou résine SU-8) ainsi que leur mise en œuvre sont décrits en section 2.1.3.4. Selon les échantillons, la résine SU-8 peut être appliquée sur la plaque cavité, sur le capot ou sur les deux à la fois.
- e) Pour « arrimer » l'extrémité libre des NTC à la plaque en silicium, les NTC sont au préalable recouverts d'une couche d'accroche de 20 nm de titane (Ti) permettant le dépôt de la couche suivante de 100 nm d'or (Au). Le « poinçonnement » consiste à faire pénétrer l'extrémité libre des NTC ainsi dorés dans une couche métallique constituée, par ordre de dépôt sur le silicium, de 20 nm de titane (Ti), de 100 nm d'or (Au) et de 0,5 à 2,7 μm d'indium (In) selon les échantillons. L'or présent sur les NTC et sur le silicium a vocation à former un eutectique avec l'indium présent pour ainsi établir une liaison mécanique entre les NTC et le silicium. Dans la suite, ce collage eutectique est désigné sous le terme de « poinçonnement ». A noter que pour les NTC non densifiés ainsi que pour les îlots de NTC de faible diamètre (motifs « D2 » et « D4 » de la figure 2-8 notamment), les NTC ont tendance à se coucher lors du poinçonnement.
- f) Le MCP solide est déposé le plus souvent sur le tapis de NTC. La plaque en silicium accueillant le tapis de NTC est ensuite chauffée de sorte que le MCP fonde et pénètre dans la cavité et dans le tapis de NTC. Deux échantillons ont suivi un procédé légèrement différent : pour *G1-CP-12*, le MCP est déposé dans l'espace vacant entre le tapis de NTC et l'adhésif, et pour *G3-CP-18*, le MCP est introduit en deux temps : une partie est déposée dans la cavité recouverte de la couche de Ti/Au/In, puis le MCP est porté à 80 °C et le premier poinçonnement a lieu ; la deuxième partie du MCP est déposée de manière classique sur le tapis de NTC poinçonné en fond de cavité et déjà recouvert de la couche de Ti/Au, puis fondue.
- g) Le scellement du capot avec la plaque de base est réalisé au moyen d'une presse chauffée. La pression, la température et la durée du scellement peuvent différer d'un échantillon à l'autre. Les explications relatives au poinçonnement des NTC dans la couche de Ti/Au/In sont données à l'étape e).

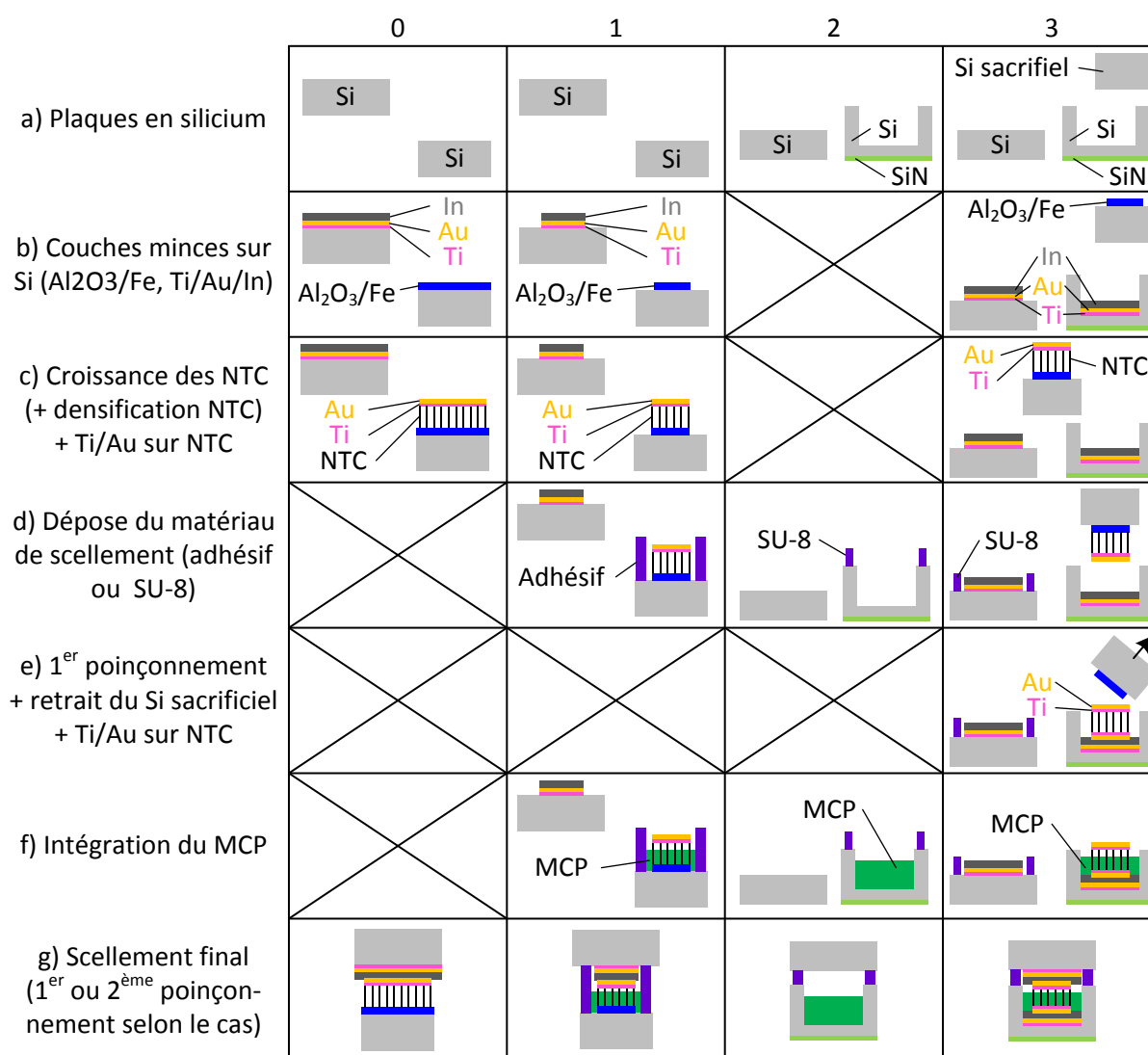


Figure 2-3. Vue d'ensemble des étapes de fabrication a) à g) des générations n° 0, 1, 2 et 3 d'amortisseurs thermiques vus en coupe. Pour plus de clarté, les échelles et les proportions ne sont pas respectées.

Les amortisseurs peuvent ne pas contenir tous les matériaux actifs (MCP, NTC) visibles sur la figure 2-3. Par exemple, la cavité d'un amortisseur de génération 2 peut ne contenir que de l'air et pas de MCP. Par contre, elle ne pourra pas contenir de NTC, ceux-ci n'étant pas représentés.

La fourniture des plaques de silicium, le creusement des cavités ainsi qu'une partie des travaux relatifs au scellement SU-8 et au dépôt de couches minces ont été réalisés par l'IEMN. La sélection et la fourniture du MCP ont été assurées par la société Kaplan Energy, aujourd'hui Clauger. Les procédés de poinçonnement simple et double, le dépôt de couches minces de titane, d'or et d'indium, le scellement à l'adhésif et une partie des scellements SU-8, ainsi que l'intégration du MCP dans les amortisseurs ont été réalisés par le laboratoire CEA LITEN (DTNM/SERE/LRME). Les travaux relatifs à la croissance et à la densification des NTC ont été réalisés par le laboratoire CEA LITEN (DTNM/SEN/LSN).

La nomenclature adoptée dans cette thèse pour désigner les amortisseurs est explicitée sur la figure 2-4. Ainsi l'échantillon *G2-oP-3b-150* est un amortisseur de génération 2 contenant du MCP

mais pas de NTC, son numéro distinctif est le 3b, et sa cavité affiche une profondeur d'environ 150 μm .

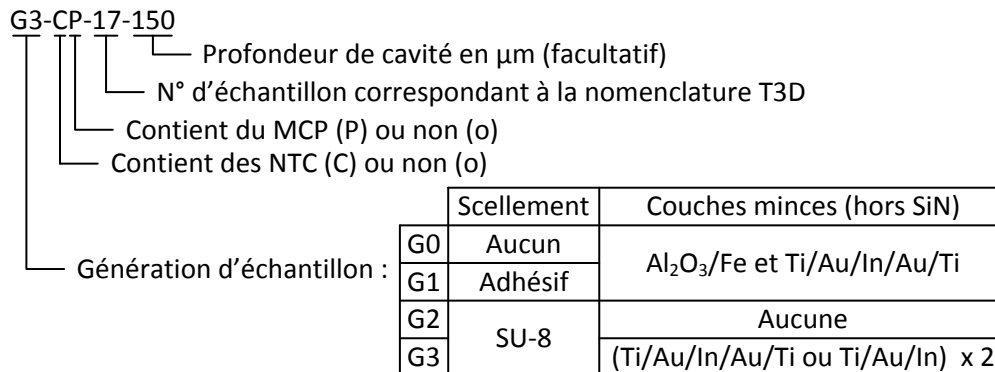


Figure 2-4. Nomenclature des amortisseurs thermiques.

Les caractéristiques principales des différents amortisseurs testés sont récapitulées dans le tableau en Annexe H p. 245. Après avoir passé en revue les différentes générations d'amortisseurs et leur spécificités, la section suivante présente les propriétés de leurs constituants.

2.1.3 Caractéristiques des matériaux constitutifs des amortisseurs

Il est nécessaire de connaître les propriétés des constituants de l'amortisseur afin de pouvoir analyser son comportement thermique. Dans cette section, les caractéristiques du silicium, du MCP, des NTC et des matériaux de scellement utilisés pour la fabrication des amortisseurs thermiques T3D sont présentées.

2.1.3.1 Propriétés optiques et thermiques du silicium

Le silicium étant généralement semi-transparent dans l'infrarouge et ses propriétés optiques dépendant du dopage, il est important de connaître celles du silicium constituant l'enveloppe de l'amortisseur. Le silicium utilisé pour la fabrication des échantillons T3D est de type P, dopé au bore (fiche technique en Annexe C p. 219). Ses propriétés optiques ont été mesurées pour deux échantillons « test » et « process » d'épaisseur $380 \mu\text{m} \pm 25 \mu\text{m}$ chacun au moyen de différents spectromètres par la société Influtherm. Les courbes de transmittance monochromatique quasi normale hémisphérique $\tau_{\lambda}^{\prime n}$ et de réflectance monochromatique quasi normale hémisphérique $\rho_{\lambda}^{\prime n}$ sont données en Annexe C p. 220. L'absorptance monochromatique quasi normale α_{λ}' s'en déduit comme suit :

$$\alpha_{\lambda}' = 1 - \tau_{\lambda}^{\prime n} - \rho_{\lambda}^{\prime n} \quad (21)$$

La transmittance $\tau_{\lambda}^{\prime n}$ mesurée sur la gamme de longueur d'onde 0,2-15 μm (Annexe C p. 220) est typique du silicium avec un caractère opaque pour des longueurs d'onde inférieures à environ 1 μm et un comportement semi-transparent au-delà, jusqu'à plus de 15 μm . La réflectance $\rho_{\lambda}^{\prime n}$ mesurée sur la gamme de longueur d'onde 0,2-15 μm est minimale entre 0,5 et 1,1 μm (Annexe C p. 220). L'absorptance α_{λ}' est donc maximale entre 0,5 et 1 μm (figure 2-5).

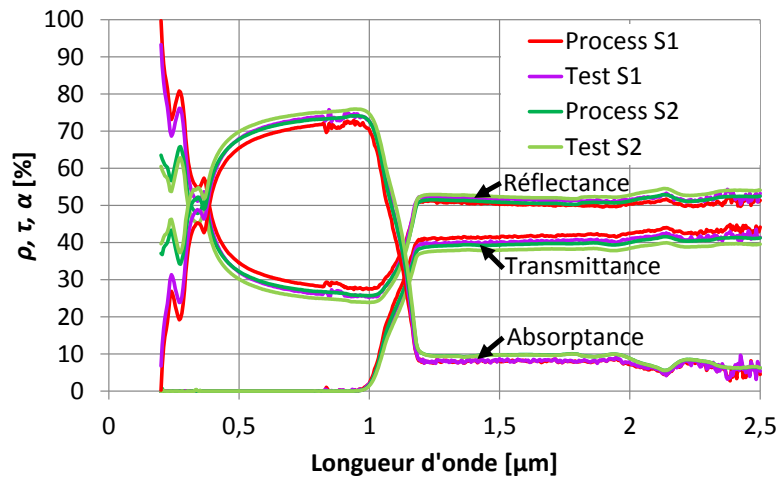


Figure 2-5. Réflectance*, transmittance* et absorptance* des deux échantillons en silicium T3D « process » et « test » d'épaisseur 380 +/- 25 μm mesurés sur deux spectromètres « S1 » et « S2 » à température ambiante, face non polie côté faisceau incident, entre 0,2 et 2,5 μm de longueur d'onde (* : monochromatique quasi normale hémisphérique).

Comme attendu, les deux échantillons « test » et « process » ont des propriétés optiques similaires, leurs spécifications étant identiques (Annexe C p. 219). Les légères différences entre les différentes mesures peuvent tenir à l'incertitude de la mesure spectrométrique, à une possible différence d'épaisseur entre les deux échantillons, et au fait qu'ils sont issus de deux lots de production différents. Le silicium d'épaisseur 380 μm utilisé pour la fabrication des échantillons T3D est issu principalement du lot « process ».

Les propriétés thermiques du silicium évoluent avec la température (tableau 2-1) : en passant de 300 à 400 K, la conductivité thermique du silicium λ_{Si} diminue de 33 % (Adachi, 2004), sa masse volumique ρ_{Si} reste constante (Adachi, 2004), sa capacité thermique massique à pression constante $c_{p,Si}$ augmente de 10 % (Annexe C p. 221) et sa diffusivité thermique α_{Si} diminue en conséquence de 39 %.

Tableau 2-1. Propriétés thermiques du silicium pur pour différentes températures.

T [K]	300	350	400
λ_{Si} [$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$]	156	128	105
ρ_{Si} [kg m^{-3}]	2329	2329	2329
$c_{p,Si}$ [$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$]	714	758	789
α_{Si} [$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$]	$9,38 \cdot 10^{-5}$	$7,25 \cdot 10^{-5}$	$5,71 \cdot 10^{-5}$

2.1.3.2 Propriétés thermiques du MCP

Le matériau à changement de phase (MCP) utilisé dans le projet T3D a été sélectionné par la société Kaplan Energy (aujourd'hui Clauger) suite à l'analyse d'une multitude de MCP pour répondre aux critères principaux suivants :

- Température de changement de phase comprise entre 70 et 120 $^{\circ}\text{C}$
- Chaleur latente de fusion/solidification élevée

- Faible glissement de température, c'est-à-dire changement de phase sur une plage de température restreinte
- Faible degré de surfusion
- Bonne affinité avec les NTC
- Faible coût de fabrication et bonne disponibilité de la matière première
- Simplicité de manipulation (pas de dégradation des propriétés due à l'humidité par ex.)

Le MCP retenu est une paraffine de synthèse composée d'alcane linéaires de forme C_nH_{2n+2} avec une distribution comprise entre C_{30} et C_{48} (soit entre 30 et 48 atomes de carbone par molécule). Cette paraffine « PCM-89 » de chez Kaplan Energy possède une chaleur latente de fusion/solidification de $205 \text{ kJ kg}^{-1} \pm 6 \text{ kJ kg}^{-1}$, valeur mesurée par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) par la société Kaplan Energy et confirmée par les mesures DSC de la société Influxtherm (courbes et conditions de mesure en Annexe C p. 222-223).

Les autres propriétés du MCP sont données dans le tableau 2-2. La capacité thermique massique de la paraffine utilisée n'a pas été déterminée durant le projet T3D mais la littérature donne des valeurs de l'ordre de $2 \text{ kJ kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$ pour diverses paraffines (He et Setterwall, 2002; Inaba et Tu, 1997). La conductivité thermique mesurée par Kaplan Energy serait à confirmer par une mesure additionnelle, la conductivité thermique des paraffines valant généralement entre $0,15$ et $0,35 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ (Zalba et al., 2003). En fonction des valeurs de conductivité thermique (entre $0,15$ et $0,9 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$) et de capacité thermique massique (entre $1,5$ et $2,5 \text{ kJ kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$) considérées, la diffusivité thermique du MCP type PCM-89 à l'état solide est comprise entre $7 \cdot 10^{-8}$ et $7 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$.

Tableau 2-2. Propriétés de la paraffine type PCM-89 mesurées par Kaplan Energy (* : valeur à confirmer).

Chaleur latente (DSC à 10 K min^{-1})	$199\text{-}211 \text{ kJ kg}^{-1}$
Masse volumique solide (à $20 \text{ }^\circ\text{C}$)	815 kg m^{-3}
Conductivité thermique	$\approx 0,8 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ (*)
Plage d'utilisation	-30 à $+130 \text{ }^\circ\text{C}$
Température d'auto-inflammation	$> 300 \text{ }^\circ\text{C}$

Les courbes de capacité thermique massique équivalente due uniquement à la fusion et à la solidification du MCP $c_{p,eq,fus}$ et $c_{p,eq,sol}$ issues de la mesure DSC de Kaplan Energy sont présentées sur la figure 2-6. Le MCP utilisé n'étant pas un corps pur, sa fusion s'étale entre $60 \text{ }^\circ\text{C}$ et $91 \text{ }^\circ\text{C}$ tandis que sa solidification a lieu entre $84 \text{ }^\circ\text{C}$ et $56 \text{ }^\circ\text{C}$ environ. Le degré de surfusion tel que défini dans cette étude correspond à la différence entre la température de fin de fusion et la température de début de solidification. Le phénomène de surfusion est décrit dans la section 1.1.2. Le degré de surfusion mesuré ici est d'environ 7 K pour une masse de MCP de l'ordre de 10 mg .

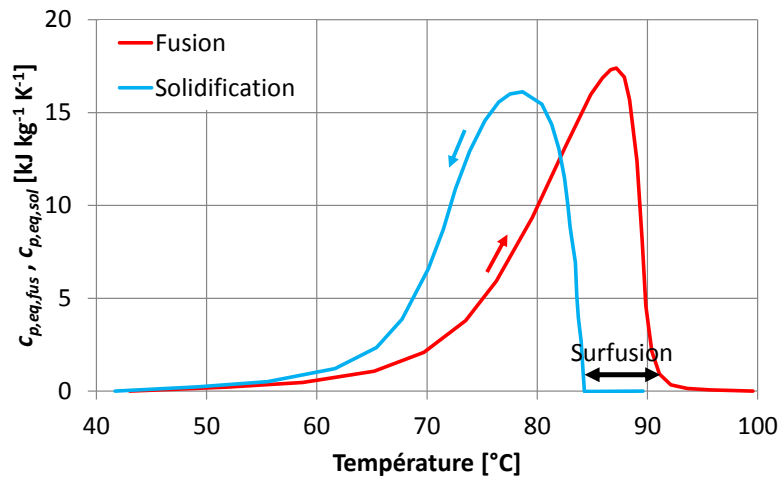


Figure 2-6. Capacité thermique massique équivalente due uniquement à la fusion et à la solidification du MCP type PCM-89 à pression constante $c_{p,eq,fus}$ et $c_{p,eq,sol}$. Courbes issues des mesures DSC effectuées par Kaplan Energy avec une rampe de température de 10 K min^{-1} .

Afin d'interpréter correctement les courbes de DSC présentées sur la figure 2-6 ainsi qu'en Annexe C p. 222-223, plusieurs aspects sont à souligner. Tout d'abord, les températures évoluant par définition au cours de la mesure par DSC, la température indiquée n'est pas tout à fait égale à celle régnant dans le MCP situé dans le creuset de mesure, la température du MCP dans le creuset n'étant elle-même pas uniforme. Du fait de cet aspect dynamique de la mesure DSC, des rampes de température différentes lors de la DSC conduisent à des allures de courbes et des niveaux de température apparente légèrement différents même si les appareils de DSC proposent une fonction de correction de la température liée à cet aspect dynamique.

De plus, le MCP liquide peut solidifier sous différentes formes cristallines voire sous forme amorphe en fonction de la vitesse de refroidissement et de la présence d'agents nucléants. Ces différentes formes cristallines et amorphe peuvent être associées à différentes valeurs de chaleur latente. Afin de s'affranchir de cet effet mémoire du MCP, toutes les analyses réalisées dans cette thèse s'appuient sur des fontes postérieures à la première fonte réalisée au CETHIL. En effet, la première fonte du MCP au CETHIL correspond à la dernière solidification du MCP au CEA et les vitesses de refroidissement diffèrent entre le CEA et le CETHIL.

2.1.3.3 Caractéristiques des NTC

La fabrication des nanotubes de carbone (NTC) des échantillons testés dans cette thèse, leur densification le cas échéant ainsi que leur caractérisation structurale (chiffres et images MET et MEB présentés ci-dessous) ont été réalisés par le laboratoire CEA LITEN (DTNM/SEN/LSN).

Pour fabriquer les NTC, une couche d'alumine (Al_2O_3) d'épaisseur 10 nm puis une couche catalytique de fer (Fe) d'épaisseur 1 nm sont déposées sur un substrat en silicium. Celui-ci est ensuite soumis à un flux de gaz composé entre autres d'acétylène (C_2H_2) dans un réacteur CVD porté à plusieurs centaines de degrés Celsius pendant environ une heure. Sous l'effet de la chaleur, des nano-gouttelettes de fer se forment à partir de la couche catalytique. Sur chaque nano-gouttelette de fer croissent alors verticalement plusieurs nanotubes de carbone, formant ainsi un faisceau de NTC. L'ensemble de ces faisceaux forme un tapis de NTC alignés verticalement (figure 2-9 a). Pour plus de détails sur la fabrication des NTC, se référer à l'article de Ollier et al. (2014).

Les NTC ont été fabriqués par le CEA avec les mêmes paramètres de croissance (température, couche catalytique de fer, etc.) durant tout le projet T3D. Ainsi les caractéristiques des NTC individuels présentées ci-après sont représentatives des NTC des échantillons T3D (données CEA) :

- Nombre de feuillets par NTC : 1 à 5
- Diamètre externe : 2,7 à 7,2 nm (moyenne à 4,3 nm; médiane à 4,2 nm)
- Longueur après croissance : 11 à 250 μm selon les lots de fabrication
- Densité en zone catalytique après croissance $\lesssim 3 \cdot 10^{11}$ NTC cm^{-2}

Il est possible de distinguer les feuillets des NTC au microscope électronique en transmission (figure 2-7). À noter que le nombre de feuillets est plus élevé à la racine des NTC (1 à 9) et moins élevé dans la zone de fin de croissance (1 à 3, dont plus de la moitié de NTC monofeuillets) que les chiffres présentés sur la figure 2-7 pour le « corps » des NTC.

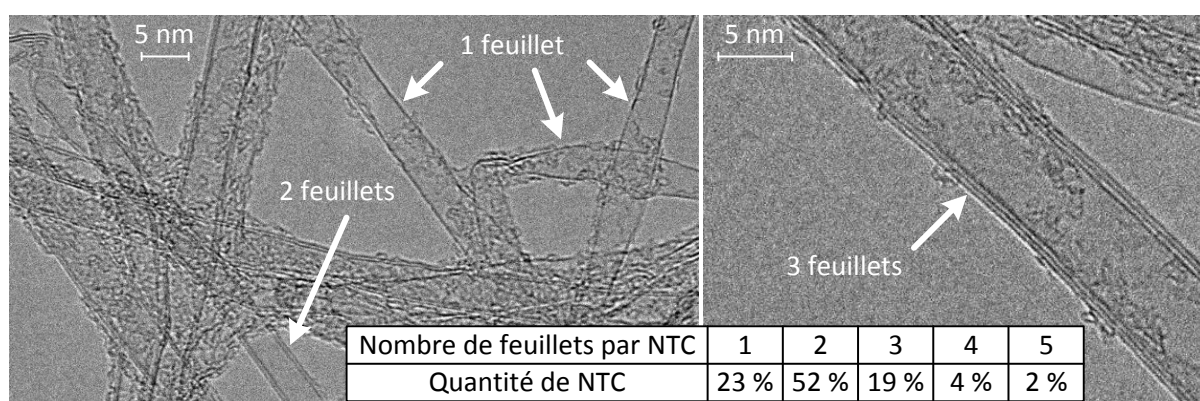


Figure 2-7. Nanotubes de carbone individuels mis en solution dans de l’isopropanol pour les visualiser au microscope électronique en transmission (MET). 1 trait noir = 1 feuillet. Images CEA.

Il est possible de laisser libres de NTC certaines zones choisies du tapis de NTC en pratiquant une ablation ciblée du fer avant l’étape de croissance des NTC. Les motifs et dimensions de ces « structurations » réalisées dans le cadre du projet T3D sont détaillés sur la figure 2-8. La figure 2-9 (images c, e, g) montre des clichés MEB des tapis de NTC correspondants. La structuration du tapis de NTC permet au MCP de disposer d’un volume plus important dans la cavité de l’amortisseur. C’est aussi un préalable indispensable à l’étape de densification des NTC pour ne pas obtenir des motifs aléatoires de NTC densifiés comme sur la figure 2-9 b.

La « densification » des NTC consiste à immerger le tapis de NTC avec son substrat en silicium dans un liquide puis à laisser celui-ci s’évaporer. Ce faisant, les NTC se rassemblent les uns contre les autres par capillarité. Les objectifs de la densification des NTC sont d’augmenter la conductivité thermique transversale des murs de NTC ainsi formés et d’accroître la résistance mécanique à la compression de ces structures par rapport aux NTC non densifiés. Cependant, la densification des NTC crée un champ de contraintes mécaniques dans le tapis de NTC. Cela se traduit par un arrachement au niveau de la couche $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}$ des NTC se trouvant en périphérie des structures densifiées, ce qui est défavorable à la conduction thermique Si-NTC. Ce phénomène augmentant avec la taille des zones densifiées, un tapis densifié sans arrachement massif ni déformation de celui-ci n’a pas pu être obtenu à partir d’une structure fermée de type « réseau de trous » de surface $15 \times 15 \text{ mm}^2$ (figure 2-9 d). Les structures semi-ouvertes « îlots » et ouvertes « piliers » ont permis d’obtenir des motifs densifiés intègres géométriquement, bien qu’une partie des NTC continuent

d'être arrachés de la couche d' $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}$ en périphérie de chacune de ces entités (figure 2-9 f, h). Les structures ouvertes favorisent également le remplissage du MCP liquide (pas d'air piégé au fond des cellules fermées, remplissage de MCP uniforme dans toute la zone NTC).

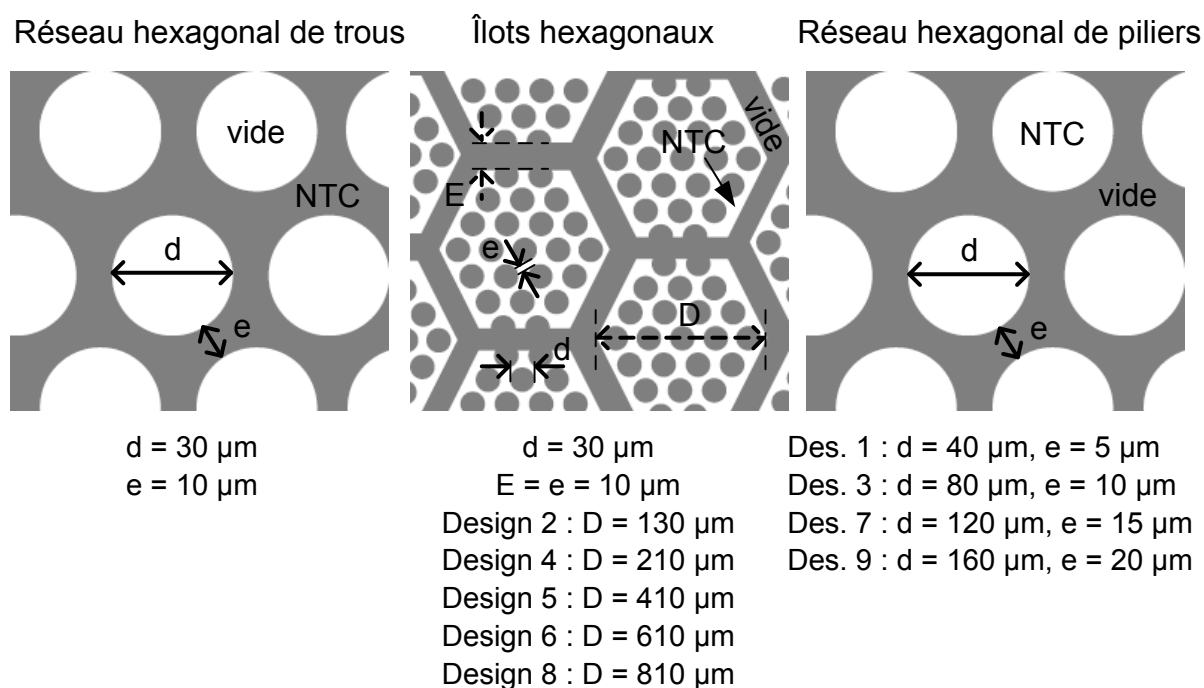


Figure 2-8. Schémas de structuration de la couche catalytique de fer.

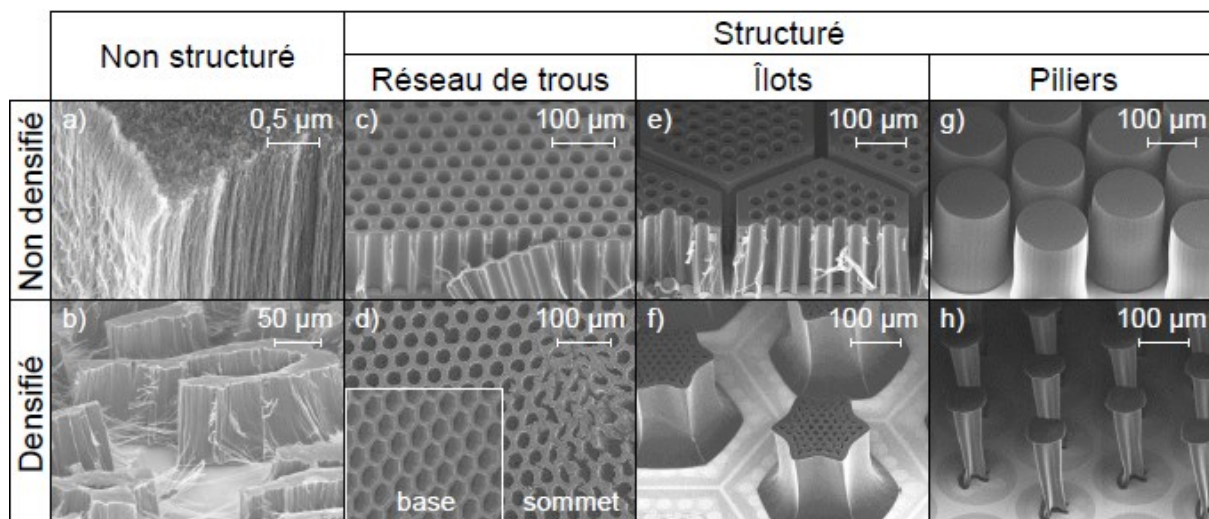


Figure 2-9. Configurations de tapis de NTC réalisés par le CEA durant le projet T3D (images MEB du CEA). Remarques : sur l'image a), chaque « fil » correspond à un faisceau composé de plusieurs NTC et non à un NTC individuel. Au premier plan des images c) et e), des faisceaux de NTC désordonnés sont visibles suite à la découpe des échantillons pour visualisation au MEB.

2.1.3.4 Propriétés des différents matériaux de scellement

Pour certains amortisseurs T3D prototypes, les deux plaques de silicium amont et aval sont reliées entre elles uniquement par le tapis de NTC, ce qui est intéressant pour la caractérisation thermique de l'ensemble Si/NTC/Si. Cependant, étant donné d'une part la tenue mécanique des

interfaces Si/NTC parfois très faible, d'autre part l'amplitude des sollicitations thermiques lors des tests de fusion/solidification du MCP, et enfin vu le caractère toxique des NTC, la plupart des amortisseurs T3D disposent d'un scellement spécifique liant les deux plaques de silicium. Le tableau 2-3 regroupe les propriétés thermiques des différents matériaux de scellement utilisés durant le projet T3D.

Tableau 2-3. Ordres de grandeur des propriétés thermiques à température ambiante des matériaux de scellement utilisés dans les amortisseurs T3D.

Matériau	Désignation	λ [$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$]	ρ [kg m^{-3}]	c_p [$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$]	a [$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$]
Adhésif	9628FL (3M) 9629PC (3M)	0,1-0,2	1075-1225	1100-1500	$5 \cdot 10^{-8}$ - $2 \cdot 10^{-7}$
Résine	SU-8 2002 (Microchem) SU-8 2005 (Microchem)	0,2-0,3	1100-1200	≈ 1500	$1 \cdot 10^{-7}$ - $2 \cdot 10^{-7}$

L'adhésif double face de marque 3M est constitué d'une âme en polyester (PET) d'épaisseur 13 μm enduite d'adhésif « acrylique 360 » sur ses deux faces, le tout ayant une épaisseur de 50 μm (9628FL) ou 100 μm (9629PC) selon l'épaisseur d'acrylique 360. L'adhésif étant découpé manuellement au CEA, sa largeur varie entre 0,8 et 2,5 mm selon l'échantillon et l'endroit du scellement observé. Les propriétés thermiques de ces matériaux ne sont pas données par le fabricant. Cependant, les ordres de grandeur de λ , ρ et c_p étant similaires pour le PET et l'acrylique, les propriétés thermiques des adhésifs 9628FL et 9629PC sont ici considérées comme identiques (tableau 2-3).

La résine SU-8 série 2000 de marque Microchem a été retenue comme matériau de scellement définitif par les partenaires du projet T3D car elle est couramment utilisée pour l'étanchéité des systèmes microfluidiques, pour fabriquer des microsystèmes et pour coller du silicium. Sa température de réticulation est basse (le MCP ne doit pas être dégradé lors du scellement), son épaisseur peut être choisie dans une grande plage (0,5 à 300 μm) et sa conductivité thermique est très faible. Ce dernier point facilite l'estimation des propriétés thermiques du contenu de la cavité en réduisant la conduction de la chaleur par le scellement entre les plaques amont et aval de l'amortisseur. Deux techniques de fabrication du joint SU-8 ont été employées durant le projet T3D :

- Par photolithographie : toute la plaque de silicium est recouverte de SU-8 liquide par enduction centrifuge (spin coating en anglais) sur une ou les deux plaques de silicium. Ce procédé induit un bourrelet de SU-8 sur les bords de la cavité d'épaisseur variant avec la profondeur de cavité. La SU-8 étant une résine photosensible, la zone du joint SU-8 est définie par photolithographie puis la résine est développée, c'est-à-dire que la SU-8 non exposée aux ultraviolets est retirée. La largeur du joint SU-8 avant scellement est de 1,0 mm, à égale distance (0,5 mm) du bord de la cavité et de l'arête extérieure. Après le scellement sous pression, le joint SU-8 est moins épais (3-13 μm) et plus large.
- Par tamponnage : une pièce de la forme du joint souhaité (tampon) vient prendre de la SU-8 sur une surface pour venir la déposer, la « tamponner », sur la plaque de silicium. La largeur du joint SU-8 est moins régulière avec la méthode de tamponnage et son épaisseur est supérieure (15-25 μm après scellement).

Dans les deux cas, la réticulation de la résine intervient avec la température (100-150 °C) lors du scellement du capot avec la base : les groupes époxy de la SU-8 polymérisent, c'est-à-dire qu'ils se lient entre eux, rendant la résine solide.

L'adhésif 3M et la résine SU-8 ont des propriétés thermiques proches d'un isolant thermique à faible porosité : leur conductivité thermique est de l'ordre de $0,2 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ et leur diffusivité thermique est de l'ordre de $10^{-7} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$. Cependant, ce caractère isolant est à pondérer avec l'épaisseur du matériau de scellement de chaque échantillon T3D.

Après avoir passé en revue les différentes générations d'amortisseurs thermiques T3D et les propriétés de leurs constituants, la section suivante décrit le dispositif expérimental mis en place pour les caractériser thermiquement.

2.2 Présentation du banc d'essai

Dans cette partie, le dispositif expérimental conçu et mis en œuvre dans le cadre de cette thèse pour estimer les paramètres thermiques d'intérêt des amortisseurs thermiques est décrit. Ce dispositif doit permettre de mener trois types d'essais très différents : l'essai de type « flash » dont le but est de caractériser la conductance thermique de l'amortisseur (brève sollicitation thermique de quelques dizaines de millijoules), l'essai de type « écrêtage » dont le but est d'estimer la capacité de stockage thermique du MCP (sollicitation thermique de quelques dizaines de joules pour dépasser la température de fusion du MCP) et l'essai de type « cyclage thermique » dont l'objectif est de faire subir à l'échantillon un grand nombre de cycles de chauffe-refroidissement. Il doit également permettre un suivi des températures des faces amont et aval des échantillons, ainsi que la visualisation infrarouge de l'intérieur de la cavité.

Le moyen de chauffage puis le système de visualisation IR sont tout d'abord présentés. Le banc d'essai préliminaire ayant servi à caractériser les premiers échantillons est brièvement exposé, ainsi que ses limites. La conception de l'ensemble du dispositif expérimental définitif ainsi que ses caractéristiques sont ensuite explicitées. Enfin, les modifications apportées au banc d'essai pour le cyclage thermique sont passées en revue.

2.2.1 Excitation thermique par laser

2.2.1.1 Choix du moyen de chauffage

L'amortisseur thermique est destiné à recevoir un flux thermique transitoire provenant d'un composant électronique en contact avec l'une de ses faces. Afin de reproduire cet apport thermique sur banc d'essai et de caractériser thermiquement l'amortisseur, le flux thermique expérimental doit répondre aux exigences suivantes :

- Modulation temporelle rapide : jusqu'à pouvoir introduire une impulsion de chaleur pour les tests par méthode flash
- Puissance moyenne suffisante : pour pouvoir chauffer l'amortisseur de la température ambiante jusqu'au-delà de la température de fin de fusion du MCP (91 °C)
- Chauffe localisée : flux thermique entrant par une seule face de l'amortisseur (dite face amont) et absorbé en surface

Un apport thermique par conduction, par exemple au moyen d'une résistance chauffante collée sur une face de l'amortisseur, aurait modifié l'inertie thermique (masse additionnelle du corps chauffant) et les conditions limites thermiques du système étudié (pertes thermiques par les fils d'alimentation électrique, résistance thermique de contact entre le corps chauffant et l'échantillon) tout en limitant la modulation temporelle de l'apport thermique (temps de chauffe et de refroidissement du corps chauffant), rendant la caractérisation thermique plus compliquée. Quant à un chauffage par convection d'air chaud, cela aurait rendu difficile le chauffage de la seule face amont ainsi que la modulation temporelle rapide de l'apport thermique.

Le chauffage par rayonnement présente l'avantage d'être non intrusif, c'est-à-dire que l'inertie thermique et les conditions limites thermiques de l'échantillon étudié ne sont pas modifiées par le système chauffant. Une lampe flash classique ne permet pas de moduler aisément l'apport d'énergie dans le temps, contrairement à un laser qui permet de définir le profil temporel du flux thermique incident (créneau, rampe...) et son amplitude. De plus, le caractère directionnel du faisceau laser le rend plus facile à mettre en forme que la lumière d'une lampe flash classique qui part dans toutes les directions du demi-espace éclairé. Le chauffage par laser a donc été retenu.

2.2.1.2 Choix de la longueur d'onde du laser

Les propriétés optiques du silicium, fortement variables en fonction de la longueur d'onde, ont été mesurées par spectrométrie pour deux échantillons en silicium « T3D » d'épaisseur respective 380 μm (2.1.3.1). La transmittance monochromatique quasi normale hémisphérique $\tau_{\lambda}^{\wedge}$ mesurée est typique du silicium avec un caractère opaque pour les longueurs d'onde inférieures à environ 1 μm et un comportement semi-transparent au-delà (figure 2-5). La réflectance monochromatique quasi normale hémisphérique $\rho_{\lambda}^{\wedge}$ mesurée est minimale entre 0,5 et 1,1 μm . La plage d'intérêt pour le laser est donc la zone d'absorptance monochromatique quasi normale α_{λ}' maximale entre 0,5 et 1 μm .

Ces mesures spectrométriques sur des échantillons d'épaisseur 380 μm sont cependant insuffisantes pour choisir la longueur d'onde du laser car le flux laser doit être absorbé complètement sur une épaisseur de silicium inférieure à 150 μm , soit l'épaisseur minimale rencontrée dans le projet T3D pour les capots les plus minces. Ceci doit permettre aux échantillons testés d'absorber le flux laser dans la seule face amont sans avoir recours à une couche absorbante additionnelle en surface du silicium. Le silicium étant un milieu semi-transparent homogène, la fraction du flux laser transmis jusqu'à l'épaisseur l suit la loi d'atténuation de *Beer-Lambert* :

$$T_{\lambda}(l) = \frac{L_{\lambda}(l)}{L_{\lambda}(0_+)} = e^{-\kappa_{\lambda}l} \quad (22)$$

avec $L_{\lambda}(0_+)$ la luminance spectrale du flux laser à l'interface air/silicium côté silicium, $L_{\lambda}(l)$ la luminance spectrale après avoir traversé une épaisseur l de silicium et κ_{λ} le coefficient d'absorption monochromatique du silicium.

La figure 2-10 présente les ratios T_{λ} en fonction de la longueur d'onde du flux laser pour les températures minimale (293 K) et maximale (400 K) du projet T3D. Ces ratios sont calculés à partir de l'équation (22) ainsi que des coefficients d'absorption monochromatique et des coefficients de température associés du silicium pur donnés par Green (2008). Le coefficient d'absorption

monochromatique du silicium T3D (dopé de type P) étant inconnu mais plus élevé que celui du silicium pur, ces courbes constituent une borne inférieure en termes d'absorption. De plus, l'absorption du flux laser est ici calculée pour du silicium pur d'épaisseur 120 μm afin de prendre en compte la tolérance sur l'épaisseur des capots, inconnue au moment du choix du laser.

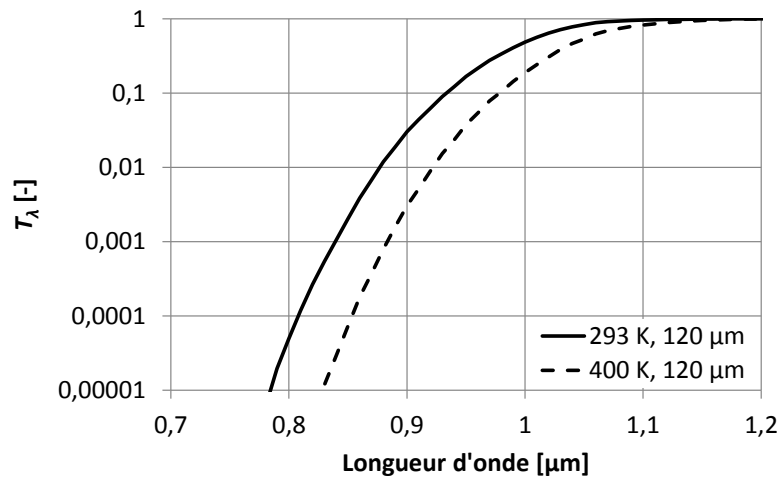


Figure 2-10. Ratios T_λ pour du silicium pur d'épaisseur 120 μm à 293 K et 400 K.

Pour une tranche de silicium pur d'épaisseur 120 μm à 20 °C (cas le plus défavorable du projet T3D), la longueur d'onde du laser doit être inférieure à 0,84 μm pour que le flux laser en bout de tranche soit inférieur à 0,1 % du flux laser franchissant l'interface air/silicium.

Les mesures spectrométriques d'échantillons en silicium T3D d'épaisseur 380 μm (figure 2-5) ainsi que les calculs de flux transmis pour du silicium pur d'épaisseur 120 μm (figure 2-10) permettent de définir une fenêtre de longueur d'onde idéale pour le laser allant de 0,5 à 0,84 μm . La longueur d'onde du laser retenu pour le projet T3D est de 808 nm, ce qui correspond au meilleur rapport puissance/prix sur cette fenêtre. Les quatre mesures spectrométriques (2.1.3.1) donnent une absorptance quasi normale du silicium T3D à 808 nm $\alpha'_{808 \text{ nm}}$ comprise entre 0,71 et 0,75 à la température ambiante.

2.2.1.3 Caractéristiques du laser

Le laser 808 nm retenu est conçu pour des applications industrielles (soudure, gravure, chauffe...), ce qui permet un fonctionnement sur des temps longs avec une bonne fiabilité. Il est commandé par un PC via un port RS232. La diode laser est couplée à une fibre optique qui débouche sur un collimateur duquel le faisceau laser sort très légèrement divergent. Les caractéristiques de ces éléments sont données dans le tableau 2-4 ainsi qu'en Annexe B p. 210-211.

Le rayonnement émis par le laser n'est pas parfaitement monochromatique (distribution spectrale en annexe p. 211 pour une température de diode de 25 °C et une puissance optique de 30 W). De plus, le spectre d'émission se décale légèrement vers les courtes longueurs d'onde lorsque la température de diode diminue ou lorsque l'intensité du courant électrique traversant la diode, et par conséquent la puissance optique, diminuent. Pour les mesures du projet T3D, la température de consigne de la diode laser est de 20 °C, ce qui correspond à une longueur d'onde centrale comprise entre 807,2 et 809,0 nm selon la puissance optique, soit un faisceau de largeur spectrale $1/e^2$ compris entre 806,0 et 810,2 nm.

Tableau 2-4. Caractéristiques du laser, de la fibre optique et du collimateur.

Marque - modèle du laser	nLIGHT - Pearl TKS
Milieu émetteur, longueur d'onde	Diode, 808 nm (infrarouge proche)
Puissance optique	0,1-30 W (laser de classe 4) en mode continu ou pulsé
Temps de montée	≈ 60 μs en mode continu ; < 10 μs en mode pulsé
Durée de crête	≥ 5 ms en mode continu ; 10 μs à 32 ms en mode pulsé
Régulation température diode	Thermoélectrique (Peltier)
Fibre optique	Type « PowerCore », multimode, diamètre de cœur de 400 μm, longueur de 3 m, rayon de courbure minimal de 75 mm
Collimateur	Thorlabs F810SMA-780

Quant au profil spatial du faisceau laser en sortie de collimateur, il évolue en fonction :

- de la distance entre le bout de la fibre et le plan de visualisation du profil
- du chemin suivi par la fibre optique (droite, enroulée...) entre la diode et le collimateur
- de la distance entre le bout de la fibre et le collimateur (peut être ajustée sur environ 1 mm ; constante pour tous les essais réalisés dans le cadre de cette thèse)

Le profil du faisceau laser est mesuré au moyen d'un analyseur de faisceau laser (Ophir-Spiricon / SP620U, résolution 1600x1200 pixels) placé à un mètre du collimateur, soit une distance comparable au chemin optique entre le collimateur et l'échantillon dans le montage expérimental. Une lentille convergente placée devant l'analyseur de faisceau permet que tout le faisceau laser soit inclus dans la surface sensible de celui-ci. Le profil de faisceau est axisymétrique et l'intensité lumineuse, quasi constante au centre, décroît ensuite progressivement à mesure que l'on s'approche du bord du faisceau (figure 2-11).

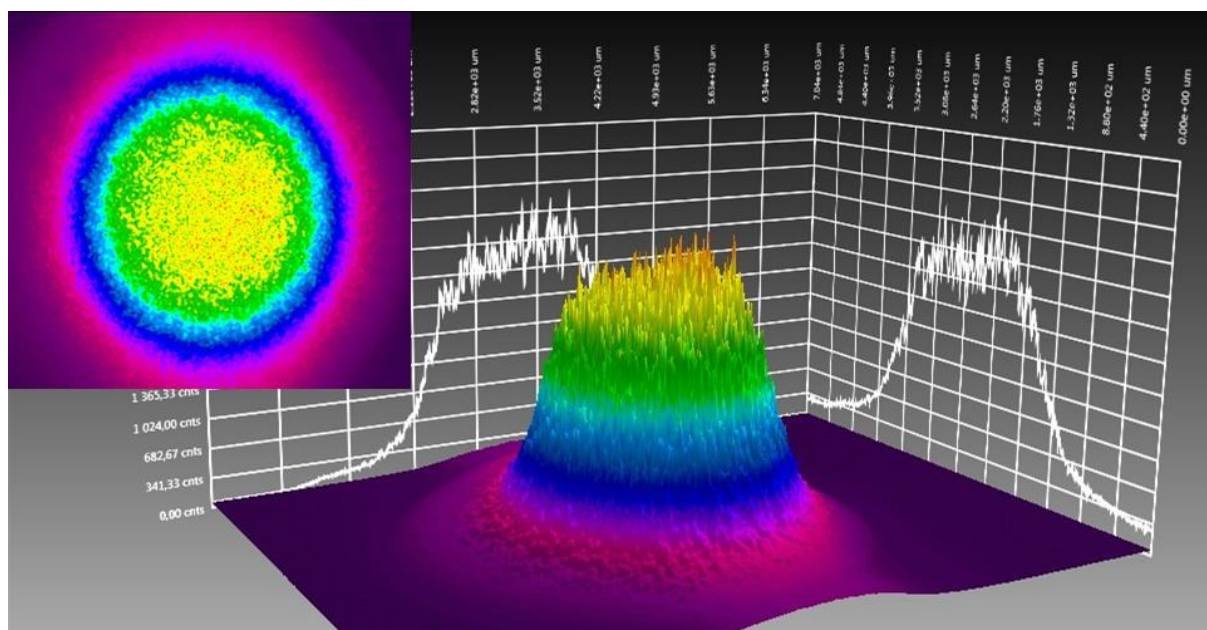


Figure 2-11. Profil du faisceau laser 808 nm à 1 m du collimateur après une lentille convergente.

En plus de la diode de puissance à 808 nm, une seconde diode dite pilote émet dans le rouge (640 nm) avec une puissance optique de 5 mW. Ce faisceau visible facilite le réglage du dispositif optique expérimental. La lumière émise par le laser n'est pas polarisée, à 808 nm comme à 640 nm.

Après avoir explicité le choix du laser comme moyen de chauffage, le choix de sa longueur d'onde puis ses caractéristiques, la section suivante présente le second élément principal du banc d'essai qu'est le moyen de mesure de température.

2.2.2 Thermographie infrarouge

2.2.2.1 Choix du moyen de mesure de température

La caractérisation thermique des différents échantillons fabriqués dans le cadre du projet T3D nécessite de mesurer leur réponse en température lors de sollicitations thermiques très différentes en durée et donc en énergie introduite dans l'échantillon selon qu'il s'agisse d'une mesure de type flash (quelques millisecondes) ou de type écrêtage en température (dizaine de secondes). De plus, la conductivité thermique équivalente attendue des échantillons T3D est au mieux égale à celle du silicium pur. Le temps de demi-montée en température d'échantillons en silicium pur d'épaisseurs 530 μm ou 760 μm (soit l'épaisseur des échantillons les plus fins du projet T3D) est de 0,4 ms ou 0,9 ms. Pour qu'au moins un point de la montée du thermogramme en face aval de l'échantillon soit mesuré, la fréquence d'acquisition maximale de la température doit être d'au moins 1 kHz. Le système de mesure de température des échantillons doit donc répondre aux exigences suivantes :

- Mesure de la température absolue à ± 1 K pour les essais d'écrêtage en température
- Mesure de la température relative à $\pm 0,01$ K pour les essais de type flash
- Fréquence d'acquisition maximale ≥ 1 kHz

La mesure de température par contact (thermocouple, thermorésistance) implique une modification de l'inertie thermique (masse additionnelle de la sonde et de la colle) et des conditions limites du système étudié (pertes thermiques par les fils électriques) tout en introduisant les problématiques classiques de mesure de température par contact (différence de température entre la sonde et l'échantillon due à la résistance thermique de contact sonde/échantillon et au sur-refroidissement de la sonde qui se comporte comme une ailette ; déphasage temporel entre les températures de la sonde et de l'échantillon), rendant la caractérisation thermique plus compliquée.

La mesure de température par caméra infrarouge (IR) présente le gros avantage d'être non intrusive, ce qui permet de s'affranchir des contraintes de mesure par contact évoquées précédemment. Un autre avantage majeur de cette méthode est que la caméra IR donne accès à un champ de température et non à une température ponctuelle, chaque pixel de l'image IR correspondant à un instrument de mesure. En revanche, l'emploi de la caméra IR implique de connaître les propriétés radiatives du matériau dont on souhaite mesurer la température. Ceci peut parfois nécessiter un revêtement additionnel d'émissivité connue, par exemple de la peinture, ce qui modifie alors l'inertie thermique de l'échantillon et induit un déphasage temporel entre les températures de la peinture et de l'échantillon.

La mesure de température par caméra IR a été retenue pour le projet T3D en raison de son caractère pas ou peu intrusif selon les échantillons ainsi que pour la richesse des informations fournies (champs de température, visualisation IR permettant une meilleure compréhension des phénomènes mis en jeu). Le fait que le silicium soit semi-transparent peut être un inconvénient pour la mesure de température du silicium (peinture parfois nécessaire) mais aussi un avantage pour accéder au rayonnement thermique émis par l'intérieur de l'échantillon (MCP, NTC...).

2.2.2.2 Caractéristiques de la caméra IR

Par rapport aux caméras IR à détecteurs thermiques (bolomètres par exemple), celles à détecteurs quantiques sont plus chères mais le ratio signal/bruit est supérieur et surtout leur constante de temps est inférieure. Dans le cadre du projet T3D, l'un des objectifs étant de mesurer des thermogrammes à une fréquence d'acquisition d'au moins 1 kHz et d'amplitude de l'ordre de 0,1 K, le choix d'une caméra IR à détecteur quantique a été fait. Les températures attendues dans le projet T3D allant de 20 à 130 °C, une caméra IR sensible sur la bande 3-5 µm de longueur d'onde a été retenue. Les caractéristiques de la caméra de thermographie rapide infrarouge choisie sont données dans le tableau 2-5.

Tableau 2-5. Caractéristiques de la caméra IR.

Marque - modèle de la caméra IR	FLIR - SC7600
Gamme de longueur d'onde	2,5-5,5 µm
Détecteur IR	InSb (antimoniure d'indium) matriciel refroidi à 77 K
Refroidissement	Compresseur cryogénique type Stirling
Résolution de la matrice de détecteurs IR	640 x 512 pixels
Résolution thermique (NETD ¹)	20 mK à 25 °C sans moyennage des images
Compensation de NUC	Automatique en fonction du temps d'intégration et de la température de la caméra (CNUC TM)
Fréquences maximales d'acquisition ² des quatre fenêtrages pour lesquels un étalonnage et une CNUC ont été réalisés par FLIR	640 x 512 : 100 Hz 320 x 256 : 328 Hz 160 x 128 : 870 Hz 64 x 8 : 2000 Hz

L'étalonnage d'une caméra IR consiste à établir la correspondance entre le signal délivré par le détecteur IR et la température de corps noir au moyen de corps noirs à différentes températures connues (le principe de mesure de la caméra IR est présenté en Annexe A). La caméra IR a été étalonnée en température entre 5 °C et 300 °C par la société FLIR en octobre 2012 puis en octobre 2013. Cet étalonnage est valable quel que soit le temps d'intégration paramétré (étalonnage dynamique HyperCalTM de 5 °C à 300 °C : courbe d'étalonnage recalculée automatiquement en fonction du temps d'intégration choisi). L'étalonnage est valable avec un objectif donné. Le même objectif a été utilisé pour l'ensemble des mesures présentées dans cette thèse.

La fiche technique complète et la fiche de conformité constructeur de la caméra IR sont disponibles en Annexe B p. 214-215. La section suivante présente les configurations de la caméra IR utilisées lors des différents types de mesure.

2.2.2.3 Réglages utilisés pour la caméra IR

Le tableau 2-6 présente une vue d'ensemble des configurations de la caméra IR et des émissivités utilisées pour les trois types principaux d'essais (flash, écrêtage en température, cyclage thermique). Le choix de ces réglages est expliqué ci-dessous.

¹ Différence de température minimale détectable par la caméra.

² Selon le temps d'intégration choisi, la fréquence maximale d'acquisition peut être inférieure. En effet, la fréquence d'acquisition de la caméra est forcément inférieure à l'inverse du temps d'intégration, c'est-à-dire du temps durant lequel le détecteur IR collecte les photons.

Le fenêtrage 160 x 128 a été choisi comme standard pour le projet T3D car il permet de combiner une fréquence d'acquisition élevée et une visualisation IR de toute la surface de l'échantillon, ce que ne permet pas le fenêtrage 64 x 8.

A un temps d'intégration donné correspond une plage de température sur laquelle la mesure par caméra IR est dans les tolérances constructeur. Les temps d'intégration choisis correspondent aux plages de température d'intérêt de chacun des types d'essais : température ambiante pour l'essai flash, entre 53 °C et 100 °C pour les essais d'écroûtage en température sachant que le changement de phase du MCP intervient entre 56 °C et 91 °C, et entre 77 °C et 131 °C pour les essais de cyclage thermique dont la température maximale atteint 125 °C - 130 °C.

La fréquence d'acquisition est choisie en fonction de la vitesse de variation du phénomène observé, de sa durée et de la taille du fichier d'acquisition qui doit rester raisonnable. Pour les essais de type flash, la fréquence maximale permise par le fenêtrage 160 x 128 et par le temps d'intégration de 1450 μ s est choisie, soit 633 Hz. Pour les essais d'écroûtage, plus longs et moins dynamiques, une fréquence d'acquisition de 25 Hz est retenue. Enfin, une fréquence d'acquisition de 5 Hz suffit à suivre la bonne exécution du cyclage thermique dont chaque cycle dure 3 minutes.

L'émissivité à rentrer dans le logiciel d'acquisition « Altair » de la caméra IR pour mesurer une température de peinture correcte varie en fonction des réglages de la caméra et donc en fonction du type d'essai. La détermination de ces « émissivités caméra » est discutée dans la section 2.3.3.

Tableau 2-6. Réglages de la caméra IR pour les essais principaux du projet T3D (émissivité caméra valable pour la peinture vue par le montage optique à quatre miroirs IR de la figure 2-14).

Type d'essai	Résolution	Temps d'intégration	Fréquence d'acquisition	Emissivité caméra
Flash	160 x 128	1450 μ s	633 Hz	0,90
Ecroûtage		565 μ s	25 Hz	0,95
Cyclage thermique		310 μ s	5 Hz	0,97

Avant chaque série de mesure présentée dans cette thèse, conformément à la préconisation constructeur, une correction de non-uniformité (NUC) de type « 1 point avec conservation du gain » est effectuée. Cela consiste à filmer une scène thermique homogène et à lancer l'exécution de la NUC. L'offset de chaque pixel est alors ajusté afin d'obtenir une image IR homogène en se basant sur les valeurs moyennes calculées sur un certain nombre d'images successives, en l'occurrence 16. Le gain défini lors de la CNUC effectuée en usine par FLIR n'est pas modifié par ce type de NUC.

Après avoir vu les différentes configurations utilisées pour la caméra IR, la section suivante présente ce que voit la caméra IR lors des essais du projet T3D.

2.2.2.4 Contributions vues par la caméra IR

Les différentes contributions au signal IR vu par la caméra IR face à un amortisseur thermique du projet T3D sont explicitées ci-dessous.

Le chemin optique entre l'échantillon et la caméra est court (1,2 m) donc l'atmosphère peut être considérée comme transparente dans la gamme de mesure de la caméra infrarouge (2,5-5,5 μ m), et ce d'autant plus que la distance entre la caméra et le corps noir lors de l'étalonnage de la

caméra est de l'ordre de 1 m, donc la transmittance d'une épaisseur d'un mètre d'air est déjà prise en compte par la caméra IR. Dans la bande de longueur d'onde de la caméra IR, le silicium est semi-transparent (Annexe C p. 220). En l'absence de peinture noire, la luminance vue par la caméra IR se décompose donc en 3 contributions (illustration sur la figure 2-12 à l'exemple des échantillons prototypes de génération G1) :

- Emission propre de la plaque de silicium la plus proche de la caméra IR.
- Luminance émise par les objets se trouvant derrière cette plaque de silicium et transmise à travers le silicium semi-transparent.
- Luminance du corps noir « environnement » à T_{amb} réfléchi sur l'échantillon.

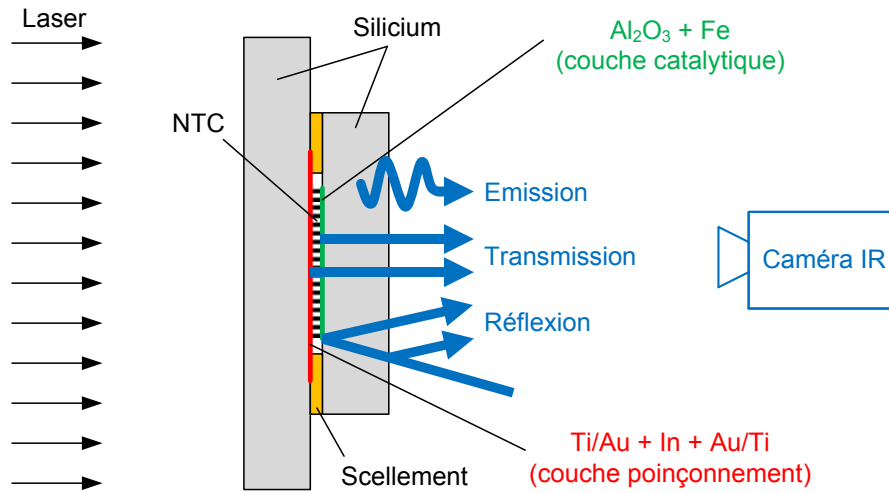


Figure 2-12. Illustration schématique des différentes contributions au signal mesuré par la caméra IR en face aval des échantillons *G1-Co-6*, *G1-CP-11* et *G1-CP-12* (échelle non respectée).

Les propriétés radiatives de l'amortisseur sont supposées indépendantes de la longueur d'onde sur la gamme de mesure $\Delta\lambda$ de la caméra IR (2,5-5,5 μm) et indépendantes de la température. Les miroirs IR étant à la température ambiante T_{amb} , la luminance comprise entre 2,5 et 5,5 μm vue par la caméra IR $L_{\Delta\lambda,vue}$ peut donc s'écrire :

$$L_{\Delta\lambda,vue} = fL_{\Delta\lambda}^0(T_{Si}) + bL_{\Delta\lambda}^0(T_{derrière\ Si}) + gL_{\Delta\lambda}^0(T_{amb}) \quad (23)$$

avec $L_{\Delta\lambda}^0$ la luminance du corps noir entre 2,5 et 5,5 μm et les constantes $(f, b, g) \in]0; 1[^3$. Les températures de l'enceinte et des miroirs IR étant constantes et égales à T_{amb} , le terme $gL_{\Delta\lambda}^0(T_{amb})$ est constant durant tous les essais.

L'objectif étant opaque à la longueur d'onde du laser (808 nm), le rayonnement laser à 808 nm est censé être invisible pour la caméra IR, ce que confirment les essais réalisés au CETHIL.

Contrairement au laser dont le choix et l'acquisition ont duré un certain temps, la caméra IR présentée dans cette section a pu être utilisée dès la mise en place du banc d'essai provisoire présenté dans la section suivante.

2.2.3 Banc d'essai préliminaire à lampe flash classique

Un banc d'essai provisoire a été mis en place au début du projet T3D afin de tester les premiers amortisseurs thermiques en attendant que le banc d'essai définitif décrit en 2.2.4 ne soit

opérationnel. A la différence de ce dernier, la source d'excitation thermique est ici une lampe flash classique alimentée par une batterie de condensateurs et émettant dans le visible et l'infrarouge. Un masque évite que le rayonnement du flash n'atteigne directement la caméra IR tout en limitant les réflexions du flash sur la face aval de l'échantillon. Ce faisant, le masque limite aussi la surface amont de l'échantillon éclairée par le flash. L'échantillon est maintenu par un support en papier monté sur une structure métallique. Il peut donc être considéré comme isolé thermiquement de cette structure. La caméra infrarouge décrite en 2.2.2 permet de mesurer la température en face aval. L'ensemble est aligné sur un rail optique (figure 2-13).

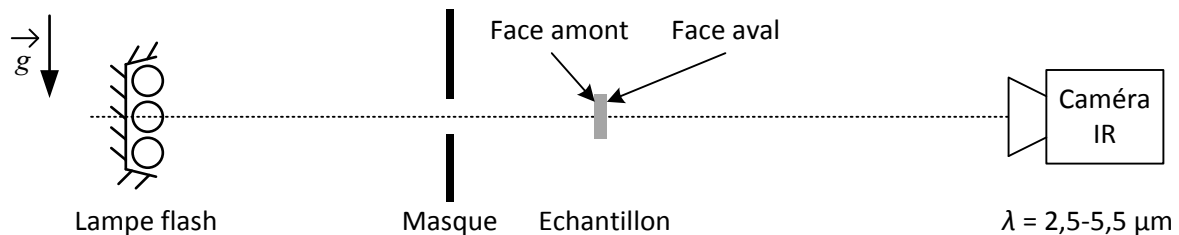


Figure 2-13. Schéma du banc d'essai préliminaire avec lampe flash classique (échelle non respectée).

L'émission de la lampe flash utilisée est caractérisée par un pic de l'ordre de 1 ms suivi d'une phase de décroissance, le tout durant environ 15 ms. L'image infrarouge de la face aval de l'échantillon vue par la caméra IR est la somme de l'émission propre de l'échantillon et de la réflexion de l'environnement. Pendant les 15 ms suivant le pic du flash, la composante réfléchie est prédominante, le flash éclairant la face aval de l'échantillon par le biais de réflexions multiples malgré le masque. La variation de température mesurée par la caméra IR est alors supérieure de deux ordres de grandeur à la variation de température réelle de la face aval due à la diffusion de la chaleur au sein de l'échantillon. Cet éblouissement rend impossible la mesure de temps de montée en température inférieurs à 15 ms avec cette lampe flash. De plus, une fois le flash de 15 ms passé, une augmentation du rayonnement IR émis par la lampe flash est observée durant 400 ms. Cette augmentation est due à la diffusion de la chaleur à travers la paroi des tubes en verre de la lampe. La lampe flash continue donc à chauffer légèrement l'échantillon après le flash, et ce de manière non constante dans le temps.

Le banc d'essai définitif présenté dans la section suivante permet de s'affranchir de tous les inconvénients précités tout en accédant au signal IR des deux faces de l'échantillon.

2.2.4 Banc d'essai en configuration standard

Dans cette section, la conception du banc d'essai définitif en configuration standard ainsi que les différents éléments le constituant sont exposés. Une vue d'ensemble du dispositif expérimental est tout d'abord proposée. Les éléments optiques nécessaires à la mise en forme du faisceau laser à destination de l'échantillon sont ensuite présentés, suivi du porte-échantillon. Le dispositif optique guidant le signal infrarouge vers de la caméra IR est exposé. Enfin, l'enceinte contenant les éléments précédemment cités est présentée.

2.2.4.1 Vue d'ensemble du dispositif expérimental

Le banc d'essai définitif en configuration standard comporte les éléments principaux suivants, également représentés sur la figure 2-14 :

- Laser de longueur d'onde 808 nm (détails en 2.2.1)
- Mise en forme du faisceau laser : collimateur, lentille divergente, lentille convergente, miroir laser, absorbeur de faisceau (2.2.4.2)
- Porte-échantillon et échantillon testé (2.2.4.3)
- Miroirs infrarouges pour la visualisation simultanée des faces amont et aval de l'échantillon (2.2.4.4)
- Caméra infrarouge sensible sur la plage de longueur d'onde 2,5-5,5 μm (2.2.2)
- Enceinte (2.2.4.5)

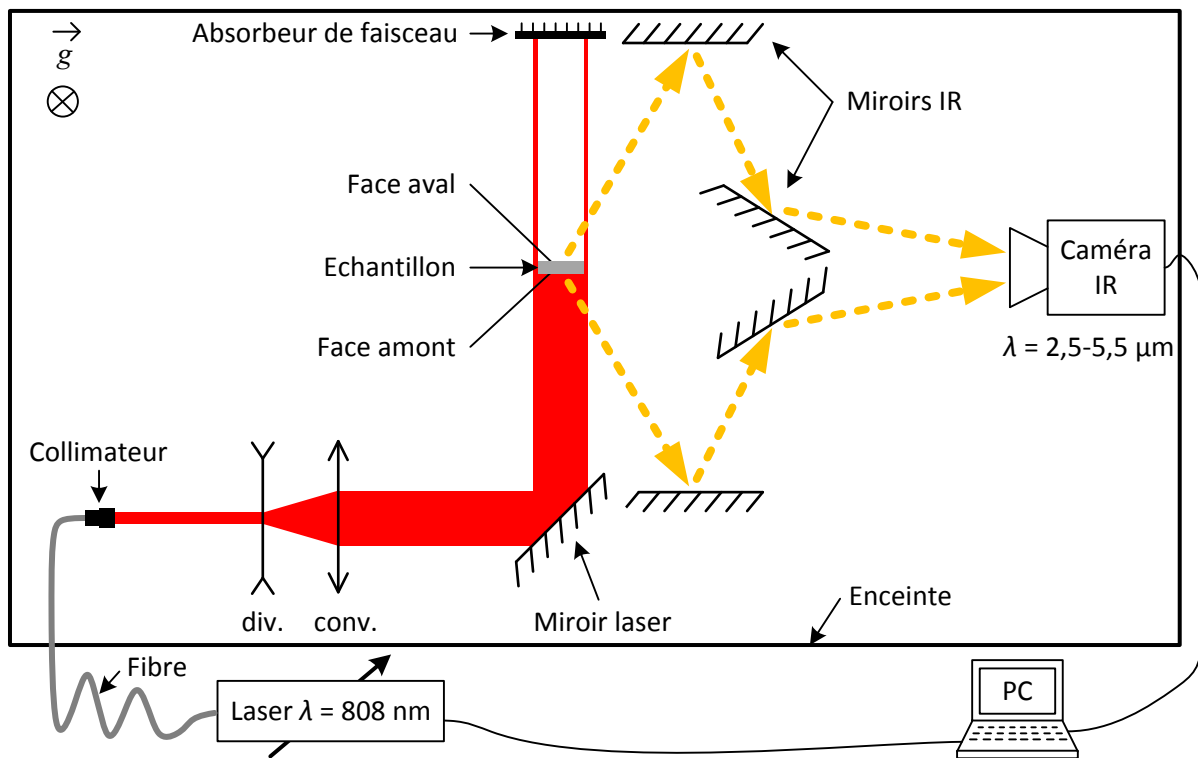


Figure 2-14. Schéma des principaux éléments du dispositif expérimental permettant la visualisation IR simultanée des faces amont et aval de l'échantillon chauffé par laser (échelle non respectée).

Les photographies de la figure 2-15 donnent une vue d'ensemble du montage expérimental présenté sur la figure 2-14. En plus des éléments précités, le banc d'essai est équipé de caméras de surveillance sensibles à 808 nm pour visualiser le faisceau laser et ainsi améliorer la sécurité de manipulation (figure 2-15) ainsi que de trois thermocouples de type K disposés à l'abri du rayonnement laser permettant de déterminer la température ambiante : le premier est situé derrière le porte-échantillon, le second dans la partie basse de l'enceinte entre les miroirs IR et la caméra IR et le troisième dans le haut de l'enceinte.

Les sections suivantes détaillent la conception du dispositif expérimental ainsi que le matériel utilisé sauf pour le laser et la caméra IR dont le détail a été donné dans les sections 2.2.1 et 2.2.2.

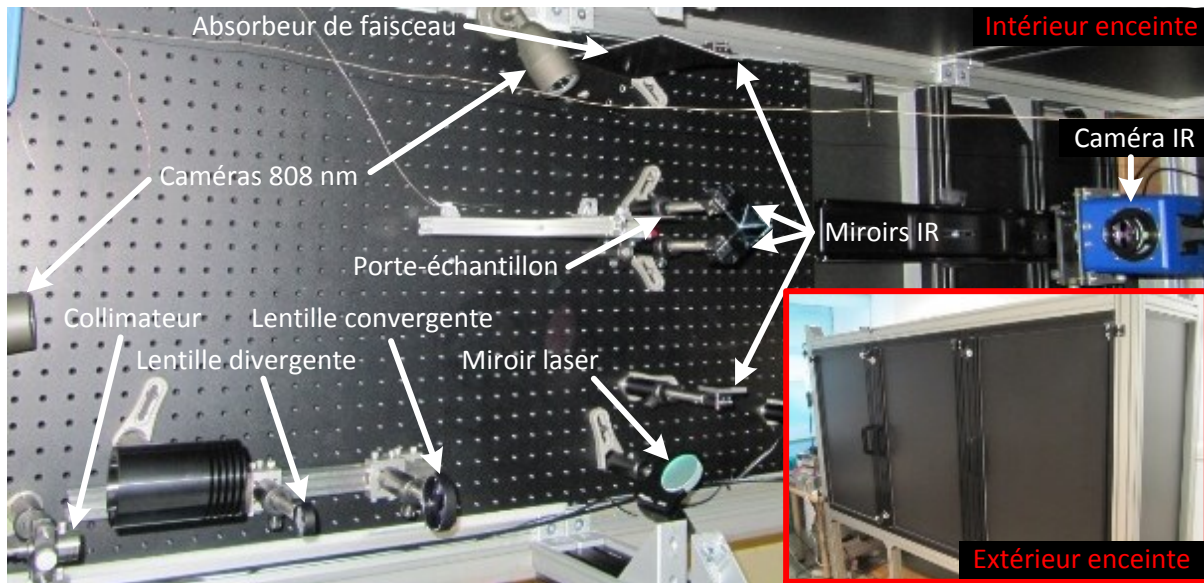


Figure 2-15. Photos de l'intérieur et de l'extérieur de l'enceinte ; banc d'essai en configuration standard.

2.2.4.2 Montage optique de puissance

Le montage optique de puissance a vocation à mettre en forme le faisceau laser pour chauffer la face amont de l'échantillon de manière uniforme tout en limitant les réflexions parasites du faisceau laser. Il comprend les éléments suivants : laser, fibre optique, collimateur, lentilles divergente et convergente, miroir laser, porte-échantillon et absorbeur de faisceau (figure 2-14 et figure 2-15).

La diode laser est couplée à la fibre optique qui débouche sur le collimateur duquel le faisceau laser sort très légèrement divergent. En sortie de collimateur, l'intensité du faisceau est plus élevée au centre qu'en ses bords (figure 2-11). Le diamètre du faisceau laser en sortie de collimateur ($\approx 13 \text{ mm}$) étant trop faible comparé à la surface des amortisseurs thermiques T3D ($20 \times 20 \text{ mm}^2$), le faisceau est élargi au moyen d'une paire de lentilles, l'une divergente et l'autre convergente. Ces lentilles comportent un traitement antireflet adapté à la longueur d'onde du laser afin de limiter les réflexions parasites du faisceau laser. Elles sont montées sur un rail permettant d'ajuster finement leur position. La courbe de réflectance et les spécifications des lentilles sont en Annexe B p. 212.

Afin de réfléchir le faisceau laser en direction de l'échantillon, un miroir plan adapté à l'usage d'un laser et à l'angle d'incidence requis de 45° est utilisé. La réflectance de ce miroir est de l'ordre de 99,9 % dans les conditions d'utilisation du montage optique. Ce miroir est monté sur un support permettant d'ajuster finement son orientation. Les spécifications et la courbe de réflectance de ce miroir sont en Annexe B p. 213.

Le porte échantillon est monté de manière à ce que la surface de l'échantillon soit légèrement inclinée selon l'axe vertical afin que l'angle d'incidence du faisceau laser sur l'échantillon ne soit pas parfaitement normal. Ceci a pour but d'éviter une éventuelle réflexion spéculaire du faisceau laser en direction de la source laser par le même chemin optique qu'à l'aller, ce qui pourrait endommager la diode laser. La conception du porte-échantillon est abordée dans la section 2.2.4.3.

Le profil du faisceau laser dans le plan du porte-échantillon a été mesuré avec une caméra (IDS uEye / UI-3240CP-C-HQ, résolution 1280×1024 pixels) sensible à la longueur d'onde du laser au

moyen d'une feuille de papier uniformément blanche découpée à l'emplacement des pattes du porte-échantillon et placée sur ce dernier. Les courbes rouges, vertes et bleues de la figure 2-16 correspondent à l'intensité lumineuse mesurée par les capteurs rouges, verts et bleus de la caméra IDS. Ces capteurs donnent un signal d'amplitude différente (filtration à 808 nm propre à chaque type de capteur) mais d'allure identique : on distingue un large plateau dans la zone de l'échantillon. Ce profil de faisceau à 808 nm montre donc qu'un échantillon de surface 20x20 mm² reçoit un flux laser assez uniforme sur toute sa surface, celui-ci commençant à décroître seulement vers les quatre coins de l'échantillon (environ -20 %). Les variations locales de flux laser (l'aspect granuleux, ou speckle) ont des fréquences spatiales suffisamment élevées pour ne pas influencer les mesures thermiques par rapport à un faisceau qui aurait le même profil lissé.

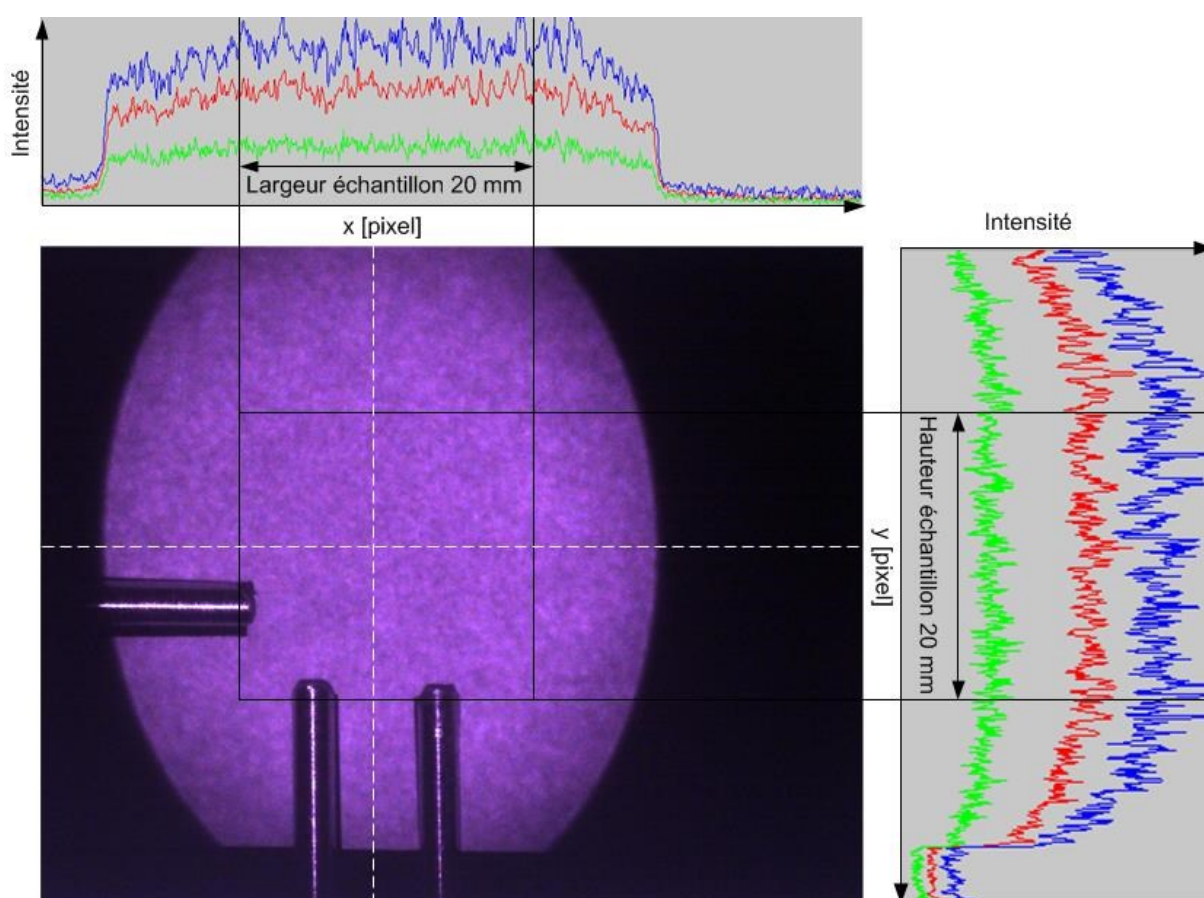


Figure 2-16. Profil du faisceau laser 808 nm dans le plan du porte-échantillon après la lentille divergente, la lentille convergente et le miroir laser à 45°.

L'ajustement des différents éléments du montage optique de puissance a été réalisé au moyen de la diode pilote émettant à 640 nm et dont le faisceau suit quasiment le même chemin que le faisceau à 808 nm. Comme pour le faisceau à 808 nm, le profil de faisceau à 640 nm a été mesuré tel qu'il est effectivement dans le plan du porte-échantillon avec la caméra IDS ainsi qu'à un mètre du collimateur avec l'analyseur de faisceau Ophir-Spiricon (Annexe D p. 226). Le profil du faisceau à 640 nm se démarque du profil à 808 nm par sa zone d'intensité maximale en forme d'anneau facilitant le centrage de l'échantillon dans le faisceau.

Dernier élément du montage optique de puissance, un absorbeur de faisceau prenant la forme d'une plaque métallique noire est placé derrière l'échantillon afin d'absorber la fraction du faisceau laser non interceptée par l'échantillon et le porte-échantillon. Ceci permet de limiter les réflexions

indésirables du faisceau laser dans l'enceinte. Comme pour le porte-échantillon, cet absorbeur est légèrement incliné selon l'axe vertical afin d'éviter un éventuel retour de faisceau vers la diode laser (figure 2-15).

La conception du montage optique de puissance, sa mise en œuvre et les mesures de profil de faisceau ont été réalisées dans le cadre de cette thèse avec l'aide d'Éric Mathieu, ingénieur d'études au CETHIL.

2.2.4.3 Porte-échantillon

Le porte-échantillon a pour fonction principale de porter l'échantillon au sein du faisceau laser. Il doit répondre aux exigences principales suivantes : positionnement répétable et aisé d'échantillons de dimensions variables (côté compris entre 8 et 20mm et épaisseur comprise entre 0,1 et 2 mm), conductance thermique minimale entre le porte-échantillon et l'échantillon, maintien suffisant avec un ventilateur soufflant par le dessus mais générant peu de contraintes mécaniques pour les échantillons fragiles, masquage minimal de l'échantillon vis-à-vis du faisceau laser et de la visualisation IR, et matériau compatible avec une température d'échantillon de 130 °C et le flux laser incident.

Afin de satisfaire à l'ensemble de ces contraintes, le porte-échantillon a été conçu et réalisé dans le cadre de cette thèse. Deux pattes soutiennent l'échantillon et une seule patte latérale maintient l'échantillon en position verticale (figure 2-17). Chaque patte comporte une encoche en V à son extrémité, comme représenté sur la figure 2-25, afin de positionner l'échantillon de manière répétable et de limiter la surface de contact et donc la conductance thermique entre l'échantillon et la patte. Les pattes sont constituées d'un fil d'acier de section circulaire, de diamètre 3,0 mm et de longueur de l'ordre de 10 cm. La réflectance élevée du métal permet de réfléchir en grande partie le rayonnement laser incident et donc de limiter l'échauffement du porte-échantillon dû au laser. La forme cylindrique des pattes permet quant à elle de réfléchir le faisceau laser dans toutes les directions, donc de très vite diluer le rayonnement laser réfléchi et d'ainsi limiter les réflexions parasites.

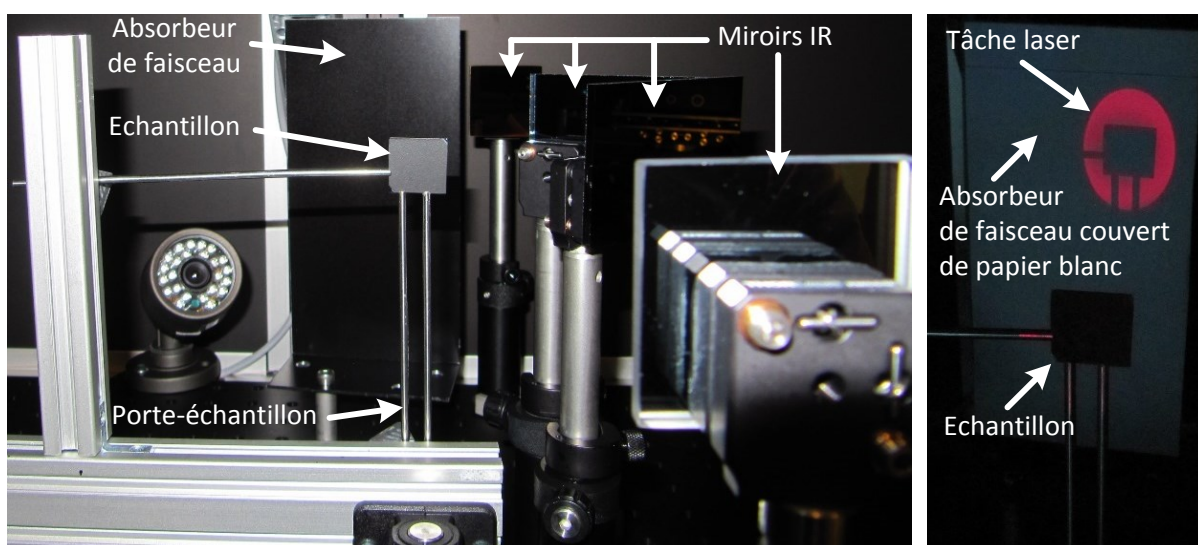


Figure 2-17. Gauche : photo du porte-échantillon prise depuis le miroir laser, avec un échantillon de surface 20 x 20 mm². Droite : comme photo de gauche mais avec le laser pilote en marche et avec un papier blanc couvrant l'absorbeur de faisceau afin de visualiser la tâche laser sur ce dernier.

2.2.4.4 Montage optique de visualisation IR

Le montage optique de visualisation IR a pour objectif de filmer simultanément les faces amont et aval de l'échantillon au moyen de la caméra IR décrite dans la section 2.2.2. Afin que l'image IR de l'échantillon filmée par la caméra IR soit nette et correcte en termes de luminance, il faut que le montage optique respecte les critères suivants :

- Profondeur de l'objet virtuel (échantillon vu par les miroirs) nettement inférieure à la profondeur de champ de la caméra IR (de l'ordre de 3 cm pour une distance objet-caméra de 1 m).
- Surface des miroirs IR suffisamment grande pour que chaque point de la surface de l'amortisseur « éclaire » l'ensemble de l'objectif de la caméra IR. Cette condition est nécessaire pour garantir une mesure de luminance non biaisée y compris sur les bords de l'échantillon.
- Surface des miroirs IR suffisamment petite pour ne pas intercepter le faisceau laser.
- Chemin optique entre la caméra IR et l'échantillon supérieur à 0,9 m pour pouvoir filmer une scène thermique d'au moins 40 mm de large (c'est-à-dire la largeur cumulée de la face amont et la face aval de l'amortisseur thermique) avec une fréquence d'acquisition élevée, c'est-à-dire avec un fenêtrage de 160 x 128 impliquant un cône de vue étroit.
- Incidence proche de la normale pour le rayonnement IR émis par l'échantillon et capté par les miroirs IR afin d'avoir une bonne corrélation entre flux émis et température. En effet, les propriétés radiatives des corps varient généralement moins pour des variations d'incidence quasi normale que pour des variations d'incidence rasante.
- Même nombre de miroirs IR pour visualiser les faces amont et aval dans le but de pouvoir comparer directement les températures amont et aval, la réflectance des miroirs IR étant inférieure à 100 %.

Le montage optique de visualisation IR a été conçu dans le cadre de cette thèse à l'aide du logiciel *OptGeo*, logiciel libre de simulation d'optique géométrique à deux dimensions. Ainsi ont été déterminées les positions de l'échantillon et de la caméra IR ainsi que les positions et inclinaisons des miroirs IR.

Un montage avec deux miroirs IR (un par côté) respectant les contraintes précitées n'est pas possible car soit les miroirs sont hors du cône de vue de la caméra IR, soit le chemin optique nécessaire pour rester dans le cône de vue de la caméra est supérieur à la place disponible dans l'enceinte.

Un montage avec quatre miroirs IR (deux par côté) a donc été retenu (figure 2-14). Les premiers miroirs recevant le rayonnement IR (miroirs de captage) sont placés loin de l'échantillon afin que les angles d'incidence des différents rayons émis par l'échantillon et interceptés par le miroir soient aussi proches que possible et aussi afin de limiter la profondeur de champ de l'objet virtuel.

Les miroirs IR retenus sont des miroirs en or plans de première surface, c'est-à-dire que la surface réfléchissante n'est couverte par aucun milieu protecteur ou alors par un milieu protecteur très fin comme ici. La réflectance de ces miroirs en or est supérieure à 97 % entre 0,8 μm et 10 μm de longueur d'onde, mais n'est pas connue plus précisément (spécifications en Annexe B p. 213). Les miroirs IR sont montés sur des supports munis de vis de réglage fin (figure 2-17).

Le chemin optique entre l'échantillon et la caméra IR est de 1,2 m. Pour le fenêtrage de caméra 160 x 128 utilisé, la surface de la zone visualisée dans le plan objet est de 57 x 46 mm². Chaque pixel correspond alors à un carré de 0,35 mm de côté dans le plan objet.

Durant l'acquisition, la caméra IR ne disposant pas d'une mémoire tampon, les données sont directement transférées vers la mémoire vive du PC via un câble Ethernet. Après la mesure, le logiciel « Altair » de pilotage de la caméra IR permet d'exporter les thermogrammes en luminance (DL) ou en température (°C), la température étant calculée à partir de l'« émissivité caméra » définie par l'utilisateur.

Un test de vérification est réalisé au moyen d'un échantillon opaque à température uniforme et supérieure à l'ambiante. Il ressort que la luminance mesurée est uniforme au sein de chaque face de l'échantillon et qu'elle est identique en face amont et en face aval. Ceci montre que le réglage du montage optique IR est correct.

La section suivante traite de l'enceinte optique contenant l'ensemble du montage optique explicité dans les sections présente et précédentes.

2.2.4.5 Enceinte optique

La première fonction de l'enceinte est d'assurer la sécurité de l'expérimentateur vis-à-vis du laser³ de classe 4. Sa deuxième fonction est de fournir une ambiance radiative uniforme à l'échantillon afin de pouvoir mesurer de faibles variations de température sans être gêné par des réflexions parasites de sources à des températures différentes de la température ambiante (lampe d'éclairage, corps humain, fenêtre...).

L'enceinte optique doit donc répondre aux exigences principales suivantes :

- Etanchéité optique à la longueur d'onde du laser ainsi que dans le spectre du rayonnement thermique, ce qui implique ici un matériau opaque dans le visible et l'infrarouge
- Matériau non inflammable et qui n'émet pas de gaz lors d'une sollicitation laser
- Diffusivité thermique élevée pour limiter la hausse de température locale en cas de sollicitation laser
- Forte inertie thermique de l'enceinte pour conserver une température constante au cours des essais
- Puissance à évacuer de l'ordre de 60 W (0 à 30 W pour le laser, 30 W pour la caméra IR en régime permanent, caméras de surveillance)
- Longueur intérieure d'au moins 2,4 m pour déployer les montages optiques de puissance et de visualisation IR
- Largeur intérieure d'au moins 0,6 m pour les mêmes raisons

³ Le laser utilisé représente un risque important pour l'œil car le rayonnement à 808 nm va se focaliser sur la rétine, comme le rayonnement visible (Servent, 2010), et car la densité de flux peut dépasser 30 W cm⁻² à la sortie du collimateur soit environ 300 fois la densité de puissance du rayonnement solaire total au sol. Ce risque est d'autant plus élevé que l'œil humain ne « voit » pas ou presque pas à la longueur d'onde 808 nm : il interprète un rayonnement à 808 nm d'intensité importante comme étant d'intensité faible voire nulle selon l'ambiance lumineuse et n'a donc pas de réflexe de protection (fermeture de la paupière, détournement du regard). Le laser présente également un risque de brûlure de la peau. Pour ces raisons, les réflexions du faisceau laser, y compris les réflexions diffuses, sont classées comme dangereuses (laser de classe 4).

- Hauteur intérieure d'au moins 1 m pour faciliter les manipulations dans l'enceinte et pour que l'inertie thermique de la masse d'air dans l'enceinte soit importante
- Grandes portes pour un accès aisé à l'intérieur de l'enceinte
- Capacité d'évolution du banc d'essai en vue de modifications ultérieures

Aucune enceinte du commerce ne répondant à l'ensemble des critères précités, il a été décidé de réaliser une enceinte sur mesure. La conception de l'intégralité de l'enceinte optique et du châssis associé a représenté une partie de ce travail de thèse.

L'enceinte du banc d'essai est constituée d'une structure en profilés d'aluminium ainsi que de panneaux en tôle d'aluminium d'épaisseur 2 mm anodisée en noir. La couleur noire des panneaux permet de limiter les réflexions parasites du rayonnement laser à un niveau minimal. En plus des panneaux en aluminium anodisé noir, des profilés anodisés noirs ont été utilisés dans la mesure du possible. La planche optique utilisée pour le montage des supports des miroirs, des lentilles etc., est également en aluminium anodisé noir, de dimensions 1200 x 600 x 12,7 mm³. La figure 2-15 montre l'intérieur et l'extérieur de l'enceinte optique.

L'enceinte est refroidie par convection naturelle de l'air ambiant de la salle de manipulation. En outre, des ouvertures fermables ont été implémentées dans les panneaux situés en-dessous et au-dessus de la caméra IR pour que la chaleur dégagée par celle-ci puisse être évacuée directement par convection naturelle à travers l'enceinte lors des essais de longue durée.

Après avoir passé en revue les différents éléments du banc d'essai dans sa configuration standard, la section suivante traite des modifications apportées pour les essais de cyclage thermique.

2.2.5 Configuration pour le cyclage thermique

Pour pouvoir réaliser les essais de cyclage thermique (partie 3.3), les éléments supplémentaires suivants ont été mis en place sur le banc d'essai :

- Ventilateur « SUNON MagLev ME80201V1-000U-A99 » (caractéristiques nominales : DC 12 V ; 1,56 W) alimenté par un générateur de tension et monté sur un châssis en profilé réglable selon les trois directions de l'espace
- Photodiode « Thorlabs FDS010 » associée à un module électronique conçu au CETHIL relié au PC via un boîtier d'acquisition « NI USB-6000 »⁴
- Programme Labview⁴ permettant l'acquisition du signal de la photodiode et le pilotage en continu du laser sur des durées supérieures à 20 h

L'échantillon est disposé verticalement sur le porte-échantillon, comme pour les essais classiques. Le ventilateur est placé au-dessus de l'échantillon (figure 2-18) et souffle vers le bas, de sorte que celui-ci soit au centre de la veine d'air et subisse un refroidissement convectif comparable sur ses deux faces. La photodiode est placée dans une petite fraction du faisceau laser passant à côté du miroir laser. Cette photodiode et le programme Labview permettent de compter le nombre effectif de cycles thermiques effectués durant les phases de fonctionnement autonome du banc, le cyclage thermique complet durant 42,5 h. La configuration de la caméra IR ainsi que l'émissivité caméra utilisées pour le cyclage thermique « T3D » sont données dans le tableau 2-6.

⁴ Module électronique, interface USB-6000/PC et programme Labview réalisés par Serge Buathier et Éric Mathieu (CETHIL)

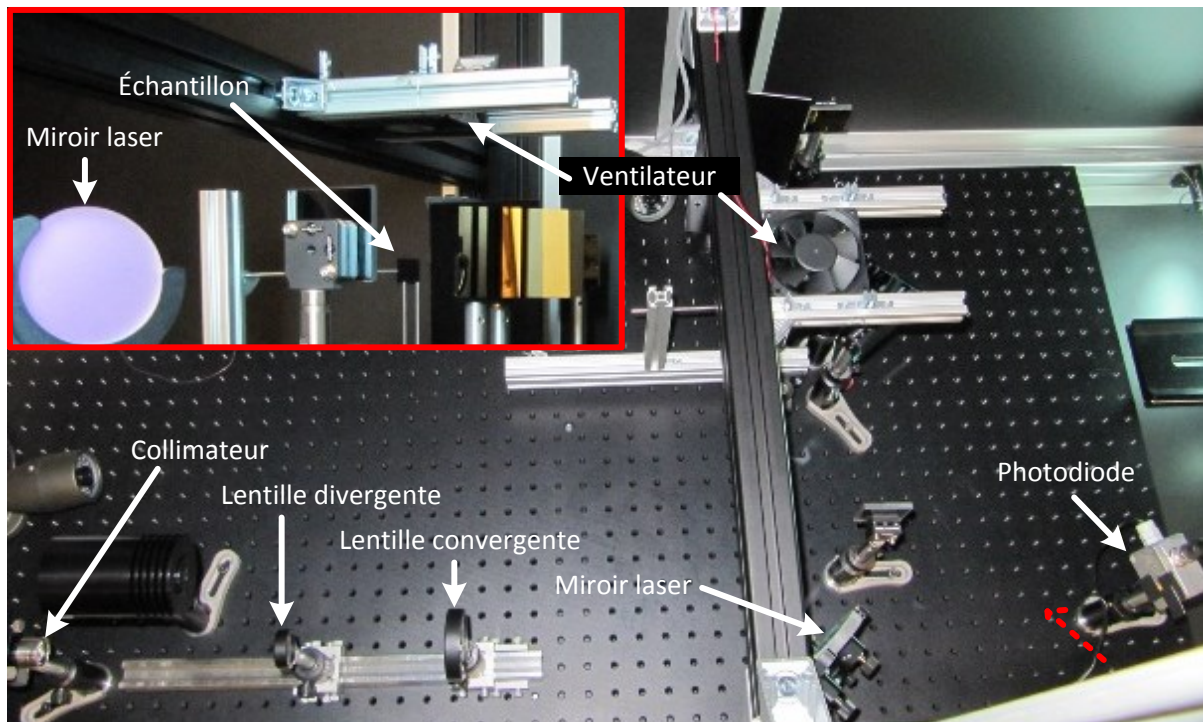


Figure 2-18. Image principale : vue d'en haut du banc d'essai configuré pour le cyclage thermique. Encadré : vue de côté selon la flèche rouge en pointillés.

2.2.6 Equipements de protection individuelle

Dernier aspect du dispositif commun à toutes les configurations expérimentales, les équipements de protection individuelle (EPI) ont pour but de protéger l'expérimentateur face aux deux risques principaux que sont la manipulation d'amortisseurs thermiques contenant des nanotubes de carbone (NTC) et l'utilisation d'un laser de classe 4.

Conformément aux préconisations du CEA, les EPI suivants sont utilisés lors des manipulations d'échantillons contenant des NTC : un masque de protection des voies respiratoires de type FFP3, des lunettes de protection, deux paires de gants (ici vinyle et nitrile) et une combinaison de type Tyvek. Lors de l'utilisation du laser, des lunettes de protection spécifiques opaques à la longueur d'onde du laser sont utilisées.

2.2.7 Conclusions

La conception, la réalisation ainsi que la mise en œuvre des dispositifs expérimentaux permettant la caractérisation thermique des échantillons T3D ont représenté une partie non négligeable de ce travail de thèse. Le banc d'essai préliminaire utilisant une lampe flash classique (2.2.3) a permis de caractériser thermiquement les premiers échantillons par méthode flash. Le dispositif expérimental « standard » développé spécifiquement pour le projet T3D et présenté dans la section 2.2.4 permet de réaliser les essais de types flash et écrêtage tout en s'affranchissant des limitations du banc d'essai préliminaire. Une variante du dispositif expérimental standard a été développée afin de pouvoir réaliser les essais de cyclage thermique de la section 3.3 et est présentée dans la section 2.2.5.

Un laser de longueur d'onde 808 nm a été retenu comme source d'excitation thermique non intrusive. Les plaques en silicium constitutives des amortisseurs T3D sont optiquement épaisses à

cette longueur d'onde. Ce laser peut produire des sollicitations thermiques de durée très variable allant de quelques milliseconde à l'émission continue, permettant des mesures de type flash ainsi que des chauffes au-delà de la température de fusion du MCP, pour les mesures de type écrêtage notamment. Le faisceau laser est mis en forme au moyen de lentilles et d'un miroir spécifique. Le profil du faisceau laser arrivant à la surface d'un échantillon de dimensions standard a été analysé et peut être considéré comme uniforme.

Une caméra de thermographie rapide infrarouge a été retenue pour mesurer la température de surface des échantillons de manière non intrusive. La fréquence d'acquisition peut dépasser 1 kHz si nécessaire. Elle est sensible sur la plage 2,5-5,5 μm de longueur d'onde. Un jeu de quatre miroirs IR permet la visualisation IR simultanée des faces amont et aval de l'échantillon testé.

Un porte-échantillon a été réalisé dans le but d'avoir l'influence la plus faible possible sur les mesures de caractérisation thermique. La conductance thermique entre l'échantillon et le porte-échantillon est réduite au minimum, de même que la perturbation du faisceau laser et de la visualisation infrarouge par les pattes du porte-échantillon.

Un châssis-enceinte réalisé spécifiquement pour les besoins du projet permet d'intégrer le laser, le porte-échantillon et la caméra IR dans une enveloppe optiquement étanche. Cette enceinte permet d'une part de confiner le rayonnement laser et d'autre part d'obtenir des conditions d'ambiance radiative homogènes, ce qui est particulièrement important pour la mesure de température par thermographie infrarouge.

Après la présentation du banc d'essai et de ses variantes dans cette partie, le moyen d'obtenir une température à partir des mesures par caméra IR est abordé dans la partie suivante.

2.3 Mesure de température par thermographie IR

La mesure d'une température par thermographie IR n'est pas directement possible sur les échantillons T3D du fait de la semi-transparence du silicium T3D et de l'émittance inconnue de ce dernier. Dans cette partie, les différentes solutions envisagées pour opacifier le silicium sont passées en revue et le choix de la peinture noire est explicité. Un dispositif expérimental spécifique est mis en œuvre pour déterminer l'épaisseur minimale de peinture garantissant l'opacité et pour choisir la peinture la plus adaptée parmi les deux peintures testées. Une méthode d'étalonnage de la mesure de température de peinture par caméra IR est proposée et l'incertitude de mesure associée est quantifiée. L'influence de l'émissivité attribuée à la face aval sur l'estimation d'un temps caractéristique lors d'une mesure flash est discutée. Enfin, l'influence de la peinture sur le temps de demi-montée en température mesuré en face aval est caractérisé.

2.3.1 Choix du revêtement opaque

Le silicium T3D est semi-transparent pour des longueurs d'onde supérieures à 1 μm (2.1.3.1) et donc pour la caméra IR ainsi que pour une partie du rayonnement émis par la lampe flash du banc d'essai provisoire (2.2.3). Or, la caméra IR doit permettre de mesurer la température de chacune des plaques de silicium (et non une température moyenne des plaques amont et aval) et le flash doit être absorbé par la seule plaque amont de silicium. Il faut donc pouvoir recouvrir la surface du silicium avec un matériau opaque dans l'infrarouge, si possible avec une émissivité élevée pour maximiser le

ratio signal/bruit de la caméra IR, et avec une faible épaisseur afin de perturber le moins possible la caractérisation thermique.

Trois types de procédés ont été envisagés pour répondre aux exigences précitées. Le premier d'entre-eux, la micro-structuration de la surface du silicium, permet d'augmenter notablement l'émittance spectrale normale du silicium en créant un réseau de trous ou de piliers à la surface du silicium (Feng et al., 2011). De plus, aucune résistance thermique supplémentaire n'intervient avec cette solution. Cependant, la micro-structuration du silicium n'a pas été retenue car trop complexe à intégrer dans le processus de fabrication des échantillons T3D.

La deuxième solution est le dépôt de peinture noire sur le silicium : la « Jelt noir mat 700 °C », peinture classique du commerce, d'épaisseur recommandée inconnue, ou la « Nextel Velvet-Coating 811-21 », peinture de référence en optique, d'émissivité élevée et d'épaisseur recommandée par le constructeur de 45-55 μm .

La troisième solution est le dépôt d'une couche mince sur le silicium. Cependant, parmi les matériaux passés en revue, les carbures de silicium $\alpha\text{-SiC}$, $\beta\text{-SiC}$ et SiC amorphe, les oxydes de silicium SiO_2 $\alpha\text{-quartz}$ et SiO_2 amorphe ainsi que le carbone amorphe et la mousse de carbone amorphe sont semi-transparents sur tout ou partie de la gamme spectrale de la caméra IR pour une épaisseur de 50 μm . Quant aux métaux fer, cuivre et aluminium, ils sont certes opaques pour de faibles épaisseurs mais leur émissivité varie fortement en fonction de la rugosité et de l'état d'oxydation, ce qui rend l'estimation de la température par caméra IR compliquée.

En conclusion, hormis la peinture, aucun des matériaux envisagés ici ne répond aux exigences d'opacité et d'émissivité élevée, constante et reproductible, tout en étant nettement moins épais que les 50 μm d'épaisseur recommandée de la peinture Nextel. Par ailleurs, la peinture présente l'avantage de pouvoir être appliquée au CETHIL, donc potentiellement sur des zones spécifiques définies après une première caractérisation thermique sans peinture. La peinture noire est donc retenue pour opacifier le silicium.

La section suivante aborde l'épaisseur minimale de peinture à appliquer pour être opaque ainsi que le choix entre les deux peintures envisagées.

2.3.2 Détermination de l'épaisseur minimale de peinture

L'épaisseur de peinture doit être suffisante pour obtenir une transmittance nulle dans l'infrarouge, mais elle ne doit pas être trop importante afin de limiter son influence sur les thermogrammes mesurés. Dans cette section, le dispositif expérimental mis en place pour déterminer la transmittance de la peinture en fonction son épaisseur est tout d'abord présenté, ainsi que le principe de mesure associé. Les résultats obtenus pour les deux peintures « Nextel Velvet-Coating 811-21 » et « Jelt noir mat 700 °C » sont ensuite comparés et les raisons du choix de la peinture retenue pour le projet T3D sont explicitées.

2.3.2.1 Dispositif expérimental et principe de mesure

Etant donné l'indisponibilité d'un nombre suffisant d'échantillons en silicium T3D aux dimensions requises par les mesures spectrométriques, la transmittance de la peinture a été caractérisée au moyen de plaques en silicium non T3D de dimensions 10 x 20 mm^2 disponibles en nombre au CETHIL. Le principe de la mesure est de filmer deux de ces échantillons, l'un peint, l'autre

non, derrière lesquels se trouve un corps chaud à une température supérieure à l'ambiante et de comparer les luminances mesurées par la caméra IR. Le montage expérimental utilisé spécifiquement pour ces mesures ainsi que les contributions du signal IR mesuré par la caméra sont décrits sur la figure 2-19.

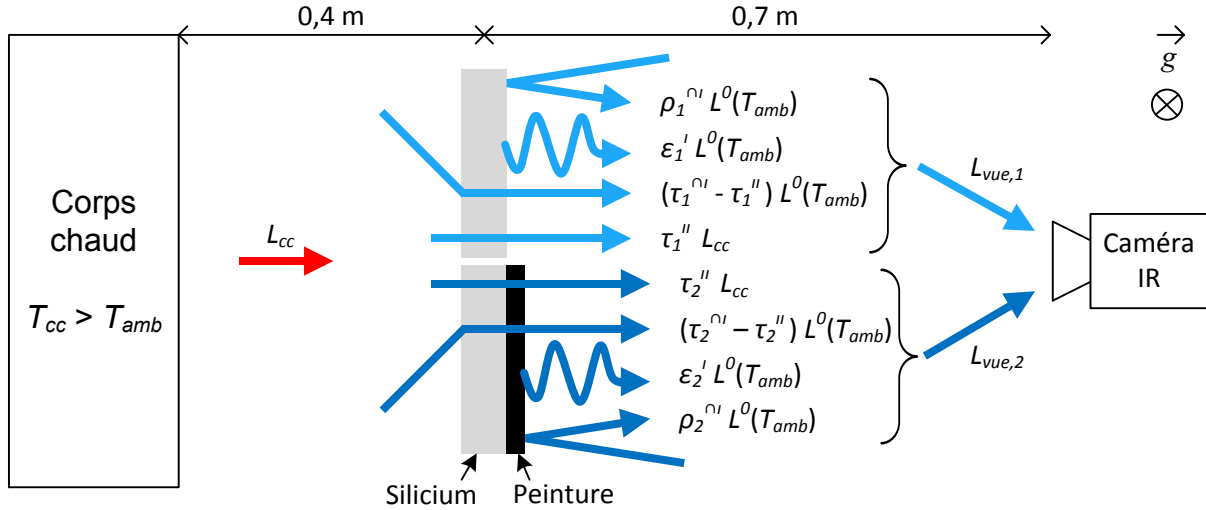


Figure 2-19. Vue schématique du dispositif expérimental permettant la mesure de la transmittance de la peinture ainsi que des contributions au signal IR mesurées par la caméra IR (échelle non respectée).

Le corps chaud consiste en une plaque métallique peinte en noir, de surface environ $5 \times 5 \text{ cm}^2$ et maintenue à une température constante de 100°C au moyen d'une résistance chauffante, d'un thermocouple incorporé à sa surface et d'un système de régulation. La température de la surface chaude vue par la caméra IR à travers les deux échantillons peut être considérée comme uniforme.

2.3.2.2 Modélisation

Afin de modéliser les contributions IR mesurées par la caméra, les hypothèses suivantes sont formulées :

- Les propriétés optiques des échantillons sont supposées indépendantes de la longueur d'onde sur la gamme spectrale $\Delta\lambda$ de la caméra IR.
- L'environnement de l'échantillon, c'est-à-dire la salle de manipulation, est assimilé à un corps noir de température égale à la température ambiante T_{amb} .
- Les échantillons testés sont à la température ambiante T_{amb} car ils sont situés suffisamment loin du corps chauffant.
- La distance entre la caméra IR et les échantillons est de 0,7 m donc l'atténuation atmosphérique peut être négligée.

La luminance en provenance de l'échantillon comprise entre 2,5 et $5,5 \mu\text{m}$ et vue par la caméra IR $L_{\Delta\lambda, vue}$ s'écrit alors :

$$L_{\Delta\lambda, vue} = \tau'' L_{cc} + (\tau^{n^i} - \tau'') L_{\Delta\lambda}^0(T_{amb}) + \rho^{n^i} L_{\Delta\lambda}^0(T_{amb}) + \varepsilon' L_{\Delta\lambda}^0(T_{amb}) \quad (24)$$

avec $L_{\Delta\lambda}^0(T_{amb})$ la luminance du corps noir à température ambiante entre 2,5 et $5,5 \mu\text{m}$, L_{cc} la luminance issue du corps chaud entre 2,5 et $5,5 \mu\text{m}$, τ'' la transmittance quasi normale quasi normale de l'échantillon entre 2,5 et $5,5 \mu\text{m}$, τ^{n^i} la transmittance hémisphérique quasi normale de

l'échantillon entre 2,5 et 5,5 μm , ρ° la réflectance hémisphérique quasi normale de l'échantillon entre 2,5 et 5,5 μm et ε' l'émittance quasi normale de l'échantillon entre 2,5 et 5,5 μm .

Le terme $\tau''L_{cc}$ correspond donc au rayonnement entre 2,5 et 5,5 μm issu du corps chaud et traversant l'échantillon en direction de la caméra IR. Le terme $(\tau^{\circ} - \tau'')L_{\Delta\lambda}^0(T_{amb})$ correspond au rayonnement entre 2,5 et 5,5 μm issu de l'environnement côté amont de l'échantillon (à l'exception du corps chaud) et traversant l'échantillon en direction de la caméra IR. Le terme $\rho^{\circ}L_{\Delta\lambda}^0(T_{amb})$ correspond au rayonnement entre 2,5 et 5,5 μm issu de l'environnement côté aval de l'échantillon et réfléchi par ce dernier en direction de la caméra IR. Le terme $\varepsilon'L_{\Delta\lambda}^0(T_{amb})$ correspond au rayonnement entre 2,5 et 5,5 μm émis par l'échantillon en direction de la caméra IR.

Etant donné les hypothèses précédemment formulées, l'équation (24) se simplifie et donne le système d'équations suivant pour les échantillons « 1 » et « 2 » positionnés côte à côte sur le porte-échantillon :

$$\begin{cases} L_{\Delta\lambda,vue,1} = \tau_1''L_{cc} + (1 - \tau_1'')L_{\Delta\lambda}^0(T_{amb}) \\ L_{\Delta\lambda,vue,2} = \tau_2''L_{cc} + (1 - \tau_2'')L_{\Delta\lambda}^0(T_{amb}) \end{cases} \quad (25)$$

$$(26)$$

En combinant linéairement les équations (25) et (26), il vient :

$$\tau_2'' = \tau_1'' \frac{L_{\Delta\lambda,vue,2} - L_{\Delta\lambda}^0(T_{amb})}{L_{\Delta\lambda,vue,1} - L_{\Delta\lambda}^0(T_{amb})} \quad (27)$$

Les deux échantillons testés simultanément sont constitués de deux plaques en silicium issus du même wafer, donc de composition chimique et de structure cristalline identique. L'échantillon « 2 » est peint, l'échantillon « 1 » non. L'effet de la couche de peinture sur la transmittance de l'échantillon peut être modélisé par une transmittance additionnelle τ_{pt}'' telle que :

$$\tau_2'' = \tau_1'' \tau_{pt}'' \quad (28)$$

D'après les équations (27) et (28), la transmittance quasi normale entre 2,5 et 5,5 μm de longueur d'onde due à la présence de la peinture sur le silicium s'exprime alors :

$$\tau_{pt}'' = \frac{L_{\Delta\lambda,vue,2} - L_{\Delta\lambda}^0(T_{amb})}{L_{\Delta\lambda,vue,1} - L_{\Delta\lambda}^0(T_{amb})} \quad (29)$$

L'équation (29) permet donc d'accéder à la transmittance τ_{pt}'' en mesurant simplement les luminances $L_{\Delta\lambda,vue,1}$ et $L_{\Delta\lambda,vue,2}$ issues des échantillons « 1 » et « 2 » ainsi que la luminance du corps noir environnement $L_{\Delta\lambda}^0(T_{amb})$ avec la caméra IR dans une configuration donnée (temps d'intégration, position de la caméra...). La luminance du corps noir environnement $L_{\Delta\lambda}^0(T_{amb})$ est mesurée en filmant un diffuseur en papier d'aluminium froissé placé au même endroit que les échantillons et dont les multiples facettes réfléchissent dans toutes les directions. Le signal en DL (Digital Level) délivré par la caméra IR étant proportionnel à la luminance, il suffit de remplacer les luminances de l'équation (29) par le signal correspondant en DL.

2.3.2.3 Transmittance en fonction de l'épaisseur de peinture

Deux groupes d'échantillons avec différentes épaisseurs de peinture sont testés :

- Sept échantillons avec peinture « Jelt noir mat 700 °C »
- Dix échantillons avec peinture « Nextel Velvet-Coating 811-21 »

Les différentes épaisseurs de peinture ont été obtenues en déposant un nombre de couches de peinture différent sur chaque échantillon. Cette épaisseur de peinture a été mesurée par profilométrie optique au moyen d'un microscope confocal en comparant l'altitude de la surface peinte avec celle du silicium sous-jacent (détails en Annexe D p. 227). Chacun de ces échantillons peints est testé à côté d'un échantillon en silicium non peint issu du même wafer d'après le montage expérimental décrit sur la figure 2-19. Deux campagnes de mesure ont été réalisées durant deux journées différentes. Lors de chaque campagne, deux mesures sont réalisées pour chaque échantillon : une avec la peinture côté caméra et une avec la peinture côté corps chaud. Les valeurs de transmittance obtenues d'après l'équation (29) étant similaires pour les deux orientations, seule les valeurs moyennes de transmittance τ''_{pt} pour chaque échantillon sont données sur la figure 2-20.

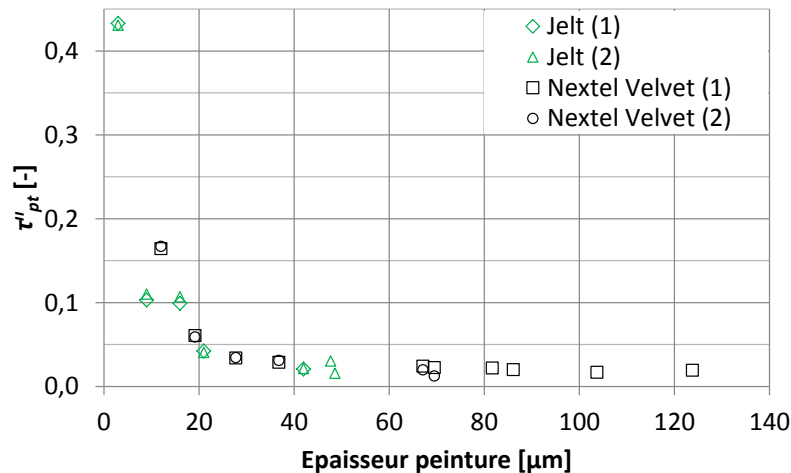


Figure 2-20. Transmittance quasi normale τ''_{pt} imputable à la peinture déposée sur le silicium et mesurée lors des campagnes de mesure n° 1 et n° 2 pour les peintures « Jelt noir mat 700 °C » et « Nextel Velvet-Coating 811-21 ».

Les valeurs de transmittance de la deuxième campagne d'essais sont globalement similaires à celles de la première campagne, ce qui montre que la reproductibilité de la mesure est bonne. La figure 2-20 montre que l'évolution de la transmittance τ''_{pt} en fonction de l'épaisseur de peinture est identique pour les deux peintures « Nextel Velvet-Coating 811-21 » et « Jelt noir mat 700 °C ». Cette transmittance τ''_{pt} cesse de diminuer à partir d'une épaisseur de peinture d'environ 40-50 μm. Ces peintures peuvent donc être considérées comme opaques pour des épaisseurs supérieures à 40-50 μm. Ceci est cohérent avec la recommandation du fabricant de la peinture « Nextel Velvet-Coating 811-21 » d'appliquer 45-55 μm de peinture.

2.3.2.4 Choix de la peinture pour le projet T3D

La peinture « Nextel Velvet-Coating 811-21 » présente l'avantage d'être une peinture de référence en optique : son émissivité est élevée ($\approx 0,97$) et est documentée dans la littérature. En revanche, c'est une peinture à deux composants et son application doit se faire au pistolet à peinture

à air comprimé. Ceci introduit une multitude de variables pour l'application (débit d'air, débit de peinture, angle d'ouverture du spray, diamètre de buse, dosage du mélange peinture/diluant, etc.) ainsi qu'un travail de préparation (dosage précis peinture/diluant) et de nettoyage du matériel après utilisation (démontage et nettoyage du pistolet et de la verrerie utilisée pour le dosage). Enfin et surtout, l'emploi de la peinture « Nextel Velvet-Coating 811-21 » ne permet pas de réduire l'épaisseur de peinture à appliquer sur les échantillons T3D par rapport à la peinture « Jelt noir mat 700 °C » étant donné leur opacité similaire.

En comparaison, la peinture « Jelt noir mat 700 °C » est bien plus rapide et facile à mettre en œuvre puisqu'il s'agit d'une simple bombe de peinture et elle est aussi opaque que la peinture de référence « Nextel Velvet-Coating 811-21 ». Le seul inconvénient de la peinture Jelt est que ses caractéristiques optiques sont inconnues *a priori*. Cet inconvénient est levé par une mesure spectrométrique réalisée par Influtherm. Il en ressort que la peinture Jelt est un corps gris d'émissivité environ 0,97 dans le domaine spectral de la caméra IR (Annexe C p. 224). Au vu des avantages et inconvénients de chaque peinture, la peinture « Jelt noir mat 700 °C » est retenue pour opacifier les échantillons du projet T3D.

En conclusion, la mise en place d'un dispositif expérimental spécifique et la modélisation des phénomènes radiatifs associés ont permis de mesurer le degré d'opacité des deux peintures testées « Nextel Velvet-Coating 811-21 » et « Jelt noir mat 700 °C ». Ces deux peintures peuvent être considérées comme opaques dans la gamme spectrale de la caméra IR à partir de 40 μm d'épaisseur. La peinture « Jelt noir mat 700 °C » a été retenue comme unique peinture du projet T3D car elle est la plus commode à utiliser et car elle n'implique pas de surépaisseur par rapport à l'autre peinture. Les mesures d'épaisseur réalisées sur différents échantillons montrent que sauf exception, l'épaisseur de 12 couches de peinture Jelt est supérieure ou égale à 40 μm . Sauf indication contraire, tous les échantillons peints dans le cadre du projet T3D ont reçu 12 couches de peinture « Jelt noir mat 700 °C ». Des mesures spectrométriques montrent que la peinture Jelt est un corps gris voire noir dans la gamme spectrale de la caméra IR car son émissivité ϵ est quasi constante ($\epsilon \approx 0,97$).

La mesure spectrométrique de l'émissivité de la peinture n'est cependant pas suffisante pour mesurer une température correcte avec la caméra infrarouge. Les raisons à cela ainsi que la méthode employée pour contourner ce problème sont exposées dans la section suivante.

2.3.3 Etalonnage de la mesure de température par thermographie IR

L'objectif est de déterminer l'émissivité à rentrer dans le logiciel « Altair » de la caméra IR ou « émissivité caméra » ϵ_{cam} pour pouvoir transcrire la mesure de la luminance issue de la peinture en une température juste. L'incertitude sur l'émissivité caméra ainsi que l'incertitude sur la température mesurée par thermographie IR sont ensuite estimées.

2.3.3.1 Problématique

Une méthode simple consiste à partir de l'émissivité monochromatique quasi normale de la peinture ϵ'_{pt} mesurée sur spectromètre. Le chemin optique séparant l'échantillon de la caméra IR sur le banc d'essai standard (figure 2-14) étant d'environ 1,2 m, l'atmosphère peut être considérée comme transparente dans la gamme de mesure de la caméra infrarouge (2,5-5,5 μm). L'émissivité de la peinture vue par la caméra IR ϵ_{cam} dépend alors de la réflectance ρ_{mir} de chaque miroir IR, de

l'émissivité quasi normale de la peinture ε'_{pt} ainsi que d'un facteur de correction correspondant à l'incertitude de mesure de la caméra IR f_{corr} :

$$\varepsilon_{cam} = f_{corr} \rho_{mir}^2 \varepsilon'_{pt} \quad (30)$$

Or, l'incertitude sur l'émissivité de la peinture est de +/- 5 % (Annexe C p. 224), l'incertitude sur la réflectance ρ_{mir} des miroirs IR est de +/- 1,5 % (Annexe B p. 213) et l'incertitude de mesure de la caméra IR donnée par le constructeur est de +/- 1 K pour $T < 100$ °C et +/- 1 % au-delà (Annexe B p. 215). L'émissivité caméra ε_{cam} ne peut donc pas être déterminée avec une incertitude inférieure à +/- 9 % à partir de l'équation (30).

2.3.3.2 Dispositif expérimental d'étalonnage

Afin de déterminer l'émissivité caméra ε_{cam} de manière plus précise, un échantillon peint comprenant un thermocouple en son centre est fabriqué au CETHIL. Cet échantillon consiste en une plaque de cuivre de dimensions 20 x 20 x 1 mm³ dans laquelle une rainure de largeur 300 µm et de profondeur 500 µm a été usinée selon la diagonale d'une des faces. La soudure chaude du thermocouple est positionnée au milieu de la rainure puis celle-ci est rebouchée par un fil de cuivre de diamètre et de longueur adéquats. Le tout est ensuite peint avec 12 couches de peinture Jelt sur chaque face, comme les échantillons T3D (figure 2-21).

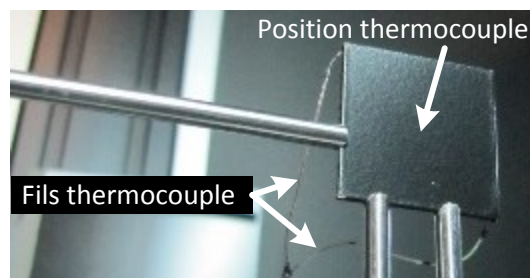


Figure 2-21. Échantillon en cuivre équipé d'un thermocouple, peint en noir et positionné sur le porte-échantillon.

Le thermocouple utilisé est de type K, comme les trois thermocouples servant à mesurer la température d'air dans l'enceinte optique. Une boîte de soudure froide réalisée au laboratoire et un multimètre Keithley 2701 communiquant avec un programme Labview installé sur un PC complètent le dispositif. Ces quatre thermocouples ont été étalonnés en même temps au moyen d'un bain thermostaté (Huber Unistat CC) et d'un thermomètre de référence (PHP601 Thermomètre AOIP avec sonde AOIP Pt100 AN5847). L'incertitude de mesure incluant l'incertitude de la sonde Pt100 de la soudure froide relevée pour ces quatre thermocouples est de +/- 0,2 K entre 0 et 100 °C.

2.3.3.3 Procédure expérimentale

L'échantillon peint contenant le thermocouple est chauffé par le laser jusqu'à atteindre une température stationnaire. L'émissivité caméra est alors ajustée dans le logiciel « Altair » jusqu'à ce que la moyenne des températures mesurées dans les zones centrales des faces amont et aval de l'échantillon par la caméra IR soit égale à celle mesurée par le thermocouple. La procédure est répétée pour différentes températures. La figure 2-22 présente les émissivités caméra obtenues ainsi que les barres d'incertitude associées correspondant à l'incertitude de +/- 1 K de la caméra et de +/- 0,2 K du thermocouple, soit +/- 1,2 K en tout.

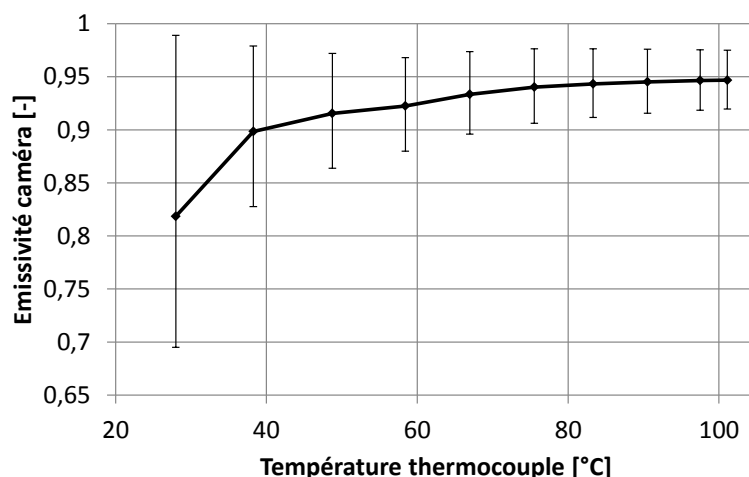


Figure 2-22. Barres d'incertitude sur l'émissivité caméra correspondant à une incertitude de $\pm 1,2$ K sur l'écart de température entre la température mesurée par la caméra IR et la température mesurée par thermocouple.

L'incertitude sur la valeur d'émissivité caméra décroît à mesure que la différence de température entre l'échantillon et l'ambiance croît. Cette incertitude n'a pas d'importance pour les mesures de type flash réalisées à température ambiante (20 °C) car l'allure des thermogrammes mesurés lors des essais de type flash ne dépend pas de l'émissivité caméra considérée, comme cela est montré en Annexe F. En revanche, pour les essais de type écrêtage où le stockage d'énergie par le MCP sous forme latente est étudié, c'est-à-dire sur la plage de température 60-100 °C, la connaissance de l'émissivité caméra est importante. Or l'incertitude sur l'émissivité caméra donnée sur la figure 2-22 est issue de l'incertitude du thermocouple et surtout de la caméra IR.

2.3.3.4 Incertitude sur l'émissivité caméra

Afin de ne pas s'arrêter à l'incertitude de la caméra IR donnée par le constructeur (± 1 K) et afin d'estimer l'incertitude réelle associée à l'émissivité caméra, plusieurs mesures sont réalisées pour différents réglages de la caméra (temps d'intégration, fréquence) sur trois journées différentes. La mesure avec un temps d'intégration de 565 μ s et une fréquence d'acquisition de 25 Hz a même été répétée deux fois lors de la deuxième journée (mesure « 2 bis »). La figure 2-23 récapitule toutes ces mesures.

Il ressort qu'une même mesure (même temps d'intégration, même fréquence d'acquisition) répétée plusieurs fois ne donne pas exactement la même valeur d'émissivité caméra. Les variations d'émissivité caméra correspondent à la reproductibilité de la chaîne de mesure : peinture, thermocouple et sa chaîne d'acquisition, caméra IR. Pour les mesures d'écrêtage entre 60 et 100 °C, c'est-à-dire pour un temps d'intégration de 565 μ s, l'incertitude sur l'émissivité caméra liée à la seule reproductibilité de toute la chaîne de mesure est donc de l'ordre de ± 1 % pour une température donnée.

Les écarts constatés entre les différentes mesures de la figure 2-23 sont bien supérieurs à l'incertitude liée à la seule reproductibilité de la chaîne de mesure discutée précédemment. Ceci est dû au fait que pour cette caméra IR, la fréquence d'acquisition ainsi que le temps d'intégration choisis influent de manière importante et reproductible sur la valeur d'émissivité caméra à considérer.

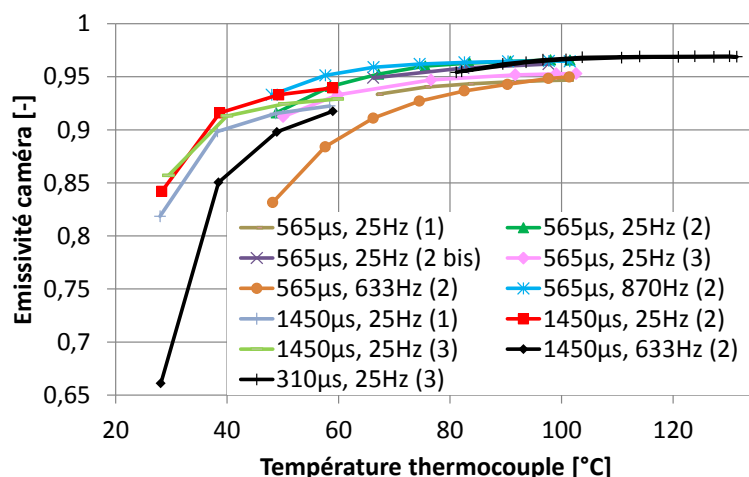


Figure 2-23. Emissivité caméra en fonction de la température d'échantillon mesurée au thermocouple pour différents temps d'intégration, différentes fréquence d'acquisition et différents jours de mesure (jours 1, 2 et 3).

2.3.3.5 Détermination de l'émissivité caméra

L'émissivité caméra à considérer pour mesurer une température de peinture juste est propre à une configuration caméra donnée (temps d'intégration, fréquence). Pour les mesures de type flash à température ambiante, l'émissivité caméra n'ayant pas d'incidence sur l'allure des thermogrammes (Annexe F), celle-ci est fixée à 0,9. Pour les mesures d'écrtage thermique, le domaine d'intérêt se situe entre 60 et 100 °C. Sur cette plage de température, l'émissivité caméra correspondant au réglage utilisé (565 μs – 25 Hz) varie peu et vaut 0,95 +/- 2 %. Pour les mesure de cyclage thermique (310 μs – 5 Hz), de la même manière, l'émissivité caméra est prise égale à 0,97. Ces valeurs d'émissivité caméra sont celles reportées dans le tableau 2-6. Elles prennent donc en compte l'émissivité de la peinture, la réflectance des miroirs IR et le biais effectif induit par la caméra IR.

L'incertitude de +/- 2 % sur l'émissivité caméra obtenue pour la configuration 565 μs – 25 Hz sur la plage de température 60-100 °C est nettement inférieure aux +/- 9 % de l'émissivité caméra estimée d'après l'équation (30). En effet, la méthode d'étalonnage utilisée ici permet de s'affranchir des incertitudes sur l'émissivité de la peinture et sur la réflectance des miroirs IR, et de prendre en compte le biais réel de la caméra IR. Cette incertitude de +/- 2 % sur l'émissivité caméra correspond à une incertitude sur la température mesurée par caméra IR de +/- 0,5 K à 60 °C et de +/- 0,8 K à 100 °C pour la configuration 565 μs – 25 Hz. En considérant l'incertitude de la mesure de température par thermocouple (+/- 0,2 K), l'incertitude totale de la mesure de température de peinture par thermographie infrarouge entre 60 °C et 100 °C est donc de +/- 1,0 K pour la configuration expérimentale utilisée.

En conclusion, une procédure d'étalonnage de la caméra IR a été développée au moyen d'un échantillon peint incluant un thermocouple en son sein. La mesure par thermocouple permet d'identifier l'émissivité caméra à utiliser pour mesurer une température de peinture juste, celle-ci dépendant de l'émissivité de la peinture, de la réflectance des miroirs IR et du biais de mesure induit par la caméra. Il ressort que ce biais dépend du temps d'intégration et de la fréquence d'acquisition de la caméra IR. L'émissivité caméra adéquate a été déterminée pour les trois types principaux de mesure du projet T3D (flash, écrtage, cyclage thermique). Pour les mesures d'écrtage où la connaissance précise de la température est importante, la procédure d'étalonnage mise en place

permet de ramener l'incertitude sur l'émissivité caméra de $\pm 9\%$ à $\pm 2\%$. Cela correspond à une incertitude sur la température de peinture mesurée par thermographie IR de $\pm 1,0\text{ K}$ sur la plage de température d'intérêt de $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ - $100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Dans cette section, la procédure d'étalonnage de l'ensemble {caméra IR + miroirs IR + peinture + thermocouple} a permis entre autres de déterminer les émissivités caméra à utiliser pour les mesures de type écrêtage et cyclage thermique. En revanche, il est montré dans l'Annexe F que l'émissivité caméra n'a pas d'importance pour les mesures de type flash. Lorsque l'échantillon comporte une face aval opacifiée par une couche métallique, il est donc préférable de le tester en configuration non peinte. En effet, la présence d'une couche additionnelle de peinture est inutile dans ce cas là et elle introduit un déphasage de thermogramme aval mesuré, comme montré dans la section suivante.

2.3.4 Influence de la peinture sur le thermogramme aval

La peinture présente sur les faces amont et/ou aval de certains échantillons T3D induit un déphasage temporel du thermogramme mesuré en face aval lors d'une mesure de type flash. Afin de quantifier ce déphasage, une plaque en silicium de surface $20 \times 20\text{ mm}^2$, d'épaisseur $680\text{ }\mu\text{m}$ et couverte de 12 couches de peinture Jelt sur chacune de ses deux faces, est soumise à un essai de type flash à température ambiante. Le profil temporel du flash laser consiste en réalité en un créneau de durée 11 ms. Le thermogramme aval moyen issu de cinq essais consécutifs identiques est calculé et comparé ci-après au cas sans peinture.

Le même essai sans peinture n'est pas possible car la semi-transparence du silicium dans l'infrarouge ne permet pas de mesurer le thermogramme aval avec la caméra IR. Afin de comparer le thermogramme aval du silicium peint avec celui du silicium non peint, ce dernier est calculé numériquement à partir d'un modèle de conduction instationnaire 1D et des propriétés thermiques du silicium données par le tableau 2-1.

La figure 2-24 montre le thermogramme aval calculé pour le silicium non peint ainsi que le thermogramme aval moyen mesuré pour le silicium peint. La peinture présente sur les deux faces du silicium induit un déphasage d'environ 10 ms du thermogramme aval au moment de la demi-montée en température.

Ce déphasage de l'ordre de 10 ms sera à prendre en compte dans le cas d'échantillons affichant des montées en température aussi rapides que celle mesurée ici pour la peinture aval. Dans le cas d'une montée en température nettement plus lente que celle mesurée ici ($t_{1/2} > 50\text{ ms}$) ou dans le cas où l'objectif est la comparaison de la résistance thermique de différents échantillons et non une estimation quantitative de celle-ci, le déphasage induit par la peinture pourra être négligé.

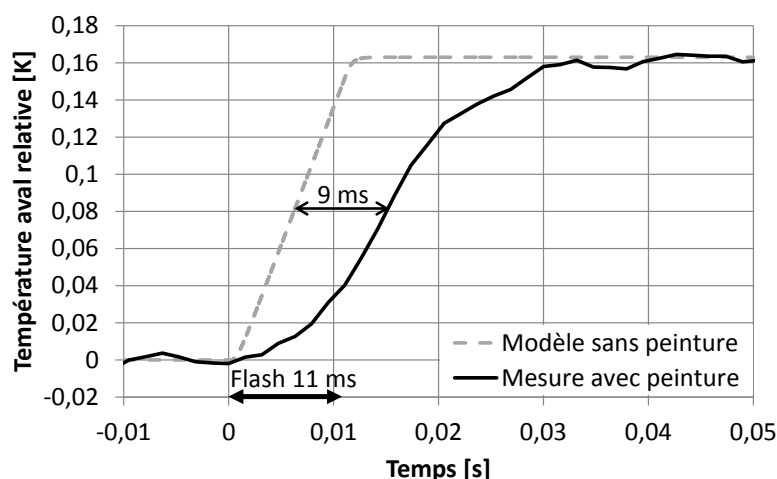


Figure 2-24. Comparaison du thermogramme aval mesuré sur un échantillon en silicium d'épaisseur 680 μm peint avec 12 couches de peinture Jelt par face avec le thermogramme aval théorique de la même plaque en silicium non peinte suite à un créneau laser de durée effective 11 ms.

2.3.5 Conclusions

La semi-transparence du silicium T3D dans l'infrarouge rend l'utilisation d'une couche opaque additionnelle nécessaire afin de pouvoir mesurer un signal IR qui ne corresponde qu'à la seule face aval de l'amortisseur thermique. La micro-structuration de la surface du silicium ainsi que le dépôt de couches minces ont été envisagés mais c'est la peinture noire qui a été retenue pour constituer un revêtement opaque d'émissivité élevée et reproductible.

Deux peintures différentes ont été mises en œuvre et caractérisées optiquement au moyen d'un dispositif expérimental dédié. Il ressort que les deux peintures sont opaques à partir d'une épaisseur de 40 μm dans la gamme spectrale de la caméra IR. La peinture « Jelt noir mat 700 °C » a été retenue comme peinture du projet T3D car elle est nettement plus pratique à utiliser que l'autre peinture sans pour autant nécessiter une épaisseur de peinture supérieure pour être opaque. Des mesures spectrométriques montrent que cette peinture Jelt est un corps gris d'émissivité élevée dans le domaine spectral du laser et de la caméra IR.

Cependant, les incertitudes sur l'émissivité de la peinture, sur la réflectance des miroirs IR et de la caméra IR rendent nécessaire l'étalonnage de la chaîne complète de mesure de température de peinture par thermographie IR. A cette fin, un dispositif expérimental spécifique comprenant un échantillon en cuivre peint et intégrant un thermocouple étalonné en son sein est mis en place. Plusieurs campagnes de mesure sont réalisées et font ressortir que l'émissivité caméra dépend fortement du temps d'intégration et de la fréquence d'acquisition de la caméra IR.

Pour les mesures de type flash, l'émissivité caméra considérée n'a pas d'incidence sur l'allure du thermogramme et donc sur la caractérisation thermique de l'amortisseur. En revanche, pour les mesures d'écrtage, la connaissance de la température de l'échantillon dans la gamme 60 °C - 100 °C est importante. Pour la configuration caméra correspondante, la procédure d'étalonnage permet de déterminer l'émissivité caméra avec une incertitude de $\pm 2\%$ au lieu des $\pm 9\%$ avant étalonnage. L'incertitude sur la température de peinture mesurée dans ces conditions par la caméra IR entre 60 °C et 100 °C est de ± 1 K.

Enfin, le déphasage temporel dû à la présence de peinture sur l'échantillon T3D est estimé en comparant le thermogramme aval d'une simple plaque en silicium peinte sur ses deux faces avec celui de la même plaque non peinte. Ce dernier n'étant pas accessible expérimentalement, il est calculé au moyen d'un code de calcul de conduction 1D instationnaire de la chaleur. Il ressort que la présence de peinture provoque une augmentation du temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ mesuré en face aval d'environ 10 ms.

Après avoir mis en place un moyen de mesurer la température des amortisseurs T3D, en l'occurrence la peinture, et après avoir évalué l'incertitude sur cette mesure de température et le biais associé à la peinture sur le temps de demi-montée en température mesuré, la partie suivante traite des conditions aux limites thermiques de l'amortisseur T3D dans le banc d'essai.

2.4 Caractérisation des conditions aux limites thermiques de l'échantillon

Cette partie traite des échanges thermiques entre l'échantillon tel que disposé sur le banc d'essai et son environnement. Un bilan thermique sur l'échantillon est tout d'abord dressé. Une méthode d'estimation expérimentale de la conductance thermique globale entre l'échantillon et son environnement incluant les trois modes de transfert thermique est ensuite proposée. Enfin, la puissance de refroidissement, c'est-à-dire la puissance échangée entre l'échantillon et son environnement hors laser, est estimée expérimentalement et comparée aux puissances théoriques échangées par rayonnement et par convection naturelle afin d'évaluer l'ordre de grandeur de chacun des trois modes de transfert thermique.

2.4.1 Bilan thermique de l'échantillon pour des chauffes supérieures à la seconde

Lors des essais de type flash, la faible différence de température entre l'échantillon et l'environnement ($< 0,2$ K) et la faible durée de la montée en température (de l'ordre de 0,1 s) permettent de négliger les échanges thermiques entre l'échantillon et l'environnement. Lors des essais d'écrouissage thermique au contraire, ces échanges doivent être pris en compte car la différence de température atteint 80 K et la durée du phénomène observé plusieurs dizaines de secondes. Dans cette section, le bilan thermique de l'échantillon pour des chauffes de durée supérieure à la seconde est donc dressé.

Pour tous les essais, l'échantillon est disposé verticalement sur le porte-échantillon (figure 2-17). Le flux thermique entrant correspond à la fraction absorbée du flux laser uniforme éclairant l'ensemble de sa face amont (figure 2-16). Le flux thermique sortant de l'échantillon vers l'environnement passe par trois voies (figure 2-25) :

- Échange radiatif avec les parois de l'enceinte. Étant donné l'inertie thermique importante de l'enceinte (≈ 250 kg d'aluminium), la faible puissance optique du laser (≤ 30 W) et la durée des sollicitations thermiques et des acquisitions (< 20 s et ≤ 70 s, hors cyclage thermique), la température des parois de l'enceinte peut être considérée comme constante tout au long d'une mesure et égale à la température ambiante T_{amb} .
- Convection naturelle avec l'air ambiant présent dans l'enceinte (convection forcée pour le cas spécifique des essais de cyclage thermique). Étant donné le volume d'air présent dans l'enceinte (≈ 2 m³), la hauteur entre l'échantillon et le haut de l'enceinte (≈ 1 m) et la température constante des parois de l'enceinte avec lesquelles l'air échange également

par convection naturelle, la température de l'air peut être considérée comme constante tout au long d'une mesure et égale à la température ambiante T_{amb} .

- Conduction au niveau des contacts entre l'échantillon et les pattes du porte-échantillon. En fonction de la géométrie réelle des échantillons, il y a un ou deux contacts par patte, ces contacts pouvant aller du contact ponctuel au contact linéique. La surface de contact totale entre l'échantillon et les pattes de maintien est inconnue mais très faible ($< 1 \text{ mm}^2$).

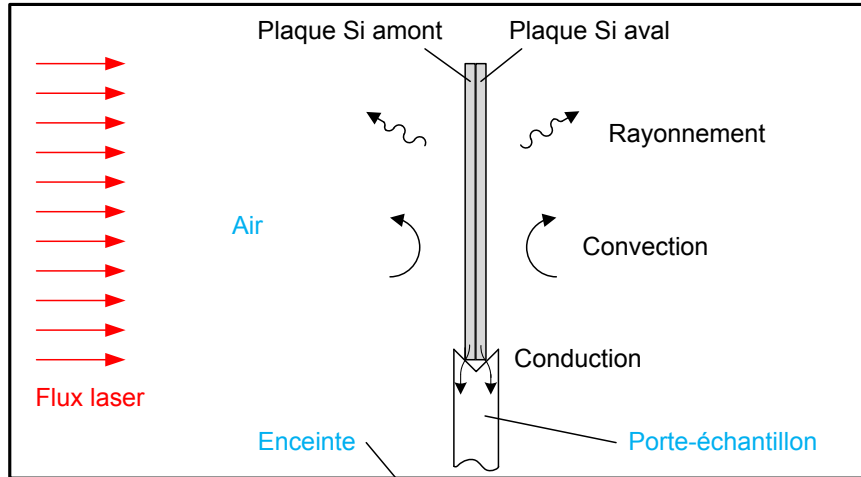


Figure 2-25. Schéma des conditions aux limites thermiques de l'échantillon sur le banc d'essai. La convection peut être naturelle (cas général) ou forcée (essais de cyclage thermique).

La capacité thermique totale apparente à pression constante $(mc_p)_{tot}$ de l'échantillon comprend les capacités thermiques classiques de ses différents constituants $\sum_i m_i c_{p,i}$ (i représentant le silicium, le matériau de scellement, le MCP hors changement de phase, etc.) ainsi que la capacité thermique équivalente du MCP due uniquement au changement de phase $m_{MCP} c_{p,eq,fus}$ ou $m_{MCP} c_{p,eq,sol}$ selon le cas (figure 2-6). Cette capacité thermique totale apparente $(mc_p)_{tot}$ est explicitée sur la figure 2-26 et s'écrit, par exemple pour un échantillon en phase de chauffe scellé avec de la résine SU-8 :

$$(mc_p)_{tot} = m_{Si} c_{p,Si} + m_{MCP} c_{p,MCP} + m_{SU8} c_{p,SU-8} + \dots + m_{MCP} c_{p,eq,fus} \quad (31)$$

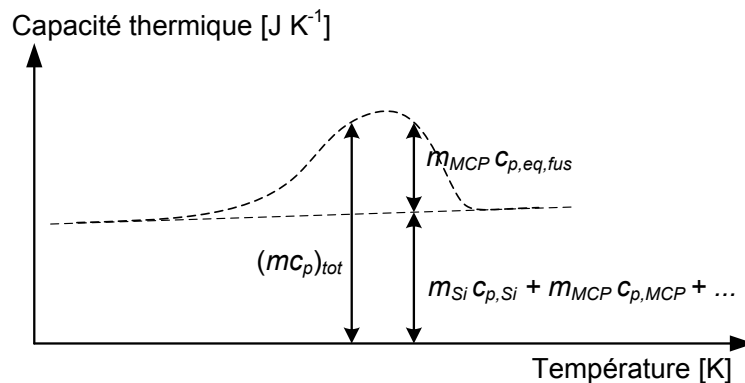


Figure 2-26. Définition des différentes capacités thermiques de l'échantillon, ici en phase de chauffe : capacité thermique totale apparente $(mc_p)_{tot}$, capacité thermique équivalente due uniquement à la fusion du MCP $m_{MCP} c_{p,eq,fus}$, et capacités thermiques classiques $m_{Si} c_{p,Si} \dots$. Pour plus de clarté, la courbe en phase de refroidissement, légèrement différente dans la zone de changement de phase, n'est pas affichée, mais le principe est le même en remplaçant $c_{p,eq,fus}$ par $c_{p,eq,sol}$.

Un bilan thermique simplifié de l'échantillon sollicité sur une durée supérieure à la seconde, soit l'ordre de grandeur du temps d'homogénéisation de la température pour une plaque de silicium de 20 x 20 x 0,2 mm³, est développé à partir des hypothèses supplémentaires suivantes :

- La température de l'échantillon est uniforme et égale à la température moyenne $T_m(t)$.
- La température de l'environnement (air ambiant, pattes de maintien et surfaces autour de l'échantillon, notamment l'enceinte) est constante et égale à T_{amb} .
- Les transferts thermiques radiatifs, convectifs et conductifs entre l'échantillon et son environnement (discutés ci-dessus) sont caractérisés par une conductance thermique globale G_{env} qui ne dépend que de T_m et pas du temps (dynamique des cellules de convection négligée ; échauffement du porte-échantillon négligé).

Avec ces hypothèses et avec Q_{abs} le flux laser absorbé par l'échantillon, le bilan thermique de l'échantillon s'écrit :

$$Q_{abs} - G_{env}(T_m - T_{amb}) = (mc_p)_{tot} \frac{dT_m}{dt} \quad (32)$$

avec T_m la température moyenne de l'échantillon définie comme la moyenne des températures des plaques en silicium amont T_{am} et aval T_{av} pondérée par leurs masses respectives $m_{Si,am}$ et $m_{Si,av}$, les autres masses (MCP, couches minces, peinture...) étant négligées pour ce calcul :

$$T_m = \frac{m_{Si,am}T_{am} + m_{Si,av}T_{av}}{m_{Si,am} + m_{Si,av}} \quad (33)$$

2.4.2 Estimation de la conductance thermique G_{env} entre l'échantillon et l'environnement

La conductance thermique globale G_{env} caractérisant l'échange thermique entre l'échantillon et son environnement peut être estimée durant la phase de refroidissement du test d'écrtage à partir de la capacité thermique totale apparente $(mc_p)_{tot}$ de l'échantillon (estimation détaillée dans la section 3.1.3) et de la température moyenne d'échantillon T_m mesurée. En reprenant le bilan thermique (éq. (32)) et ses hypothèses (2.4.1) durant la phase de refroidissement, il vient, avec $\frac{dT_{m,ref}}{dt}$ la dérivée de T_m mesurée pendant la phase de refroidissement (donc laser à l'arrêt) :

$$G_{env} = - \frac{(mc_p)_{tot,ref} \frac{dT_{m,ref}}{dt}}{T_{m,ref} - T_{amb}} \quad (34)$$

Avec les hypothèses formulées, pour une configuration donnée de l'environnement (porte-échantillon, convection naturelle ou forcée, enceinte), G_{env} ne dépend que des caractéristiques de l'enveloppe de l'échantillon (dimensions et propriétés radiatives) et de sa température mais pas du temps. Autrement dit, deux échantillons à la même température T_m et ayant les mêmes dimensions extérieures et le même état de surface (peinture, silicium) présenteront une conductance thermique globale G_{env} identique. De plus, la conductance thermique globale G_{env} estimée en phase de refroidissement est égale à celle en phase de chauffe, toujours pour une même température T_m .

La figure 2-27 montre la conductance thermique globale G_{env} estimée à partir de l'équation (34) pour l'échantillon $G2-oo-1-100$ peint sur les coins, de dimensions extérieures et d'état de surface similaires à l'échantillon $G2-oP-4-150$ de la figure 4-2. G_{env} augmente avec la température d'échantillon T_m notamment du fait des échanges radiatif et convectif.

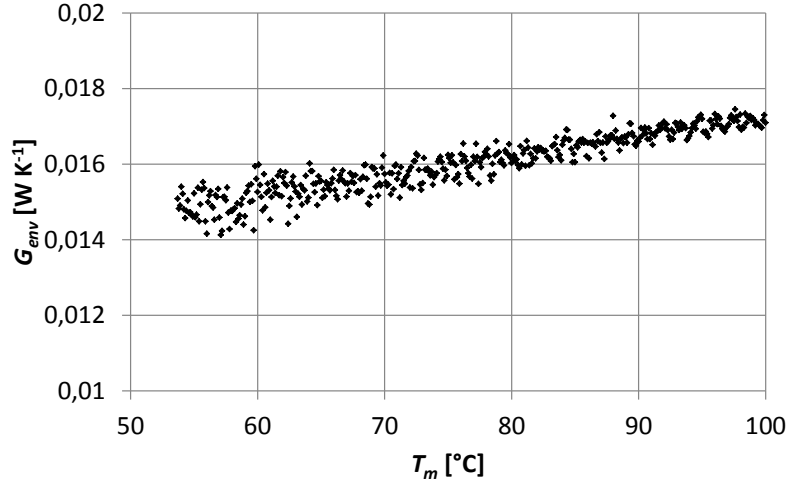


Figure 2-27. Conductance thermique globale G_{env} pour un échantillon de dimensions extérieures standard $20 \times 20 \times 0,76 \text{ mm}^3$ (ici $G2-oo-1-100$ peint sur deux coins par face, la surface de chaque coin de peinture étant de l'ordre de 15 mm^2) en fonction de T_m et avec le banc d'essai en configuration standard (convection naturelle).

La conductance thermique G_{env} est la somme des conductances thermiques des plaques amont et aval vers l'environnement, respectivement $G_{env,am}$ et $G_{env,av}$:

$$G_{env} = G_{env,am} + G_{env,av} \quad (35)$$

Pendant la phase de refroidissement, la température de l'amortisseur est supposée uniforme et égale à $T_m = T_{am} = T_{av}$. Ceci est justifié par le fait qu'en l'absence de flux laser entrant, le flux transmis entre les deux plaques de silicium et la différence de température $T_{am} - T_{av}$ sont faibles.

Pour un amortisseur dont les deux plaques sont de dimensions extérieures identiques et dont la surface peinte est identique, les échanges radiatifs, convectifs et conductifs sont supposés identiques sur ses deux faces. Il vient alors :

$$G_{env,am} = G_{env,av} = \frac{1}{2} G_{env} \quad (36)$$

Dans le cas plus général (mais moins fréquent pour le projet T3D) de deux plaques en silicium de dimensions différentes, il est supposé que la conductance thermique $G_{env,am}$ est proportionnelle à la surface externe de la plaque aval S_{am} :

$$G_{env,am} = \frac{S_{am}}{S_{am} + S_{av}} G_{env} \quad (37)$$

De même :

$$G_{env,av} = \frac{S_{av}}{S_{am} + S_{av}} G_{env} \quad (38)$$

Les surfaces externes S_{am} et S_{av} sont les surfaces des plaques amont et aval appartenant à l'enveloppe externe de l'amortisseur (figure 2-28).

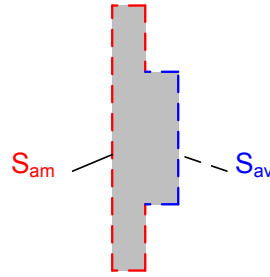


Figure 2-28. Définitions des surfaces externes des plaques amont S_{am} et aval S_{av} .

2.4.3 Estimation de la puissance de refroidissement P_{ref} donnée de l'échantillon à l'environnement

La puissance totale échangée entre l'échantillon et l'environnement ou puissance totale de refroidissement P_{ref} se compose de la somme de trois termes : la puissance échangée par rayonnement avec l'environnement, notamment avec l'enceinte, la puissance échangée par convection avec l'air et la puissance échangée par conduction avec les pattes du porte-échantillon. Cette puissance P_{ref} s'obtient comme suit à partir des mesures sur banc d'essai :

$$P_{ref} = G_{env}(T_m - T_{amb}) = -(mc_p)_{tot,ref} \frac{dT_{m,ref}}{dt} \quad (39)$$

La puissance de refroidissement P_{ref} varie de 0,6 W à 1,4 W entre 60 °C et 100 °C pour l'échantillon G2-00-1-100 de dimensions extérieures 20 x 20 x 0,76 mm³ peint sur deux coins par face et pour la configuration classique du banc d'essai (convection naturelle) et à la température ambiante $T_{amb} = 20$ °C (figure 2-29). Elle augmente avec la température T_m de l'échantillon, en premier lieu du fait de l'augmentation de l'écart de température $T_m - T_{amb}$ entre l'échantillon et l'environnement, et en second lieu du fait de la légère augmentation de G_{env} (figure 2-27).

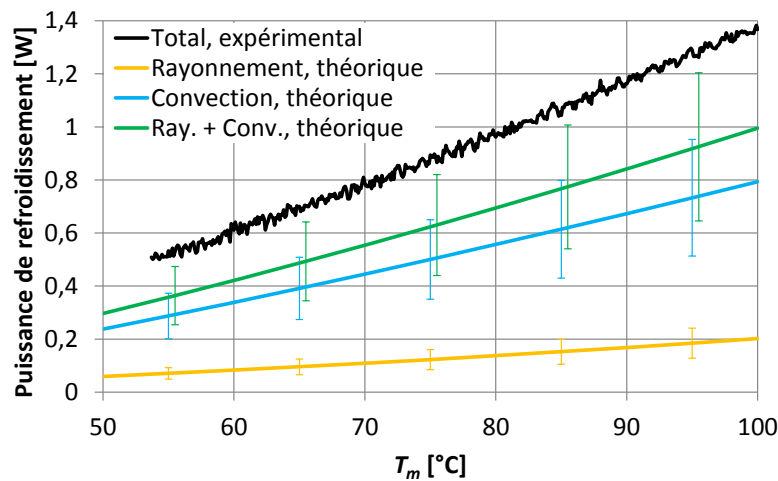


Figure 2-29. Puissance totale de refroidissement P_{ref} déterminée expérimentalement pour l'échantillon G2-00-1-100 peint sur deux coins par face en fonction de sa température T_m et avec le banc d'essai en configuration classique (convection naturelle). Puissances théoriques échangées par rayonnement, par convection, ainsi que la somme des deux, et incertitudes associées.

Sur la figure 2-29 sont également tracées les puissances échangées entre l'échantillon et l'environnement par le rayonnement, par la convection naturelle et par les deux modes additionnés (rayonnement et convection naturelle). Le détail du calcul de ces puissances théoriques et des incertitudes associées est donné en Annexe E p. 235. Ces courbes correspondent à un échantillon dont la surface peinte est faible ($\approx 60 \text{ mm}^2 / 800 \text{ mm}^2$). Le même échantillon intégralement peint aurait une puissance échangée par rayonnement environ trois fois plus élevée que celle représentée sur la figure 2-29, soit du même ordre que la puissance échangée par convection naturelle avec l'air. La puissance totale de refroidissement s'en trouverait alors augmentée d'autant.

La comparaison de la puissance totale de refroidissement P_{ref} mesurée expérimentalement avec les puissances théoriques échangées par rayonnement et par convection montre que les ordres de grandeur de ces puissances sont corrects. Les incertitudes sur les puissances théoriques et expérimentales ne permettent cependant pas de connaître l'ordre de grandeur de la puissance échangée par conduction entre l'échantillon et les pattes du porte-échantillon. Il ressort tout de même que le mode de transfert thermique par convection est prédominant sur les autres modes pour l'échantillon considéré dont la surface peinte est faible (environ 60 mm^2 sur 800 mm^2). Pour les échantillons intégralement peints, la puissance échangée par rayonnement avec l'environnement est du même ordre que celle échangée par convection naturelle.

En conclusion, la section 2.4 a permis de poser le bilan thermique de l'échantillon T3D et les hypothèses associées. Les différents modes de transfert thermique entre l'échantillon et l'environnement sont discutés. La capacité thermique totale apparente de l'échantillon incluant l'effet du changement de phase du MCP est définie. Les éléments définis en 2.4.1 permettent ensuite d'estimer expérimentalement la conductance thermique globale de l'échantillon vers l'environnement G_{env} à partir de la phase de refroidissement d'une mesure de type écrêtage thermique. Il est aussi possible d'estimer la conductance thermique entre chacune des plaques et l'environnement en prenant en compte les surfaces respectives en jeu. Enfin, la puissance totale de refroidissement P_{ref} est estimée à partir de la conductance thermique G_{env} pour un échantillon T3D. Cette puissance déterminée expérimentalement est comparée aux puissances théoriques échangées entre l'échantillon et l'environnement par rayonnement et par convection naturelle. Il ressort que les ordres de grandeur de ces puissances expérimentale et théoriques sont corrects et que la puissance échangée par convection naturelle avec l'air est le mode de transfert prédominant pour le refroidissement d'un échantillon peint sur une faible surface tel que la plupart des échantillons subissant un test d'écrêtage thermique.

2.5 Conclusions

Dans la partie 2.1, les différents procédés de fabrication employés par les partenaires du projet T3D pour fabriquer chacune des quatre générations d'échantillons T3D sont synthétisés afin de fournir une vue d'ensemble des caractéristiques de chaque génération au lecteur. Les caractéristiques des principaux constituants des amortisseurs thermiques T3D que sont le silicium, le MCP, les NTC et les matériaux de scellement sont également présentées. La connaissance de la géométrie et de certaines propriétés physiques des échantillons T3D est utile pour l'analyse des résultats expérimentaux présentés dans les chapitres suivants.

Le rôle du CETHIL au sein du projet T3D était notamment de caractériser thermiquement les différents échantillons fabriqués par les partenaires du projet. Dans la partie 2.2, le choix et les

caractéristiques des deux éléments expérimentaux majeurs que sont le laser (excitation thermique) et la caméra IR (mesure de la réponse thermique) sont explicités. Les différentes contributions au signal IR en provenance des échantillons T3D sont expliquées et modélisées. Le banc d'essai préliminaire à lampe flash classique ayant servi à tester les premiers échantillons T3D est ensuite abordé, ainsi que ses limitations. Le dispositif expérimental conçu et mis en œuvre dans le cadre de cette thèse permet de s'affranchir de ces limitations. Dans ce dispositif dit standard, le laser de longueur d'onde 808 nm chauffe la face amont de l'échantillon T3D disposé sur un porte-échantillon adéquat. Un jeu de miroirs IR permet alors de visualiser simultanément les faces amont et aval de l'échantillon avec la caméra IR sensible sur la bande 2,5-5,5 μm de longueur d'onde. Le tout est disposé dans une enceinte optiquement étanche par sécurité vis-à-vis du laser et pour garantir une ambiance radiative homogène et constante lors des mesures. Les critères ayant guidé la conception et le choix des différents éléments du banc d'essai (laser, montages optiques de puissance et de visualisation IR, caméra IR, porte-échantillon, enceinte optique) sont explicités, de même que leurs caractéristiques. Enfin, l'évolution de ce dispositif expérimental permettant de réaliser les essais de cyclage thermique est présentée.

La semi-transparence du silicium T3D dans l'infrarouge et le besoin de connaître l'émissivité pour la mesure de température par caméra IR rendent nécessaire la présence d'une couche opaque en surface du silicium. Dans la partie 2.3, le choix de la peinture « Jelt noir mat 700 °C » comme revêtement opaque est explicité. Un dispositif expérimental spécifique permet de montrer que la peinture est opaque aux IR à partir d'une épaisseur d'environ 40 μm . Un échantillon intégralement peint et comprenant un thermocouple en son sein permet ensuite d'étalonner la mesure de température par caméra IR. L'émissivité à paramétrer dans la caméra IR ou « émissivité caméra » est ainsi déterminée pour les différents réglages de la caméra IR utilisés lors des différents tests thermiques. L'émissivité caméra comprend l'émissivité de la peinture, la réflectance des miroirs IR et le biais induit par la caméra IR. Cette procédure d'étalonnage permet de ramener l'incertitude initiale sur l'émissivité caméra de plus de $\pm 9\%$ à seulement $\pm 2\%$. Pour la plage de température d'intérêt du changement de phase du MCP, soit 60 °C - 100 °C, l'incertitude sur la température de peinture mesurée par caméra IR est alors de $\pm 1\text{ K}$. Enfin, le déphasage temporel induit par la peinture sur le thermogramme mesuré en face aval suite à un flash est évalué à environ 10 ms.

La partie 2.4 présente le bilan thermique de l'amortisseur thermique T3D tel qu'installé dans le banc d'essai. A cette occasion, la capacité thermique totale apparente de l'échantillon incluant l'effet du MCP est définie. Une méthode d'estimation de la conductance thermique globale de l'échantillon vers l'environnement est proposée à partir des mesures de type écrêtage thermique. Une estimation des conductances amont et aval est réalisée à partir de cette conductance globale et des dimensions des plaques amont et aval. Enfin, la puissance échangée entre un échantillon T3D et son environnement est mesurée expérimentalement et comparée aux puissances théoriques échangées par rayonnement et par convection. Il ressort que le transfert thermique par convection naturelle entre l'échantillon et l'air ambiant est le mode de transfert dominant pour un échantillon dont la surface peinte est faible.

Après avoir présenté dans ce chapitre les différents échantillons T3D, le banc d'essai et ses variantes, la méthode de mesure de température et les échanges thermiques entre l'échantillon et le banc d'essai, le chapitre suivant aborde les méthodes de caractérisation thermique mises en place ainsi que les résultats obtenus.

Chapitre 3. Estimation des performances thermiques

Ce chapitre présente les méthodes de caractérisation des propriétés thermiques de l'amortisseur thermique ainsi que les résultats obtenus. La première fonction de l'amortisseur - sa capacité de stockage thermique - est caractérisée dans la première partie. La deuxième partie présente l'estimation de sa seconde fonction : son aptitude à conduire la chaleur. Enfin, dans la dernière partie, l'évolution des propriétés thermiques de l'amortisseur face à un grand nombre de sollicitations thermiques successives est évaluée.

3.1 Caractérisation de la capacité de stockage thermique de l'amortisseur

Dans cette partie, la capacité de l'amortisseur à stocker l'énergie sous forme de chaleur latente est caractérisée expérimentalement. Une méthode d'estimation de la capacité thermique totale apparente de l'amortisseur incluant la chaleur latente du MCP est proposée. La robustesse de cette méthode d'estimation est contrôlée et une étude de sensibilité est présentée. Enfin, une méthode d'estimation de l'écrtage en température dû au MCP ne nécessitant pas d'échantillon de référence sans MCP est développée.

3.1.1 Réponse de l'amortisseur à une sollicitation de type créneau

Afin de mettre en évidence l'influence du MCP sur le comportement thermique d'un amortisseur subissant un créneau de puissance, deux échantillons sont testés (tableau 3-1) : l'un avec MCP (*G2-oP-4-150*) et l'autre sans MCP (*G2-oo-1-100*). Ces deux échantillons ont été retenus car ils ont la même capacité thermique hors changement de phase. Ils sont issus du même lot de fabrication. Les deux échantillons ont été peints au CETHIL de la même manière, sur deux coins par face, comme les échantillons de la figure 3-6.

Tableau 3-1. Caractéristiques principales des deux échantillons avec MCP (*G2-oP-4-150*) et sans MCP (*G2-oo-1-100*) permettant d'observer expérimentalement l'influence du MCP sur leur réponse thermique.

Echantillon	Echantillon complet peint				Cavité		
	Surface	Epaisseur Si	Masse	Scellement	Surface	Profondeur	Contenu
<i>G2-oP-4-150</i>	20 x 20 mm ²	380 + 380 μm (hors peinture)	674 mg	SU8-2002 ép. 5 μm	16 x 16 mm ²	149 μm	MCP (+ air)
<i>G2-oo-1-100</i>						101 μm	Air

Ces deux échantillons « avec MCP » et « sans MCP » sont testés selon la configuration expérimentale décrite sur la figure 2-14. La sollicitation laser consiste en un créneau durant 18 s, la puissance optique en sortie laser étant de 21,4 W. La puissance laser absorbée par l'échantillon (ici le capot) est estimée à environ 3,2 W. La fréquence d'acquisition de la caméra IR est de 25 Hz, son temps d'intégration est de 565 μs et la résolution utilisée est de 160 x 128 pixels. L'émissivité caméra utilisée pour convertir le signal IR des zones peintes en signal de température vaut 0,95 et est adaptée aux réglages caméra décrits dans le tableau 2-6.

Pour des sollicitations thermiques de durée supérieure à la seconde comme ici, le bilan thermique de l'échantillon présenté dans la section 2.4.1 ainsi que les hypothèses associées s'appliquent. Les températures des plaques en silicium amont T_{am} et aval T_{av} sont donc supposées uniformes à chaque instant et la température moyenne d'échantillon T_m définie en 2.4.1 s'écrit comme suit :

$$T_m = \frac{m_{Si,am}T_{am} + m_{Si,av}T_{av}}{m_{Si,am} + m_{Si,av}} \quad (40)$$

Pour rappel, le bilan thermique de l'échantillon (2.4.1) s'écrit :

$$Q_{abs} - G_{env}(T_m - T_{amb}) = (mc_p)_{tot} \frac{dT_m}{dt} \quad (41)$$

En pratique, les températures T_{am} et T_{av} correspondent aux moyennes spatiales des températures mesurées par thermographie infrarouge sur les coins peints des faces amont et aval. Les températures de peinture sont supposées être représentatives des températures des plaques en silicium correspondantes.

L'évolution de la température moyenne T_m (équation (40)) des deux échantillons du tableau 3-1 est présentée sur la figure 3-1. Au début du créneau laser, de 20 °C à environ 60 °C, la température des deux échantillons (avec et sans MCP) suit la même évolution. En effet, les dimensions extérieures et les propriétés radiatives des deux échantillons sont similaires, impliquant une puissance laser absorbée Q_{abs} et une puissance de refroidissement évacuée vers l'environnement $G_{env}(T_m - T_{amb})$ similaires pour une même température T_m . De même, l'absence de MCP étant compensée par une cavité moins profonde et donc par un surplus de silicium pour l'échantillon sans MCP, leurs masses sont similaires, impliquant des capacités thermiques totales apparentes $(mc_p)_{tot}$ très proches hors changement de phase.

De 60 °C à 90 °C environ, le MCP fond, absorbant une partie du flux thermique entrant. Le changement de phase ralentit la montée en température de l'échantillon avec MCP par rapport à celui sans MCP. La température maximale atteinte à l'arrêt du laser ($t = 18$ s) est alors inférieure d'environ 5 K pour l'échantillon avec MCP grâce à la chaleur latente de fusion de celui-ci, conformément à la vocation de l'amortisseur.

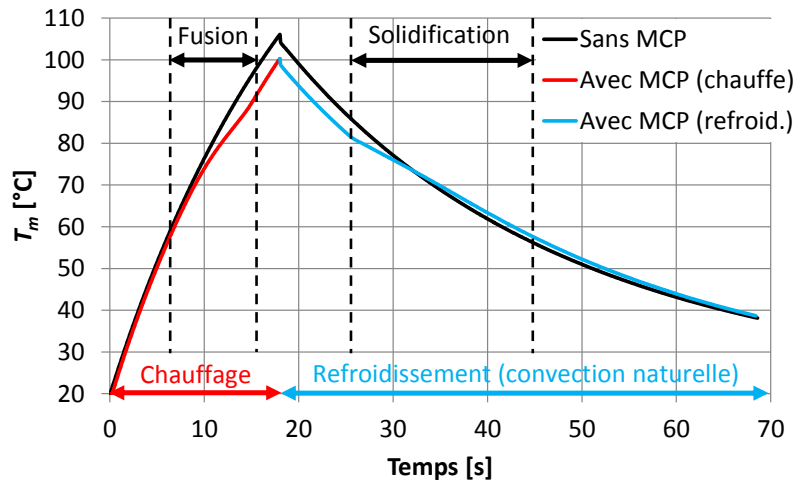


Figure 3-1. Thermogrammes expérimentaux des échantillons *G2-oo-1-100* (sans MCP) et *G2-oP-4-150* (avec MCP) soumis à un créneau laser de $t = 0$ s à $t = 18$ s.

Dès l'arrêt du laser ($t = 18$ s), les deux échantillons refroidissent, principalement par convection naturelle avec l'air ambiant et par échange radiatif avec l'enceinte. La solidification du MCP ralentit la descente en température de l'échantillon avec MCP. Une fois le changement de phase terminé, la température de l'échantillon avec MCP est légèrement supérieure à celle de l'échantillon sans MCP.

En effet, l'échantillon sans MCP a passé une partie du temps à des températures supérieures à celles de l'échantillon avec MCP (d'environ $t = 10$ s à $t = 30$ s), évacuant alors une puissance vers l'environnement $G_{env}(T_m - T_{amb})$ supérieure. Cette différence de température s'estompe avec le temps.

3.1.2 Signature thermique du changement de phase

Les thermogrammes mesurés montrent un abaissement de la température maximale de l'amortisseur grâce au MCP (figure 3-1). Cependant, l'effet du MCP est difficilement visible sur les seuls thermogrammes. La signature thermique du changement de phase définie plus bas permet d'identifier l'effet du MCP de manière plus précise. En effet, la vitesse de variation de la température moyenne d'échantillon T_m dépend de la puissance imposée Q_{abs} , relativement constante, de la capacité thermique $(mc_p)_{tot}$, assez constante elle aussi hors changement de phase, et du flux thermique de refroidissement transféré de l'échantillon vers l'environnement $G_{env}(T_m - T_{amb})$, lui-même dépendant principalement de T_m (figure 2-29). La figure 3-2 présente la dérivée temporelle dT_m/dt des thermogrammes expérimentaux de *G2-oP-4-150* et de *G2-oo-1-100* en fonction de T_m . Nous appelons ce type de courbe « signature thermique » dans la suite de ce manuscrit.

Avant le début du créneau laser, les deux échantillons sont à température ambiante et leur dérivée dT_m/dt est nulle. Après le pic de départ correspondant à l'établissement du gradient de température entre la peinture amont et le silicium amont, les deux échantillons affichent une vitesse de montée en température similaire, telle qu'expliquée en 3.1.1, jusqu'à ce que le MCP commence à fondre aux alentours de 60 °C. La fusion du MCP entre 60 et 90 °C environ ralentit la montée en température de l'échantillon avec MCP. Pendant cette phase, pour une température T_m donnée, les flux entrant Q_{abs} et sortant $G_{env}(T_m - T_{amb})$ restent identiques pour les deux échantillons. La différence entre les dérivées dT_m/dt est due à la différence entre les capacités thermiques totales apparentes $(mc_p)_{tot}$, liées entre elles de la manière suivante, pour une même température $T_{m,S} = T_{m,A}$:

$$\frac{dT_{m,S}/dt}{dT_{m,A}/dt} = \frac{(mc_p)_{tot,A}}{(mc_p)_{tot,S}} \quad (42)$$

Dès la fin de fusion vers 90 °C, les vitesses de montée en température sont de nouveau similaires pour les deux échantillons.

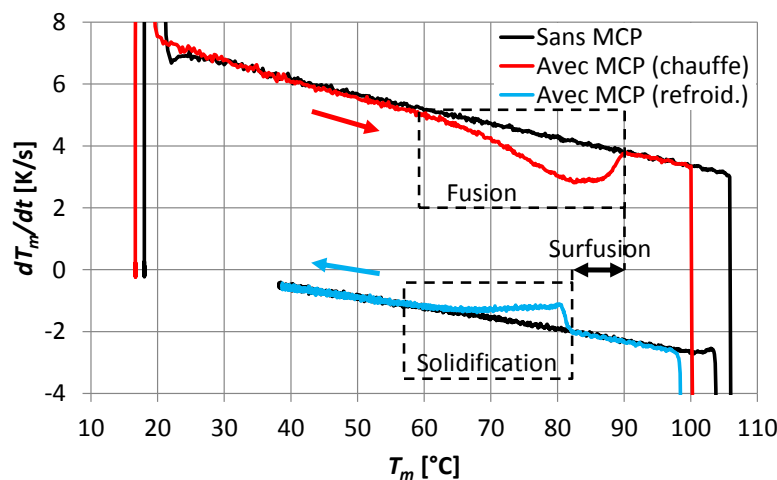


Figure 3-2. Signatures thermiques expérimentales des échantillons *G2-oo-1-100* (sans MCP) et *G2-oP-4-150* (avec MCP) soumis à un créneau laser de durée 18 s.

La variation de température lors du refroidissement suit la même logique, avec des dT_m/dt ne différant entre les échantillons que durant la solidification du MCP entre 82 °C et 57 °C environ. L'effet du changement de phase est légèrement moins visible lors du refroidissement de l'échantillon car la descente en température est plus lente que la montée en température. La solidification du MCP s'étalant sur un temps plus long que sa fusion, la puissance libérée par la solidification du MCP est donc inférieure à la puissance absorbée par la fusion. La différence entre les dérivées dT_m/dt avec MCP et sans MCP s'en trouve réduite. Ce résultat se retrouve dans l'équation (42) : les valeurs absolues des dérivées $dT_{m,s}/dt$ et $dT_{m,A}/dt$ plus faibles lors du refroidissement correspondent à une moindre différence $dT_{m,s}/dt - dT_{m,A}/dt$ pour un ratio $(dT_{m,s}/dt)/(dT_{m,A}/dt)$ donné par le ratio des capacités thermiques, ratio qui est indépendant de la vitesse du changement de phase. En négligeant la surfusion abordée ci-dessous, la différence $dT_{m,s}/dt - dT_{m,A}/dt$ peut être considérée comme étant inversement proportionnelle à la durée du changement de phase.

La solidification du MCP démarre à 82 °C seulement, soit une température inférieure d'environ 8 K à la température de fin de fusion (figure 3-2). Lors du refroidissement entre 90 °C et 82 °C, le MCP est dans un état liquide métastable appelé surfusion. La solidification intervient brutalement à 82 °C, expliquant l'augmentation rapide de dT_m/dt pour l'échantillon avec MCP à cette température. Il n'est pas surprenant que l'amplitude de la surfusion mesurée ici (≈ 8 K) soit comparable à celle mesurée par DSC (figure 2-6) car la quantité de MCP contenue dans *G2-oP-4-150* est du même ordre de grandeur que celle utilisée pour la mesure DSC.

Du bilan thermique de l'échantillon (équation (32)) vient l'expression de la signature thermique :

$$\frac{dT_m}{dt} = \frac{Q_{abs} - G_{env}(T_m - T_{amb})}{(mc_p)_{tot}} \quad (43)$$

Le flux laser absorbé Q_{abs} varie peu avec la température T_m tandis que la conductance thermique globale G_{env} augmente avec T_m (figure 2-27), de même que la différence de température $(T_m - T_{amb})$. La capacité thermique $c_{p,Si}$ du silicium, principal constituant de l'amortisseur, augmente légèrement avec T_m (Annexe C p. 221). Pour un échantillon sans MCP, il en résulte que dT_m/dt décroît lorsque T_m augmente. La différence entre les courbes de chauffe et de refroidissement sans MCP sur la figure 3-2 est à peu près constante et correspond au terme $Q_{abs}/(mc_p)_{tot}$, nul ou non selon que le laser est éteint ou allumé.

La signature thermique est donc une courbe caractéristique du comportement de chaque amortisseur. Elle permet notamment de mettre en évidence les plages de température où se produisent la fusion et la solidification, même pour de faibles ratios m_{MCP}/m_{tot} de l'ordre de 1 % (ratio de 2,4 % pour la figure 3-2). Les échantillons *G2-oP-4-150* et *G2-oo-1-100* ayant la même capacité thermique hors changement de phase, la comparaison de leur signature thermique permet de déterminer directement la capacité thermique équivalente due au seul changement de phase. Dans les sous-parties suivantes, l'effet de stockage thermique du MCP est quantifié.

3.1.3 Méthode d'estimation de la chaleur latente du MCP

L'estimation des capacités thermiques équivalentes dues uniquement à la fusion $m_{MCP} c_{p,eq,fus}$ et à la solidification $m_{MCP} c_{p,eq,sol}$ (définitions sur la figure 2-26) permet d'estimer la chaleur latente du

MCP contenu dans l'échantillon. Celle-ci dépend en effet de la masse de MCP et de l'enthalpie de changement de phase de la paraffine utilisée. La masse de MCP contenu dans chaque échantillon est souvent mal connue *a priori* du fait des fuites de MCP liquide lors du processus de fabrication. L'enthalpie de changement de phase dépend de la forme cristalline du MCP adoptée lors de la solidification, elle-même pouvant dépendre de la présence de NTC et des dimensions de la cavité. La détermination de la capacité thermique totale apparente de l'échantillon en fonction de la température permet aussi d'étudier l'influence des paramètres testés sur le glissement de température (c'est-à-dire la plage de température sur laquelle s'étale le changement de phase) ainsi que sur la surfusion.

La détermination de $m_{MCP} C_{p,eq,fus}$ et $m_{MCP} C_{p,eq,sol}$ pour l'échantillon avec MCP nécessite la présence d'un deuxième échantillon de « référence » sans MCP et d'enveloppe identique au premier, c'est-à-dire de surfaces extérieures de mêmes dimensions et de propriétés radiatives identiques. C'est le cas des deux échantillons *G2-oP-4-150* (avec MCP) et *G2-oo-1-100* (sans MCP) présentés en 3.1.1. La sollicitation thermique et les conditions limites thermiques sont celles formulées en 3.1.1. Pour cette sollicitation thermique, le bilan thermique présenté en 2.4.1 ainsi que les hypothèses associées s'appliquent. Pour les échantillons avec MCP (indice A) et sans MCP (indice S), le bilan thermique s'écrit :

$$Q_{abs,A} - G_{env,A}(T_{m,A} - T_{amb}) = (mc_p)_{tot,A} \frac{dT_{m,A}}{dt} \quad (44)$$

$$Q_{abs,S} - G_{env,S}(T_{m,S} - T_{amb}) = (mc_p)_{tot,S} \frac{dT_{m,S}}{dt} \quad (45)$$

La position sur le porte-échantillon, les dimensions extérieures, l'état de surface (silicium et peinture) et donc les propriétés radiatives sont considérés comme identiques pour les échantillons *G2-oP-4-150* (avec MCP) et *G2-oo-1-100* (sans MCP). Pour une même température T_m , les flux laser absorbés sont donc égaux :

$$Q_{abs,A} = Q_{abs,S} \quad (46)$$

Pour les mêmes raisons, et sachant que la puissance évacuée de l'échantillon vers l'environnement $G_{env}(T_m - T_{amb})$ est supposée ne dépendre que de T_m , celle-ci est considérée comme identique pour les deux échantillons pour une même température T_m :

$$G_{env,A}(T_{m,A} - T_{amb}) = G_{env,S}(T_{m,S} - T_{amb}) \quad (47)$$

En effet, la conductance de conduction est supposée identique pour les deux échantillons (contacts échantillon/porte-échantillon supposés identiques), de même que la conductance de convection (position de l'échantillon identique, notamment sa verticalité) et la conductance radiative (surface réelle de peinture supposée identique). Les identités des flux entrants (équation (46)) et sortants (équation (47)) pour les deux échantillons entraînent l'identité du terme de stockage, toujours pour une même température T_m des échantillons avec et sans MCP :

$$(mc_p)_{tot,A} \frac{dT_{m,A}}{dt} = (mc_p)_{tot,S} \frac{dT_{m,S}}{dt} \quad (48)$$

L'équation (48) est valide lorsque les deux échantillons sont dans la même phase du test (chauffe ou refroidissement). La capacité thermique totale apparente de l'échantillon avec MCP s'écrit alors, pour une même température T_m et pour une même phase de test (chauffe ou refroidissement) que l'échantillon sans MCP :

$$(mc_p)_{tot,A} = (mc_p)_{tot,S} \frac{\frac{dT_{m,S}}{dt}}{\frac{dT_{m,A}}{dt}} \quad (49)$$

Les dérivées dT_m/dt de l'équation (49) sont issues des températures $T_{m,A}$ et $T_{m,S}$ déterminées expérimentalement (figure 3-1 et figure 3-2). La capacité thermique totale de l'échantillon sans MCP s'écrit comme la somme des capacités thermiques de ses constituants :

$$(mc_p)_{tot,S} = m_{Si}c_{p,Si} + m_{NTC}c_{p,NTC} + m_{air}c_{p,air} + m_{CM}c_{p,CM} + m_{SU-8}c_{p,SU-8} + m_{pt}c_{p,pt} \quad (50)$$

avec $m_{Si}c_{p,Si}$, $m_{NTC}c_{p,NTC}$, $m_{air}c_{p,air}$, $m_{CM}c_{p,CM}$, $m_{SU-8}c_{p,SU-8}$ et $m_{pt}c_{p,pt}$ les capacités thermiques du silicium, des NTC, de l'air contenu dans la cavité, des couches minces (Fe, Al_2O_3 , SiN, Ti, Au, In), du matériau de scellement (ici de la SU-8) et de la peinture. Les masses de NTC, de l'air et des couches minces de fer (Fe), d'alumine (Al_2O_3), de nitrure de silicium (SiN) et de titane (Ti) sont chacune inférieures au millième de la masse totale de l'échantillon, ce qui permet de négliger les termes correspondants dans l'équation (50). En revanche, les masses d'or (Au) et d'indium (In) peuvent atteindre de l'ordre de 0,5 % et 3 % respectivement de la masse totale de l'échantillon et elles ne sont pas connues précisément. De même, la masse du matériau de scellement et la masse de silicium ne sont pas toujours connues précisément. Enfin, la capacité thermique massique de la peinture n'est pas connue précisément.

En raison des incertitudes évoquées ci-dessus, et sachant que la masse de silicium représente au minimum 88 % de la masse totale des échantillons sans MCP de génération 2 ou 3 (96 % pour G2-00-1-100), il est décidé d'attribuer la capacité thermique massique du silicium aux autres constituants de l'échantillon sans MCP (matériau de scellement, peinture, indium, etc.) afin de calculer simplement la capacité thermique totale apparente de l'échantillon sans MCP à partir de la masse totale mesurée de l'échantillon m_s et de la capacité thermique massique du silicium $c_{p,Si}$ (Annexe C p. 221) : $(mc_p)_{tot,S} \approx m_s c_{p,Si}$.

La figure 3-3 montre les capacités thermiques totales apparentes ainsi estimées pour l'échantillon avec MCP lors de la chauffe et lors du refroidissement, différentes du fait de la surfusion du MCP, ainsi que celle de l'échantillon sans MCP. Ces capacités thermiques totales apparentes sont similaires hors des domaines de température correspondants au changement de phase et valent alors environ $0,5 \text{ J K}^{-1}$ pour les deux échantillons considérés.

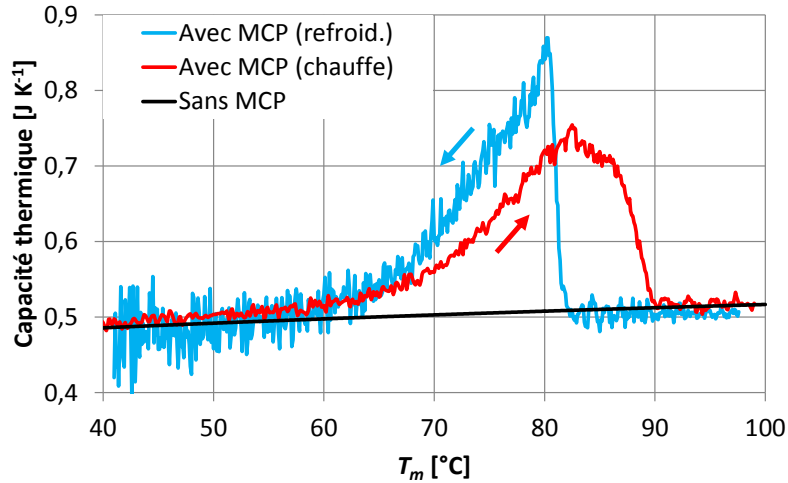


Figure 3-3. Capacités thermiques totales apparentes $(mc_p)_{tot}$ des échantillons *G2-oo-I-100* (sans MCP) et *G2-oP-4-150* (avec MCP) lors de la chauffe et du refroidissement.

Pour estimer la quantité de chaleur stockée de manière latente sur l'ensemble du changement de phase, il est possible de déterminer une « ligne de base » $(mc_p)_{LB}$ comme cela se pratique pour les analyses DSC. $(mc_p)_{LB}$ correspond à la somme des capacités thermiques classiques des différents constituants de l'amortisseur $\sum_i m_i c_{p,i}$ (i représentant le silicium, le matériau de scellement, le MCP hors changement de phase, etc.). Elle correspond à la capacité thermique qu'aurait l'échantillon si le MCP ne changeait pas de phase. Les lignes de base retenues ici sont des régressions linéaires basées sur des intervalles de température où il n'y a pas de changement de phase (figure 3-4).

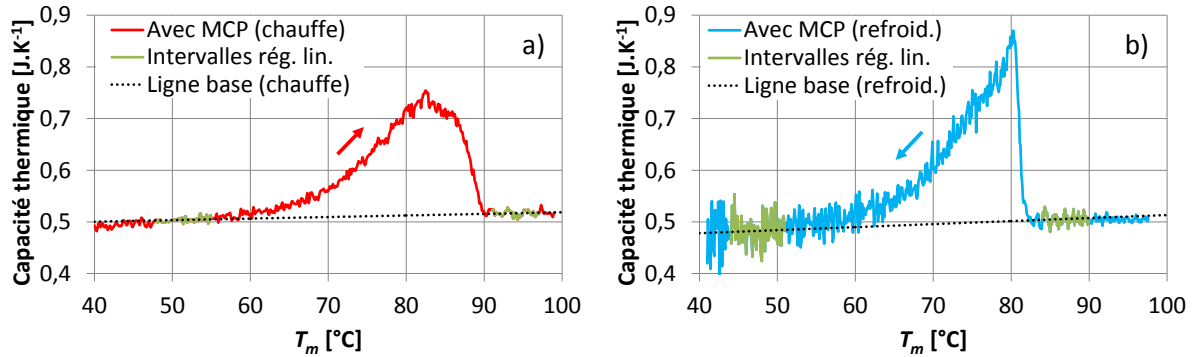


Figure 3-4. Capacités thermiques totales apparentes $(mc_p)_{tot}$ de *G2-oP-4-150* lors de la chauffe (a) et du refroidissement (b), lignes de base utilisées pour le calcul de la chaleur latente de fusion (a) et de solidification (b) et intervalles de définition pour la régression linéaire correspondant à la ligne de base.

Les capacités thermiques équivalentes dues uniquement au changement de phase correspondent à la différence entre la capacité thermique totale apparente et la ligne de base correspondante :

$$m_{MCP}c_{p,eq,fus} = (mc_p)_{tot,cha} - (mc_p)_{LB,cha} \quad (51)$$

$$m_{MCP}c_{p,eq,sol} = (mc_p)_{tot,ref} - (mc_p)_{LB,ref} \quad (52)$$

L'aire comprise entre la capacité thermique totale apparente $(mc_p)_{tot}$ et sa ligne de base $(mc_p)_{LB}$ représente la quantité de chaleur latente mise en jeu pour l'ensemble du changement de phase. Lors de la phase de chauffe, cette quantité de chaleur s'écrit :

$$m_{MCP} \Delta h_{fus} = \int ((mc_p)_{tot,cha} - (mc_p)_{LB,cha}) dT_m \quad (53)$$

avec Δh_{fus} la chaleur latente de fusion et m_{MCP} la masse de MCP contenue dans l'échantillon. De même, en phase de refroidissement, la quantité de chaleur relâchée par la solidification complète du MCP s'écrit :

$$m_{MCP} \Delta h_{sol} = \int ((mc_p)_{tot,ref} - (mc_p)_{LB,ref}) dT_m \quad (54)$$

avec Δh_{sol} la chaleur latente de solidification.

Ces intégrales sont calculées entre 55 °C et 91 °C pour la fusion (éq. (53)), et entre 51 °C et 84 °C pour la solidification (éq. (54)). Pour le MCP contenu dans *G2-oP-4-150*, la quantité de chaleur mise en jeu par le changement de phase est estimée à 3,2 J pour la fusion comme pour la solidification.

En considérant la chaleur latente Δh_{fus} de 200 à 210 kJ kg⁻¹ mesurée par Kaplan Energy, l'équation (55) permet d'estimer la masse de MCP contenue dans l'amortisseur. Celle-ci vaut entre 15 et 16 mg pour *G2-oP-4-150*.

$$m_{MCP} = \frac{\int ((mc_p)_{tot} - (mc_p)_{LB}) dT_m}{\Delta h_{fus}} \quad (55)$$

La chaleur latente du MCP permet d'augmenter la capacité thermique totale apparente de l'amortisseur d'environ 40 % au moment du pic de fusion vers 82 °C, et même d'environ 70 % au moment du pic de solidification vers 80 °C (figure 3-3). Cependant, l'amortisseur peut subir des variations de température de l'ordre de 50 K plutôt que de l'ordre du kelvin. Pour une variation de température de l'échantillon de 50 à 100 °C, la quantité de chaleur stockée de manière sensible s'élève à 25,5 J environ. La chaleur latente de changement de phase du MCP de *G2-oP-4-150* de 3,2 J permet donc d'augmenter l'inertie thermique totale de l'amortisseur de 12 % pour la variation de température considérée, et ce avec une fraction massique de MCP de seulement 2,3 %. L'intégration d'une plus grande masse de MCP dans l'amortisseur permettrait d'augmenter encore la capacité thermique des échantillons.

Dans cette section, une méthode d'estimation des courbes de capacité thermique totale apparente $(mc_p)_{tot}$ de l'amortisseur en fonction de T_m a été explicitée, en distinguant la phase de chauffe de la phase de refroidissement. Cette méthode permet également d'estimer les capacités thermiques équivalentes dues uniquement au changement de phase $m_{MCP} c_{p,eq,fus}$ et $m_{MCP} c_{p,eq,sol}$, la quantité de chaleur mise en jeu par la fusion et la solidification du MCP $m_{MCP} \Delta h_{fus}$ et $m_{MCP} \Delta h_{sol}$, ainsi que la masse de MCP embarqué m_{MCP} . Dans la section suivante, la méthode d'estimation présentée ici est comparée à d'autres méthodes et sa sensibilité est étudiée.

3.1.4 Robustesse et sensibilité de l'estimation de la chaleur latente des échantillons

Dans cette sous-partie, la validité de la méthode exposée en 3.1.3 est tout d'abord vérifiée à l'aide de deux sources d'information différentes : la mesure par le CEA de la masse de MCP introduite dans l'amortisseur lors de sa fabrication, et la mesure de la chaleur latente du MCP par DSC par Kaplan Energy. Puis la sensibilité de cette méthode à l'échantillon de référence est étudiée. Enfin, un récapitulatif des chaleurs latentes mesurées est présenté.

3.1.4.1 Comparaison avec les masses de MCP déterminées pendant la fabrication

Pour les échantillons dans lesquels la masse de MCP introduite a pu être déterminée par le CEA lors de leur fabrication (échantillons avec pas ou peu de fuite de MCP lors du scellement l'amortisseur, le MCP étant pesé au CEA à l'état solide avant introduction dans l'échantillon) et pour lesquels la méthode décrite en 3.1.3 est applicable (géométrie extérieure identique entre l'échantillon avec MCP et l'échantillon de référence sans MCP ; échantillons suffisamment robustes pour être chauffés à plus de 90 °C), la masse de MCP est estimée au CETHIL grâce à la méthode exposée en 3.1.3 (tableau 3-2) avec une dispersion de l'ordre de +/- 2 %. L'écart entre la masse de MCP estimée au CETHIL et celle mesurée par pesage au CEA est compris entre 0 et 12 % en considérant l'incertitude donnée par Kaplan Energy sur la chaleur latente du MCP (205 kJ kg^{-1} +/- 5 kJ kg^{-1}). Ces faibles écarts confortent la validité de la méthode d'estimation de la masse de MCP décrite en 3.1.3.

Tableau 3-2. Comparaison des masses de MCP estimées au CETHIL par la méthode d'estimation de la capacité thermique exposée en 3.1.3 (chaleur latente prise égale à 205 kJ kg^{-1}) avec les masses mesurées par le CEA.

Echantillon	Masse MCP [mg]		Ecart
	estimée CETHIL	mesurée CEA	
G2-oP-3b	16,9	17,6	-4,1%
G2-oP-4b	18,6	19,0	-2,2%
G3-CP-5	20,2	21,2	-4,6%
G3-CP-17	16,9	18,8	-10,3%

3.1.4.2 Comparaison avec les mesures par DSC

La validation de la grandeur intégrale que représente la masse de MCP (équ. (55)) est complétée par celle des capacités thermiques équivalentes du MCP dues uniquement au changement de phase $m_{MCP} c_{p,eq,fus}$ (équ. (51)) et $m_{MCP} c_{p,eq,sol}$ (équ. (52)). Ces capacités thermiques estimées au CETHIL (3.1.3) sont comparées avec celles mesurées par Kaplan Energy par calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Lorsque la masse de MCP présente dans l'échantillon n'est pas connue *a priori*, les capacités thermiques « DSC » correspondent à la masse de MCP estimée par la méthode CETHIL (3.1.3) multipliée par les capacités thermiques massiques équivalentes dues uniquement à la fusion $c_{p,eq,fus}$ et à la solidification $c_{p,eq,sol}$ mesurées par DSC par Kaplan Energy (figure 2-6). Les courbes estimées au CETHIL sont très proches des courbes mesurées par DSC (figure 3-5). De même, l'amplitude de la surfusion est de l'ordre de 7-8 K dans les deux cas. Ces observations confirment la robustesse de la méthode d'estimation décrite en 3.1.3.

Le léger décalage en température des courbes estimées au CETHIL peut s'expliquer par le fait que la température T_m est mesurée sur les coins de l'échantillon, légèrement plus froids que la vraie température moyenne d'échantillon. L'incertitude sur la valeur d'émissivité de la peinture peut

constituer une deuxième explication à ce décalage. Les conditions expérimentales de la mesure par DSC (vitesse de montée en température, quantité et disposition du MCP dans le creuset notamment) peuvent influencer sur les résultats et constituent une troisième explication possible à ce décalage en température. Ces conditions expérimentales différentes entre la DSC et la mesure CETHIL peuvent également expliquer l'allure légèrement différente des courbes aux alentours des pics de fusion et de solidification.

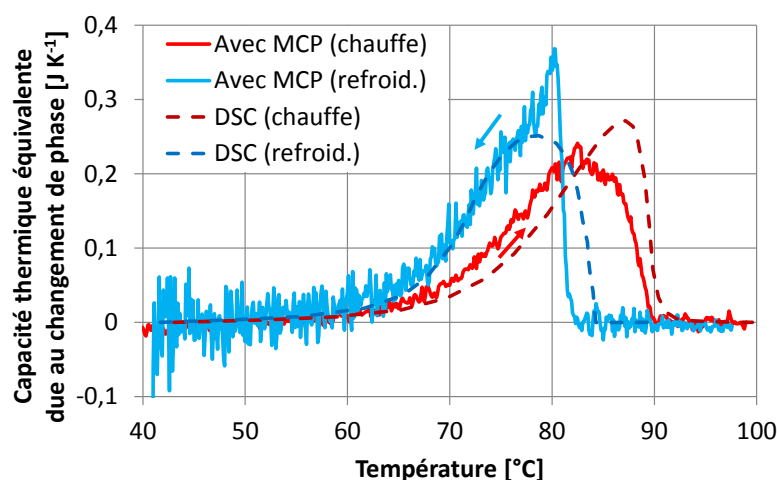


Figure 3-5. Capacités thermiques équivalentes dues uniquement à la fusion $m_{MCP} c_{p,eq,fus}$ et à la solidification $m_{MCP} c_{p,eq,sol}$ du MCP : comparaison de l'estimation CETHIL pour *G2-oP-4-150* avec la mesure DSC effectuée par Kaplan Energy pour une même masse de MCP.

3.1.4.3 Analyse de sensibilité à l'échantillon de référence

Cette section présente une étude de sensibilité de la méthode d'estimation exposée en 3.1.3 à l'échantillon de référence utilisé. Cinq échantillons de type Si-MCP-Si et trois échantillons de référence de type Si-Air-Si (tableau 3-3) sont testés selon les conditions expérimentales décrites en 3.1.1.

Tableau 3-3. Caractéristiques principales des échantillons testés pour l'étude de sensibilité à l'échantillon de référence.

	Echantillon complet peint				Cavité		
Echantillon	Surface	Epaisseur Si	Masse	Scellmt. SU8	Surface	Profondeur	Contenu
G2-oo-1-100	20 x 20 mm ²	380 + 380 μm (hors peinture)	674 mg	1 couche	16 x 16 mm ²	101 μm	Air
G2-oo-2-100			675 mg				
G2-oo-2-150			651 mg	3 couches		149 μm	
G2-oP-3-50			711 mg	2 couches		49 μm	MCP (+ air)
G2-oP-4-50			712 mg				
G2-oP-3-100			687 mg				
G2-oP-3-150			661 mg				
G2-oP-4-150			674 mg				

Ces huit échantillons prototypes font partie du même lot de fabrication. Ils ont été réalisés puis peints de manière à ce que leurs enveloppes externes (dimensions, propriétés radiatives) soient aussi semblables que possible. Cependant, celles-ci ne sont pas rigoureusement identiques. Voici les différences principales entre les trois échantillons de référence servant à la présente étude de sensibilité :

- La surface et la forme des coins peints ne sont pas tout à fait identiques (figure 3-6).
- L'alignement capot/base est nettement moins bon pour *G2-oo-2-100* (décalage d'environ 0,3 mm visible sur les zooms sur la figure 3-6). Pour les deux autres échantillons de référence, ce désalignement est très inférieur à 0,3 mm puisqu'aucun décalage n'est visible sur les images zoomées de *G2-oo-1-100* et de *G2-oo-2-150*, non présentées ici.
- Le scellement SU-8 de *G2-oo-2-150* est constitué de 3 couches de SU-8 déposées en trois temps (épaisseur totale de SU-8 d'environ 12 μm avant scellement, tableau 3-3) contre une seule couche (soit environ 4 μm avant scellement) pour *G2-oo-1-100* et *G2-oo-2-100*. Du fait de son épaisseur et de sa structure multicouches, la résistance thermique du scellement de *G2-oo-2-150* est supérieure à celles de *G2-oo-1-100* et *G2-oo-2-100*.
- La masse de l'échantillon de référence *G2-oo-2-150* est inférieure à celles des deux autres échantillons de référence (651 contre 674 et 675 mg) du fait de sa cavité plus profonde (150 contre 100 μm).

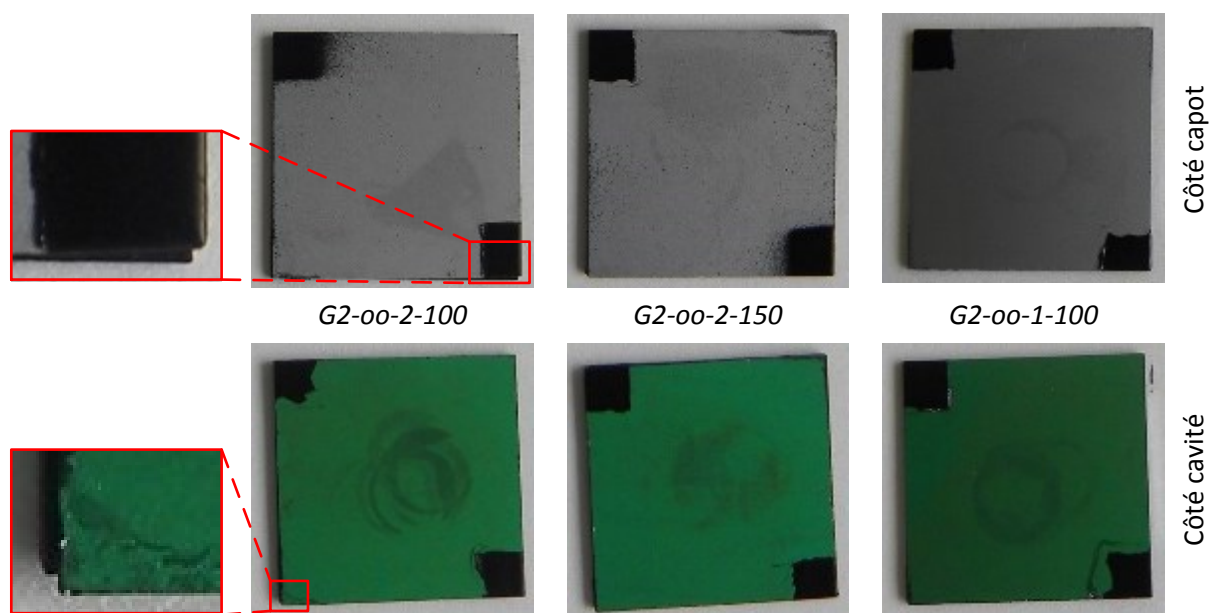


Figure 3-6. Photographies des deux faces des échantillons de référence Si-Air-Si.

Pour les cinq échantillons Si-MCP-Si, la méthode d'estimation exposée en 3.1.3 a été appliquée avec chacun des trois échantillons de référence Si-Air-Si. Les 15 quantités de chaleur latente ainsi estimées (tableau 3-4) montrent que la sensibilité de la méthode d'estimation à l'échantillon de référence est très faible. En effet, pour un même échantillon Si-MCP-Si, l'écart maximal relevé entre deux quantités de chaleur latente estimées ne dépasse pas 2,2 %.

Cette étude de sensibilité confirme aussi le fait que la masse de l'échantillon de référence peut être différente de celle de l'échantillon avec MCP (tableau 3-3) et que cela n'influe pas sur le résultat (tableau 3-4). En effet, les masses et donc les capacités thermiques totales des échantillons respectifs sont déjà prises en compte dans l'équation (48).

Tableau 3-4. Quantités de chaleur latente estimées par la méthode exposée en 3.1.3 pour trois échantillons de référence Si-Air-Si différents. La valeur absolue de l'écart entre l'estimation minimale et l'estimation maximale pour un même échantillon Si-MCP-Si est également donnée.

Quantité de chaleur latente [J]		Echantillon de référence			écart max
		G2-oo-2-100	G2-oo-2-150	G2-oo-1-100	
Ech. avec MCP	G2-oP-3-50	1,26	1,25	1,24	1,6%
	G2-oP-3-100	1,22	1,21	1,21	0,8%
	G2-oP-3-150	2,12	2,13	2,09	1,9%
	G2-oP-4-50	1,29	1,28	1,27	1,6%
	G2-oP-4-150	3,27	3,29	3,22	2,2%

3.1.4.4 Conclusion et récapitulatif des estimations de chaleur latente

La méthode d'estimation de la chaleur latente présentée en 3.1.3 donne des résultats concordants avec la masse de MCP pesée au CEA au moment de la fabrication des échantillons ainsi qu'avec les mesures DSC réalisées sur le MCP seul, ce qui prouve la robustesse de cette méthode. Sa sensibilité à l'échantillon de référence utilisé s'est avérée faible. Comme il sera montré dans la suite (partie 4.1), la répartition du MCP dans la cavité n'est pas homogène. La sensibilité de la méthode d'estimation de la chaleur latente présentée en 3.1.3 à la position du MCP dans la cavité a été étudiée et s'est avérée faible également (Annexe D p. 229).

Cette méthode d'estimation permet d'estimer la quantité de chaleur latente d'un échantillon avec une incertitude de l'ordre de +/- 10 %. Le tableau 3-5 présente ces résultats pour les échantillons de génération 2 et 3 aptes à subir une montée en température au-delà de la température de fin de fusion du MCP (environ 90 °C). La masse de MCP correspondante est calculée en considérant une chaleur latente Δh_{fus} de 205 kJ kg⁻¹. Le taux de remplissage associé est calculé comme suit :

$$\text{Taux de remplissage} = \frac{V_{MCP}}{V_{total\ cavité}} \quad (56)$$

avec V_{MCP} le volume de MCP calculé à partir de la masse de MCP et de la masse volumique du MCP à 20 °C (815 kg m⁻³), et $V_{total\ cavité}$ le volume résultant de la multiplication de la surface de cavité (16 x 16 mm²) par la profondeur totale de cavité incluant l'épaisseur du joint SU-8. En revanche, l'épaisseur des couches minces ainsi que le volume occupé par les NTC ne sont pas pris en compte dans ce calcul. L'estimation des grandeurs présentées dans le tableau 3-5 a permis d'améliorer le processus de fabrication des amortisseurs thermiques au fur et à mesure du projet T3D.

Tableau 3-5. Récapitulatif des quantités de chaleur latente estimées au moyen de la méthode présentée en 3.1.3, ainsi que les masses de MCP et les taux de remplissage de cavité correspondants.

Echantillon	Quantité de chaleur latente [J]	Masse de MCP [mg]	Taux de remplissage [%]
<i>G2-oP-3-50</i>	1,3	6	54
<i>G2-oP-4-50</i>	1,3	6	55
<i>G2-oP-3-100</i>	1,2	6	27
<i>G2-oP-3-150</i>	2,1	10	32
<i>G2-oP-4-150</i>	3,3	16	49
<i>G2-oP-3b-150</i>	3,5	17	51
<i>G2-oP-4b-150</i>	3,8	19	56
<i>G3-CP-5-150</i>	4,1	20	60
<i>G3-CP-17-150</i>	3,5	17	48

3.1.5 Estimation de l'écrêtage en température sans échantillon de référence

L'objectif est ici d'estimer l'écrêtage en température dû à la chaleur latente du MCP lors d'une sollicitation thermique de type créneau. Le fait de disposer d'un échantillon « sans MCP » ayant des dimensions extérieures, des propriétés radiatives et une capacité thermique totale apparente $(mc_p)_{tot}$ hors changement de phase identiques à l'échantillon « avec MCP », comme présenté en 3.1.1, relève de l'exception. Pour rappel, la figure 2-26 présente les définitions des différentes capacités thermiques de l'amortisseur telles que considérées dans la présente étude. Dans le cas général, la capacité thermique totale $(mc_p)_{tot}$ des échantillons « sans MCP » disponibles diffère de la capacité thermique totale hors changement de phase $\sum_i m_i c_{p,i}$ des échantillons « avec MCP ». La comparaison directe des thermogrammes expérimentaux des échantillons avec et sans MCP ne permet alors pas d'estimer l'abaissement de la température maximale dû uniquement à la chaleur latente du MCP.

Pour pallier cette contrainte expérimentale, et connaissant les plages de température du changement de phase (figure 2-6 et figure 3-2), la signature thermique expérimentale de l'échantillon avec MCP est utilisée pour reconstruire la signature thermique d'un échantillon fictif sans MCP ayant la même capacité thermique totale hors changement de phase $\sum_i m_i c_{p,i}$ que l'échantillon avec MCP. Cette signature thermique fictive permet ensuite de reconstruire par intégration le thermogramme de l'échantillon fictif sans MCP.

Parmi les amortisseurs aptes à subir un test d'écrêtage (chauffe à plus de 90 °C), *G3-CP-17* (tableau 3-6) est celui affichant le ratio m_{MCP}/m_{tot} le plus élevé du projet T3D avec 3,5 % après le dépôt de peinture. La méthode de reconstruction est donc explicitée ci-dessous pour cet échantillon et l'échantillon fictif correspondant « S-17 », « S » signifiant « sans MCP ». S-17 est identique en tous points à *G3-CP-17* (constituants, dimensions, propriétés radiatives, etc.) sauf sa chaleur latente qui est nulle. Les hypothèses formulées pour le bilan thermique (2.4.1) sont reprises ici.

Tableau 3-6. Caractéristiques de l'échantillon illustrant la méthode d'estimation de l'écrêtage en température.

Echantillon	Echantillon complet non peint				Cavité		
	Surface	Epaisseur Si	Masse	Scellement	Surface	Profondeur	Contenu
<i>G3-CP-17</i>	20 x 20 mm ²	380 + 150 µm	462 mg	SU8-2005 ép 15-25 µm	16 x 16 mm ²	150 µm	NTC + MCP (+ air)

Dans un premier temps, l'échantillon *G3-CP-17* est chauffé par laser durant 18 s et sa température monte de l'ambiante à plus de 100 °C (figure 3-7). La température maximale choisie pour la reconstruction du thermogramme de *S-17* est de 100 °C. Le profil de température de *S-17* est reconstruit comme suit :

- De la température ambiante à 54 °C : profil de température identique à *G3-CP-17* (dont la dérivée temporelle correspond à la courbe verte positive sur la figure 3-7).
- De 54 à 93 °C, température calculée à partir de la ligne de base positive de la signature thermique de *G3-CP-17* (courbe noire du haut sur la figure 3-7).
- De 93 à 100 °C : profil de température identique à *G3-CP-17*. *S-17* atteint 100 °C après 12,1 s de chauffe laser.
- De 100 à 84 °C : profil de température identique à *G3-CP-17*.
- De 84 à 50 °C : température calculée à partir de la ligne de base négative de la signature thermique de *G3-CP-17* (courbe noire du bas sur la figure 3-7).
- De 50 °C à la fin du refroidissement : profil de température identique à *G3-CP-17*.

Dans un second temps, un créneau laser de puissance inchangée est appliqué à *G3-CP-17* durant 12,1 s, soit la durée nécessaire à *S-17* pour atteindre 100 °C. Le profil de température de *G3-CP-17* est alors comparé au thermogramme reconstruit de *S-17* (figure 3-8). L'abaissement de la température maximale de *G3-CP-17* dû à la chaleur latente du MCP est de 7,5 K en fin de chauffe à $t = 12,1$ s.

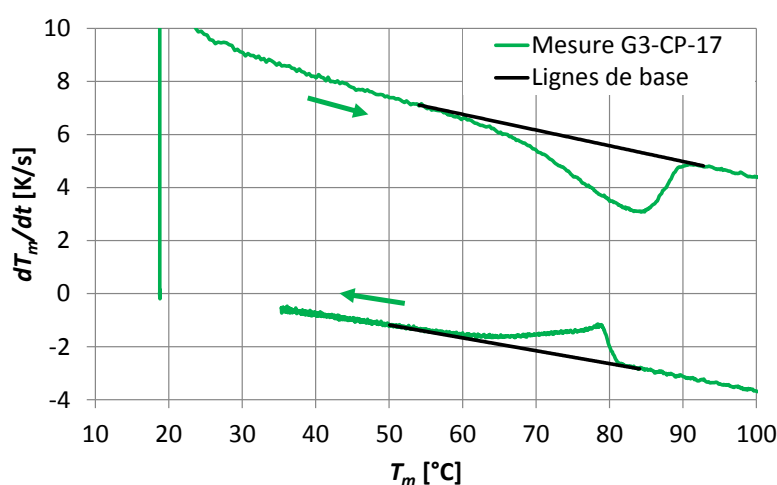


Figure 3-7. Signature thermique expérimentale de l'échantillon *G3-CP-17* (courbes vertes). Les lignes de base (courbes noires) correspondent à l'échantillon fictif *S-17* et donc à la signature thermique qu'aurait *G3-CP-17* si son MCP ne changeait pas de phase.

Le silicium et le MCP ayant des capacités thermiques volumiques ρc_p du même ordre de grandeur hors changement de phase, l'écrêtage mesuré sur la figure 3-8 correspond à la comparaison entre un échantillon contenant du MCP et un échantillon où ce MCP serait remplacé par du silicium.

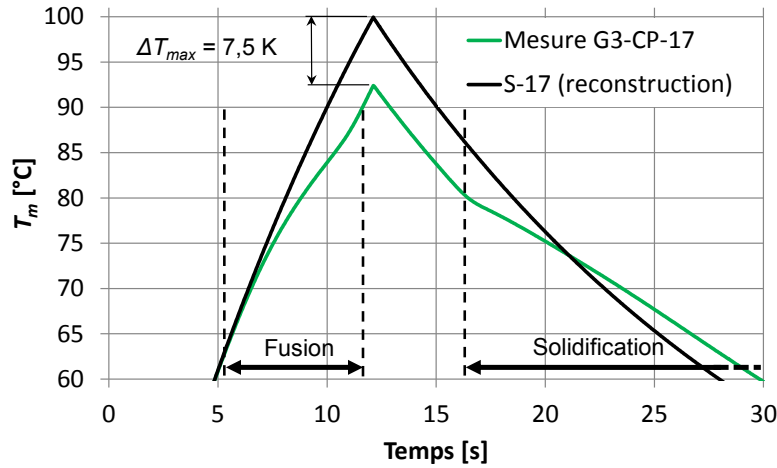


Figure 3-8. Thermogramme expérimental de *G3-CP-17* comparé au thermogramme reconstruit de l'échantillon fictif *S-17* de même capacité thermique mais dénué de chaleur latente, pour une chauffe laser de $t = 0 \text{ s}$ à $t = 12,1 \text{ s}$.

L'écrêtage en température ainsi déterminé correspond aux conditions limites thermiques de l'amortisseur tel qu'installé dans le banc d'essai. Dans un circuit électronique réel, ces conditions limites peuvent être très différentes. En effet, au moins une des faces de l'amortisseur a vocation à y être en contact avec un autre composant électronique, ce qui modifie considérablement la valeur de la conductance thermique globale G_{env} considérée ici. Cependant, la méthode de reconstruction de thermogramme présentée ci-dessus reste valable pour un amortisseur en situation réelle, pour autant que les hypothèses formulées soient vérifiées, notamment celle que G_{env} ne dépende que de la température de l'amortisseur T_m et pas du temps.

3.1.6 Conclusions

En conclusion, la fonction d'écrêtage en température de l'amortisseur a été mise en évidence expérimentalement à l'aide de deux échantillons, l'un avec et l'autre sans MCP. La représentation de ces résultats sous forme de signature thermique permet de mieux visualiser le comportement thermique de l'échantillon, et notamment d'identifier clairement les zones de changement de phase. Une méthode d'estimation de la capacité thermique totale apparente $(mc_p)_{tot}$ de l'amortisseur ainsi que des capacités thermiques équivalentes dues uniquement au changement de phase $m_{MCP} c_{p,eq,fus}$ et $m_{MCP} c_{p,eq,sol}$, en fonction de T_m a été développée. Cette méthode permet en outre d'estimer les grandeurs intégrales que sont la quantité de chaleur mise en jeu par la fusion et la solidification du MCP $m_{MCP} \Delta h_{fus}$ et $m_{MCP} \Delta h_{sol}$ et la masse de MCP embarqué m_{MCP} . Ceci permet d'évaluer l'augmentation de l'inertie thermique due au MCP pour un composant électronique et une sollicitation thermique d'amplitude quelconques. La robustesse de la méthode d'estimation a été vérifiée à l'aide de deux mesures indépendantes. Sa sensibilité à l'échantillon de référence employé s'est avérée faible, de même que sa sensibilité à la position du MCP dans la cavité. Pour finir, afin de pallier l'indisponibilité fréquente d'échantillon de référence sans MCP adéquat, une méthode d'estimation de l'écrêtage en température dû au MCP ne nécessitant pas d'échantillon de référence a été exposée.

Après l'étude dans cette partie de la première fonction principale de l'amortisseur qu'est le stockage d'énergie sous forme de chaleur latente de changement de phase, la partie suivante traite de la seconde fonction principale qu'est le transport de la chaleur à travers celui-ci.

3.2 Caractérisation de la résistance thermique des amortisseurs avec NTC

La fonction de stockage de la chaleur de l'amortisseur doit être accompagnée d'une fonction de conduction de la chaleur à travers celui-ci du fait de la faible conductivité thermique du MCP. Dans les amortisseurs du projet T3D, cette fonction conductrice prend la forme d'un réseau de NTC destiné à connecter thermiquement les deux plaques en silicium (capot et fond de cavité). Cette structure conductrice doit permettre d'obtenir d'une part une conductance thermique globale entre les deux faces de l'amortisseur G_{ff} élevée et d'autre part une conductance thermique élevée localement entre la structure conductrice et le front de fusion du MCP. Dans cette partie, une méthode d'estimation de la résistance thermique entre les plaques de silicium de l'amortisseur $R_{ff} = 1/G_{ff}$ à partir d'une sollicitation thermique de type flash est proposée. Cette méthode est ensuite utilisée pour analyser les résistances thermiques totales mais aussi locales entre les plaques de silicium des amortisseurs contenant des NTC au regard des paramètres connus de leur structure conductrice Si-NTC-Si.

3.2.1 Estimation de la résistance thermique R_{ff} à partir d'une sollicitation flash

La mesure flash est une méthode de référence pour l'estimation de paramètres thermiques tels que la diffusivité thermique ou la résistance thermique au sein d'un échantillon. Elle consiste à envoyer une impulsion de chaleur sur une face de l'amortisseur, nommée face amont, et à mesurer les thermogrammes résultants sur les faces amont et/ou aval. L'analyse des thermogrammes expérimentaux combinée à l'utilisation d'un modèle thermique de l'amortisseur permet de remonter aux paramètres thermiques recherchés. La figure 3-9 montre un thermogramme aval typique ainsi que la définition d'un temps caractéristique de ce thermogramme : le temps de demi-montée en température en face aval $t_{1/2}$. Ce temps de demi-montée $t_{1/2}$ est le temps nécessaire depuis le flash pour atteindre une température relative égale à $\Delta T/2$, ΔT étant définie comme la différence entre la température initiale et la température finale.

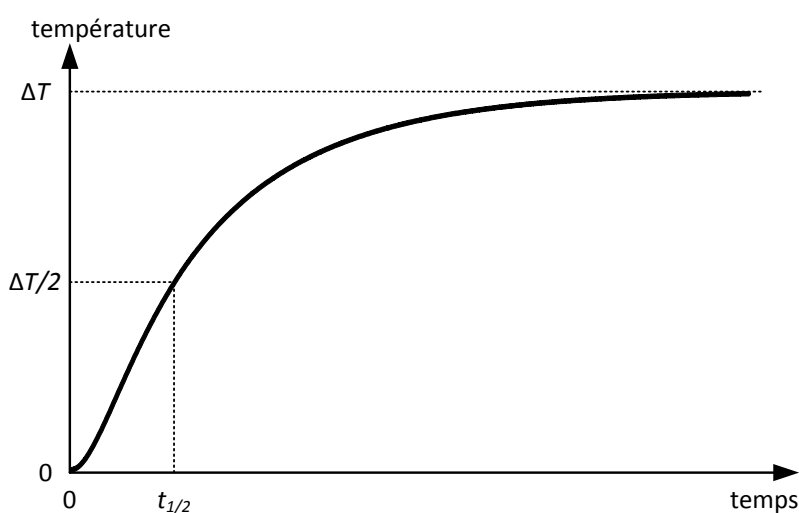


Figure 3-9. Thermogramme typique de la face aval d'un système isolé thermiquement de l'environnement recevant une impulsion de chaleur ou flash en face amont au temps $t = 0$.

Etant donné les temps caractéristiques de montée en température mesurés en face aval des échantillons T3D, l'utilisation d'un modèle analytique très simple a été privilégiée par rapport au modèle numérique présenté dans la partie 1.2 pour estimer la résistance thermique totale R_{ff} entre

les plaques amont et aval en silicium. Le modèle thermique utilisé représente l'amortisseur comme deux plaques en silicium de masses m_{am} et m_{av} et de capacités thermiques C_{am} et C_{av} , de résistances thermiques propres nulles, séparées par une résistance thermique R_{ff} de capacité thermique nulle (figure 3-10). La source représente la puissance laser absorbée par l'amortisseur Q_{abs} . Les hypothèses supplémentaires suivantes sont formulées :

- La température initiale de l'amortisseur est égale à la température ambiante.
- Le flash introduit une impulsion de chaleur en face amont de l'amortisseur à $t = 0$.
- Le système {amortisseur} est adiabatique pour $t > 0$. Cette hypothèse est raisonnable pour des temps courts (< 2 s) car l'élévation de température en face aval suite au flash est de l'ordre de 0,2 K seulement. L'énergie échangée avec l'environnement durant cette période est alors négligeable (une diminution d'environ $0,005 \text{ K s}^{-1}$ de la température d'échantillon T_m est observée durant les 2 s suivant la fin de la montée en température en face aval).
- L'amortisseur a une structure thermique 1D : les effets de bord sont négligés et les résistances thermiques locales entre les deux plaques de silicium sont uniformes.
- La température est uniforme au sein de chacune des plaques en silicium. Ceci est vrai avec une densité de flux laser absorbé uniforme en face amont, et avec un amortisseur de structure thermique 1D.
- Une capacité thermique massique c_p unique est attribuée à toute la masse de l'amortisseur. Cette capacité thermique est prise égale à celle du silicium $c_{p,Si}$ à température ambiante car la fraction massique du silicium dans l'amortisseur vaut au minimum 84 % pour tous les échantillons. Etant donné les faibles variations de température en jeu, c_p est constant.
- La masse des éléments situés entre les deux plaques en silicium (MCP, scellement) est attribuée pour moitié à la masse amont m_{am} et pour moitié à la masse aval m_{av} . La masse des NTC et des couches minces est négligée.

La validité de ces hypothèses sera discutée dans la suite de l'étude.

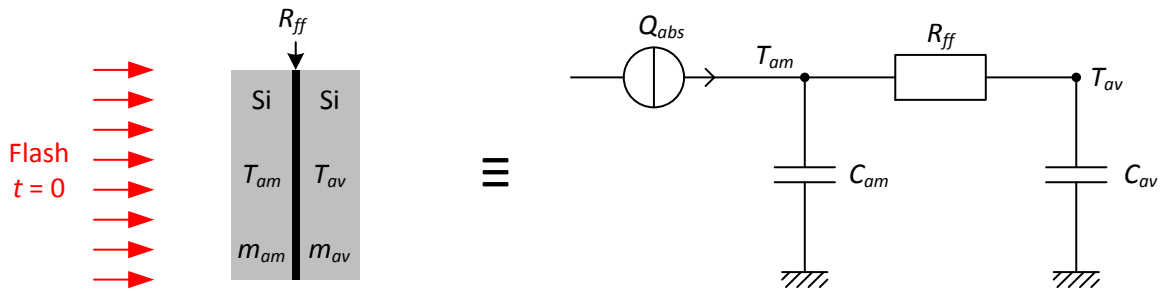


Figure 3-10. Modèle thermique de l'amortisseur soumis à un flash, isolé thermiquement de l'environnement et constitué de deux plaques en silicium à température homogène séparées par une résistance thermique R_{ff} .

Le modèle thermique de la figure 3-10 permet d'estimer la résistance thermique R_{ff} grâce à la détermination expérimentale du temps de demi-montée en température de la face aval $t_{1/2}$ (définition sur la figure 3-9) et à la relation suivante issue du modèle (démonstration en Annexe E p. 236) :

$$R_{ff} = \frac{t_{1/2}}{0,693 \cdot c_p} \left(\frac{1}{m_{am}} + \frac{1}{m_{av}} \right) \quad (57)$$

Cette méthode d'estimation de la résistance thermique R_{ff} par mesure flash est illustrée ici à l'aide de l'amortisseur *G3-CP-5* peint sur deux coins par face (tableau 3-7). Cet échantillon de type Si-(NTC+MCP)-Si présente en effet des vitesses de montée en température en face aval typiques du projet T3D et homogènes au sein de la zone correspondant à la cavité, c'est-à-dire à la structure en NTC. Pour rappel, l'architecture des différentes générations d'amortisseur est exposée en 2.1.2.

Tableau 3-7. Caractéristiques principales de l'échantillon illustrant l'estimation de la résistance thermique à partir d'une mesure flash.

Echantillon	Echantillon complet non peint				Cavité		
	Surface	Epaisseur Si	Masse	Scellement	Surface	Profondeur	Contenu
<i>G3-CP-5</i>	20 x 20 mm ²	380 + 380 μm	662 mg	SU8-2005 ép 7-13 μm	16 x 16 mm ²	150 μm	NTC + MCP (+ air)

Le temps de demi-montée en face aval $t_{1/2}$ mesuré dans la zone cavité non peinte de *G3-CP-5* est de 49 +/- 3 ms (figure 3-11). Pour rappel, la représentation du thermogramme en luminance plutôt qu'en température n'a pas d'incidence sur la valeur du temps $t_{1/2}$ étant donné les faibles variations de température lors de ces essais ($\Delta T < 0,2$ K ; démonstration en Annexe F). L'incertitude donnée est représentative de la reproductibilité de la mesure et de l'incertitude de la détermination de $t_{1/2}$ à partir du thermogramme expérimental. Ce temps $t_{1/2}$ correspond à la demi-montée en température de la plaque en silicium aval semi-transparente, en l'occurrence la plaque cavité, et de la couche métallique opaque déposée au fond de la cavité. La résistance thermique d'interface entre cette couche mince métallique et la plaque cavité est supposée nulle, de sorte que la résistance thermique R_{ff} calculée ici correspond à la somme de la résistance thermique du milieu et des deux résistances thermiques d'interface Si/milieu, le terme « milieu » désignant le contenu de la cavité (NTC, MCP, air). Pour *G3-CP-5*, la résistance thermique ainsi estimée vaut $R_{ff} = 0,61 \pm 0,04$ K W⁻¹.

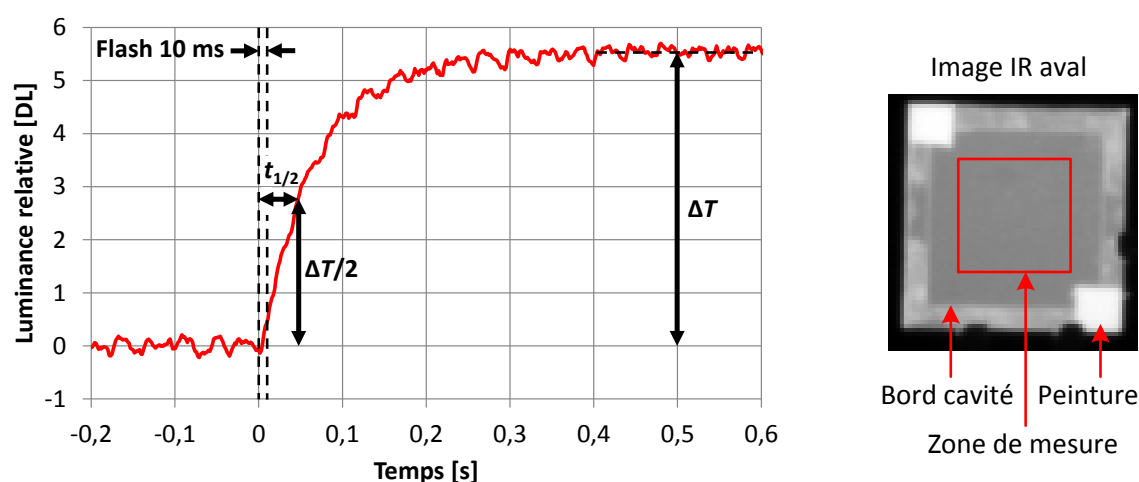


Figure 3-11. Gauche : thermogramme mesuré dans la zone cavité non peinte en face aval de *G3-CP-5* suite à un flash laser de durée 10 ms capot côté laser. Droite : image IR de la face aval de l'échantillon *G3-CP-5* à température homogène et supérieure à l'ambiante et définition de la zone de mesure considérée.

En considérant une surface conductrice effective S_{eff} de 191 mm² (15 x 15 mm² de zone NTC avec un taux de transfert des NTC lors du premier poinçonnement de 85 % d'après les données CEA) et en négligeant la conduction du joint de SU-8 et du MCP, la résistance thermique de surface ($r_{ff} = R_{ff} S_{eff}$) de l'ensemble {interface Si/NTC + NTC + interface NTC/Si} vaut environ $1,2 \cdot 10^{-4}$ m² K W⁻¹.

L'hypothèse des plaques en silicium de résistance thermique nulle dans le sens de leur épaisseur est justifiée par le fait qu'elle est négligeable devant les résistances thermiques totales R_{ff} mesurées pour les échantillons du projet T3D. En effet, le temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ de la face aval d'une plaque de silicium pleine, d'épaisseur identique à l'épaisseur totale de G3-CP-5 soit 770 μm , est de 0,9 ms dans le cas d'un flash instantané (cf. tableau récapitulatif des temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ en fonction du matériau et de l'épaisseur en Annexe C p. 218) et de 6 ms dans le cas d'un créneau laser durant 10 ms (sachant que dans ce cas, un temps $t_{1/2}$ de 5 ms correspond à un matériau de diffusivité thermique infinie). Or le temps $t_{1/2}$ mesuré en face aval de l'échantillon G3-CP-5 est bien supérieur (49 ms). Les résistances thermiques de contact Si/NTC sont donc prépondérantes par rapport aux résistances thermiques propres du silicium et des NTC.

Par ailleurs, l'hypothèse des résistances thermiques locales uniformes entre les plaques de silicium est vérifiée car les temps de demi-montée en température sont uniformes en face aval de G3-CP-5.

La méthode d'estimation de R_{ff} présentée dans cette section atteint cependant ses limites à mesure que la durée de la montée en température mesurée en face aval se rapproche de la durée du créneau laser. Trois hypothèses sont alors discutables :

- L'apport de chaleur sous forme de créneau laser dure 10 ms et s'éloigne donc du caractère impulsif supposé dans le modèle analytique.
- De plus, $t = 0$ est défini au début du créneau laser pour toutes les mesures laser flash, ce qui conduit à surestimer $t_{1/2}$ et donc R_{ff} d'autant plus que le temps $t_{1/2}$ est court. Définir $t = 0$ au milieu du créneau laser abaisserait le temps $t_{1/2}$ mesuré de 5 ms. Pour l'échantillon G3-CP-17 qui présente le temps de montée en température le plus court du projet T3D ($t_{1/2} = 20$ ms), la résistance thermique R_{ff} passe de 0,4 K W^{-1} à 0,3 K W^{-1} pour un temps $t_{1/2}$ retenu passant de 20 ms à 15 ms. Cette erreur sur le temps $t_{1/2}$ ne change donc pas l'ordre de grandeur de la résistance R_{ff} estimée, même pour les échantillons T3D les plus rapides à monter en température. Ainsi, cette résistance thermique estimée R_{ff} est un bon critère de comparaison des échantillons T3D.
- La zone active Si-NTC-Si (15 x 15 mm^2) à la résistance thermique de surface uniforme ne représente que 56 % de la surface totale de l'échantillon (20 x 20 mm^2). Les « bords » représentant les 44 % restants constituent une capacité thermique périphérique. Pour des temps $t_{1/2}$ courts, cette frange externe de largeur 2,5 mm rend la température moins uniforme au sein d'une plaque de silicium pour les échelles de temps de l'essai.

Les limites de la méthode analytique d'estimation de la résistance R_{ff} peuvent être repoussées en réduisant la durée du créneau laser. Sans autre modification, la diminution de l'énergie introduite résultant de la diminution de la durée du créneau laser induirait une diminution du ratio signal/bruit préjudiciable à la précision de la détermination de $t_{1/2}$, le laser fonctionnant déjà à puissance maximale durant le flash. Afin d'éviter cette baisse d'énergie de la sollicitation thermique, il serait possible d'augmenter la concentration du faisceau laser au niveau de l'échantillon. Cependant, cela entraînerait une diminution de l'uniformité spatiale du flux laser absorbée en face amont (cf. profil du faisceau laser sur la figure 2-16). Lorsque la méthode analytique simple atteint ses limites, la solution la plus commode est alors d'utiliser le modèle numérique développé dans la partie 1.2, ce modèle permettant de tenir compte de la durée réelle de la sollicitation thermique.

Pour terminer sur les limites de la méthode analytique, il est à souligner que le banc ne permet de faire ce type de mesure de manière satisfaisante qu'à la température ambiante. Une mesure flash à une température supérieure à l'ambiante est envisageable avec le laser utilisé, mais le flux laser continu nécessaire au maintien d'une température constante de l'échantillon réduirait d'autant l'amplitude du flash laser, obligeant à rallonger celui-ci et à s'éloigner un peu plus du caractère impulsionnel souhaité pour le flash. Enfin, cette méthode d'estimation de la résistance R_{ff} n'est utilisable que pour des échantillons ayant des temps $t_{1/2}$ uniformes sur toute la face aval, traduction d'un contenu de cavité aux propriétés thermiques uniformes sur toute la surface de celle-ci.

En conclusion, la méthode analytique présentée dans cette section permet d'estimer la résistance thermique totale de l'échantillon R_{ff} très rapidement grâce à la mesure du temps de demi-montée en température de la face aval $t_{1/2}$ et à la relation analytique issue du modèle thermique de l'amortisseur liant R_{ff} et $t_{1/2}$. L'utilisation de cette méthode nécessite que la face aval soit opaque dans la zone centrale de l'échantillon (couches minces métalliques ou peinture) et que les résistances thermiques locales entre plaques de silicium soient uniformes ($t_{1/2}$ uniforme en face aval). Ces contraintes excluent les échantillons $G0$, $G1$ et $G2$ non peints dans la zone aval centrale, ainsi que les échantillons aux résistances thermiques locales non uniformes entre les plaques de silicium. L'erreur sur la valeur de la résistance R_{ff} estimée augmente à mesure que la résistance R_{ff} diminue du fait de la durée non nulle de la sollicitation thermique. Cependant, l'ordre de grandeur de la valeur estimée ne s'en trouve pas changé pour les échantillons du projet T3D, de même que la hiérarchie entre les différents échantillons T3D en termes de résistance thermique R_{ff} .

Dans la section suivante, la méthode d'estimation présentée ici est mise en œuvre afin d'évaluer l'influence des NTC sur la conduction de la chaleur dans les différents échantillons T3D.

3.2.2 Influence des NTC

Les nanotubes de carbone (NTC) ont vocation à conduire efficacement la chaleur à travers l'amortisseur thermique grâce à leur conductivité thermique très élevée. Lors de la fabrication des amortisseurs T3D, les NTC croissent sur un substrat catalytique (détails en 2.1.3.3) puis ils sont poinçonnés dans un ensemble de trois couches métalliques (titane / or / indium) déposées sur le silicium. Le terme « poinçonnement » désigne dans la présente étude la liaison thermique et mécanique qui s'établit entre les NTC et la couche métallique de Ti/Au/In lors de l'assemblage par pression. Dans cette section, l'influence des NTC sur les résistances thermiques locale et totale entre les plaques de silicium de l'amortisseur est analysée, puis la sensibilité de cette dernière aux paramètres de poinçonnement Si/NTC et à la longueur des NTC est étudiée. Enfin, un récapitulatif des résistances thermiques R_{ff} et des résistances thermiques de surface r_{ff} correspondantes estimées par méthode flash dans le cadre du projet T3D est présenté.

3.2.2.1 Résistances thermiques locale et totale dues aux NTC

Le tableau 3-8 présente les échantillons servant à l'étude de l'influence des NTC sur la résistance thermique de l'amortisseur. Tous sont constitués d'une base en silicium d'épaisseur 380 μm dotée d'une cavité creusée de profondeur 150 μm +/- 2 μm . Selon les échantillons, l'épaisseur du capot en silicium est de 150 ou de 380 μm , mais ceci n'influe pas sur les temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ mesurés (≥ 20 ms) car ceux-ci sont bien supérieurs au temps $t_{1/2}$ des capots seuls ($t_{1/2} = 0,22$ ms pour 380 μm de silicium). A l'exception de $G3-00-7$ dont la cavité est vide, tous les autres échantillons contiennent un réseau de NTC densifiés en îlots hexagonaux

(géométries définies sur la figure 2-8 et images sur la figure 2-9) et certains également du MCP. Les interfaces Si/NTC se présentent comme suit :

- Pour les échantillons *G3-Co-9*, *G3-CP-11*, *G3-Co-12*, *G3-Co-13*, *G3-CP-16*, *G3-CP-17* et *G3-CP-18*, le procédé du « double-poinçonnement » des NTC a été employé : sur un substrat en silicium dit sacrificiel, la croissance des NTC est réalisée. Un dépôt de Ti 20 nm / Au 100 nm est réalisé sur l'extrémité libre des NTC. Puis le substrat sacrificiel est pressé contre la cavité recouverte d'une couche de Ti/Au/In, ce qui a pour effet de transférer les NTC densifiés du substrat sacrificiel vers la cavité. Un nouveau dépôt de Ti 20 nm / Au 100 nm est alors réalisé sur ces NTC pour pouvoir les poinçonner avec le capot, ce dernier étant lui-même recouvert d'une couche de Ti/Au/In. L'interface Si/NTC de ces échantillons double-poinçonnés est donc la même du côté capot et du côté cavité : Si / Ti 20 nm / Au 100 nm / In 0,7-2,7 μm / Au 100 nm / Ti 20 nm / NTC. Pour rappel, les processus de fabrication et les architectures des amortisseurs T3D sont explicités en section 2.1.2.
- Pour *G3-oo-7*, malgré l'absence de NTC, les couches de Ti 20 nm / Au 100 nm / In 0,7-2,7 μm sont quand-même présentes sur le capot et sur le fond de la cavité dans le but de présenter un comportement infrarouge opaque identique aux autres échantillons du tableau 3-8.

Tableau 3-8. Caractéristiques principales des échantillons testés pour l'étude de l'influence des NTC sur la conduction de chaleur au sein de l'amortisseur. Les motifs de structuration du tapis de NTC (Des.5, 6, 8) sont définis sur la figure 2-8.

	Echantillon complet			Cavité			NTC
Echantillon	Surface	Epaisseur Si	Scellement	Surface	Profondeur	Contenu	Type
<i>G3-oo-7</i>	20 x 20 mm ²	380 + 380 μm	SU8-2005	16 x 16 mm ²	150 μm	Air	-
<i>G3-Co-9</i>			7-13 μm ap			NTC (+air)	Densifié Des.6
<i>G3-Co-12</i>		380 + 150 μm	SU8-2005				Densifié Des.8
<i>G3-Co-13</i>			épaisseur inconnue			NTC + MCP	
<i>G3-CP-11</i>			SU8-2005			(+ air)	Densifié Des.5
<i>G3-CP-16</i>							
<i>G3-CP-17</i>							
<i>G3-CP-18</i>		15-25 μm ap					

ap : épaisseur après scellement.

Les échantillons du tableau 3-8 sont sollicités par un flash laser de durée 10 ms en configuration non peinte. Les zones de mesure IR sont disposées dans la surface correspondant à la cavité, là où se trouvent les couches métalliques Ti/Au/In opaques aux IR (figure 3-12). Le silicium étant semi-transparent dans l'IR, la variation du rayonnement IR mesuré dans ces zones correspond à la variation de température du silicium et de sa couche métallique associée, comme expliqué en 3.2.1.

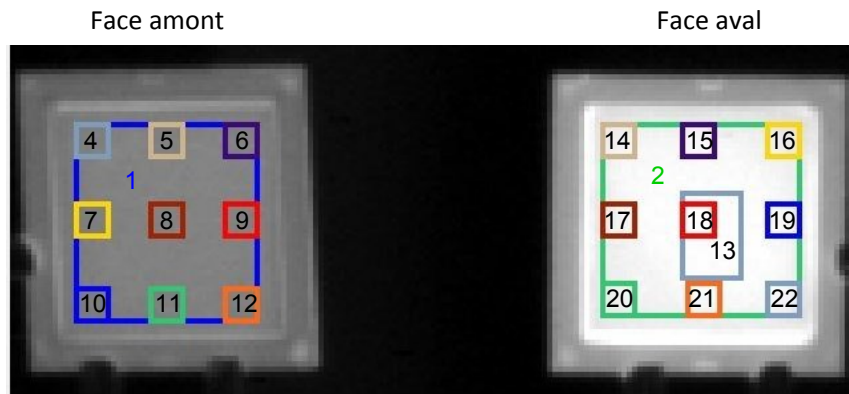


Figure 3-12. Disposition des zones de mesure IR en face amont (n° 1 et 4 à 12) et aval (n° 2 et 13 à 22) de *G3-oo-7* et *G3-Co-9*.

L'échantillon *G3-Co-9* est soumis à trois essais de type flash, capot côté laser. Ces trois tests donnent des résultats similaires. La luminance relative des zones n° 4 à 12 (face amont) augmente de manière uniforme et linéaire durant environ 12 ms, soit la durée effective du flash (figure 3-13). Pour rappel, les thermogrammes en luminance et en température sont équivalents lors de mesures flash (Annexe F). La température est donc uniforme dans la plaque amont durant le flash.

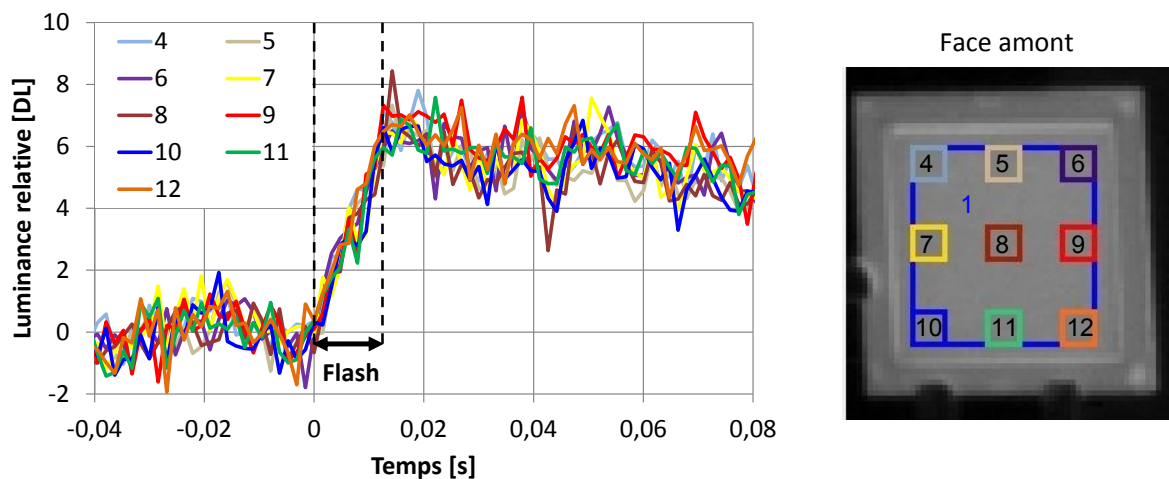


Figure 3-13. Thermogrammes des zones de mesure n° 4 à 12 en face amont de *G3-Co-9* (signal brut) suite à un flash laser débutant à $t = 0$ et dont la consigne de durée est fixée à 10 ms.

Par contre, les thermogrammes mesurés en face aval montrent de grosses différences entre les différentes zones de mesure (figure 3-14). La zone n° 18 (située au centre de l'échantillon) monte le plus rapidement en température, avec un temps de demi-montée $t_{1/2}$ d'environ 40 ms. La zone n° 20 (située dans un coin de la zone cavité) est la plus lente, avec un temps $t_{1/2}$ de l'ordre de 220 ms. Les temps $t_{1/2}$ des autres zones de mesure aval se situent entre ces deux valeurs.

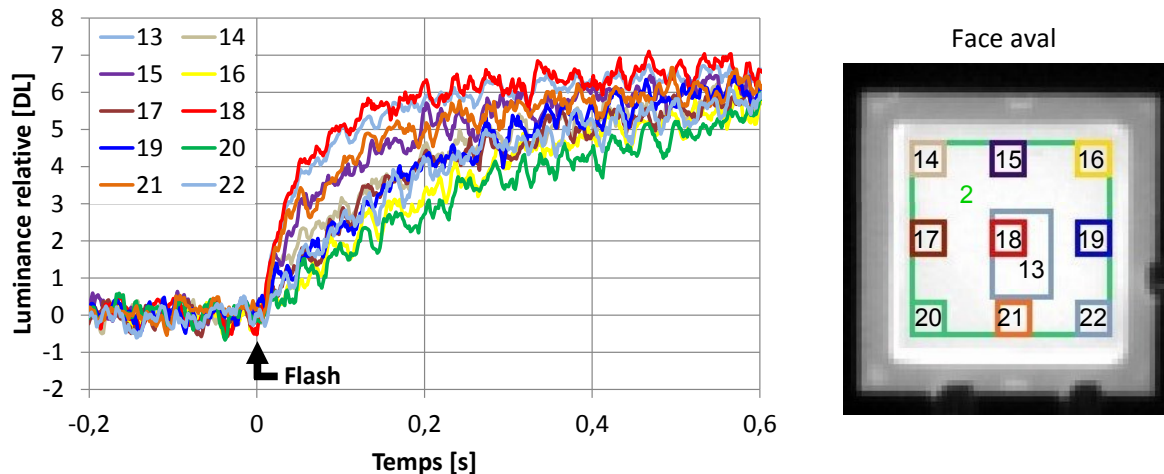


Figure 3-14. Thermogrammes des zones de mesure n° 13 à 22 en face aval de *G3-Co-9* (signal lissé) suite à un flash laser débutant à $t = 0$ et dont la consigne de durée est fixée à 10 ms.

La figure 3-15 récapitule de manière synthétique les résultats avec en rouge les zones qui conduisent moins bien la chaleur et en vert les zones qui affichent les temps de montée en température les plus courts. Il est probable que les zones n° 14, 17 et 20 correspondent à la zone sans NTC de *G3-Co-9*, mais il pourrait aussi s'agir des zones n° 16, 19 et 22. Dans tous les cas, on peut dire que certaines zones de NTC conduisent mieux la chaleur que d'autres, ce qui montre que le poinçonnement du tapis de NTC n'est pas uniforme. L'explication suggérée par le CEA est la non-uniformité de la longueur des NTC pour cet échantillon, entraînant une non-uniformité lors du deuxième poinçonnement capot/NTC.

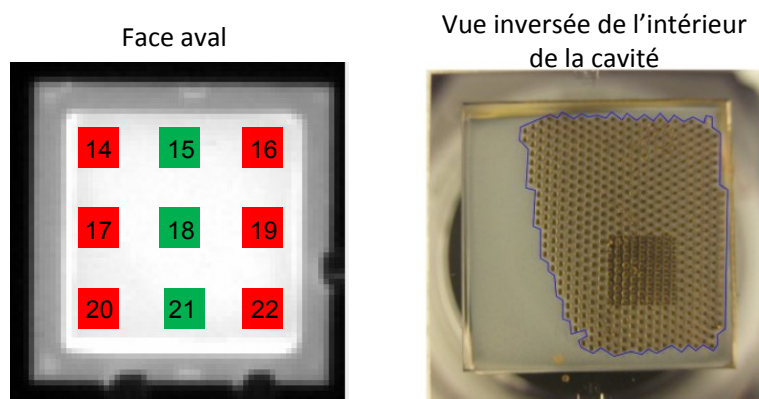


Figure 3-15. Gauche : image IR de *G3-Co-9* avec le récapitulatif des zones de conduction thermique (vert : conductance plus élevée, $t_{1/2} < 80$ ms; rouge : moins élevée, $t_{1/2} > 80$ ms). Droite : photo CEA pendant la fabrication de *G3-Co-9* : les NTC transférés dans la cavité après le premier poinçonnement apparaissent en jaune (dépôt Ti/Au les recouvrant) et sont entourés d'un trait bleu.

Lorsque *G3-Co-9* est retourné sur le porte-échantillon (face cavité côté laser), on retrouve le même comportement thermique qu'avec le capot côté laser : la montée en température est uniforme dans toute la plaque en silicium amont durant le flash et les allures et les temps $t_{1/2}$ des thermogrammes aval sont similaires à ceux des zones correspondant à la mesure précédente.

Comme *G3-Co-9*, les échantillons *G3-CP-11*, *G3-Co-12*, *G3-Co-13* et *G3-CP-18* affichent des thermogrammes aval non uniformes, ce qui correspond à des résistances thermiques locales non

uniformes entre les plaques de silicium dans la zone cavité. En revanche, les vitesses de montée en température varient peu au sein des faces aval de *G3-CP-16* et *G3-CP-17*, traduisant des résistances thermiques locales plutôt uniformes entre les plaques de silicium dans la zone cavité.

Cette uniformité des thermogrammes aval est corrélée à l'uniformité des tapis de NTC transférés dans les cavités après le premier poinçonnement lors de la fabrication au CEA (figure 3-16). Pour *G3-Co-9*, *G3-CP-11*, *G3-Co-12*, *G3-Co-13* et *G3-CP-18*, la conductance thermique locale entre les faces amont et aval ne peut pas être uniforme étant donné qu'il manque des NTC dans des zones entières des cavités, au contraire de *G3-CP-16* et *G3-CP-17* qui ont des NTC dans la quasi totalité de leur cavité. Pour *G3-CP-16* et *G3-CP-17*, il est même possible d'en déduire que le poinçonnement Si/NTC/Si est plutôt uniforme sur toute la surface de la cavité.

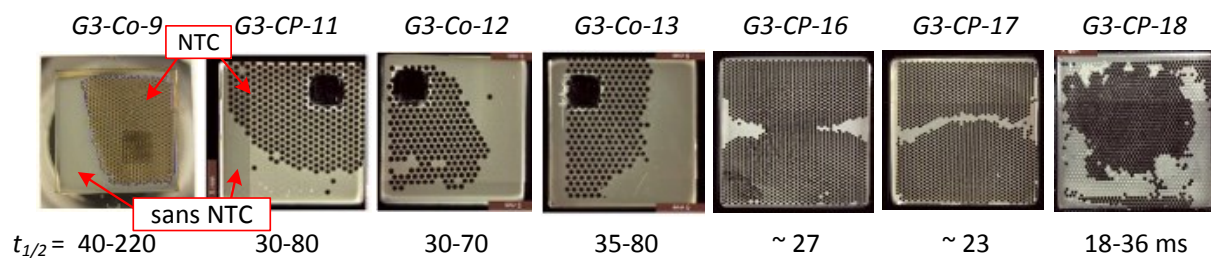


Figure 3-16. Photos CEA des cavités après le premier poinçonnement lors de la fabrication au CEA et temps de demi-montée $t_{1/2}$ associés pour les échantillons complets non peints mesurés au CETHIL. Chaque point noir correspond à un îlot de NTC densifiés. Les NTC de *G3-Co-9* sont déjà recouverts d'une couche de Ti/Au, d'où leur couleur dorée. Les îlots de *G3-CP-11*, *G3-Co-12* et *G3-Co-13* (Design 8) sont d'un diamètre supérieur à ceux de *G3-CP-16*, *G3-CP-17* et *G3-CP-18* (Design 5).

Pour mettre en évidence l'impact des NTC, l'échantillon *G3-Co-9* de type Si-NTC-Si est comparé à l'échantillon *G3-oo-7* de type Si-Air-Si (figure 3-17). *G3-oo-7* et *G3-Co-9* sont issus du même lot de fabrication. Ils sont similaires (tableau 3-8) sauf en ce qui concerne les NTC, absents de *G3-oo-7*. *G3-oo-7* et *G3-Co-9* ont subi trois essais de type flash dans chaque sens (capot en face amont puis en face aval). La reproductibilité des thermogrammes mesurés est bonne, les temps de demi-montée mesurés en face aval étant compris dans un intervalle de l'ordre de +/- 5 % entre les différentes mesures. Suite au flash de 10 ms côté capot, la température de *G3-oo-7* augmente linéairement et uniformément sur sa face amont, de manière identique à *G3-Co-9*. En revanche, contrairement à *G3-Co-9*, les thermogrammes aval des différentes zones de mesure de *G3-oo-7* ont des profils assez proches les uns des autres, avec des temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ compris entre 400 et 550 ms.

La comparaison des thermogrammes de *G3-oo-7* et *G3-Co-9* montre que toutes les zones aval de *G3-Co-9* y compris la zone la plus lente sont nettement plus rapides à monter en température que celles de *G3-oo-7*. L'apport des NTC en termes de conductance thermique est donc clairement identifiable. Logiquement, ils améliorent de manière substantielle la conductance globale de l'amortisseur par rapport à un amortisseur vide.

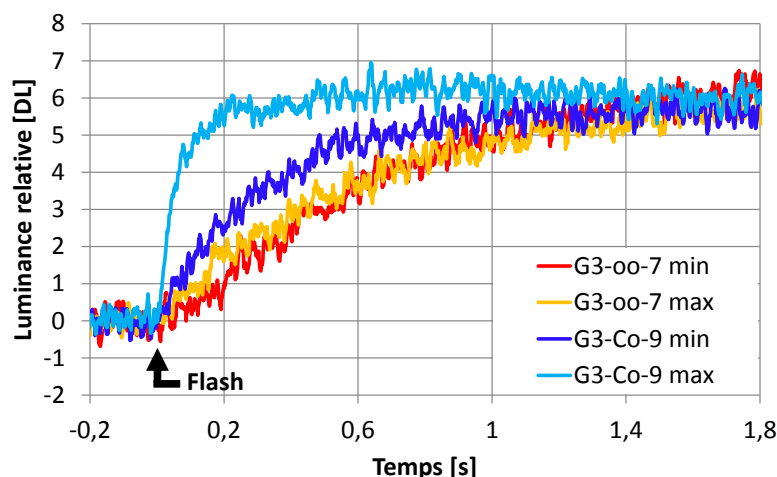


Figure 3-17. Comparaison des thermogrammes aval mesurés dans la zone la plus rapide (« max ») et la zone la plus lente (« min ») à monter en température dans la surface correspondant à la cavité pour chacun des échantillons *G3-oo-7* et *G3-Co-9* suite à un flash laser de 10 ms.

En conclusion, les NTC conduisent effectivement la chaleur de la plaque de silicium amont vers la plaque aval de l'amortisseur T3D. Dans les zones où les NTC sont absents, le transfert thermique s'en trouve notablement ralenti. Cependant, la résistance thermique de la structure Si/NTC/Si reste nettement plus élevée que celle du silicium plein puisque le temps théorique de demi-montée en température $t_{1/2}$ du silicium plein d'épaisseur 530 μm ou 760 μm (soit l'épaisseur des échantillons *G3*) soumis à un créneau laser de 10 ms est de 5,5 ms ou 6,0 ms, contre 18 ms mesuré pour le meilleur amortisseur *G3* du projet T3D. Les thermogrammes aval disparates mesurés dans la zone NTC de *G3-Co-9* suggèrent que la résistance thermique locale Si/NTC/Si dépend de la qualité du poinçonnement des NTC avec la couche métallique Ti/Au/In. Cette dépendance est abordée ci-après.

3.2.2.2 Sensibilité de la résistance thermique totale aux paramètres de poinçonnement

L'étude de sensibilité présentée dans cette section a été conduite en début de projet T3D sur des échantillons prototypes Si-NTC-Si à la géométrie irrégulière et avec un dispositif flash constitué d'une lampe flash classique n'éclairant qu'une partie de la face amont des échantillons. Les biais introduits par ces contraintes expérimentales ne permettent pas une estimation quantitative. Cependant, ces biais étant comparables pour les différents échantillons testés, il est tout de même possible de comparer les résistances thermiques totales R_{ff} estimées à partir de la méthode présentée en 3.2.1 et des temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ mesurés en face aval. Le but est d'identifier les paramètres de la phase de scellement (pression, température, durée) permettant de minimiser les résistances thermiques d'interface Si/NTC.

Ces échantillons de type Si-NTC-Si (tableau 3-9) sont constitués de deux plaques en silicium : une petite (environ 10 x 10 mm^2) et une grande (11 x 16 à 12 x 19 mm^2). La croissance des NTC est réalisée sur toute la surface de la petite plaque en silicium. Les NTC sont ensuite recouverts d'une couche de Ti 20 nm / Au 100 nm. La seconde plaque de silicium est recouverte d'une couche de Ti 20 nm / Au 100 nm / In 1 μm . Les deux plaques sont ensuite assemblées au CEA au moyen d'une presse avec une pression et une température contrôlées. Aucun autre matériau ne relie les deux plaques en silicium à part le tapis de NTC.

Tableau 3-9. Caractéristiques principales des échantillons testés pour l'étude de sensibilité aux paramètres de scellement.

Echantillon	Epaisseur Si	Scellement	Interface Si/NTC		NTC		
			amont	aval	Densifiés	Structure	Longueur
<i>G0-Co-1c</i>	525 + 525 μm (hors peinture)	Aucun	Ti/Au/In/Au/Ti	Al ₂ O ₃ /Fe	Non	Non	Variable ~ 80-130 μm avant poinçon- nement
<i>G0-Co-2c</i>							
<i>G0-Co-3c</i>							
<i>G0-Co-4c</i>							
<i>G0-Co-5c</i>							
<i>G0-Co-6c</i>							
<i>G0-Co-7c</i>							
<i>G0-Co-8c</i>							

Ces échantillons Si-NTC-Si sont peints ensemble au CETHIL afin de rendre leurs faces amont et aval opaques aux infrarouges (figure 3-18). Leur épaisseur de peinture peut donc être considérée comme comparable. La sollicitation thermique est émise par une lampe flash classique éclairant la grande face des échantillons.

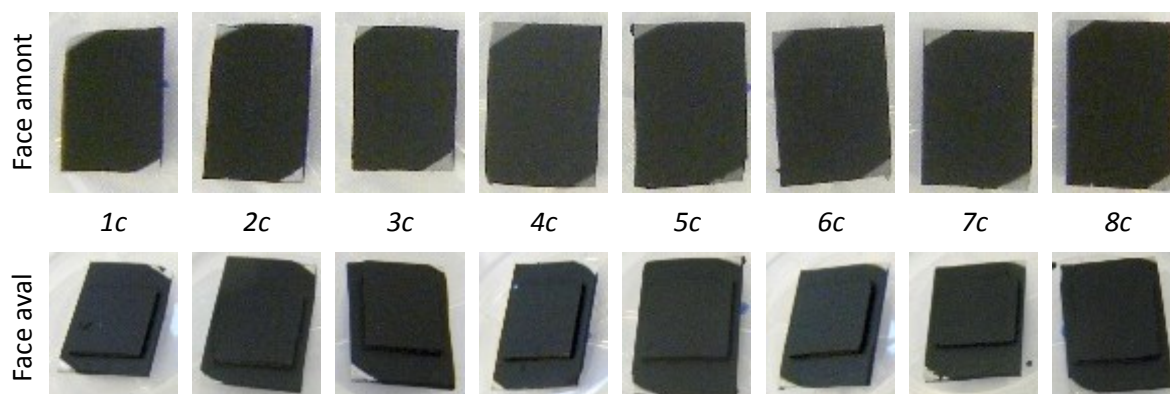
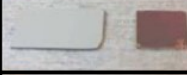
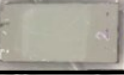
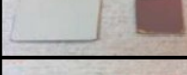
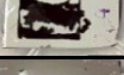
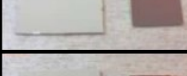
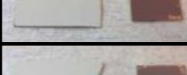
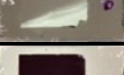
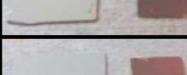
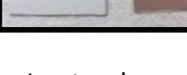
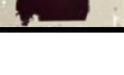


Figure 3-18. Photos des échantillons *G0-Co-1c* à *-8c* en configuration peinte.

En plus des échantillons peints et caractérisés thermiquement au CETHIL (lot « c »), une autre série d'échantillons (lot « a ») a été produite dans les mêmes conditions de poinçonnement dans le but de subir un test destructif d'arrachement au CEA. Le tableau 3-10 synthétise les caractéristiques du poinçonnement (durée, pression et température) ainsi que les performances d'adhésions obtenues (force d'adhésion et pourcentage de NTC transférés à la grande plaque suite au test d'arrachement) et les résistances thermiques totales R_{ff} obtenues. L'évolution des valeurs de R_{ff} en fonction de ces paramètres est illustrée en Annexe D p. 230. Les temps de demi-montée $t_{1/2}$ sont reproductibles, comme le confirment les trois mesures flash successives effectuées pour chaque échantillon.

Tableau 3-10. Récapitulatif des caractéristiques des échantillons Si-NTC-Si du lot « a » et résistances thermiques totales R_{ff} estimées au moyen de la méthode présentée en 3.2.1 pour leurs homologues peints du lot « c ».

Ech.	Avant scellement	Scellement	Après scellement	Force arracht.	Après test d'arrachement	NTC transférés	Ech.	R_{ff}
1a		Temp.: 150 °C Pression : 1 kg Durée : 60 s		294 gf cm ⁻²		0 %	1c	3,6 K W ⁻¹
2a		Temp.: 150 °C Pression : 1 kg Durée : 600 s		-		0 %	2c	3,4 K W ⁻¹
3a		Temp.: 150 °C Pression : 5 kg Durée : 60 s		2357 gf cm ⁻²		60 %	3c	0,7 K W ⁻¹
4a		Temp.: 150 °C Pression : 5 kg Durée : 600 s		2883 gf cm ⁻²		68 %	4c	0,8 K W ⁻¹
5a		Temp.: 300 °C Pression : 1 kg Durée : 60 s		442 gf cm ⁻²		0 %	5c	0,7 K W ⁻¹
6a		Temp.: 300 °C Pression : 1 kg Durée : 600 s		540 gf cm ⁻²		0 %	6c	1,5 K W ⁻¹
7a		Temp.: 300 °C Pression : 5 kg Durée : 60 s		2128 gf cm ⁻²		100 %	7c	0,5 K W ⁻¹
8a		Temp.: 300 °C Pression : 5 kg Durée : 600 s		1130 gf cm ⁻²		100 %	8c	0,6 K W ⁻¹

Les tendances suivantes se dégagent :

- La résistance thermique Si/NTC/Si diminue lorsque la pression de scellement augmente.
- La résistance thermique Si/NTC/Si diminue lorsque la température augmente.
- La durée de poinçonnement ne semble pas avoir d'effet sur la résistance thermique.
- Il y a une corrélation entre une faible résistance thermique, une force d'adhésion élevée et un taux de transfert élevé des NTC durant l'arrachement des plaques.

L'échantillon *G0-Co-5c* ne suit pas du tout cette dernière tendance. Ceci peut être dû à la variabilité inhérente au procédé de fabrication de ces échantillons prototypes : les échantillons *5a* et *5c* peuvent ne pas être identiques malgré des paramètres de poinçonnement identiques. Le fait de ne disposer que d'un seul échantillon par configuration et par type de test (mécanique ou thermique) donne une valeur statistique faible à ces corrélations. Cependant, ces tests préliminaires permettent de montrer l'importance des paramètres de poinçonnement pour les résistances thermiques d'interface Si/NTC et donc pour la résistance thermique totale R_{ff} des échantillons Si-NTC-Si.

3.2.2.3 Sensibilité de la résistance thermique totale à la longueur des NTC

Cette seconde étude de sensibilité a pour objectif de déterminer si la conduction intrinsèque des NTC, inconnue pour les NTC du projet T3D, et à travers elle la longueur des NTC, jouent un rôle dans la résistance thermique totale R_{ff} de l'échantillon. Autrement dit, il s'agit de comparer la résistance thermique intrinsèque des NTC aux résistances thermiques d'interface Si/NTC, les résistances thermiques des plaques en silicium et de la peinture étant comparables entre les quatre échantillons testés (tableau 3-11).

Les échantillons sont de type Si-NTC-Si, comme ceux étudiés précédemment. Les dimensions des plaques en silicium, notamment celles de la grande (13,5 x 15 à 15,5 x 15 mm²), diffèrent

légèrement des échantillons précédents, mais le principe d'une grande plaque de silicium reliée à une petite plaque de silicium par l'intermédiaire du seul tapis de NTC est préservé. Les interfaces Si/NTC sont constituées des mêmes matériaux avec les mêmes épaisseurs que précédemment : Ti 20 nm / Au 100 nm / In 1 μ m / Au 100 nm / Ti 20 nm côté grande plaque, et Al₂O₃ 10 nm / Fe 1 nm côté petite plaque de silicium. La particularité principale de ce jeu d'échantillons est la longueur des NTC, différente pour chacun d'entre eux.

Tableau 3-11. Caractéristiques principales des échantillons testés pour l'étude de sensibilité à la longueur des NTC.

Echantillon	Epaisseur Si	Scellement	Interface Si/NTC		NTC		
			amont	aval	Densifiés	Structure	Longueur
<i>G0-Co-11</i>	~ 0,5+0,5 mm (hors peinture)	Aucun	Ti/Au/In/Au/Ti	Al ₂ O ₃ /Fe	Non	Non	11 μ m av.
<i>G0-Co-46</i>							46 μ m av.
<i>G0-Co-93</i>							93 μ m av.
<i>G0-Co-133</i>							133 μ m av.

av : avant scellement.

Les échantillons sont peints ensemble et sur toute leur surface, rendant les faces amont et aval opaques aux IR (figure 3-19). La sollicitation thermique consiste en un flash laser de durée 6 ms sur la grande face des échantillons.

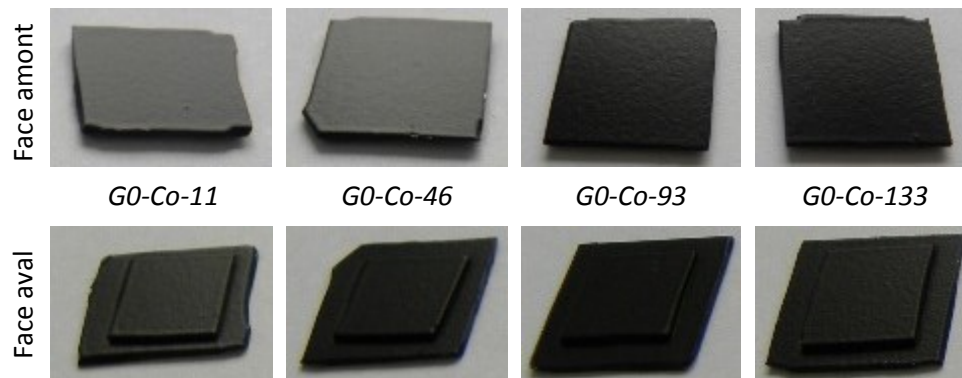


Figure 3-19. Photos des échantillons de quatre longueurs de NTC différentes en configuration peinte.

Les temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ mesurés en face aval des quatre échantillons valent respectivement 76, 51, 44 et 51 $\pm$ 5 ms, l'incertitude donnée étant représentative de la reproductibilité de la mesure. La résistance thermique totale R_{ff} de ces échantillons est déterminée à l'aide de la méthode présentée en 3.2.1. Les dimensions des quatre échantillons étant proches, l'équation (57) montre que le temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ mesuré en face aval est à peu près proportionnel à la résistance thermique totale R_{ff} pour ces échantillons. La figure 3-20 montre qu'il n'y a pas de corrélation entre la longueur des NTC avant poinçonnement et la résistance thermique totale R_{ff} de l'échantillon. Ceci confirme que la résistance thermique intrinsèque des NTC est négligeable devant la somme des deux résistances thermiques d'interface Si/NTC disposées en série dans l'amortisseur.

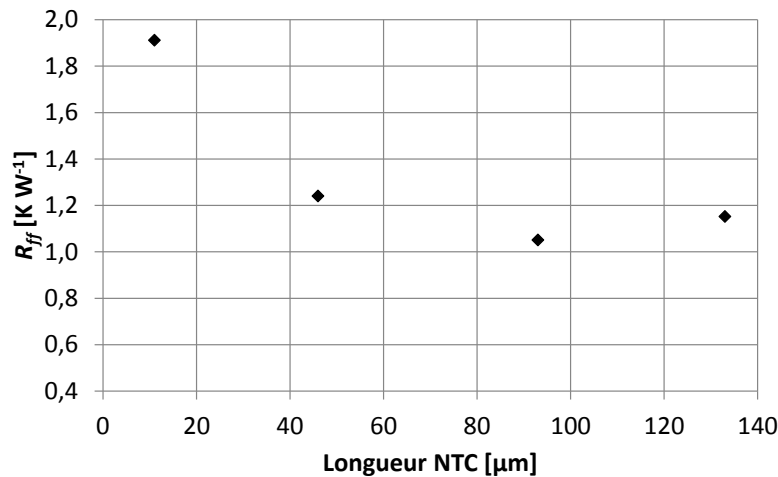


Figure 3-20. Résistance thermique totale R_{ff} estimée à partir de la méthode décrite en 3.2.1 en fonction de la longueur des nanotubes de carbone avant poinçonnement pour les quatre échantillons Si-NTC-Si testés.

3.2.2.4 Récapitulatif et analyse des résistances thermiques totales R_{ff}

Les temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ de tous les échantillons testés par méthode flash dans le cadre du projet T3D sont récapitulés en Annexe D p. 231. Les résistances thermiques totales R_{ff} estimées au moyen de la méthode présentée en 3.2.1 sont récapitulées dans le tableau 3-12. Les échantillons ayant des thermogrammes aval et donc des temps $t_{1/2}$ hétérogènes n'y sont pas répertoriés.

La résistance thermique de surface $r_{ff} = R_{ff} S_{eff}$ est estimée en considérant la surface conductrice effective S_{eff} comme étant la surface occupée par le tapis de NTC au niveau macroscopique, c'est-à-dire sans tenir compte du taux de vide entre chaque NTC et entre chaque îlot de NTC, mais en considérant le taux de transfert des NTC lors du premier poinçonnement pour les échantillons double-poinçonnés. Par exemple, le temps de demi-montée $t_{1/2}$ mesuré en face aval de G3-CP-17 en configuration non peinte est de 20 +/- 3 ms. Ce temps $t_{1/2}$ correspond à la demi-montée en température de la plaque en silicium aval semi-transparente et de la couche métallique opaque déposée sur cette plaque en silicium. La résistance thermique R_{ff} de G3-CP-17 est estimée à $R_{ff} = 0,4 \pm 0,1 \text{ K W}^{-1}$ au moyen de la méthode d'estimation présentée dans la section 3.2.1. En considérant une surface conductrice effective S_{eff} de 206 mm^2 ($15 \times 15 \text{ mm}^2$ de zone NTC avec un taux de transfert des NTC lors du premier poinçonnement de 91,6 % d'après les données CEA) et en négligeant la conduction du joint de SU-8 et du MCP, la résistance thermique de surface r_{ff} de l'ensemble {interface Si/NTC + NTC + interface NTC/Si} vaut environ $8 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2 \text{ K W}^{-1}$.

Tableau 3-12. Récapitulatif des résistances thermiques totales R_{ff} estimées au moyen de la méthode flash présentée en 3.2.1 ainsi que des résistances thermiques de surface r_{ff} et des surfaces conductrices effectives S_{eff} considérées pour le calcul.

	R_{ff} (méthode flash)		S_{eff}	r_{ff}
	K W ⁻¹	K W ⁻¹	mm ²	mm ² K W ⁻¹
Echantillon	sans peinture	avec peinture	-	-
<i>G0-Co-1c</i>	-	3,6	100	360
<i>G0-Co-2c</i>	-	3,4	100	340
<i>G0-Co-3c</i>	-	0,7	100	70
<i>G0-Co-4c</i>	-	0,8	100	80
<i>G0-Co-5c</i>	-	0,7	100	70
<i>G0-Co-6c</i>	-	1,5	100	150
<i>G0-Co-7c</i>	-	0,5	100	50
<i>G0-Co-8c</i>	-	0,6	100	60
<i>G0-Co-11</i>	-	1,9	100	190
<i>G0-Co-46</i>	-	1,2	100	120
<i>G0-Co-93</i>	-	1,1	100	110
<i>G0-Co-133</i>	-	1,2	100	120
<i>G1-Co-6</i>	-	6	99	600
<i>G1-CP-11</i>	-	6	102	610
<i>G1-CP-12</i>	-	6	107	620
<i>G3-CP-5</i>	0,6	-	191	120
<i>G3-CP-16</i>	0,6	-	209	120
<i>G3-CP-17</i>	0,4	-	206	80

Le tableau 3-12 montre que les résistances thermiques de surface r_{ff} les plus faibles ont été mesurées sur des échantillons du tout premier lot d'amortisseurs préliminaires fabriqués dans le cadre du projet T3D (*G0-Co-1c* à *-8c*). Cependant, ces valeurs sont à relativiser car ces premiers amortisseurs ne disposaient d'aucun matériau de scellement ni d'aucune cavité creusée, de sorte que le tapis de NTC a été écrasé de manière incontrôlée, possiblement jusqu'au contact Si/Si, au moment de l'assemblage par pression du capot en silicium avec la plaque de base. Parmi les échantillons disposant d'un matériau de scellement et/ou d'une cavité creusée (amortisseurs de génération *G1*, *G2* et *G3*), donc pour lesquels la compression de la structure en NTC ne se produit pas sur une longueur incontrôlée, l'échantillon *G3-CP-17* est celui affichant la résistance thermique de surface r_{ff} la plus faible avec $8 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2 \text{ K W}^{-1}$.

Cette valeur est du même ordre de grandeur que la résistance thermique totale d'autres matériaux d'interface thermique plus classiques comme la pâte thermique (tableau 1-2), à ceci près que l'épaisseur de la pâte thermique est généralement nettement inférieure à la longueur des NTC des échantillons T3D ($\approx 150 \mu\text{m}$). La comparaison avec les TIMs de type VACNT a plus de sens et montre que la résistance thermique totale r_{ff} de l'échantillon *G3-CP-17* est supérieure d'un voire deux ordres de grandeurs aux meilleurs TIMs toutes longueurs confondues, mais qu'elle est en revanche inférieure à la résistance thermique des TIMs dont la longueur des NTC excède $60 \mu\text{m}$ (figure 3-21).

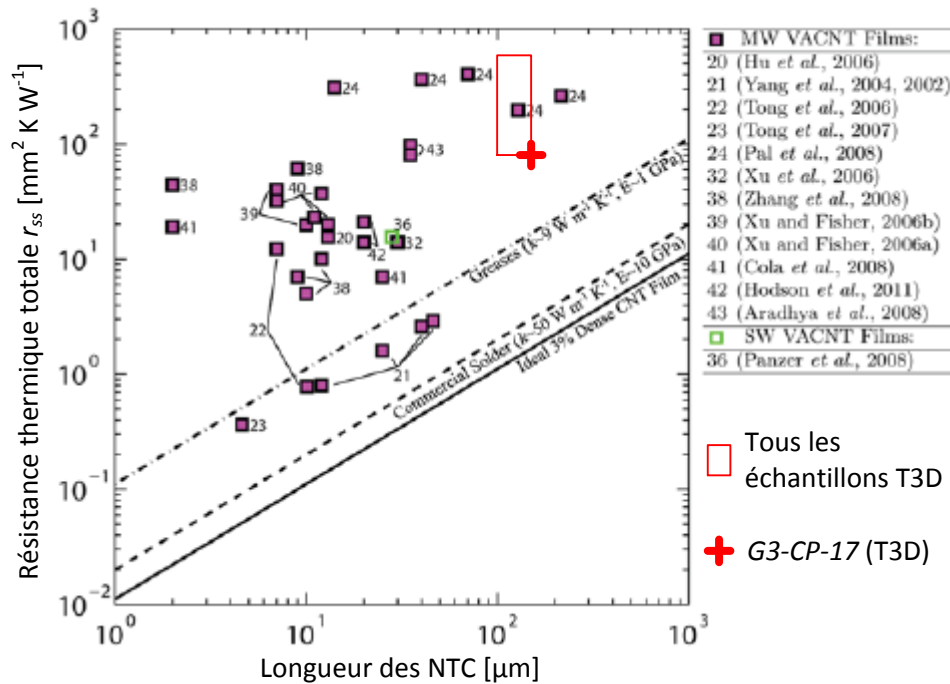


Figure 3-21. Performances thermiques des échantillons T3D comparées à celles des TIMs de type VACNT revus par Marconnet et al. (d'après Marconnet et al., 2013).

Même si la valeur de la résistance thermique de l'échantillon *G3-CP-17* est cohérente avec celles des systèmes approchants testés dans la littérature (TIMs de type VACNT), elle reste nettement plus élevée que la résistance thermique théoriquement atteignable dont la ligne continue de la figure 3-21 donne un ordre de grandeur. Plusieurs explications peuvent être avancées, tant au niveau de la résistance thermique d'interface Si/NTC qu'au niveau de la conductivité thermique des NTC eux-mêmes. Concernant la résistance thermique d'interface Si/NTC, il est probable qu'une partie des NTC ne soit pas en contact avec l'interface, soit à cause d'un arrachement pendant la fabrication (pendant la densification des NTC par exemple) ou pendant l'utilisation de l'amortisseur thermique (cycles de fusion/solidification du MCP), soit à cause de la rugosité initiale du tapis de NTC et de la surface de l'interface (NTC trop courts, creux dans l'interface). De plus, le couplage phononique entre les NTC quasi 1D et le substrat 3D est supposé parfait pour la ligne théorique de la figure 3-21, alors qu'en réalité il ne l'est pas. Concernant les NTC eux-mêmes, comme il a été vu dans le chapitre 1, leur conductivité thermique est probablement altérée par la présence de défauts et/ou d'impuretés en leur sein, par l'interaction tube/tube perturbant le transport de phonons (d'autant plus pour les NTC densifiés des échantillons de génération G3), et aussi par le fait que pour les NTC T3D, le nombre de feuillets diminue à mesure que l'on progresse de la racine des NTC vers leur extrémité opposée (2.1.3.3), ce qui abaisse le nombre de feuillets en carbone connectés à leurs deux extrémités par NTC.

3.2.3 Conclusions

Une méthode d'estimation de la résistance thermique totale R_{ff} entre les plaques en silicium de l'amortisseur a été développée. Cette méthode d'estimation est basée sur une sollicitation thermique de type flash et un modèle thermique analytique 1D de l'amortisseur. Elle présente l'avantage d'être très simple à mettre en œuvre et elle est suffisamment précise pour quantifier et hiérarchiser les résistances thermiques des échantillons T3D.

Les mesures flash réalisées sur les échantillons contenant des NTC montrent que ceux-ci conduisent la chaleur de la face amont vers la face aval de l'amortisseur et que l'uniformité de la montée en température au sein de la plaque de silicium aval est liée à l'uniformité des résistances thermiques locales de la structure Si-NTC-Si. Malgré le faible nombre d'échantillons testés, l'étude de sensibilité aux paramètres de poinçonnement montre que les conditions de poinçonnement influent sur la connexion mécanique et thermique des NTC avec la couche métallique de poinçonnement. Or, les résistances thermiques d'interface Si/NTC prédominent largement sur les résistances thermiques propres du silicium et des NTC, comme le confirme la deuxième étude de sensibilité portant sur la longueur des NTC. Les valeurs de résistance thermique totale mesurées pour les échantillons T3D sont cohérentes avec celles des systèmes expérimentaux approchants (matériau d'interface thermique de type tapis de NTC verticalement alignés) décrits dans la littérature.

Après l'étude du stockage thermique (partie 3.1) et de la conduction de la chaleur (partie 3.2), la partie suivante traite de l'évolution des propriétés thermiques de l'amortisseur en fonction du nombre de sollicitations thermiques.

3.3 Influence du cyclage thermique sur les propriétés thermiques des amortisseurs

L'objectif du cyclage thermique présenté dans cette partie est d'évaluer l'évolution des deux fonctions principales de l'amortisseur que sont sa capacité à stocker de l'énergie (chaleur latente de la structure hybride MCP/NTC) et sa capacité à conduire la chaleur d'une face à l'autre de celui-ci (résistances thermiques) face à des contraintes thermomécaniques répétées un grand nombre de fois. Tout d'abord, la procédure de test développée spécifiquement pour le projet T3D est exposée. Ensuite, le dispositif expérimental est présenté. Enfin, les mesures de résistance thermique de l'amortisseur et de chaleur latente du MCP réalisées au fil des cycles thermique sont analysées.

3.3.1 Définition du cyclage thermique « T3D »

Il existe une multitude de normes définissant différents tests de validation de composants électroniques en fonction de leur type et de leur application (smartphone, ordinateur, automobile, aéronautique...). Parmi ceux-ci, les tests de cyclage thermique consistent à faire subir une succession de cycles thermiques à un échantillon, chaque cycle étant constitué d'une phase de chauffe suivie d'une phase de refroidissement. L'objectif est d'identifier de manière accélérée les modes de défaillance thermomécanique du composant électronique et d'extrapoler sa durée de vie dans l'application finale. Ces tests de vieillissement accéléré impliquent des écarts de température entre les phases chaudes et froides plus élevés que ceux rencontrés par le composant dans son application finale, en prenant toutefois garde à ne pas générer des modes de défaillance non représentatifs de l'application finale du composant.

Le profil du test de fatigue thermomécanique retenu pour tester les échantillons T3D a été défini conjointement par STMicroelectronics et le CETHIL en s'inspirant de la norme « JEDEC Standard JESD22-A104 ». Les caractéristiques de ce cyclage thermique « T3D » (figure 3-22) sont les suivantes :

- Température nominale basse : 25 °C
- Température nominale haute : 125°C

- Situation de l'amortisseur : vertical sur le porte-échantillon, sous le ventilateur (figure 2-18)
- Chauffage : laser 808 nm
- Phase de chauffe : 30 s, puissance optique en sortie laser de 30 W
- Phase de maintien au chaud : 60 s, puissance optique en sortie laser de 26 W
- Refroidissement : convection forcée d'air ambiant pendant toute la durée du cycle (vitesse d'écoulement de l'ordre de 1 m s^{-1} mesurée au niveau de l'amortisseur avec un anémomètre à fil chaud) et échange radiatif avec l'enceinte à température ambiante. La salle dans laquelle se trouve l'enceinte est climatisée, la régulation de celle-ci oscillant entre 18 et 24 °C
- Phase de refroidissement de 90 s, laser éteint
- Nombre de cycles : 850
- Mesures de contrôle de l'échantillon après 0, 5, 50, 100, 450 et 850 cycles (3 flashes et 2 signatures thermiques, ventilateur éteint)

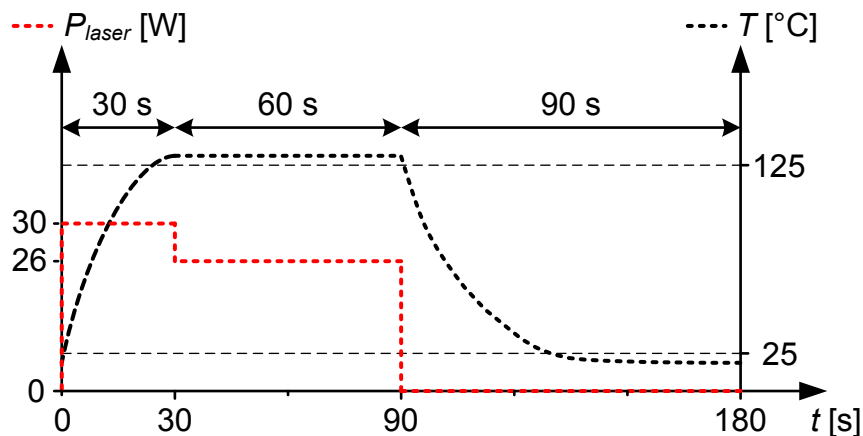


Figure 3-22. Profil du cyclage thermique « T3D ».

Les temps de stabilisation à température haute et basse (« soak time » en anglais) sont définis par la norme « JESD22-A104 » comme étant le temps passé à $-5/+15$ °C de la température nominale haute et à $+5/-10$ °C de la température nominale basse, soit entre 120 et 140 °C et entre 30 et 15 °C dans notre cas. Ces temps de stabilisation sont ici d'environ 1 min pour la phase chaude et d'environ 50 s pour la phase froide, proches de la recommandation de la norme de 1 min pour chaque phase. La faible inertie thermique des amortisseurs et l'apport d'énergie par laser plutôt que par convection d'air chaud ont permis de raccourcir les temps de montée et de descente en température par rapport à la norme « JESD22-A104 » afin de diminuer la durée totale des tests. Ainsi le nombre de cycles « T3D » par heure est de 20, contre 1 à 3 pour la norme.

3.3.2 Dispositif expérimental

3.3.2.1 Banc d'essai

Le dispositif expérimental est basé sur le montage présenté sur la figure 2-14 mais modifié afin de pouvoir réaliser les essais de cyclage thermique sur un temps long (suivi du nombre de cycles thermique par photodiode, pilotage du laser par Labview) et dans un délai raisonnable (ajout d'un ventilateur pour diminuer la durée des phases de refroidissement). Le détail de la configuration expérimentale mise en œuvre pour les essais de cyclage thermique est disponible en section 2.2.5.

3.3.2.2 Echantillons testés

Les amortisseurs *G1-CP-11* et *G1-CP-12* ont été retenus comme candidats au cyclage thermique pour leur scellement à l'adhésif 3M jugé plus robuste que le scellement SU-8 encore en développement au moment des essais de cyclage thermique. L'intérêt de l'adhésif 3M était alors de limiter le risque de contamination du banc d'essai par des NTC durant le cyclage thermique. Par ailleurs, ces échantillons ont la particularité d'avoir une architecture permettant d'évaluer la résistance thermique d'interface Si/NTC côté poinçonnement indépendamment de la résistance thermique totale, notamment grâce à la semi-transparence du silicium, comme cela sera expliqué plus en détails dans la partie 4.3.

Les échantillons *G1-CP-11* et *G1-CP-12* sont chacun constitués d'une petite plaque et d'une grande plaque en silicium d'épaisseur 550 μm chacune, la structure hybride NTC/MCP étant contenue dans la cavité formée par l'adhésif reliant les deux plaques (figure 3-23). La seule différence notable est que lors de leur fabrication au CEA, le MCP a été fondu autour du tapis de NTC pour *G1-CP-12* afin de ne pas imbiber de MCP l'extrémité des NTC côté poinçonnement, et sur le tapis de NTC pour *G1-CP-11*. Ces échantillons sont présentés plus en détail dans la section 4.3.1. Ils sont ici peints sur toute leur surface à l'exception d'une fenêtre de visualisation IR, ce qui permet d'observer simultanément d'une part le comportement thermique du tapis de NTC grâce à la semi-transparence du silicium et d'autre part le comportement thermique du silicium aval grâce à l'opacité de la peinture dans l'infrarouge (figure 3-23). Les zones de mesure IR correspondantes « NTC » et « Peinture plaque aval » sont représentées sur la figure 3-24.

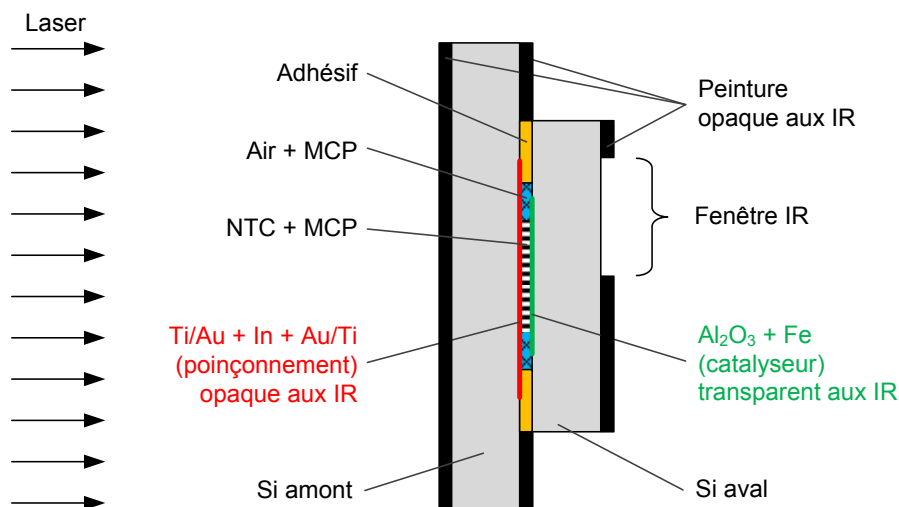


Figure 3-23. Coupe schématique des amortisseurs *G1-CP-11* et *G1-CP-12* peints (échelle non respectée).

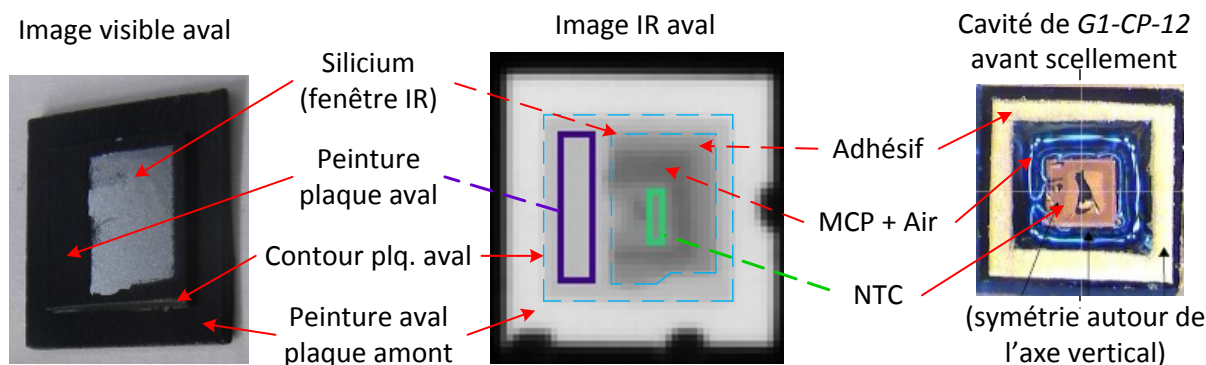


Figure 3-24. Images visible (gauche) et infrarouge (centre) de l'échantillon *G1-CP-12* peint ainsi qu'une photo de l'intérieur de celui-ci avant scellement (droite ; source CEA ; la zone sombre au centre du tapis de NTC correspond à un trou produit de manière involontaire dans la forêt de NTC). Les zones violette et verte de l'image IR définissent les zones de mesure « Peinture plaque aval » et « NTC + silicium aval », cette dernière n'incluant pas le trou du tapis de NTC.

Il est important de connaître l'historique des événements thermiques subis par les échantillons testés depuis leur arrivée au CETHIL afin de pouvoir interpréter les évolutions observées au fil des cycles thermiques. Les historiques des amortisseurs *G1-CP-12* et *G1-CP-11* sont présentés ci-après.

3.3.2.3 Historique thermique de *G1-CP-12*

Le MCP contenu dans l'échantillon *G1-CP-12* a été fondu puis solidifié au CEA lors de la fabrication de celui-ci. L'amortisseur *G1-CP-12* a ensuite été envoyé au CETHIL, instant à partir duquel est décompté le nombre de fusions subies par le MCP. Avant toute fusion du MCP au CETHIL, *G1-CP-12* a été testé par méthode flash sans peinture puis avec peinture (détails en 4.3.2), ces trois dernières mesures flash avec peinture constituant les mesures de référence pour le cyclage thermique (trois premières mesures flash de la figure 3-25). *G1-CP-12* a ensuite subi 6 cycles thermiques de type signature thermique consistant en une chauffe de la température ambiante à environ 105 °C en 18 s suivie immédiatement d'un refroidissement à température ambiante en 2 min, le tout sans ventilateur. Enfin *G1-CP-12* a suivi le programme du cyclage thermique « T3D » défini en section 3.3.1. La figure 3-25 donne une vue d'ensemble de l'histoire thermique de *G1-CP-12*.

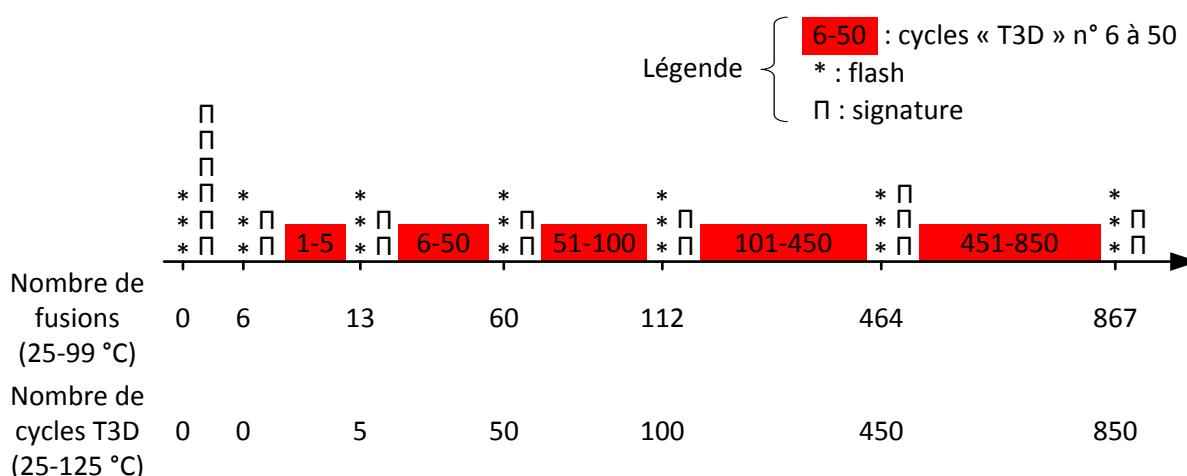


Figure 3-25. Historique thermique de *G1-CP-12* comprenant tous les événements à plus de 30 °C depuis sa réception au CETHIL jusqu'à la fin de son cyclage thermique « T3D », ainsi que les mesures flash de contrôle de l'échantillon.

3.3.2.4 Historique thermique de G1-CP-11

Avant la première fusion du MCP au CETHIL, *G1-CP-11* a été testé par méthode flash sans peinture puis avec peinture (mesures de référence ici). Puis *G1-CP-11* a subi 6 signatures thermiques (montée à environ 105 °C suivie immédiatement d'un refroidissement à température ambiante, sans ventilateur) et 12 cycles thermiques plus sévères dans le cadre de la mise au point du cyclage thermique « T3D » (montée à 125-131 °C en 18 à 52 s avec phase de maintien ou non selon les cycles, puis refroidissement à température ambiante avec ventilateur pour 9 cycles sur 12), soit en tout 18 fusions/solidifications du MCP. *G1-CP-11* a ensuite été testé de nouveau par méthode flash.

3.3.3 Évolution de la résistance thermique d'interface Si/NTC au poinçonnement

Dans cette section, les thermogrammes du tapis de NTC mesurés au fil du cyclage thermique sont comparés au thermogramme mesuré avant la première fusion du MCP au CETHIL afin de voir l'évolution de la résistance thermique d'interface Si/NTC au poinçonnement pour *G1-CP-12* et *G1-CP-11*. Le thermogramme du tapis de NTC est mesuré dans la zone « NTC » de la figure 3-24. Durant les premières dizaines de millisecondes consécutives au flash laser, la variation de luminance IR mesurée dans cette zone correspond à la variation de température du seul tapis de NTC, comme cela est montré dans la section 4.3.2.

La zone de mesure « NTC » ne doit empiéter ni sur la peinture, ni sur la zone MCP + Air, ni sur le trou au centre du tapis de NTC de *G1-CP-12*. Cette zone ne comprend que 27 pixels pour l'échantillon *G1-CP-12*, contre 144 pixels pour la zone « peinture plaque aval ». Bien que ce signal brut constitue déjà une moyenne spatiale sur les 27 pixels concernés, il est très bruité étant donné la faible amplitude des montées en température dues au flash. Afin d'augmenter le ratio signal/bruit, ce signal brut est lissé au moyen d'une moyenne temporelle glissante sur sept images consécutives et d'une moyenne sur trois mesures flash successives (détails en annexe p. 241).

Tous les thermogrammes de la zone « NTC » mesurés au fil des cycles thermiques de *G1-CP-12* (figure 3-26) et *G1-CP-11* (figure 3-27) montrent deux phases :

- 1) une première phase de montée rapide dans les 20-30 premières millisecondes suivant le début du flash, correspondant au transfert thermique entre le silicium amont et la structure hybride NTC+MCP
- 2) une deuxième phase de montée lente jusqu'à la température finale atteinte environ 600 ms après le flash, correspondant à la diffusion de la chaleur dans l'adhésif, le silicium aval, la fraction de MCP mal connectée thermiquement au silicium amont, ainsi qu'à l'homogénéisation de la température dans tout l'échantillon (effet réservoir de chaleur des bords de la grande plaque en silicium).

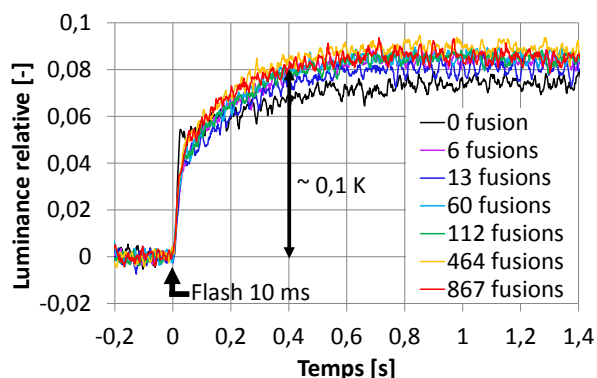


Figure 3-26. Thermogrammes mesurés dans la zone « NTC » de l'échantillon *G1-CP-12* lors des flashes avant la première fusion du MCP au CETHIL, puis après 6, 13, 60, 112, 464 et 867 fusions du MCP.

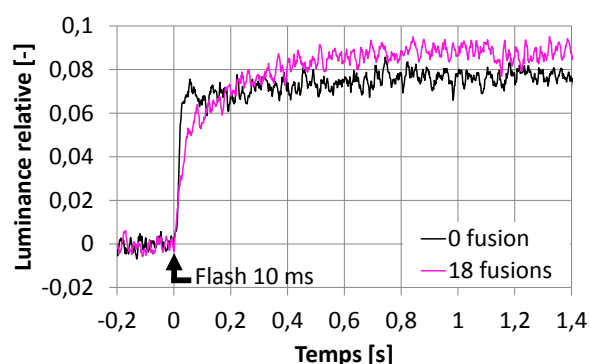


Figure 3-27. Thermogrammes mesurés dans la zone « NTC » de l'échantillon *G1-CP-11* lors des flashes avant et après les 18 fusions du MCP réalisées au CETHIL.

La première phase des thermogrammes montre une montée en température de la zone « NTC » nettement plus rapide avant la première fusion du MCP au CETHIL pour *G1-CP-12* et *G1-CP-11* (courbes « 0 fusion »). Un zoom de la figure 3-26 sur la première phase de montée en température des NTC de *G1-CP-12* permet de distinguer clairement le thermogramme avant la première fusion des autres thermogrammes (figure 3-28). Après les 6 premières fusions du MCP au CETHIL et jusqu'à la fin de l'essai de cyclage thermique, tous les thermogrammes montrent des vitesses de montée en température comparables au bruit de mesure près (pentes identiques des courbes « 6 fusions » à « 867 fusions »).

Les temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ correspondants confirment ceci, passant de 18 ms avant fusion à 42 ms en moyenne après les six premières fusions de *G1-CP-12* (figure 3-29). *G1-CP-11* se comporte de la même manière avec un temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ passant de 17 ms avant fusion à 45 ms après 18 fusions. Ce temps $t_{1/2}$ de 17-18 ms correspond en fait à un déphasage τ d'au plus quelques millisecondes entre les thermogrammes du silicium amont et des NTC. En effet, le temps $t_{1/2}$ est compté à partir du début du flash qui dure 10 ms et la peinture amont induit un déphasage du signal thermique de l'ordre de 10 ms (cf. thermogrammes des mêmes échantillons non peints dans la section 4.3.2). L'augmentation du temps $t_{1/2}$ de 17-18 à 42-45 ms traduit donc une forte augmentation du déphasage τ d'au plus quelques millisecondes à plus de 20 ms, traduisant une forte augmentation de la résistance thermique d'interface Si/NTC au poinçonnement R_{poi} pour les deux échantillons testés *G1-CP-12* et *G1-CP-11*. Cette forte augmentation de la résistance thermique d'interface Si/NTC résulte probablement de l'arrachement de tout ou partie des NTC de la couche métallique de poinçonnement, arrachement pouvant être causé entre autres par les forces capillaires exercées par le MCP liquide sur les NTC et/ou par la variation de volume du MCP lors des changements de phase de celui-ci.

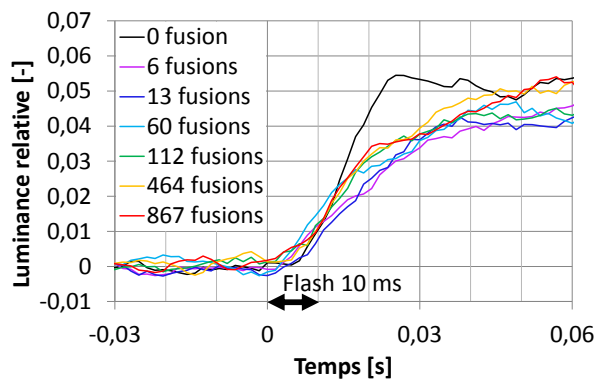


Figure 3-28. Première phase des thermogrammes moyens de la zone « NTC » de *G1-CP-12* (zoom de la figure 3-26).

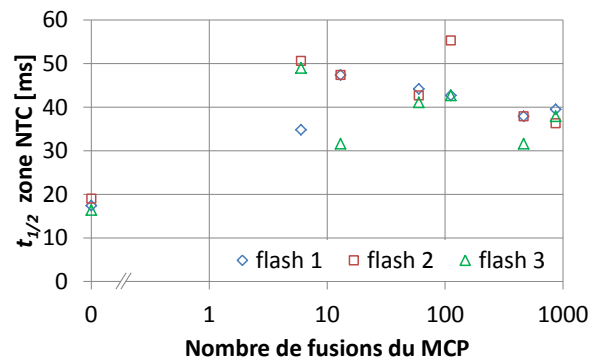


Figure 3-29. Temps de demi-montée en température de la zone « NTC » de *G1-CP-12* en fonction du nombre de fusions/solidifications du MCP.

En conclusion, les thermogrammes du tapis de NTC lors des mesures flash montrent que suite aux premiers cycles de fusion/solidification du MCP, le tapis de NTC ne monte plus en température de manière quasi simultanée avec le silicium amont mais avec un net retard par rapport à celui-ci. Ceci traduit le fait que la résistance thermique d'interface Si/NTC côté poinçonnement R_{poi} de *G1-CP-12* et *G1-CP-11* a fortement augmenté. Cette évolution suite aux premiers cycles thermiques étant identique pour les deux échantillons testés, il n'a pas été jugé pertinent de poursuivre le cyclage thermique de *G1-CP-11*. En effet, le cyclage thermique complet de *G1-CP-12* montre que la vitesse de montée en température des NTC et donc la résistance thermique d'interface R_{poi} restent constantes après la dégradation liée aux premiers cycles thermiques.

3.3.4 Évolution de la résistance thermique totale de l'amortisseur

De la même manière qu'en section précédente pour la résistance thermique d'interface Si/NTC côté poinçonnement R_{poi} , il est possible d'observer l'évolution de la résistance thermique totale R_{ff} des échantillons au fil des cycles thermiques grâce aux thermogrammes mesurés dans la zone aval peinte lors des mesures flash de contrôle (figure 3-30 et figure 3-31).

De manière surprenante, la résistance thermique totale des deux échantillons testés baisse légèrement suite aux premiers cycles thermiques alors qu'il a été montré précédemment que leurs résistances thermiques d'interface Si/NTC au poinçonnement R_{poi} augmentent dans le même temps. Les thermogrammes mesurés tout au long du cyclage thermique de *G1-CP-12* montrent que cette résistance thermique totale réaugmente ensuite légèrement pour se stabiliser à une valeur inférieure à la résistance thermique totale initiale (figure 3-30).

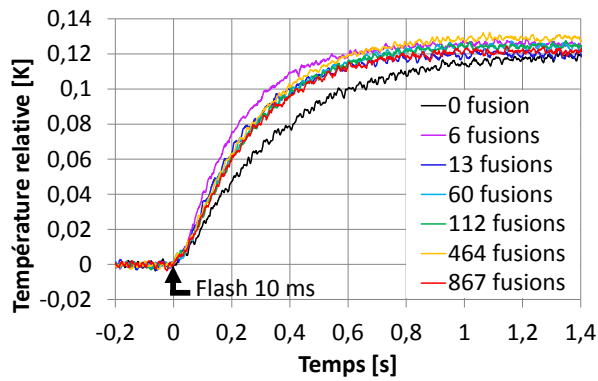


Figure 3-30. Thermogrammes mesurés dans la zone « Peinture plaque aval » de *G1-CP-12* lors des flashes avant la première fusion du MCP au CETHIL, puis après 6, 13, 60, 112, 464 et 867 fusions/solidifications du MCP.

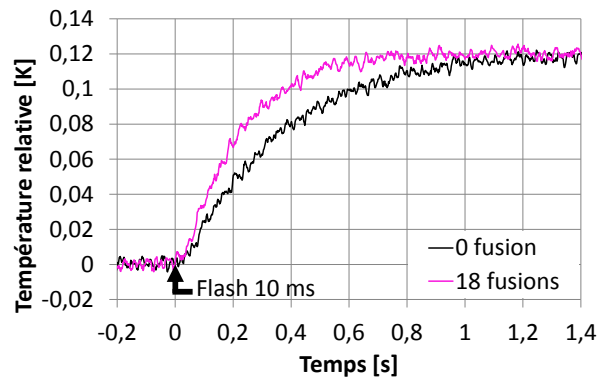


Figure 3-31. Thermogrammes mesurés dans la zone « Peinture plaque aval » de *G1-CP-11* lors des flashes avant et après les 18 premières fusions du MCP réalisées au CETHIL.

Le temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ mesuré pour la peinture de la plaque aval traduit cette évolution, passant de 260 à 170 ms pour les deux échantillons *G1-CP-11* et *G1-CP-12* suite aux premiers cycles thermiques. Le cyclage thermique complet de *G1-CP-12* montre que ce temps $t_{1/2}$ remonte ensuite légèrement pour se stabiliser autour de 200 ms (figure 3-32), ce qui correspond à une résistance thermique totale d'échantillon R_{ff} d'environ $4,5 \text{ K W}^{-1}$ ($t_{1/2} = 200 \text{ ms}$) contre 6 K W^{-1} ($t_{1/2} = 260 \text{ ms}$) avant cyclage.

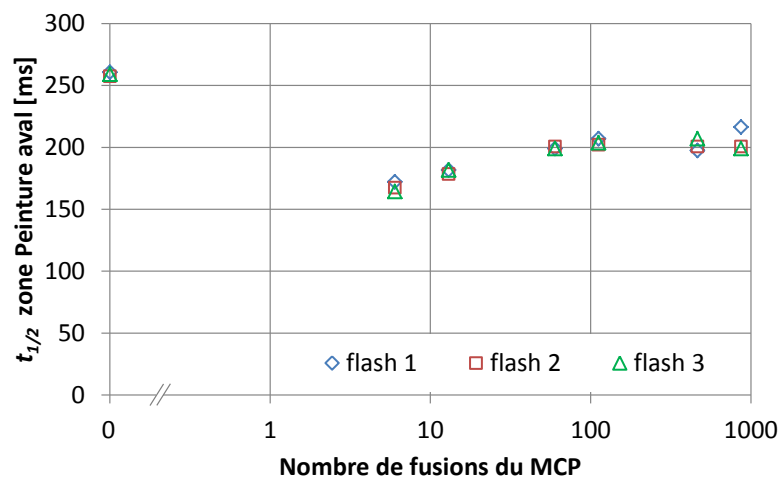


Figure 3-32. Temps de demi-montée en température de la zone « Peinture plaque aval » de *G1-CP-12* en fonction du nombre de fusions/solidifications du MCP.

La résistance thermique d'interface Si/NTC au poinçonnement ayant augmenté, cette légère baisse de la résistance thermique totale est imputable au MCP qui a pu se positionner de manière plus favorable dans la cavité et/ou à l'adhésif reliant les deux plaques de silicium dont les propriétés thermiques (conductivité thermique et surtout résistance thermique d'interface Si/adhésif) ont pu évoluer suite au cyclage thermique. Malgré cette légère baisse par rapport à la valeur initiale, la résistance thermique totale de *G1-CP-11* et de *G1-CP-12* après cyclage thermique reste élevée.

3.3.5 Évolution de la chaleur latente

Un aspect important du projet T3D est d'évaluer l'évolution des propriétés de stockage thermique de la structure hybride MCP/NTC suite à des cycles de fusion/solidification répétés un grand nombre de fois. A cet effet, des mesures de contrôle de type signature thermique ont été réalisées régulièrement durant le cyclage thermique de l'amortisseur *G1-CP-12*.

La chaleur latente du MCP contenu dans l'amortisseur *G1-CP-12* est estimée d'après la méthode exposée en 3.1.3 à partir du deuxième cycle de fusion/solidification au CETHIL et jusqu'au dernier cycle thermique. La valeur mesurée pour le premier cycle de fusion/solidification n'est pas prise en compte car elle n'est pas considérée comme directement comparable aux valeurs des cycles suivants. En effet, la signature thermique mesurée lors du premier cycle de fusion/solidification est généralement différente des suivantes qui elles sont similaires. Ceci peut tenir à l'effet mémoire du MCP et au repositionnement du MCP dans la cavité. L'effet mémoire du MCP désigne la forme cristalline adoptée par le MCP lors de sa dernière solidification, forme cristalline dont dépend la chaleur latente de changement de phase. Cette forme cristalline dépend elle-même entre autres de la vitesse de solidification du MCP et donc de la vitesse de refroidissement de l'amortisseur, différente lors de sa fabrication au CEA et lors des tests au CETHIL. Pour s'affranchir du biais lié à la mémoire du MCP de sa solidification au CEA, la première fusion au CETHIL n'est jamais considérée pour évaluer la chaleur latente du MCP dans le projet T3D.

La mesure de la chaleur latente au fil des cycles de fusion/solidification pour *G1-CP-12* ne montre pas d'évolution notable de celle-ci (figure 3-33). La dispersion des points de mesure est liée à l'incertitude de la méthode d'estimation de la chaleur latente. Cette incertitude est en partie due à la faible quantité de MCP contenue dans *G1-CP-12* : environ 3 mg soit seulement 0,7 % de la masse totale de l'échantillon.

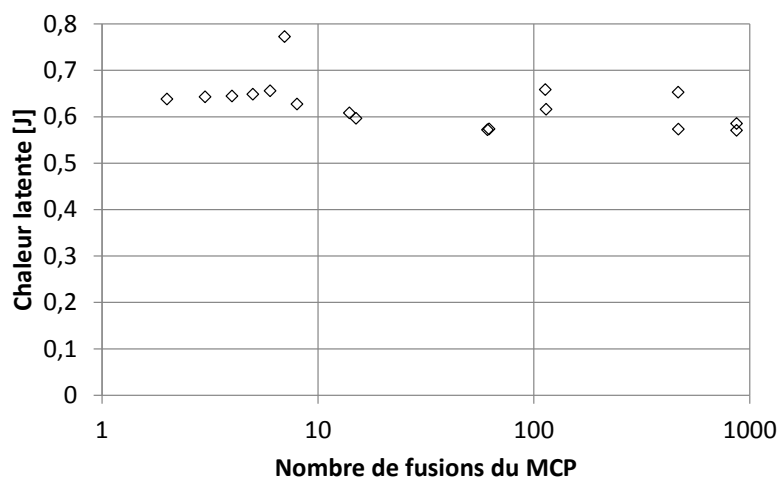


Figure 3-33. Chaleur latente mesurée sur *G1-CP-12* en fonction du nombre de fusions/solidifications subies par le MCP au CETHIL.

Il ressort de ces mesures que les propriétés de stockage d'énergie du MCP de type PCM-89 de chez Kaplan Energy - Clauger sont pour l'essentiel conservées après 869 cycles de fusion/solidification, dont 850 cycles réalisés selon le profil du cyclage thermique « T3D ».

3.3.6 Conclusions

Le test de cyclage thermique « T3D » a été défini conjointement par STMicroelectronics et le CETHIL en s'inspirant de la norme « JEDEC Standard JESD22-A104 ». Il consiste à chauffer l'amortisseur à 125 °C puis à le refroidir à 25 °C en répétant ce cycle 850 fois. Le banc d'essai a été modifié en conséquence, entre autres par l'ajout d'un ventilateur pour diminuer la durée totale du cyclage thermique ainsi que par l'implémentation d'un suivi du cyclage par photodiode et d'un programme de pilotage du laser sur des durées longues.

Dès les premiers cycles de fusion/solidification du MCP, la résistance thermique d'interface Si/NTC au poinçonnement R_{poi} a augmenté de manière importante et identique pour *G1-CP-12* et *G1-CP-11*. L'intégration du MCP (fonte sur le tapis de NTC pour *G1-CP-11* et autour du tapis de NTC pour *G1-CP-12*) n'a donc pas d'incidence sur l'évolution de la résistance thermique d'interface Si/NTC au poinçonnement, du moins pour les deux échantillons testés. La poursuite du cyclage thermique de *G1-CP-12* montre qu'une fois dégradée, la résistance thermique d'interface R_{poi} reste constante jusqu'à la fin des 850 cycles « T3D ». Ces éléments ont mené à la décision de ne pas poursuivre le cyclage thermique pour *G1-CP-11*. Quant à la résistance thermique totale initialement élevée de *G1-CP-12* et *G1-CP-11*, elle évolue là encore de manière identique pour les deux échantillons, diminuant légèrement suite aux premiers cycles thermiques, probablement suite au repositionnement du MCP dans la cavité et à l'évolution des résistances de contact Si/adhésif. La mesure de la chaleur latente au fil du cyclage thermique de *G1-CP-12* ne montre pas d'évolution notable de celle-ci. Les propriétés de stockage d'énergie de la structure hybride MCP/NTC sont donc pour l'essentiel conservées après les 850 cycles thermiques « T3D ».

La constance des paramètres mesurés après les premiers cycles thermiques (résistance thermique d'interface Si/NTC au poinçonnement R_{poi} , résistance thermique totale R_{ff} , chaleur latente) ainsi que le contrôle visuel régulier de l'échantillon au long du cyclage thermique (pas de modification de l'aspect extérieur ni de fuite de MCP) montrent que la tenue thermomécanique générale de *G1-CP-12* est bonne à l'issue de ces 850 cycles « T3D ». Cependant, ces résultats ne sont pas représentatifs de la longévité thermomécanique des amortisseurs de dernière génération (*G3*) car les épaisseurs de silicium y sont bien plus faibles (capot de 150 µm d'épaisseur pour la plupart des *G3* contre 550 µm pour *G1-CP-12* et *G1-CP-11*, base de 380 µm avec cavité de 150 µm de profondeur contre base de 550 µm sans cavité creusée pour *G1-CP-12* et *G1-CP-11*), les NTC y sont densifiés (non densifiés pour *G1-CP-12* et *G1-CP-11*) et le scellement y est assuré par de la SU-8 (adhésif 3M pour *G1-CP-12* et *G1-CP-11*).

Le cyclage thermique de *G3-CP-17*, le seul amortisseur de dernière génération susceptible de pouvoir subir un tel test de par sa qualité de fabrication, n'a pas pu être réalisé car il a été reçu à la toute fin du projet T3D. *G3-CP-17* a tout de même été soumis à six cycles thermiques (montée de 20 à plus de 110 °C puis refroidissement jusqu'à 20 °C). Les thermogrammes mesurés par méthode flash en face aval de *G3-CP-17* avant et après ces six premiers cycles thermiques au CETHIL sont identiques, ce qui montre que la résistance thermique totale R_{ff} de *G3-CP-17* est inchangée après ces six premières fusions/solidifications. La structure conductrice de *G3-CP-17* (structure en NTC densifiés et poinçonnés aux deux extrémités) semble avoir conservé ses propriétés de conduction de la chaleur là où celles de *G1-CP-12* et *G1-CP-11* (structure en NTC non densifiés et poinçonnés à une seule extrémité) se sont dégradées. Les structures de NTC densifiés et poinçonnés aux deux

extrémités semblent avoir un bon potentiel en termes de solidité de la connexion Si/NTC face aux contraintes thermomécaniques répétées.

Des études ultérieures avec des amortisseurs en configuration finale (motifs et densification des NTC, type d'interface Si/NTC, type de MCP, type de scellement...) ainsi qu'une adaptation du profil de cyclage thermique aux applications électroniques visées (nombre de cycles, températures) seraient nécessaires pour confirmer les tendances observées dans la présente étude.

3.4 Conclusions

Des méthodes d'estimation quantitative de l'effet du stockage d'énergie du MCP, première fonction de l'amortisseur, ont été développées dans la partie 3.1. La comparaison des thermogrammes expérimentaux de deux amortisseurs soumis à une chauffe suivie d'un refroidissement, l'un avec et l'autre sans MCP, a mis en évidence la capacité d'écrtage en température due à la chaleur latente du MCP. La représentation des dérivées temporelle de ces thermogrammes en fonction de la température d'échantillon T_m , appelées signatures thermiques, permet d'identifier clairement les zones de fusion et de solidification du MCP. Une méthode d'estimation de la capacité thermique totale apparente de l'amortisseur ainsi que des capacités thermiques équivalentes dues uniquement au changement de phase en fonction de T_m a été développée. Cette méthode permet également d'accéder aux grandeurs intégrales que sont la quantité de chaleur latente du changement de phase complet (en joules) et, connaissant la chaleur latente du MCP (205 J g^{-1}), à la masse de MCP contenu dans l'amortisseur. La comparaison des résultats issus de cette méthode avec ceux issus de deux mesures différentes montre que la méthode d'estimation développée dans cette étude est robuste. De plus, sa sensibilité à l'échantillon de référence sans MCP est faible, de même que sa sensibilité à la position du MCP dans la cavité. Une méthode d'estimation de l'amplitude de l'écrtage en température dû au MCP ne nécessitant pas d'échantillon de référence a également été développée.

La conduction de la chaleur entre les deux plaques en silicium de l'amortisseur constitue sa deuxième fonction principale. Une méthode simple d'estimation de la résistance thermique totale entre plaques de silicium R_{ff} a été développée dans la partie 3.2. Pour les amortisseurs contenant des NTC, une corrélation entre l'uniformité de la montée en température en face aval lors de mesures flash et l'uniformité des résistances thermiques locales entre les deux plaques de silicium, c'est-à-dire l'uniformité des résistances thermiques locales de la structure Si/NTC/Si, a été établie. Or les temps de montée en température mesurés montrent que la somme des deux résistances thermiques d'interface Si/NTC en série dans l'amortisseur est très supérieure aux résistances thermiques propres des plaques en silicium et des NTC. Ceci est confirmé par l'absence de corrélation entre la résistance thermique totale d'amortisseur R_{ff} et la longueur des NTC. L'étude de sensibilité aux paramètres de poinçonnement montre que ceux-ci influent de manière notable sur la connexion mécanique et thermique des NTC avec la couche métallique de poinçonnement. Les valeurs des résistances thermiques totales mesurées pour les échantillons T3D sont cohérentes avec celles des dispositifs approchants (tapis de NTC verticalement alignés enserrés entre deux substrats) rapportées dans la littérature.

Les essais de cyclage thermique présentés dans la partie 3.3 montrent l'évolution des paramètres thermiques des amortisseurs *G1-CP-11* et *G1-CP-12* en fonction du nombre de cycles de chauffe/refroidissement. La chaleur latente de la structure hybride NTC/MCP est préservée après

850 cycles thermiques alternant entre 25 et 125 °C, de même que l'intégrité mécanique de l'enveloppe (silicium, adhésif). En revanche, la résistance thermique d'interface Si/NTC côté poinçonnement augmente fortement dès les premiers cycles thermiques. Cette dégradation rapide de la conductance thermique de la structure Si/NTC/Si n'est cependant pas observée lors des six premiers cycles thermiques de *G3-CP-17*, l'unique amortisseur de dernière génération ayant pu subir quelques cycles thermiques. Par rapport aux NTC non densifiés et poinçonnés à une seule extrémité contenus dans les échantillons dont la résistance thermique d'interface Si/NTC a augmenté rapidement, les NTC densifiés et poinçonnés aux deux extrémités contenus dans cet amortisseur de dernière génération semblent avoir un meilleur potentiel en termes de tenue mécanique et de maintien des performances thermiques face à des contraintes thermomécaniques répétées.

Après avoir caractérisé les propriétés thermiques principales de l'amortisseur que sont sa capacité d'écrêtage thermique et sa capacité à conduire la chaleur, le chapitre suivant aborde le comportement du MCP dans la cavité, son influence ainsi que celle du matériau de scellement sur la résistance thermique totale de l'amortisseur, et pour terminer, le thème crucial de la résistance thermique d'interface Si/NTC.

Chapitre 4. Contrôle non destructif par voie optique

Ce chapitre présente la caractérisation du comportement du MCP dans la cavité, de la qualité du scellement de l'amortisseur ainsi que de la résistance thermique d'interface Si/NTC, l'abaissement de cette dernière étant essentiel au bon fonctionnement de l'amortisseur thermique. La plupart des méthodes de caractérisation employées sont basées sur l'analyse optique IR des échantillons T3D et constituent à ce titre des moyens de contrôle non destructif de l'amortisseur thermique.

4.1 Analyse optique de la distribution du MCP dans la cavité

Dans cette partie, le comportement du MCP dans des cavités en silicium est étudié au moyen d'échantillons contenant du MCP et de l'air. Cette étude a pour objectif d'identifier qualitativement les forces dominantes modifiant la position du MCP au sein de la cavité lorsqu'il est liquide. Une analyse plus fine permet ensuite de comparer les distributions réelle et apparente du MCP dans la cavité.

4.1.1 Échantillons testés

Le comportement du MCP dans la cavité en silicium est étudié au moyen de six échantillons de type Si-MCP-Si ayant des profondeurs de cavité différentes (50, 100 et 150 μm environ). Leurs caractéristiques sont synthétisées dans le tableau 4-1. Les plaques « base » et « capot » sont en silicium, de surface $20 \times 20 \text{ mm}^2$, d'épaisseur 380 μm chacune ; elles sont scellées par un joint en SU-8 d'épaisseur 8 μm avant scellement, estimée à 5 μm +/- 3 μm après scellement (figure 4-1).

Tableau 4-1. Caractéristiques principales des échantillons Si-MCP-Si permettant d'observer le comportement du MCP dans la cavité en silicium.

Echantillon	Echantillon complet			Cavité creusée		
	Surface	Epaisseur Si	Scellement, épaisseur	Surface	Profondeur	Contenu
G2-oP-3-50	$20 \times 20 \text{ mm}^2$	380 + 380 μm (hors peinture)	SU8-2002, 8,2 μm +/- 1,2 μm av	$16 \times 16 \text{ mm}^2$	49 +/- 2 μm	MCP (+ air)
G2-oP-4-50						
G2-oP-3-100					101 +/- 2 μm	
G2-oP-4-100*						
G2-oP-3-150					149 +/- 2 μm	
G2-oP-4-150						

* : ouvert pendant le transport.

av : avant scellement.

La plaque de base comporte une cavité creusée de surface $16 \times 16 \text{ mm}^2$ ainsi qu'une couche de 0,2 μm de nitrure de silicium (SiN), couche liée au procédé de fabrication de la cavité (cf. section 2.1.2). La profondeur totale de la cavité d'un échantillon est la somme de la profondeur de la cavité creusée et de l'épaisseur du joint de SU-8 ; elle est ici de 54, 106 ou 154 μm +/- 5 μm . Etant donné l'ordre de grandeur des épaisseurs en jeu, dans les cas où la distinction n'est pas nécessaire, le terme « profondeur de cavité » désigne indifféremment la profondeur totale de la cavité ou la profondeur de la cavité creusée dans la suite de ce rapport.

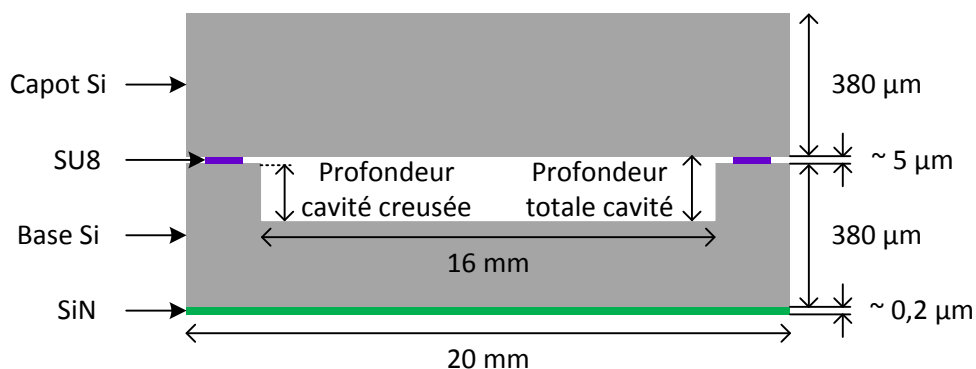


Figure 4-1. Schéma des échantillons Si-MCP-Si testés. La distribution du MCP dans la cavité variant d'un échantillon à l'autre, celui-ci n'est pas représenté. Échelle des épaisseurs non respectée.

Le remplissage complet des cavités avec le MCP n'a pas été possible du fait de la forte tendance au débordement du MCP liquide lors du scellement à 155 °C (effectué au CEA). Le MCP a en effet une mouillabilité élevée avec le joint de SU-8 et le silicium. De l'air est donc présent dans l'ensemble des échantillons testés.

Les échantillons sont peints avec 12 couches de peinture *Jelt noir mat 700* °C sur seulement deux coins par face, à l'image de l'échantillon *G2-oP-4-150* sur la figure 4-2 (images VIS). La masse de peinture représente moins de 1 % de la masse totale de l'échantillon. Cette épaisseur de peinture est opaque aux IR et son émissivité connue permet d'accéder à sa température. Le silicium étant semi-transparent dans le domaine spectral de la caméra IR (Annexe C p. 220), il est possible d'observer à travers le silicium non peint le MCP, la cavité délimitée par ses bords, ainsi que les coins peints sur la face opposée à la face visualisée (image IR sur la figure 4-2).

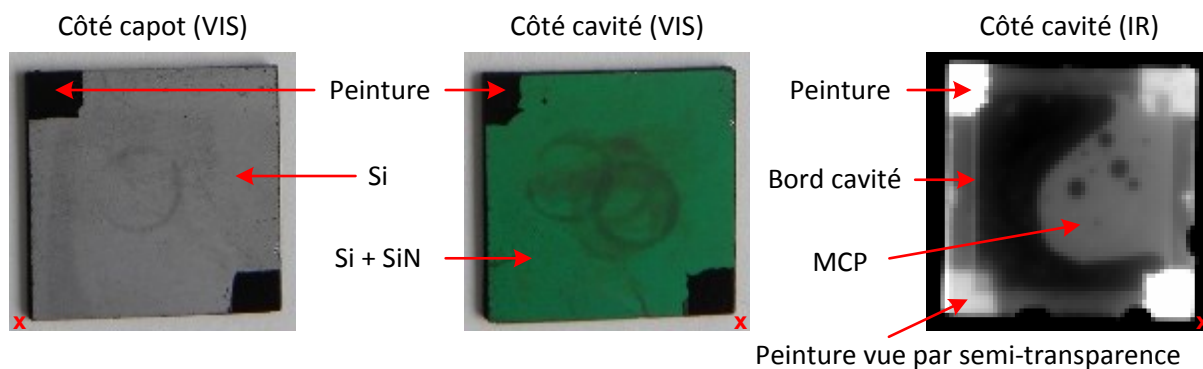


Figure 4-2. Images dans le visible (VIS) et l'infrarouge (IR) de l'échantillon *G2-oP-4-150* peints sur deux coins par face. Pour l'image IR, l'échantillon est à température homogène et supérieure à la température ambiante. La croix désigne le même coin de l'échantillon pour les trois images.

Sur les images IR, plus le niveau de gris est clair, plus la luminance mesurée par la caméra IR est élevée. Le MCP de la figure 4-2 étant à la même température que le silicium, on peut en déduire que l'émittance du MCP est plus élevée que celle, très faible, du silicium T3D dans le domaine spectral de la caméra IR.

4.1.2 Organisation et comportement du MCP dans la cavité

Dans cette section, l'écoulement du MCP au sein de la cavité est étudié afin d'identifier les forces dominantes auxquelles le MCP est soumis dans des cavités de différentes épaisseurs

dépourvues de NTC. A l'exception de *G2-oP-4-100* non testé pour cause de scellement cassé, tous les échantillons Si-MCP-Si du tableau 4-1 ont été chauffés en position verticale puis maintenus à une température d'environ 95 °C, soit au-delà de la température de fin de fusion du MCP, avant d'être refroidis à la température ambiante. La figure 4-3 présente l'évolution temporelle de la position du MCP pour quatre des cinq échantillons testés, *G2-oP-3-150* ayant un comportement similaire à *G2-oP-4-150*.

Dans la cavité, le MCP liquide est soumis à deux types de forces : gravitaire et capillaire. Une force de frottement visqueux s'ajoute lorsque le MCP est en mouvement. Dans les cavités de profondeur 100 et 150 μm , le MCP s'écoule systématiquement dans le sens de la gravité, et ce indépendamment de l'orientation initiale de l'échantillon (des tests non présentés ici ont été effectués avec *G2-oP-4-150* dans trois positions initiales différentes). La force gravitaire est donc supérieure à la force capillaire pour ces cavités chauffées à environ 95 °C. En effet, pour une surface apparente donnée de MCP liquide, le ratio force gravitaire / force capillaire augmente avec la profondeur de la cavité. Cependant, les forces capillaires ne sont pas totalement négligeables même dans les cavités de 150 μm puisque le niveau de MCP n'est pas parfaitement horizontal, même après plusieurs dizaines de secondes à l'état liquide à 95 °C : deux ménisques sont présents sur les bords et la ligne de niveau du MCP est légèrement courbée et inclinée (figure 4-3, *G2-oP-4-150*, image 6L).

Dans l'échantillon *G2-oP-3-50*, le MCP coalesce localement pour former des gouttes lors de la fusion (image 2L sur la figure 4-3) avant de migrer partiellement vers un des coins bas de la cavité, une partie du MCP au centre de la cavité restant proche de sa position initiale (images 3L et 4S sur la figure 4-3). Dans l'échantillon *G2-oP-4-50*, la phase de coalescence est encore plus réduite et on n'observe pas d'écoulement macroscopique du MCP. On peut en déduire que dans les cavités de 50 μm , pour une température d'environ 95 °C, les forces capillaires sont dominantes. En effet, plus la profondeur de la cavité est faible, plus les forces capillaires ont un effet sur l'organisation du MCP au sein de la cavité. La légère différence de comportement du MCP entre les échantillons *G2-oP-3-50* et *G2-oP-4-50* peut être expliquée par des différences au niveau de la profondeur exacte de cavité, de la courbure des parois en silicium et de la disposition initiale du MCP plus ou moins propice à la coalescence sous forme de grosses gouttes.

En conclusion, le MCP liquide est soumis à des forces gravitaires et capillaires, ces dernières étant prédominantes lorsque la profondeur de cavité diminue à 50 μm , autrement dit lorsque le confinement du MCP augmente, tandis que les forces gravitaires dirigent l'écoulement macroscopique du MCP dans le sens de la gravité pour des cavités plus profondes. Ces observations sans NTC permettent d'anticiper le fait que la position du MCP ne va que peu évoluer dans des structures de dimensions caractéristiques faibles comme les structures de NTC du projet T3D, sachant que les NTC empêchent la visualisation IR de ce type d'écoulement de faible amplitude.

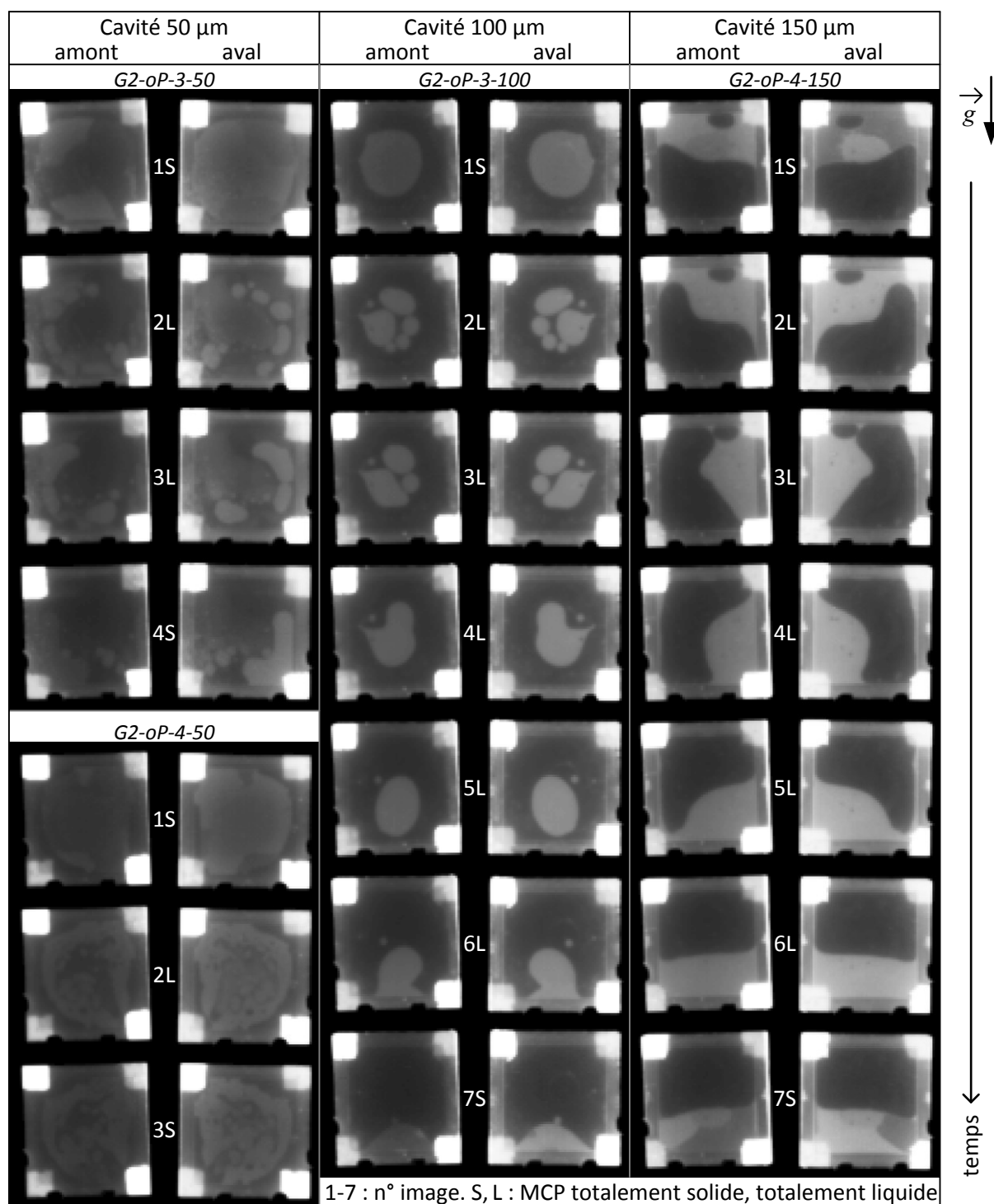


Figure 4-3. Échantillons Si-MCP-Si disposés verticalement et chauffés jusqu'à fusion complète du MCP puis refroidis jusqu'à solidification complète du MCP. Images IR amont (ici côté capot) et aval (ici côté cavité) à différents instants pour trois profondeurs de cavité. Le contraste des images a été augmenté afin de mieux distinguer le MCP.

4.1.3 Etude de la possibilité d'estimer la masse de MCP par voie optique

La surface apparente de MCP est définie comme la surface de luminance supérieure (gris plus clair) à la luminance de la cavité seule (gris plus foncé) sur les images IR sur la figure 4-3. La mesure de cette surface apparente associée à la profondeur de la cavité donne potentiellement une information sur la quantité de MCP présent dans l'échantillon. En effet, pour un nombre important

d'échantillons, la masse de MCP introduite n'a pas pu être déterminée précisément par le CEA entre autres à cause des fuites de MCP liquide lors du scellement. La quantité de MCP est pourtant une information capitale pour le projet T3D car elle est directement liée à la capacité d'écrêtage thermique de l'amortisseur. Son estimation par un simple diagnostic optique représente donc une perspective intéressante.

4.1.3.1 Epaisseur locale du MCP

Lorsque du MCP liquide initialement en contact avec les deux parois de la cavité passe à l'état solide, il se rétracte et ne reste alors en contact qu'avec une des deux parois. Ce phénomène explique les images IR du MCP solide en « négatif » entre les vues amont et aval sur la figure 4-3 (phénomène bien visible sur les images 1S et 7S de *G2-oP-4-150*, invisible pour l'image 3S de *G2-oP-4-50*, moyennement visible sur les autres images « S »). Cette différence de luminance mesurée par la caméra IR selon qu'une couche d'air est présente ou non entre le MCP et le silicium n'est pas due à l'absorption du signal IR par la fine couche d'air en question, négligeable, mais à la transmission IR de l'interface MCP/air/Si moindre que celle de l'interface MCP/Si.

Lorsque la quantité de MCP est insuffisante localement, le MCP liquide peut lui aussi n'adhérer qu'à une seule paroi, et cela même dans les cavités de 50 μm . En effet, le MCP déjà peu visible dans la zone centrale des images aval 2L et 3L de la cavité *G2-oP-3-50* (figure 4-3) ne l'est plus dans les images amont correspondantes, contrairement au MCP en zone périphérique de la cavité, visible sur les images amont et aval. Ceci traduit le fait que le MCP liquide est de faible épaisseur au centre de la cavité *G2-oP-3-50* et qu'il n'est en contact qu'avec une seule des parois de la cavité. Dans ce cas, son épaisseur étant inconnue, la surface apparente du MCP ne donne pas d'indication sur la quantité de MCP correspondante. Une variation de l'épaisseur locale de MCP dans la cavité entraîne une variation de sa surface apparente.

4.1.3.2 Porosité du MCP

Des bulles d'air présentes au sein du MCP peuvent disparaître lorsqu'elles atteignent l'interface air/MCP (images 2L-4L de l'échantillon *G2-oP-4-150* sur la figure 4-3). A l'inverse, des zones semblant correspondre à de l'air peuvent apparaître sur les images IR (échantillons *G2-oP-3-50*, *G2-oP-4-50* et *G2-oP-3-100*). Ceci peut s'expliquer par la coalescence de bulles d'air initialement trop petites pour être vues à la caméra IR, c'est-à-dire d'un diamètre inférieur au pixel de l'image IR valant ici 0,35 mm de côté, alors qu'il existe en réalité des bulles de diamètre inférieur à 0,1 mm (figure 4-4). Une deuxième explication à cette diminution de la surface apparente de MCP est la possible augmentation de l'épaisseur locale du MCP discutée en section précédente.

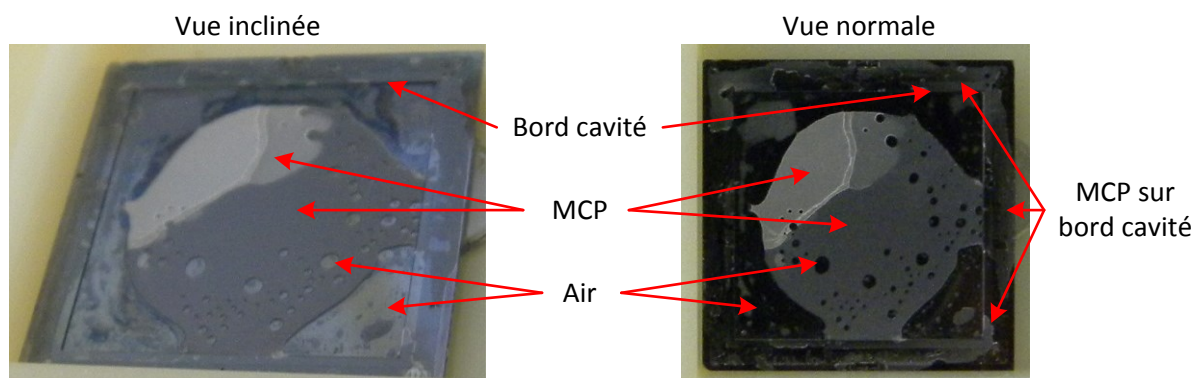


Figure 4-4. Vue sous deux angles différents de l'intérieur de l'échantillon *G2-oP-4-100*. Le MCP forme un disque contenant des bulles d'air de différents diamètres, allant ici du millimètre à moins d'un dixième de millimètre (un pixel correspondant à un carré de 0,05 mm de côté sur la photo en vue normale, les bulles de diamètre inférieur à cette longueur n'y sont pas visibles).

4.1.3.3 Débordement du MCP

Le MCP liquide a une forte tendance à déborder de la cavité pour venir se loger dans l'interstice entre le capot et la base vers le joint SU-8. Ceci est dû à la bonne affinité du MCP avec la SU-8 et le silicium ainsi qu'aux forces capillaires élevées dans cet interstice de faible épaisseur. Ce comportement est illustré sur la figure 4-4 où l'on voit du MCP jusque dans la zone de scellement (la contamination de la résine SU-8 par du MCP liquide lors de l'étape de scellement à 155 °C au CEA a causé la casse de cet échantillon pendant son transport). Le stockage de MCP sur les rebords de la cavité lors de l'écoulement de celui-ci diminue la quantité apparente de MCP dans la cavité.

4.1.3.4 Conclusion

Les différents phénomènes évoqués ci-dessus expliquent pourquoi la quantité apparente de MCP observée par IR peut varier au cours du temps. Ainsi la surface apparente relative de MCP (ratio de la surface apparente de MCP et de la surface de la cavité) passe de 0,3 à 0,2 entre les images 1S et 5L de l'échantillon *G2-oP-3-100* sur la figure 4-3, et ce avant même que le MCP n'ait atteint les bords de la cavité. Pourtant la masse de MCP réellement présente dans la cavité ne varie pas. Les quantités apparente et réelle de MCP différant notablement du fait des inconnues que sont la porosité, l'épaisseur locale du MCP et la quantité de MCP stockée dans les bords de la cavité, les images IR ne permettent donc pas de déterminer la masse de MCP présent dans l'échantillon.

4.1.4 Conclusions

Les images IR du MCP dans la cavité permettent d'analyser qualitativement l'écoulement de celui-ci et d'en déduire les forces dominantes en présence, gravitaires ou capillaires, en fonction de la profondeur de cavité. Ces observations permettent de prédire l'absence de mouvements macroscopiques du MCP liquide en présence des structures en NTC. La visualisation IR des échantillons Si-MCP-Si montre aussi que la répartition du MCP dans la cavité est hétérogène avant comme après la fusion de celui-ci. Cependant, ce contrôle optique de la distribution du MCP dans la cavité ne permet pas d'analyse quantitative comme la détermination de la masse du MCP du fait de l'absence de corrélation entre les distributions apparente et réelle du MCP.

4.2 Analyse des propriétés du scellement

Le scellement entre les deux plaques en silicium est un élément essentiel pour la tenue mécanique des amortisseurs thermiques T3D. Or, ce scellement s'est rompu sur certains échantillons T3D et des mesures de force d'arrachement conduites par le CEA ont montré que la solidité de celui-ci est un point critique dans le projet T3D. Dans cette partie, une méthode d'estimation de la résistance thermique entre les plaques de silicium de l'amortisseur R_{ff} est proposée. Cette méthode permet d'obtenir un ordre de grandeur de R_{ff} lorsque la méthode décrite dans la section 3.2.1 n'est pas applicable, par exemple pour des échantillons Si-Air-Si dont la montée en température en face aval n'est pas uniforme. Cette méthode d'estimation est ensuite mise à profit pour évaluer la qualité du scellement de différents échantillons. Enfin, l'influence du MCP sur la résistance thermique R_{ff} est abordée.

4.2.1 Estimation de la résistance thermique R_{ff} à partir d'une sollicitation créneau

La méthode flash ne peut pas être utilisée dans le cas d'un échantillon dont la montée en température en face aval est non uniforme. Par contre, il est possible d'estimer l'ordre de grandeur de la résistance thermique totale de l'échantillon R_{ff} à partir de la réponse thermique des faces amont et aval à une sollicitation de type créneau (créneau laser de 18 s chauffant l'échantillon de T_{amb} à plus de 90 °C puis refroidissement jusqu'à T_{amb}).

Pour les mêmes raisons qu'en 3.2.1, l'amortisseur est modélisé par une résistance thermique R_{ff} située entre les deux plaques de silicium amont et aval de capacités thermiques C_{am} et C_{av} et de températures T_{am} et T_{av} uniformes. Contrairement à la méthode d'estimation par mesure flash, la sollicitation thermique est un créneau laser long (18 s) et l'écart de température entre l'échantillon et l'environnement vaut entre 30 et 80 K dans la plage de température étudiée. L'échange thermique entre chaque plaque et l'environnement doit être pris en compte et est décrit par les conductances thermiques globales $G_{env,am}$ et $G_{env,av}$ incluant les transferts radiatifs, convectifs et conductifs (figure 4-5). La source représente la puissance laser absorbée par l'amortisseur Q_{abs} , constante quelle que soit sa température.

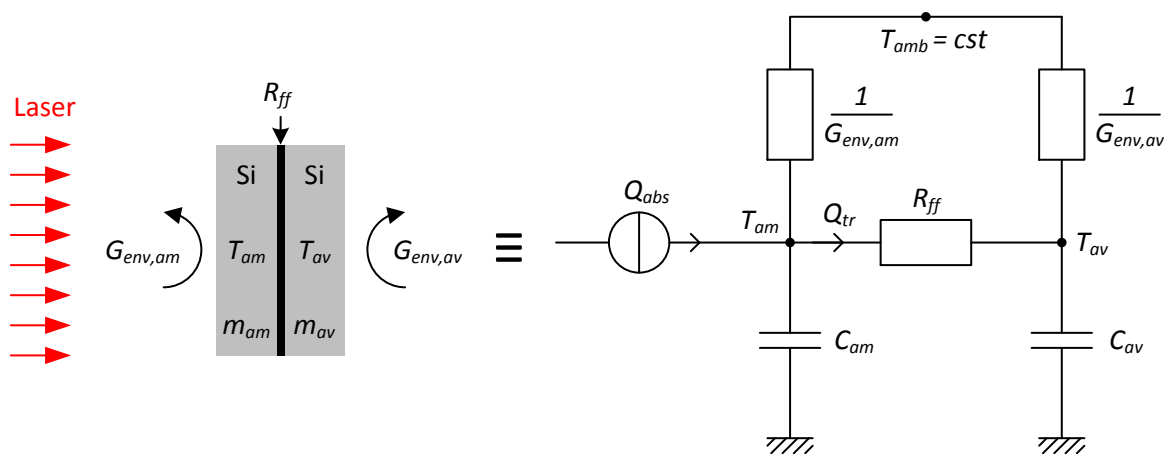


Figure 4-5. Modèle thermique de l'amortisseur soumis à un créneau laser long, refroidi par l'environnement et constitué de deux plaques en silicium à température homogène séparées par une résistance thermique R_{ff} .

Q_{tr} est la puissance thermique transférée de la plaque amont vers la plaque aval. Elle peut être déterminée grâce à un bilan thermique sur la plaque aval :

$$Q_{tr} = (mc_p)_{av} \frac{dT_{av}}{dt} + G_{env,av}(T_{av} - T_{amb}) \quad (58)$$

La capacité thermique $(mc_p)_{av}$ de la plaque aval est définie comme une fraction de la capacité thermique totale, en l'occurrence la fraction massique de silicium aval :

$$(mc_p)_{av} = \frac{m_{Si,av}}{m_{Si,am} + m_{Si,av}} (mc_p)_{tot} \quad (59)$$

Pour les échantillons contenant du MCP, l'effet du changement de phase est donc inclus dans $(mc_p)_{av}$. La puissance transférée Q_{tr} est estimée en phase de chauffe car elle est quasi nulle en phase de refroidissement, les températures T_{am} et T_{av} étant alors quasi égales. La capacité thermique totale $(mc_p)_{tot}$ est donc elle aussi estimée en phase de chauffe à partir des équations (49) et (50).

Suivant les mêmes hypothèses que pour le calcul de la température moyenne d'échantillon T_m en 3.1.1, les températures mesurées sur les zones peintes sont supposées être représentatives des températures des plaques en silicium correspondantes. Autrement dit, la résistance thermique de la peinture et la résistance thermique d'interface entre la peinture et le silicium sont négligées, et la température de chaque plaque en silicium est supposée uniforme. La température T_{av} est donc prise égale à celle mesurée sur les zones peintes de la face aval de l'amortisseur.

Pour les échantillons dont les plaques amont et aval ont des dimensions externes différentes (génération *G0* et *G1*), l'équation (38) permet d'estimer la conductance $G_{env,av}$. Pour le cas d'un amortisseur comme *G2-00-1-100* dont les plaques amont et aval sont de dimensions externes identiques, et avec les hypothèses associées à l'équation (36), les conductances $G_{env,am}$ et $G_{env,av}$ valent chacune la moitié de G_{env} . La conductance G_{env} ne dépendant que de la température et pas de la phase du test (chauffe ou refroidissement), son estimation, plus aisée durant la phase de refroidissement, est réalisée à partir de l'équation (34). Les hypothèses associées à cette estimation sont celles du bilan thermique présenté en 2.4.1. La conductance thermique entre la plaque aval de *G2-00-1-100* et son environnement vaut donc :

$$G_{env,av} = \frac{G_{env}}{2} = -\frac{1}{2} \frac{(mc_p)_{tot,ref} \frac{dT_{m,ref}}{dt}}{T_{m,ref} - T_{amb}} \quad (60)$$

L'estimation de Q_{tr} (éq. (58)) et la mesure de la différence de température $T_{am} - T_{av}$ durant la phase de chauffe permettent alors d'obtenir une estimation de la résistance thermique R_{ff} en fonction de la température moyenne d'échantillon T_m :

$$R_{ff} = \frac{T_{am} - T_{av}}{Q_{tr}} \quad (61)$$

La figure 4-6 présente l'évolution de la résistance thermique totale R_{ff} ainsi estimée pour quelques échantillons représentatifs des types de courbes obtenues, dont *G2-00-1-100*. Les résistances thermiques totales R_{ff} sont relativement constantes en fonction de la température. Pour l'échantillon *G2-0P-4-150*, on distingue une légère bosse aux alentours de 85-90 °C qui correspond au pic de fusion du MCP (figure 3-3). Ceci montre que la répartition du MCP entre les plaques amont et

aval de l'équation (59) n'est pas parfaite dans ce cas. Cependant, l'ordre de grandeur de la résistance thermique ne s'en trouve pas changé. Du reste, l'autre échantillon contenant du MCP, *G2-oP-4-50*, ne montre pas un tel biais.

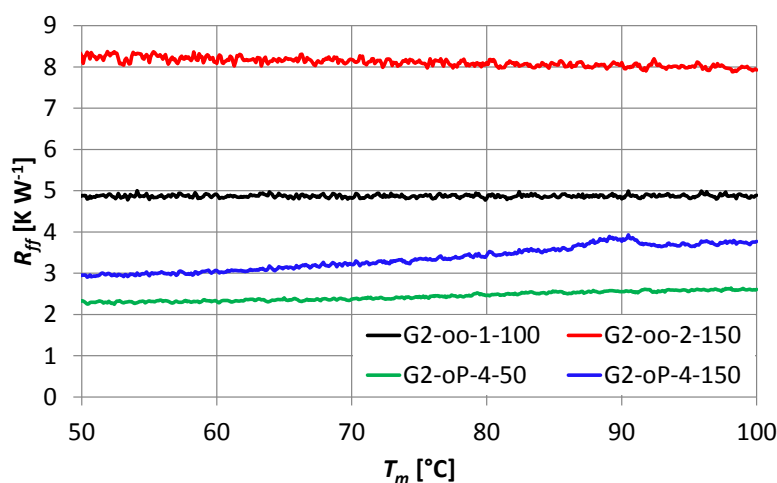


Figure 4-6. Illustration de la résistance thermique R_{ff} estimée lors d'une sollicitation thermique de type créneau pour quelques échantillons de génération G2 en fonction de leur température moyenne T_m .

Une analyse de la précision de cette méthode d'estimation de R_{ff} ainsi qu'une étude de sa sensibilité à la position du MCP dans la cavité sont présentées en Annexe D p. 233. Il ressort que pour des échantillons dont la résistance thermique totale R_{ff} est élevée, autrement dit dans le cas où les temps de demi-montée en température sont élevés ($t_{1/2} > 150$ ms), la résistance thermique R_{ff} estimée par la méthode présentée ici peut être vue comme une valeur moyenne prenant en compte l'éventuelle structure thermique 2D ou 3D de l'amortisseur, c'est-à-dire l'hétérogénéité des résistances thermiques locales entre les plaques de silicium. L'étude de sensibilité montre quant à elle que la méthode d'estimation de R_{ff} est peu sensible à la position du MCP.

Cette méthode d'estimation de R_{ff} est également comparée à celle décrite dans la section 3.2.1 (Annexe G). Il ressort que les ordres de grandeur des résistances thermiques estimées sont cohérents dans les domaines de validité respectifs des deux méthodes.

En conclusion, la méthode présentée dans cette section permet d'estimer un ordre de grandeur de la résistance thermique totale de l'échantillon R_{ff} à partir de l'estimation d'une part de la conductance thermique entre l'échantillon et son environnement G_{env} en phase de refroidissement, et d'autre part du flux transmis entre les plaques de silicium Q_{tr} durant la phase de chauffe d'une sollicitation thermique de type créneau telle que pratiquée pour les mesures d'écrêtage présentées en 3.1. Cette méthode est utile lorsque la méthode d'estimation de R_{ff} à partir d'une mesure flash (3.2.1) n'est pas applicable du fait d'une montée en température hétérogène et/ou d'une face aval non opaque. Elle est d'autant plus pertinente pour comparer des échantillons peints de la même manière et présentant une structure thermique interne similaire car le biais sur la valeur de la résistance R_{ff} sera alors comparable entre les différents échantillons. C'est notamment le cas pour les échantillons Si-Air-Si servant à l'étude du scellement dans la section suivante.

4.2.2 Influence du scellement sur la résistance thermique entre plaques R_{ff}

A l'exception des amortisseurs de génération *G0* dont les plaques en silicium sont reliées entre elles uniquement par un tapis de NTC, tous les autres amortisseurs du projet T3D disposent d'un scellement spécifique (adhésif ou résine SU-8, cf. 2.1.3.4) dans le but de lier mécaniquement les plaques en silicium amont et aval. Dans cette section, la résistance thermique de différents échantillons Si-Air-Si scellés avec de la résine SU-8 est estimée et la régularité du joint SU-8 est évaluée. Le scellement à l'adhésif n'est pas étudié en détail car il concerne une minorité d'échantillons prototypes.

Les six échantillons testés sont décrits dans le tableau 4-2. Ils présentent quatre types de scellements différant par le type de résine SU-8, l'épaisseur et le nombre de couches de SU-8 employées. Le cas de *G2-oo-1b-150* est particulier puisque suite à un décollement lors de sa fabrication, de la résine SU-8 a été rajoutée manuellement et *G2-oo-1b-150* a été recollé avec une épaisseur supplémentaire non mesurée de SU-8.

Tableau 4-2. Echantillons de type Si-Air-Si retenus pour l'étude des propriétés conductrices du scellement.

	Echantillon complet			Cavité		
Echantillon	Surface	Epaisseur Si	Scellement, épaisseur	Surface	Profondeur	Contenu
G2-oo-1-100	20 x 20 mm ²	380 + 380 µm (hors peinture)	SU8-2002, 1x4 = 4 µm av	16 x 16 mm ²	100 µm	Air
G2-oo-2-100			SU8-2002, 3x4 = 12 µm av		150 µm	
G2-oo-2-150						
G2-oo-1b-150		SU8-2005, > 7 µm ap*				
G3-oo-14		380 + 150 µm	SU8-2005, inconnue			
G3-oo-15		(hors peinture)				

av : avant scellement. ap : après scellement. * : épaisseur inconnue mais > 7 µm.

Ces six échantillons sont peints sur deux coins par face de la même manière que l'exemple présenté sur la figure 3-6 à l'exception des capots de *G3-oo-14* et *-15* qui sont peints sur une plus grande surface. Ils sont issus de trois lots de fabrication différents, chaque lot ayant été peint à un moment différent : le premier lot comprend *G2-oo-1-100*, *G2-oo-2-100* et *G2-oo-2-150*, le deuxième lot comprend *G2-oo-1b-150* et le troisième lot comprend *G3-oo-14* et *G3-oo-15*.

La figure 4-7 présente la valeur moyenne entre 60 et 90 °C de la résistance thermique entre les plaques amont et aval R_{ff} pour ces six échantillons Si-Air-Si. Le suffixe « t+6m » correspond à une deuxième mesure de l'échantillon *G2-oo-1-100* six mois plus tard, le suffixe « cha.1 » correspond à la première chauffe au CETHIL de *G2-oo-1b-150*, « cha.2-4 » aux trois suivantes. Il ressort que la résistance thermique entre plaques R_{ff} varie d'un échantillon à l'autre et qu'elle peut aussi évoluer dans le temps.

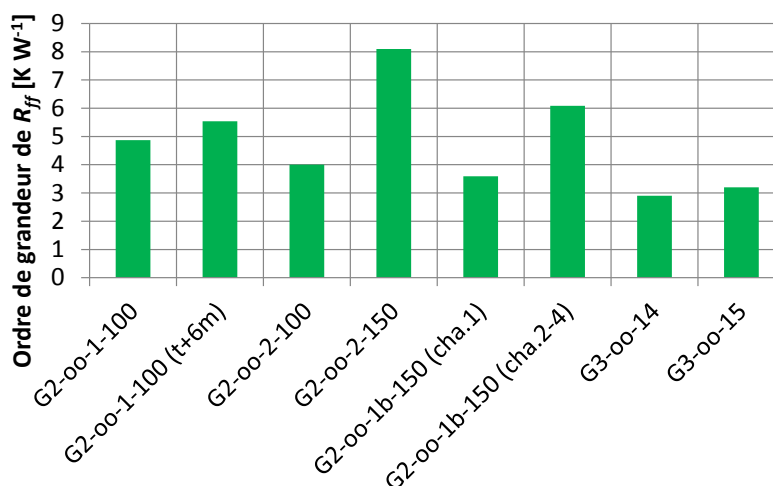


Figure 4-7. Valeur moyenne entre 60 et 90 °C de la résistance thermique entre les plaques amont et aval de silicium R_{ff} estimée avec la méthode exposée en 4.2.1 pour les amortisseurs Si-Air-Si.

A priori, ces variations de résistance thermique R_{ff} (dans le temps ou entre différents échantillons) peuvent être dues à des variations d'épaisseur d'air, du matériau de scellement et de peinture ainsi qu'à une évolution des résistances de contact Si/SU-8.

La conductivité thermique de l'air étant inférieure d'un ordre de grandeur à celle du matériau de scellement, la conduction de la chaleur par l'air présent entre les plaques de silicium dans la cavité et à proximité du joint SU-8 est considérée comme négligeable. Ceci est confirmé par le fait que la variation des résistances R_{ff} mesurées expérimentalement n'est corrélée ni à la profondeur de cavité, la résistance R_{ff} des échantillons avec une cavité de profondeur 100 μm (4 à 5,5 $K W^{-1}$) se situant entre les différentes valeurs relevées pour les cavités de profondeur 150 μm (2,9 à 8,1 $K W^{-1}$), ni à l'épaisseur de la lame d'air adjacente au scellement. Les variations de la résistance thermique totale R_{ff} ne sont donc pas liées à l'épaisseur d'air.

L'épaisseur de peinture est le deuxième facteur jouant sur la valeur estimée de R_{ff} car elle influence notamment l'écart de température $T_{am}-T_{av}$ mesuré. Les échantillons G3-oo-14 et G3-oo-15 sont théoriquement identiques et ils ont été peints ensemble, ce qui implique de faibles différences d'épaisseur de peinture. Leurs résistances thermiques R_{ff} mesurées similaires le confirment (figure 4-7). En revanche, les résistances R_{ff} des échantillons G2-oo-1-100, G2-oo-2-100 et G2-oo-2-150, fabriqués et peints ensemble, sont très différentes, cet écart n'étant pas imputable à l'épaisseur de peinture similaire pour les trois échantillons. De plus, il n'a pas été constaté d'évolution des caractéristiques de la peinture sur le silicium après seulement quelques cycles thermiques pour les échantillons autres que G2-oo-1b-150, ce qui montre que la peinture n'est pas liée à la variation de la résistance R_{ff} mesurée pour G2-oo-1b-150 entre la première chauffe et les suivantes. La peinture n'est donc pas l'élément expliquant les différences importantes de résistance thermique R_{ff} mesurées entre les échantillons Si-Air-Si de la figure 4-7.

Le seul facteur restant pour expliquer ces différences est le scellement SU-8 lui-même. La résistance thermique de conduction pure $l/(\lambda S)$ du joint SU-8 vaut entre 0,1 et 0,5 $K W^{-1}$ pour une épaisseur prise entre 3 et 12 μm et une largeur de joint de 1,33 mm, ce qui est nettement inférieur aux résistances R_{ff} mesurées des échantillons d'épaisseur de SU-8 connue (4 à 8 $K W^{-1}$). Cet écart n'est pas explicable par la seule incertitude de la méthode d'estimation de R_{ff} employée. L'écart

entre les valeurs de conduction pure et celles mesurées implique l'existence de résistances thermiques de contact Si/SU-8 et le cas échéant SU-8/SU-8. En considérant que toute la résistance mesurée R_{ff} est due à une résistance thermique d'interface Si/SU-8 et avec une surface de contact Si/SU-8 de 100 mm^2 , la résistance thermique de surface des échantillons testés vaut entre $3 \cdot 10^{-4}$ et $8 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2 \text{ K W}^{-1}$, ce qui est cohérent avec l'ordre de grandeur d'une résistance thermique de contact classique (Lienhard, 2011).

Les phénomènes causant les variations de résistance thermique R_{ff} présentées sur la figure 4-7 sont explicités ci-dessous :

- L'épaisseur et la structure du joint SU-8 dépendent du nombre de couches déposées, du procédé de dépôt de la SU-8 (enduction centrifuge ou tamponnage, cf. 2.1.3.4) et du type de SU-8 employé (2002 ou 2005). L'épaisseur et le nombre de couches de SU-8 trois fois plus élevés pour *G2-oo-2-150* que pour *G2-oo-2-100* et donc les résistances thermiques de contact SU-8/SU-8 supplémentaires expliquent probablement en bonne partie sa résistance thermique mesurée R_{ff} deux fois plus élevée que pour *G2-oo-2-100*.
- La reproductibilité du processus de scellement (conditions effectives de dépôt de la résine, SU-8 2002 ou 2005, champs de pression et de température sur les plaques en silicium lors de leur assemblage) est aussi une explication possible des différences de résistance R_{ff} entre échantillons, comme pour *G2-oo-2-100* et *G2-oo-1-100*, pour lesquels les remarques précédentes ne s'appliquent pas. Cette reproductibilité pourrait se traduire par une structure de SU-8 (porosités, fissures) et un contact thermique entre la SU-8 et le silicium variables d'un échantillon à l'autre et même possiblement au sein d'un même échantillon, comme cela est montré dans la suite.
- La résistance R_{ff} du même échantillon *G2-oo-1-100* testé à six mois d'intervalle varie peu (de $4,9$ à $5,5 \text{ K W}^{-1}$). Ceci semble indiquer qu'en l'absence de sollicitation thermique, les résistances thermiques du scellement et de la peinture évoluent peu avec le temps.
- Les essais sur *G2-oo-1b-150* montrent toutefois une évolution suite à une sollicitation thermique : sa résistance thermique R_{ff} double quasiment entre la première chauffe et les suivantes, pour rester constante ensuite. La peinture n'est pas en cause, comme discuté précédemment. C'est donc le changement de résistance thermique du joint SU-8 qui est responsable de l'augmentation brutale de R_{ff} . L'explication avancée par les partenaires de l'IEMN et du CEA en charge de la réalisation du joint SU-8 est que la résine SU-8 aurait fini de réticuler lors de la première chauffe au CETHIL, induisant un retrait local de SU-8 et donc un décollement local entre la SU-8 et le silicium à certains endroits.

L'hypothèse de la variabilité du joint SU-8 au sein d'un même échantillon est confirmée par l'allure irrégulière du joint SU-8 en bordure de cavité sur l'image IR de *G3-CP-5* (figure 4-8) ainsi que par la porosité du dit joint évoquée ci-après.

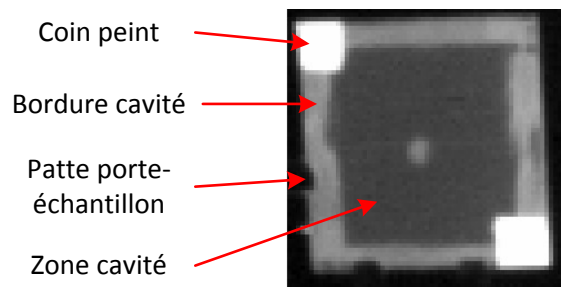


Figure 4-8. Image infrarouge de la face aval de *G3-CP-5*.

L'hypothèse de la possible porosité du joint SU-8 est confirmée par des essais réalisés avec l'échantillon *G2-oP-4-150* et pour lequel une fuite de MCP a été observée (figure 4-9). Le MCP est liquide sur les trois images. Lorsque la température dépasse 100 °C environ, du MCP descend à travers le joint SU-8 poreux pour venir former une goutte sous l'échantillon (image à 103 °C), et remonte ensuite dans la cavité lorsque la température diminue, ceci avant d'atteindre la température de début de solidification (image à 88 °C). L'apparition/disparition de cette goutte est corrélée à une baisse/hausse du niveau de MCP dans la cavité, confirmant ainsi qu'il s'agit bien de MCP passant de la cavité à l'extérieur de l'échantillon à travers le joint de SU-8. Les causes physiques de cette descente/remontée (évolution des forces visqueuses, capillaires et de pression avec la température) ne sont pas discutées ici. Cet essai montre que le joint de SU-8 peut être poreux au point de ne pas être étanche au MCP liquide. Ce comportement n'a été observé que pour l'échantillon *G2-oP-4-150*. Cependant, il n'est pas possible de tirer de conclusion sur l'étanchéité des autres échantillons du projet T3D car très peu d'entre eux ont été testés à plus de 100 °C selon différentes orientations. De plus, le scellement de *G2-oP-4-150* comporte deux couches de résine SU-8 2002 déposées par enduction centrifuge. Il n'est donc pas forcément représentatif des échantillons dont le scellement SU-8 diffère (type de SU-8, épaisseur, nombre de couches, méthode de dépôt, cf. 2.1.3.4 et Annexe H).

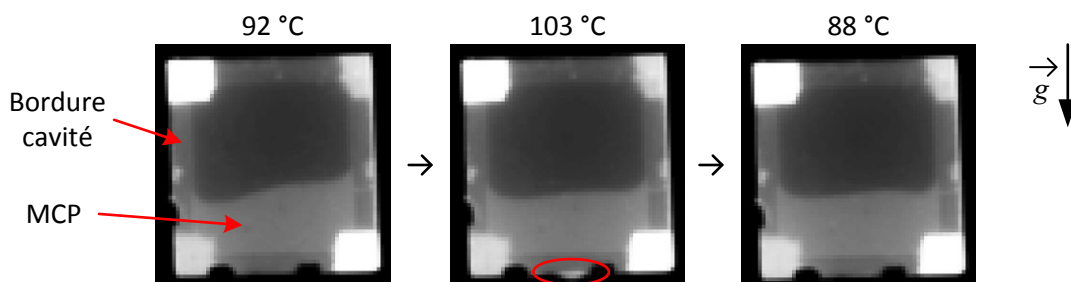


Figure 4-9. Images IR et température moyenne T_m de l'échantillon *G2-oP-4-150* lors d'une chauffe jusqu'à 103 °C suivie d'une phase de maintien à 103 °C durant 18 s puis d'un refroidissement.

Sur les 12 échantillons Si-Air-Si scellés à la résine SU-8 reçus par le CETHIL, 3 se sont ouverts pendant le transport CEA-CETHIL et 2 se sont ouverts lors des manipulations au CETHIL, dont 1 lors d'une manipulation douce et 1 lors d'une manipulation involontairement brutale. Ce taux de rupture de l'ordre de 1/3 met en lumière la fragilité du joint SU-8 pour les échantillons T3D. La méthode d'application de la résine par tamponnage utilisée par le CEA en fin de projet conduit à un joint SU-8 plus solide, semblant d'ailleurs correspondre à des résistances thermiques R_{ff} plus basses pour les échantillons Si-Air-Si concernés *G3-oo-14* et *G3-oo-15* (figure 4-7).

L'hétérogénéité du joint SU-8 sur le pourtour du scellement, la porosité et la fragilité de celui-ci pour certains échantillons confirment les hypothèses formulées précédemment pour expliquer les propriétés thermiques variables du scellement SU-8 d'un échantillon à l'autre.

Des mesures flash effectuées avec de l'adhésif, non présentées ici, montrent que la résistance thermique d'échantillons Si-Air-Si scellés à l'adhésif est du même ordre voire supérieure à celle d'échantillons scellés à la résine SU-8. Ceci n'est pas surprenant dans la mesure où l'épaisseur de l'adhésif est supérieure à celle du joint SU-8 (50-100 μm contre 3-25 μm) tandis que leurs conductivités thermiques et diffusivités thermiques sont du même ordre de grandeur (tableau 2-3). Les résistances de contact Si/adhésif sont donc également non négligeables.

En conclusion, la comparaison des résistances thermiques entre plaques R_{ff} a permis de montrer que le scellement SU-8 est déterminant dans la résistance thermique totale des six échantillons Si-Air-Si testés. La résistance thermique du scellement SU-8 et donc la résistance totale d'échantillon R_{ff} sont principalement dues aux résistances thermiques de contact Si/SU-8 et le cas échéant SU-8/SU-8, ces dernières pouvant varier considérablement d'un échantillon à l'autre et au sein d'un même échantillon. Ces variations sont dues à la variabilité du processus de fabrication du joint SU-8 dans le cadre du projet T3D, induisant un nombre de couches et des épaisseurs de SU-8 variables d'un échantillon à l'autre, et à la reproductibilité de ce processus, pouvant générer des hétérogénéités de structure au sein du joint SU-8. L'ordre de grandeur de la résistance thermique totale estimée R_{ff} des échantillons Si-Air-Si est cohérent avec celui d'une résistance thermique de contact, et comme elle, sa valeur peut être amenée à évoluer dans le temps.

4.2.3 Influence du MCP sur la résistance thermique entre plaques R_{ff}

Dans cette section, l'influence du MCP dans la cavité sur la résistance thermique totale de l'amortisseur R_{ff} est étudiée et comparée à celle des échantillons sans MCP de la section précédente.

Les échantillons Si-MCP-Si testés (tableau 4-3) sont comparables aux échantillons Si-Air-Si de génération G2 de la section précédente (dimensions, peinture...) à trois différences près : leurs cavités sont partiellement remplies de MCP (taux de remplissage indiqué dans le tableau 4-3), la profondeur de celles-ci va de 50 à 150 μm selon l'échantillon, et le scellement SU-8 diffère en termes d'épaisseur et de nombre de couches. Les échantillons sont soumis à une sollicitation thermique appliquée côté capot sous la forme d'un créneau laser de 18 s et la méthode d'estimation de la résistance R_{ff} est celle présentée en 4.2.1. Les trois premiers échantillons du tableau 4-2 et les cinq premiers du tableau 4-3, c'est-à-dire les échantillons de génération G2 de numéros distinctifs 1, 2, 3 et 4, ont été fabriqués au CEA et peints au CETHIL ensemble. Les échantillons de génération G2 de numéros distinctifs 1b, 3b et 4b forment un deuxième lot d'échantillons fabriqués et peints ensemble. Les épaisseurs de peinture étant comparables pour les échantillons d'un même lot de peinture, le biais induit par la méthode d'estimation de R_{ff} présentée en 4.2.1 est comparable pour ces échantillons.

Tableau 4-3. Echantillons de type Si-MCP-Si servant à l'étude des propriétés conductrices du MCP.

	Echantillon complet			Cavité		Taux de
Echantillon	Surface	Epaisseur Si	Scellement, épaisseur	Surface	Profondeur	remplissage
G2-oP-3-50	20 x 20 mm ²	380 + 380 µm (hors peinture)	SU8-2002, 2x4 = 8 µm av	16 x 16 mm ²	50 µm	54%
G2-oP-4-50					100 µm	55%
G2-oP-3-100					150 µm	27%
G2-oP-3-150						32%
G2-oP-4-150			49%			
G2-oP-3b-150			51%			
G2-oP-4b-150			SU8-2005, 7-13 µm ap		56%	

av : avant scellement. ap : après scellement.

Les valeurs estimées des résistances thermiques totales R_{ff} des sept échantillons Si-MCP-Si sont comprises entre 2,5 et 3,7 K W⁻¹ (figure 4-10), contre 2,9 à 8,1 K W⁻¹ pour les six échantillons Si-Air-Si (figure 4-7). Au sein de chaque lot d'échantillons fabriqués et peints ensemble, la résistance R_{ff} estimée est systématiquement plus basse pour les échantillons contenant du MCP. Ceci confirme que le MCP remplaçant l'air contribue à abaisser la résistance thermique totale des amortisseurs de type Si-Air-Si de manière notable. Cette plus faible résistance R_{ff} des échantillons Si-MCP-Si tient à la conductivité thermique du MCP (tableau 2-2) plus élevée d'un ordre de grandeur que celle de l'air (0,026 W m⁻¹ K⁻¹).

La dispersion des valeurs de résistance thermique totale estimée R_{ff} est également plus faible pour les échantillons Si-MCP-Si que pour les échantillons Si-Air-Si. Cela peut être dû à la moindre variabilité du scellement SU-8 entre les échantillons Si-MCP-Si (2 variantes pour 7 échantillons, contre 4 variantes pour 6 échantillons Si-Air-Si) et/ou à la présence du MCP, meilleur conducteur thermique que l'air, donnant ainsi un poids moindre au scellement SU-8 variable dans la résistance totale entre les plaques de silicium.

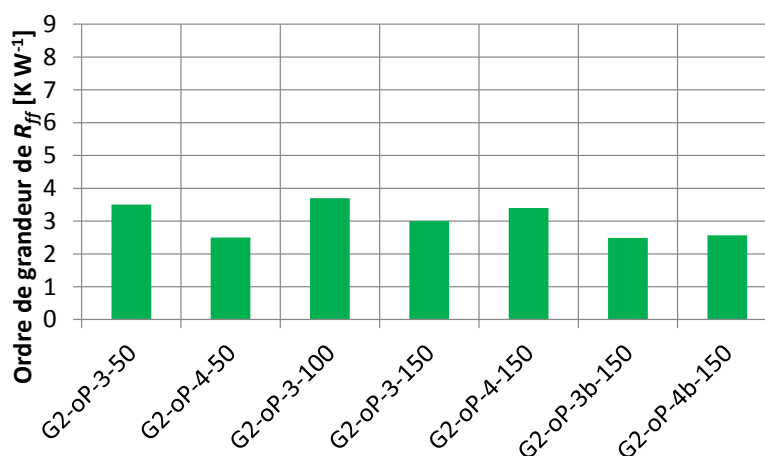


Figure 4-10. Valeur moyenne entre 60 et 90 °C de la résistance thermique entre les plaques amont et aval de silicium R_{ff} estimée avec la méthode exposée en 4.2.1 pour les amortisseurs Si-MCP-Si.

La résistance thermique de conduction pure du joint SU-8 vaut entre 0,2 à 0,4 K W⁻¹ selon l'épaisseur du joint pour les échantillons du tableau 4-3. Ces valeurs sont nettement inférieures aux résistances thermiques totales estimées R_{ff} correspondantes, ce qui traduit des résistances de

contact Si/SU-8 et SU-8/SU-8 non négligeables, et probablement variables d'un échantillon à l'autre, comme pour les échantillons Si-Air-Si de la section précédente.

En conclusion, l'estimation de la résistance thermique totale R_{ff} pour les échantillons Si-MCP-Si montre sans surprise que le MCP conduit mieux la chaleur que l'air pour des variations lentes de température comme c'est le cas lors des sollicitations de type signature thermique ($< 10 \text{ K s}^{-1}$).

4.2.4 Conclusions

La méthode d'estimation de la résistance thermique entre les plaques de silicium R_{ff} présentée en 4.2.1 est utilisée lorsque la méthode flash présentée en 3.2.1 n'est pas applicable. Cette méthode ne livre qu'un ordre de grandeur surestimé de R_{ff} mais elle permet une bonne comparaison de la résistance thermique totale R_{ff} d'échantillons à l'architecture similaire, la comparaison étant plus précise lorsqu'ils sont issus du même lot de fabrication et de peinture.

Cette méthode est mise à profit pour contrôler la qualité du scellement reliant les deux plaques en silicium des échantillons Si-Air-Si. La comparaison des résistances thermiques totales R_{ff} de ces échantillons Si-Air-Si a permis de mettre en évidence que la résistance thermique due au scellement SU-8 est très variable d'un échantillon à l'autre du fait de la variabilité et de la reproductibilité du scellement SU-8. Les résistances thermiques d'interface (Si/SU-8 et SU-8/SU-8 dans le cas de joints SU-8 multicouches) peuvent être prédominantes dans le transfert thermique par le scellement.

La méthode d'estimation de R_{ff} appliquée aux échantillons Si-MCP-Si montre sans surprise que le MCP abaisse leur résistance thermique totale R_{ff} par rapport à leurs homologues de type Si-Air-Si du fait de la conductivité thermique du MCP supérieure à celle de l'air.

Dans la section suivante, une autre méthode de contrôle non destructif est développée pour analyser un point fondamental du projet T3D : la résistance thermique d'interface Si/NTC.

4.3 Evaluation de la résistance thermique d'interface Si/NTC par diagnostic optique

Les caractérisations thermiques de la partie 3.2 ont permis de montrer que les résistances thermiques d'interface entre les NTC et les plaques de silicium sont prépondérantes dans la résistance thermique totale de l'amortisseur. Cependant, ces résultats ne permettent pas de connaître l'importance respective de chacune des deux résistances thermiques d'interface Si/NTC présentes en série dans l'amortisseur. Dans cette partie, une méthode est donc développée afin d'identifier la plus élevée des deux résistances thermiques d'interface Si/NTC. Puis une autre méthode de diagnostic optique permettant d'évaluer la qualité du poinçonnement Si/NTC est développée. Ces méthodes reposent sur la connaissance des propriétés optiques IR des matériaux constitutifs de l'amortisseur qui sont déterminées dans la section suivante.

4.3.1 Propriétés optiques IR des constituants de l'amortisseur

Les méthodes d'évaluation de la résistance thermique d'interface Si/NTC exposées en 4.3.2 et en 4.3.3 reposent sur la visualisation infrarouge d'un amortisseur non peint ou partiellement peint durant une sollicitation thermique. Le silicium des plaques étant semi-transparent dans l'infrarouge

et le comportement optique du tapis de NTC et des différentes couches minces présentes dans l'amortisseur T3D étant inconnu *a priori*, il est important de déterminer leurs propriétés optiques IR.

Les échantillons devant permettre cette détermination doivent être non peints et ils doivent comporter les deux types d'interfaces Si/NTC rencontrées dans les amortisseurs T3D : Si/Ti/Au/In/Au/Ti/NTC ou « interface de poinçonnement », et Si/Al₂O₃/Fe/NTC ou « interface catalytique ». Les amortisseurs comportant les deux types d'interface sont ceux de génération *G0* et *G1*. Au moment de cette étude, les seuls échantillons non peints de génération *G0* ou *G1* étaient les amortisseurs *G1-Co-6*, *G1-CP11* et *G1-CP-12* (tableau 4-4). Ces trois échantillons ont été fabriqués au même moment par le CEA. Ils sont composés d'une grande plaque et d'une petite plaque en silicium d'épaisseur 550 µm chacune, entre lesquelles se trouve un tapis de nanotubes de carbone (NTC) alignés verticalement.

Les différentes étapes de fabrication de ces échantillons de génération *G1* sont décrites dans le chapitre 2 (figure 2-3). En résumé, une couche d'alumine (Al₂O₃) d'épaisseur 10 nm puis une couche catalytique de fer (Fe) d'épaisseur 1 nm sont déposées sur la petite plaque en silicium sur laquelle croissent ensuite les NTC. Une fois leur croissance terminée, une couche de 20 nm de titane (Ti) et une de 100 nm d'or (Au) sont déposées sur le tapis de NTC. Un adhésif double-face d'épaisseur 100 µm est appliqué autour du tapis de NTC. Afin de « poinçonner » le tapis de NTC dans la grande plaque en silicium, celle-ci reçoit au préalable une couche de 20 nm de titane (Ti) et une de 100 nm d'or (Au), puis une couche d'indium (In) d'épaisseur 0,5 µm. Les deux plaques en silicium ainsi préparées sont ensuite pressées l'une contre l'autre pour former l'amortisseur *G1-Co-6* (figure 4-11). Les amortisseurs *G1-CP-11* et *G1-CP-12* sont fabriqués de la même manière que *G1-Co-6*, à la différence qu'ils contiennent du MCP en plus.

Tableau 4-4. Caractéristiques principales des échantillons pour lesquels la résistance thermique d'interface Si/NTC dominante est recherchée.

Echantillon	Epaisseur Si	Scellement	Interface Si/NTC		NTC		MCP
			amont	aval	Densifiés	Structure	
<i>G1-Co-6</i>	550 + 550 µm (hors peinture)	Adhésif 9629 PC ép. 100 µm	Ti/Au/In/Au/Ti	Al ₂ O ₃ /Fe	Non	Réseau de trous	Non
<i>G1-CP-11</i>							Sur tapis
<i>G1-CP-12</i>							Autour tapis

Le procédé d'intégration du MCP varie entre *G1-CP-11* et *G1-CP-12* : le MCP est déposé puis fondu sur le tapis de NTC pour *G1-CP-11* tandis qu'il est déposé et fondu entre le tapis de NTC et l'adhésif pour *G1-CP-12*, de manière à ne pas imbiber de MCP l'extrémité des NTC destinée à être poinçonnée. Les photographies de la figure 4-12 montrent les plaques en silicium ainsi préparées avant et après scellement. La forme de ces échantillons et de leurs constituants (tapis de NTC, adhésif, couche indium/or/titane...) est irrégulière du fait de leur caractère prototype.

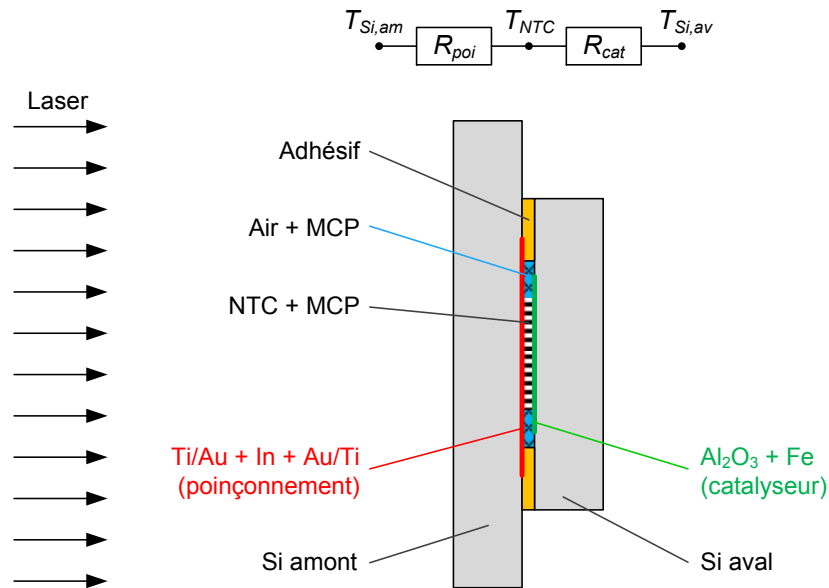


Figure 4-11. Coupe schématique des échantillons *G1-CP-11* et *G1-CP-12* non peints (échelle non respectée) et schéma des résistances thermiques aux interfaces Si/NTC. *G1-Co-6* a la même structure mais sans MCP.

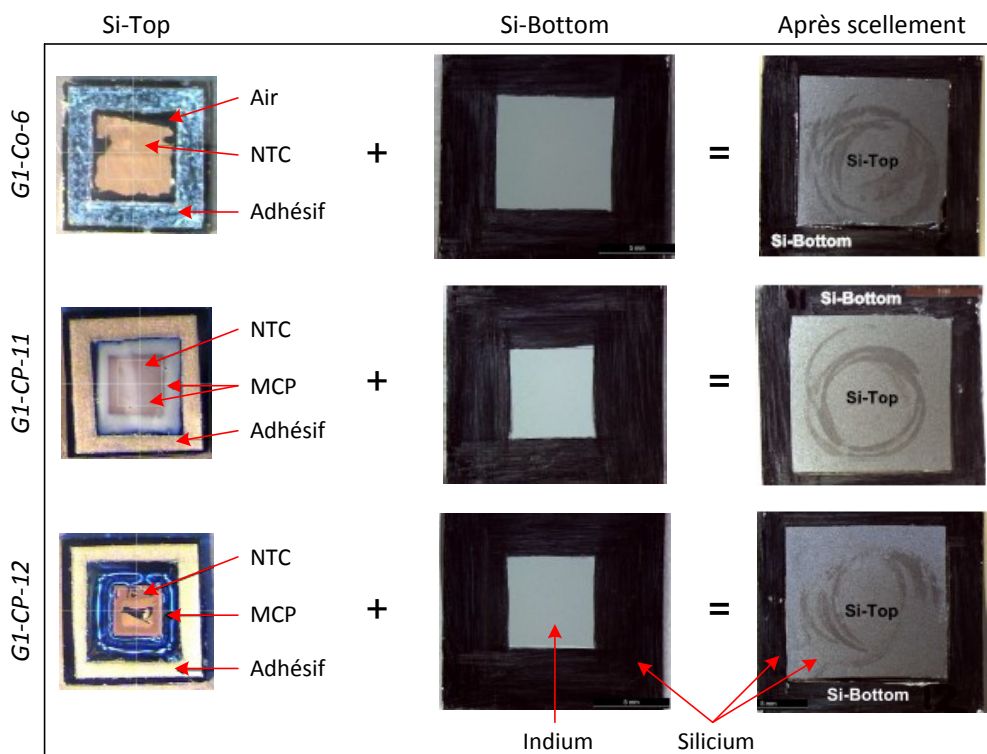


Figure 4-12. Petites (« Si-Top ») et grandes plaques (« Si-Bottom ») de *G1-Co-6*, *G1-CP-11* et *G1-CP-12* avant et après scellement (photographies CEA). Le tapis de NTC apparaît doré car il est recouvert de Ti/Au.

Le montage expérimental utilisé est tel que décrit dans la figure 2-14. Le laser chauffe uniformément la grande plaque de l'échantillon. Pour les trois échantillons testés comme pour tous les amortisseurs composés de deux plaques en silicium de surfaces différentes, la face amont correspond à la grande plaque afin de ne pas chauffer la plaque aval avec le laser. Les essais sont réalisés à température ambiante (20 °C).

Dans la bande de longueur d'onde de la caméra IR, le silicium est semi-transparent (Annexe C p. 220). Dans les zones non peintes des échantillons, la luminance L_{mes} vue par la caméra IR est composée de l'émission propre des différents matériaux plus ou moins absorbée par les matériaux traversés ainsi que de la réflexion de l'environnement. Ces différentes contributions mesurées par la caméra IR sont illustrées dans la figure 2-12 et expliquées plus en détail en 2.2.2.4.

Les thermogrammes de l'échantillon *G1-Co-6* non peint sont analysés afin de déterminer les propriétés optiques des différents constituants de l'amortisseur. Une première sollicitation thermique sous la forme d'un créneau laser de durée 1 s est appliquée à *G1-Co-6*. L'emplacement des zones de mesure IR est défini sur la figure 4-13. Les luminances mesurées (en Digital Level « DL », grandeur proportionnelle à la luminance) et donc les températures correspondantes augmentent pendant la durée de la sollicitation laser (figure 4-14). Environ 1 s après la fin de la sollicitation, soit à $t = 2$ s, ces luminances et donc ces températures se stabilisent vers leurs valeurs finales.

Les images IR de la figure 4-13 sont prises à $t = 2,6$ s. Sur ces images, le gradient thermique dû au refroidissement de l'échantillon par convection naturelle n'est pas visible (on ne voit pas d'évolution de la luminance selon la direction verticale) donc il peut être considéré comme négligeable. De la même manière, le gradient thermique dû au refroidissement par conduction dans les pattes du porte-échantillon, également invisible sur l'image, peut être considéré comme négligeable (les trois zones sombres sur chaque image IR correspondent aux pattes métalliques du porte-échantillon lui-même). En l'absence de gradients thermiques et d'évolution temporelle de la température, on peut donc considérer que la température est homogène dans tout l'échantillon à partir de $t = 2$ s.

La forme du tapis de NTC de *G1-Co-6* (zone dorée dans l'image VIS sur la figure 4-13) est aisément reconnaissable dans l'infrarouge : c'est la zone de plus forte luminance dans l'image IR aval de la figure 4-13. La température étant homogène au sein de l'échantillon *G1-Co-6* à cet instant, c'est donc le tapis de NTC qui est visible par semi-transparence à travers le silicium et la couche catalytique $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}$ de la petite plaque en silicium. Ceci est cohérent avec le fait que les tapis de NTC sont connus pour être de bons corps noirs dans l'infrarouge (Mizuno et al., 2009).

De la même manière, en comparant l'image de *G1-Co-6* dans le visible et celle dans l'infrarouge (figure 4-13), il est possible de distinguer l'adhésif autour du tapis de NTC à travers les plaques en silicium amont et aval.

La zone centrale carrée de faible luminance visible en face amont et délimitée par l'adhésif correspond à la couche métallique de poinçonnement $\text{Ti}/\text{Au}/\text{In}/\text{Au}/\text{Ti}$. Elle est opaque aux infrarouges sur la gamme 2-5 μm car le tapis de NTC n'est pas visible à travers celle-ci. Son émissivité n'est pas élevée car la luminance mesurée sur cette zone est la plus faible de toute la face amont. Cette couche métallique peut donc être assimilée à un miroir opaque (opacité, faible émissivité et donc forte réflectivité) reflétant le milieu ambiant plus froid que l'échantillon lors de cette mesure.

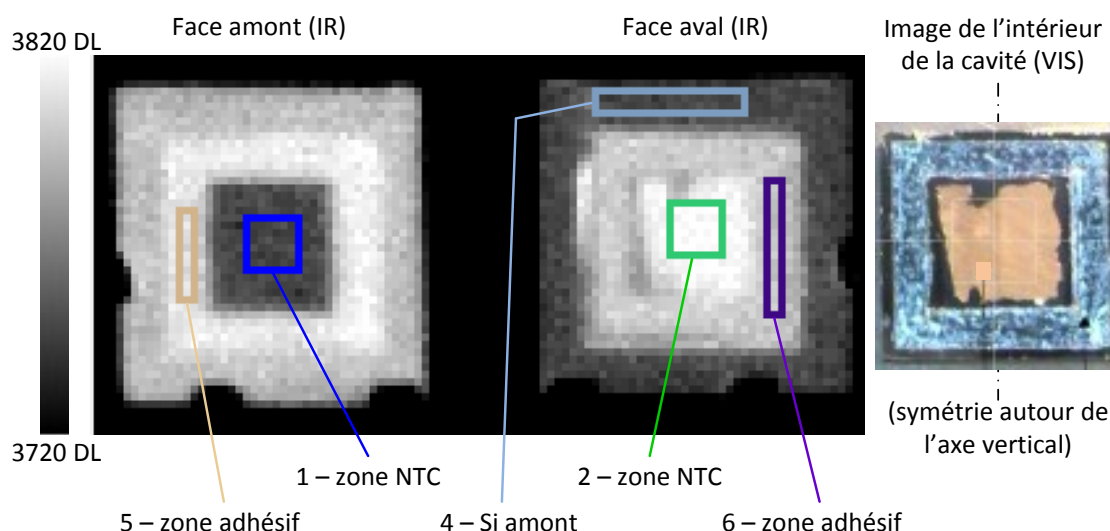


Figure 4-13. Images infrarouges (IR) : échantillon *G1-Co-6* à température homogène et supérieure à la température ambiante, échelle de luminance en DL et zones de mesures associées n° 1, 2, 4, 5 et 6. Amont : côté grande plaque ; aval : côté petite plaque. Image visible (VIS) : petite plaque de *G1-Co-6* avant scellement (photographie CEA).

La différence de luminance mesurée pour le silicium de la grande plaque selon qu'il est observé par l'amont ou par l'aval s'explique par une différence d'état de surface et par la possible présence d'un reliquat de métal sur le côté aval de la grande plaque. En effet, ce côté aval a été raclé au scalpel lors de la fabrication afin d'enlever la couche de Ti/Au/In sur la zone périphérique, zone que l'on observe directement avec la caméra IR côté aval, tandis que le côté amont de la grande plaque de silicium n'a subi aucun traitement particulier.

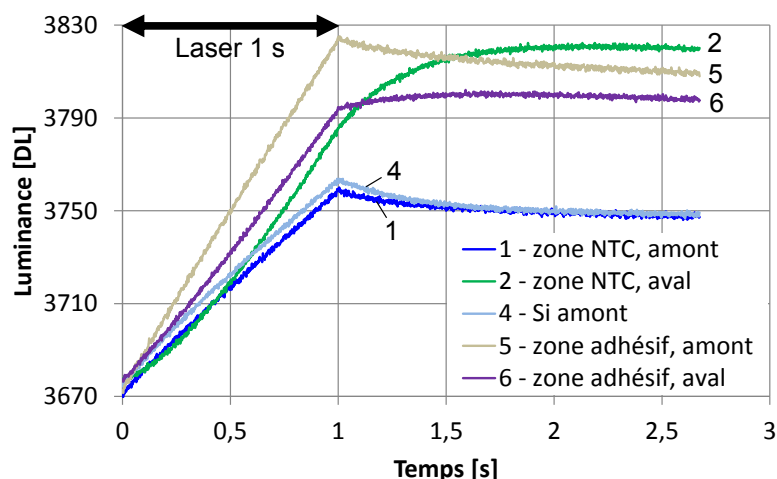


Figure 4-14. Evolution temporelle des luminances mesurées dans les différentes zones de *G1-Co-6* pendant et après un créneau laser de durée 1 s.

En plus du niveau de luminance, la forme des thermogrammes permet également d'accéder aux propriétés optiques de certains constituants de l'amortisseur. Pour illustrer cela, un second essai est pratiqué dans les mêmes conditions que le premier mais avec un créneau laser durant seulement 10 ms, c'est-à-dire avec un flash laser. La fréquence d'acquisition de la caméra IR est de 654 Hz. Les zones de mesure restent celles définies sur la figure 4-13. Pour une sollicitation flash de durée infiniment courte, le temps théorique de demi-montée en température du silicium d'épaisseur 550 μm est de 0,46 ms, soit un temps court devant la durée réelle du flash. La température au sein

des plaques en silicium peut donc être considérée comme homogène selon la direction de l'épaisseur durant toute la durée de l'essai. De la même manière, du fait de leur grande conductivité thermique et de leur faible longueur (environ 100 μm), les NTC sont considérés comme étant à température homogène sur toute leur longueur durant l'essai.

Les thermogrammes des zones de mesure n° 2 et 6 sont tracés sur la figure 4-15. Pour rappel, les différentes contributions IR vues par la caméra IR en provenance de l'échantillon sont explicitées dans la section 2.2.2.4 et la luminance vue par la caméra IR $L_{\Delta\lambda, vue}$ s'écrit :

$$L_{\Delta\lambda, vue} = fL_{\Delta\lambda}^0(T_{Si}) + bL_{\Delta\lambda}^0(T_{derrière Si}) + gL_{\Delta\lambda}^0(T_{amb}) \quad (62)$$

avec $L_{\Delta\lambda}^0$ la luminance du corps noir entre 2,5 et 5,5 μm et les constantes $(f, b, g) \in]0; 1[$.

La zone n° 6 correspond à l'adhésif vu à travers le silicium aval et possiblement au silicium amont vu à travers le silicium aval et l'adhésif. La luminance mesurée dans la zone n° 6 montre un saut au moment du flash. Ce saut est en réalité une montée rapide de la luminance pendant la durée du flash, comme celle observée en face amont de *G3-Co-9* (figure 3-13). Dans la suite de l'étude, nous appelons « composante amont » l'émission des objets situés en amont des résistances thermiques principales de l'échantillon. Le signal de la zone n° 6 contient donc une composante amont. Ceci ne peut venir ni de la composante $fL_{\Delta\lambda}^0(T_{Si})$ de l'équation (62), due à l'émission du silicium aval, de type aval, ni de la composante $gL_{\Delta\lambda}^0(T_{amb})$ due à l'environnement, constante. La composante amont du signal est donc due à l'émission des objets derrière le silicium aval : adhésif et/ou silicium amont. Elle est comprise dans le terme $bL_{\Delta\lambda}^0(T_{derrière Si})$ de l'équation (62).

La zone n° 2 correspond au tapis de NTC vu à travers le silicium aval et, si le tapis de NTC n'est pas opaque aux IR, à la couche métallique de poinçonnement vue à travers le silicium aval et le tapis de NTC. Au contraire de la zone n° 6, la luminance mesurée dans la zone n° 2 ne montre pas de saut (figure 4-15). Autrement dit, la luminance mesurée dans la zone n° 2 ne contient pas de composante amont. Le terme $bL_{\Delta\lambda}^0(T_{derrière Si})$ de l'équation (62) est donc ici de type aval, ce qui signifie que le tapis de NTC est opaque aux infrarouges, la couche de poinçonnement déposée sur le silicium amont n'étant pas visible à travers le tapis de NTC.

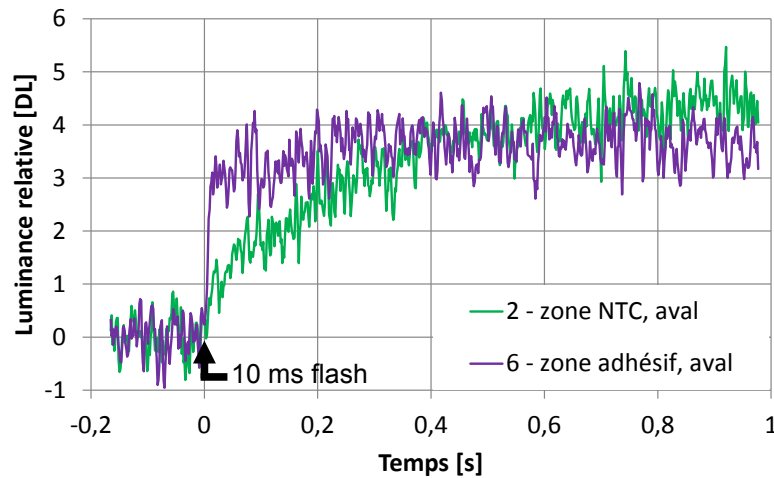


Figure 4-15. Evolutions comparées de la luminance mesurée dans la zone n° 2 « NTC aval » et dans la zone n° 6 « adhésif aval » de *G1-Co-6* lors d'un flash laser de durée 10 ms.

Ces observations sont confirmées par les thermogrammes mesurés lors de la première sollicitation laser de 1 s (figure 4-14). Le thermogramme de la zone n° 2 est typique d'une face aval, avec une dérivée temporelle continue et une augmentation continue de la luminance jusqu'à atteindre la température finale. Les zones n° 1, 4 et 5 révèlent logiquement des thermogrammes de type amont, avec une dérivée temporelle discontinue au moment de l'arrêt du laser, arrêt suivi d'une luminance décroissante à mesure que la chaleur passe de la plaque amont à la plaque aval. Quant à la zone n° 6, elle comprend une composante de type face aval (la luminance continue à monter après la fin de la sollicitation laser) et une composante de type face amont (discontinuité de sa dérivée temporelle à la fin de la sollicitation laser).

En conclusion, sur la bande de longueur d'onde de la caméra IR (2-5 μm), il a été montré que :

- Le silicium « T3D » et la couche catalytique $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}$ sont semi-transparents.
- Le tapis de NTC est opaque et d'émissivité plutôt élevée. Son comportement radiatif tend donc vers celui du corps noir, conformément à la littérature.
- La couche métallique $\text{Ti}/\text{Au}/\text{In}/\text{Au}/\text{Ti}$ est opaque et d'émissivité plutôt faible. Elle peut donc être assimilée à un miroir opaque.

La connaissance de ces propriétés optiques est indispensable pour analyser correctement les images IR enregistrées lors des essais présentés dans la suite.

4.3.2 Localisation de la résistance thermique d'interface Si/NTC dominante

Il a été montré dans la partie 3.2 que les deux résistances thermiques d'interface Si/NTC entre le tapis de NTC et les plaques de silicium amont et aval constituent les résistances thermiques majeures de l'amortisseur. La méthode de localisation de la résistance thermique d'interface Si/NTC principale présentée dans cette section a été développée à un moment du projet T3D où tous les amortisseurs étaient encore dotés de deux interfaces Si/NTC différentes aux deux extrémités du tapis de NTC : une interface $\text{Si}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}/\text{NTC}$ côté catalyseur, et une interface $\text{Si}/\text{Ti}/\text{Au}/\text{In}/\text{Au}/\text{Ti}/\text{NTC}$ du côté où les NTC sont poinçonnés. L'objectif était alors de déterminer si une résistance thermique d'interface est prépondérante par rapport à l'autre, et si oui, laquelle. Pour ce faire, l'évolution du rayonnement IR mesuré sur les deux faces de l'amortisseur est analysée à la lumière des propriétés radiatives IR des constituants de l'amortisseur déterminées en section 4.3.1. La méthode présentée ici est illustrée avec les amortisseurs pour lesquels elle a été développée, à savoir *G1-Co-6*, *G1-CP11* et *G1-CP-12* (tableau 4-4).

Le contact thermique entre la couche de poinçonnement $\text{Ti}/\text{Au}/\text{In}$ et la grande plaque en silicium est supposé parfait ($T_{\text{poi}} = T_{\text{Si,am}}$) car celle-ci a été déposée par PVD. La couche de poinçonnement étant opaque aux IR, le signal IR mesuré en face amont dans la région centrale correspondant à la couche d'indium (zone n° 1 sur la figure 4-13) peut alors s'exprimer ainsi à partir de l'équation (62), pour un échantillon non peint :

$$L_{\Delta\lambda, \text{vue}, \text{In}} = (f + b)L_{\Delta\lambda}^0(T_{\text{Si,am}}) + gL_{\Delta\lambda}^0(T_{\text{amb}}) \quad (63)$$

avec les constantes $(f, b, g) \in]0; 1[$ propres à cette zone de mesure.

De même, la couche mince catalytique $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}$ est supposée avoir la même température que la plaque de silicium aval ($T_{\text{cat}} = T_{\text{Si,av}}$). Le tapis de NTC étant opaque et le silicium aval et la couche

catalytique étant semi-transparents aux IR, la luminance mesurée en face aval dans la région centrale correspondant à la zone NTC (zone n° 2 sur la figure 4-13) s'écrit, pour un échantillon non peint :

$$L_{\Delta\lambda,vue,NTC} = \varphi L_{\Delta\lambda}^0(T_{Si,av}) + \beta L_{\Delta\lambda}^0(T_{NTC}) + \gamma L_{\Delta\lambda}^0(T_{amb}) \quad (64)$$

avec les constantes $(\varphi, \beta, \gamma) \in]0; 1[^3$ propres à cette zone de mesure.

Les échantillons *G1-Co-6*, *G1-CP-11* et *G1-CP-12* sont testés en configuration non peinte (figure 4-12) avec le même dispositif expérimental que dans la section précédente (figure 2-14). La sollicitation thermique consiste en un créneau laser de durée 10 ms (flash) appliqué à la grande plaque de l'échantillon initialement à la température ambiante.

L'évolution temporelle de la luminance $L_{\Delta\lambda,vue,In}$ mesurée au centre de la face amont est similaire pour les trois échantillons *G1-Co-6*, *G1-CP-11* et *G1-CP-12* (figure 4-16). La montée rapide de la luminance pendant la durée du flash correspond à une augmentation rapide de la température de la plaque amont de silicium $T_{Si,am}$, comme observé pour la face amont de *G3-Co-9* sur la figure 3-13.

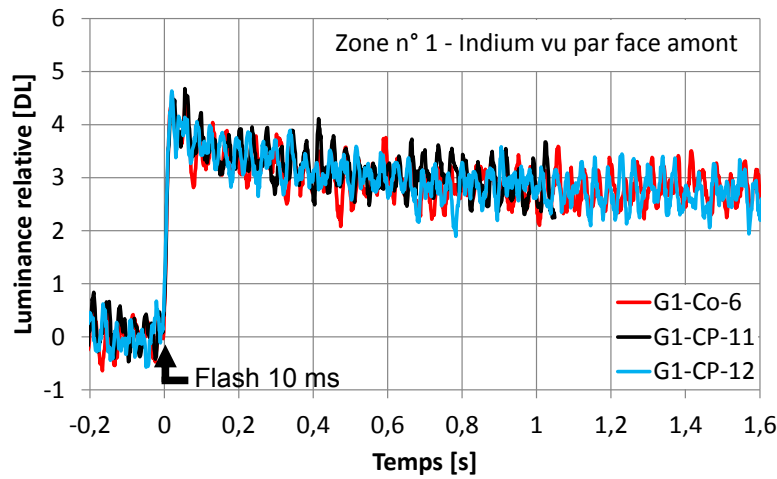


Figure 4-16. Luminance $L_{\Delta\lambda,vue,In}$ mesurée dans la zone « indium » en face amont (zone n° 1 sur la figure 4-13) des échantillons *G1-Co-6*, *G1-CP-11* et *G1-CP-12* non peints lors d'un flash laser de 10 ms.

La luminance $L_{\Delta\lambda,vue,NTC}$ mesurée en face aval de *G1-CP-11* et *G1-CP-12* (figure 4-17) augmente de manière quasi simultanée avec la luminance mesurée sur le silicium amont (figure 4-16), le déphasage entre ces deux signaux étant inférieur à 5 ms. Ces thermogrammes sont de type amont. La température ambiante T_{amb} étant constante, il résulte de l'équation (64) que c'est la température de silicium aval $T_{Si,av}$ et/ou la température du tapis de NTC T_{NTC} qui augmente de manière quasi simultanée avec $T_{Si,am}$. Vu les dimensions et les propriétés thermiques de l'adhésif et du silicium (Annexe C p. 218), un flux de chaleur passant par l'adhésif induirait un temps de montée en température bien plus long pour $T_{Si,av}$ que celui mesuré en face aval de *G1-CP-11* et *G1-CP-12*. En effet, le temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ de l'adhésif d'épaisseur 100 μm est de 14 ms, temps ne tenant pas compte des résistances de contact Si/adhésif. Ceci implique que le flux de chaleur responsable de l'augmentation rapide de $L_{\Delta\lambda,vue,NTC}$ pour *G1-CP-11* et *G1-CP-12* passe directement du silicium amont vers les NTC à travers la couche de poinçonnement. L'augmentation quasi simultanée de T_{NTC} avec $T_{Si,am}$ correspond donc à une résistance thermique d'interface au poinçonnement R_{poi} nettement plus faible que la résistance thermique d'interface au catalyseur R_{cat} pour *G1-CP-11* et *G1-CP-12*.

Une méthode d'estimation de la résistance thermique d'interface R_{poi} à partir du déphasage entre les thermogrammes du silicium amont $T_{Si,am}$ et des NTC T_{NTC} lorsque celui-ci est faible est présentée en Annexe E p. 238. Cependant, le fait que les échantillons *G1-CP-11* et *G1-CP-12* contiennent du MCP ne permet d'estimer qu'une borne supérieure de R_{poi} excédant probablement de plusieurs ordres de grandeur la valeur vraie correspondante. Ceci tient au fait que la masse de MCP accompagnant la montée rapide en température des NTC est inconnue.

L'augmentation de la luminance $L_{\Delta\lambda,vue,NTC}$ mesurée en face aval est beaucoup plus lente pour *G1-Co-6* que pour *G1-CP-11* et *G1-CP-12* (figure 4-17). De plus, l'allure de la luminance $L_{\Delta\lambda,vue,NTC}$ de *G1-Co-6* est de type purement aval. Ces éléments impliquent une résistance thermique d'interface au poinçonnement R_{poi} élevée pour *G1-Co-6*.

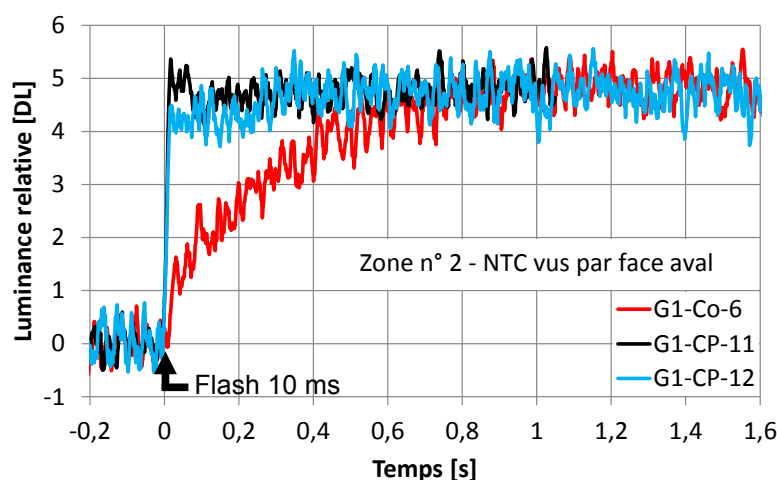


Figure 4-17. Luminance $L_{\Delta\lambda,vue,NTC}$ mesurée dans la zone « NTC » en face aval (zone n° 2 sur la figure 4-13) des échantillons *G1-Co-6*, *G1-CP-11* et *G1-CP-12* non peints lors d'un flash laser de 10 ms.

Les échantillons *G1-Co-6*, *G1-CP-11* et *G1-CP-12* sont ensuite peints au CETHIL sur leurs deux faces, à l'exception d'une fenêtre de visualisation infrarouge permettant d'accéder au comportement thermique du tapis de NTC par semi-transparence à travers le silicium aval et la couche catalytique Al_2O_3/Fe (figure 4-18). Ces échantillons peints sont testés dans les mêmes conditions que précédemment : la grande plaque est soumise à un flash laser durant 10 ms (figure 4-19).

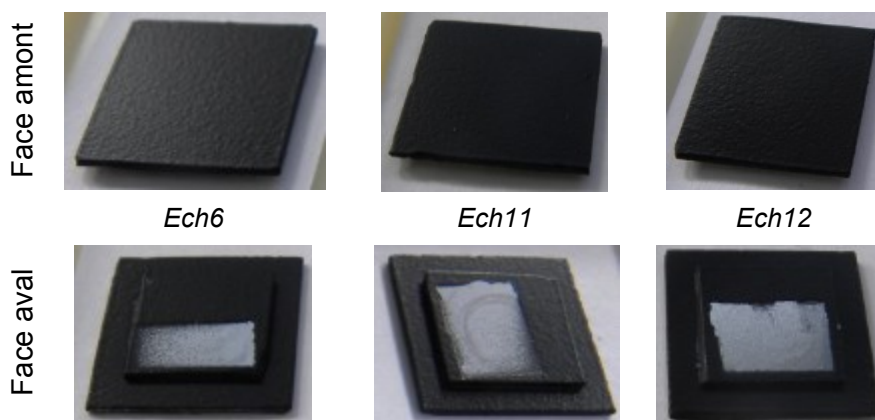


Figure 4-18. Échantillons *G1-Co-6*, *G1-CP-11* et *G1-CP-12* en configuration peinte.

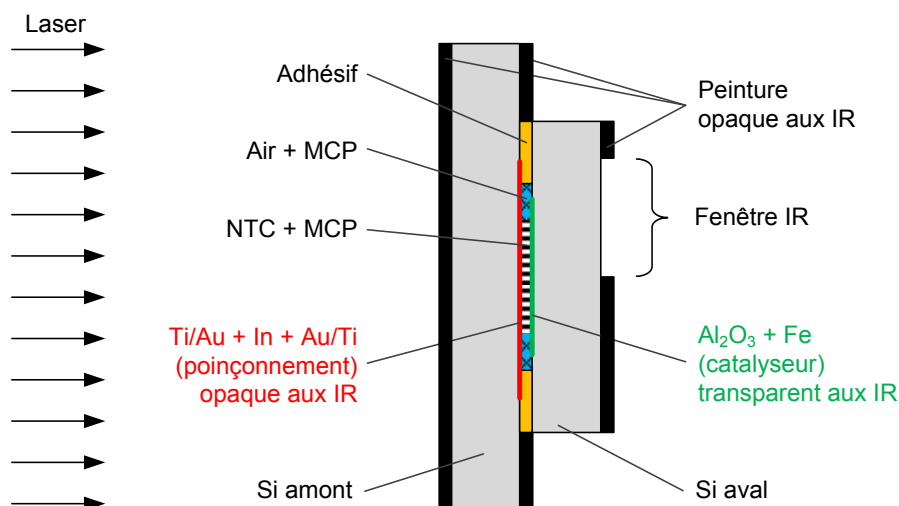


Figure 4-19. Coupe schématique des amortisseurs *G1-CP-11* et *G1-CP-12* peints (échelle non respectée). *G1-Co-6* peint a la même structure mais sans MCP.

La luminance mesurée dans la zone NTC à travers la fenêtre de visualisation IR montre le même comportement thermique que lors du test avec les échantillons non peints de la figure 4-17, au petit déphasage temporel près induit par la couche de peinture amont (environ 10 ms) : la montée en luminance des NTC est quasi simultanée avec celle du silicium amont pour *G1-CP-11* et *G1-CP-12*, tandis qu'elle est beaucoup plus lente pour *G1-Co-6*. L'épaisseur additionnelle que représente la peinture ne perturbe donc pas l'interprétation des résultats.

Connaissant l'émissivité de la peinture, la luminance mesurée sur les zones peintes peut être convertie en température. Les thermogrammes de la peinture de la plaque aval ainsi obtenus sont similaires pour *G1-Co-6*, *G1-CP-11* et *G1-CP-12* (figure 4-20), avec un temps de demi-montée en température de l'ordre de 260 ms. Le déphasage induit par la peinture aval étant bien inférieur (de l'ordre de 10 ms, cf. 2.3.4), ces thermogrammes sont représentatifs de la température du silicium aval. Etant donné les temps de montée en température aval observés, la température au sein de la plaque aval de silicium peut être considérée comme uniforme au cours de ces essais.

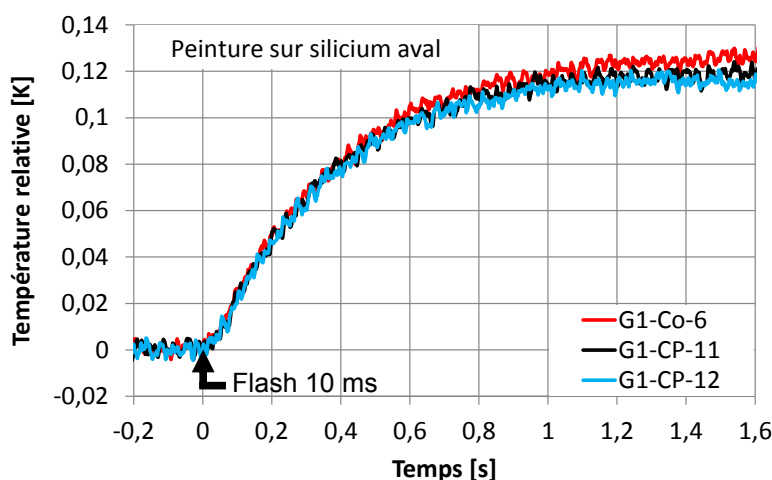


Figure 4-20. Variation de température mesurée dans la zone peinte de la plaque aval des échantillons *G1-Co-6*, *G1-CP-11* et *G1-CP-12* lors d'un flash laser de 10 ms.

La montée en température de la plaque aval $T_{Si,av}$ est beaucoup plus lente (figure 4-20) que celle du tapis de NTC T_{NTC} pour $G1-CP-11$ et $G1-CP-12$ (figure 4-17). Ceci confirme que R_{cat} est nettement plus élevée que R_{poi} pour $G1-CP-11$ et $G1-CP-12$.

Pour $G1-Co-6$, les temps de montée en température similaires du tapis de NTC (figure 4-17) et du silicium aval (figure 4-20) ne permettent pas de conclure quant à sa résistance thermique d'interface côté catalyseur R_{cat} . En effet, vu le temps de montée en température élevé du tapis de NTC, il n'est pas possible de savoir si le flux thermique entrant dans le tapis de NTC passe majoritairement par l'interface catalytique via l'adhésif, directement par l'interface de poinçonnement ou par le MCP.

Le tableau 4-5 récapitule les résistances thermiques estimées pour les trois échantillons. La différence de résistance thermique d'interface au poinçonnement R_{poi} entre $G1-Co-6$ d'une part et $G1-CP-11$ et $G1-CP-12$ d'autre part peut être due à la reproductibilité du processus de fabrication de ces échantillons prototypes et/ou au MCP présent dans $G1-CP-11$ et $G1-CP-12$ qui pourrait jouer le rôle de lien thermique entre le silicium et les NTC, poinçonnés ou non. Le faible nombre d'échantillons disponibles pour cette étude ne permet pas de conclure sur ce point.

Tableau 4-5. Récapitulatif des résistances thermiques d'interface Si/NTC côté poinçonnement R_{poi} et côté catalyseur R_{cat} ainsi que des résistances thermiques totales R_{ff} résultantes.

Echantillon	R_{poi}	R_{cat}	R_{ff}
$G1-Co-6$	élevée	inconnue	élevée
$G1-CP-11$	faible	élevée	élevée
$G1-CP-12$	faible	élevée	élevée

Malgré des résistances thermiques d'interface R_{poi} et R_{cat} très différentes entre $G1-Co-6$ d'un côté et $G1-CP-11$ et $G1-CP-12$ de l'autre, il est surprenant de constater que les thermogrammes du silicium aval sont similaires pour ces trois échantillons (figure 4-20). L'explication la plus probable est que la résistance thermique d'interface dominante de chaque échantillon est nettement plus élevée que la résistance thermique en parallèle que constitue l'adhésif R_{adh} (figure 4-21), rendant la résistance thermique totale thermique entre les deux plaques de silicium R_{ff} à peu près équivalente à la seule résistance thermique de l'adhésif R_{adh} , *a priori* comparable pour les trois échantillons.

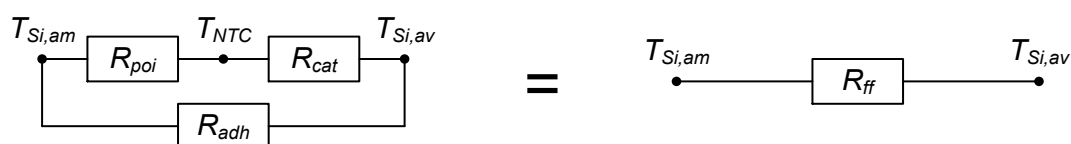


Figure 4-21. Schéma des résistances thermiques des échantillons $G1-Co-6$, $G1-CP-11$ et $G1-CP-12$. Pour plus de clarté, les résistances thermiques associées à la peinture sont négligées et les capacités thermiques ne sont pas représentées.

La résistance thermique totale entre plaques R_{ff} est estimée à partir du temps de demi-montée en température mesuré en face aval $t_{1/2} \approx 260$ ms grâce au modèle thermique de l'amortisseur présenté sur la figure 3-10 et à l'équation (57) associée. Elle vaut $R_{ff} \approx 6 \text{ K W}^{-1}$ pour $G1-Co-6$, $G1-CP-11$ et $G1-CP-12$. En considérant la surface totale de la petite plaque de silicium (environ 100 mm^2), la résistance thermique surfacique correspondante (incluant donc l'adhésif, le tapis de NTC et le MCP le cas échéant) vaut $r_{ff} \approx 6 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2 \text{ K W}^{-1}$. Cette valeur classe les amortisseurs $G1-Co-6$, $G1-CP-11$ et $G1-CP-12$ parmi les moins conducteurs du projet T3D et elle est du même ordre que la résistance

thermique de surface de conduction pure de l'adhésif $r = l/\lambda$, comprise entre $5 \cdot 10^{-4}$ et $1 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2 \text{ K W}^{-1}$ pour une épaisseur $l = 100 \text{ }\mu\text{m}$ et une conductivité thermique λ comprise entre 0,1 et 0,2 $\text{W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ (tableau 2-3).

En conclusion, la connaissance des propriétés radiatives dans l'infrarouge des constituants des amortisseurs T3D combinée à l'examen des thermogrammes mesurés dans différentes zones des échantillons en configuration non peinte puis peinte ont permis de localiser les résistances thermiques d'interface Si/NTC critiques au sein de *G1-Co-6*, *G1-CP-11* et *G1-CP-12*. Cette évaluation qualitative des résistances thermiques d'interface Si/NTC est rendue possible par la semi-transparence dans l'IR du silicium et de l'interface catalytique $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}$ qui permet ainsi d'accéder au comportement thermique du tapis de NTC situé au cœur de l'amortisseur. Il en ressort que l'interface de poinçonnement conduit nettement mieux la chaleur que l'interface catalytique pour deux des trois échantillons testés, cette information n'étant pas accessible pour le troisième échantillon.

La faible résistance thermique à l'interface de poinçonnement R_{poi} mesurée pour *G1-CP-11* et *G1-CP-12* indique que le MCP pourrait constituer un lien thermique additionnel entre le silicium et les NTC (augmentation de la surface d'échange thermique, pont thermique entre le substrat et les NTC non poinçonnés...), même si le faible nombre d'échantillons ne permet pas de conclure avec certitude dans le cadre du projet T3D. Cette hypothèse est cependant étayée par l'étude de Cola et al. (2008) montrant une diminution de la résistance thermique d'interface NTC/substrat suite à l'adjonction de paraffine à l'interface du tapis de NTC. On peut aussi noter que la méthode d'intégration du MCP (sur ou autour du tapis de NTC) semble ne pas influencer sur la conductance thermique du poinçonnement pour les échantillons T3D.

Une possible explication à la conductance thermique plus faible de l'interface catalytique est l'arrachement d'une fraction potentiellement élevée de NTC lors de la fabrication des amortisseurs, par exemple pendant l'intégration du MCP. Les forces capillaires liées à la présence de MCP liquide dans et/ou autour du tapis de NTC peuvent mener à l'arrachement des NTC de la couche catalytique $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}$, comme observé par ailleurs pour d'autres échantillons par le CEA lors de l'étape de densification des NTC par voie liquide (étape de densification non réalisée pour *G1-Co-6*, *G1-CP-11* et *G1-CP-12*). Une deuxième cause possible d'arrachement des NTC est la dilatation/contraction du MCP lié à la fusion/solidification de celui-ci.

Ces différentes observations ont mené à la décision de remplacer l'interface catalytique Si/ $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}/\text{NTC}$ par une deuxième interface de poinçonnement Si/Ti/Au/In/Au/Ti/NTC sur les amortisseurs de génération G3 dans le but de diminuer la résistance thermique totale R_{ff} de ceux-ci. Ce « double-poinçonnement » ne permet pas d'utiliser la méthode présentée dans cette section pour localiser la résistance thermique d'interface Si/NTC dominante car les couches métalliques de poinçonnement sont opaques aux IR, empêchant ainsi l'accès IR au comportement thermique du tapis de NTC. Les fenêtres de visualisation thermique pratiquées dans les couches de poinçonnement de certains échantillons G3 par ablation localisée du métal ne permettent pas non plus de localiser la résistance d'interface Si/NTC dominante car l'existence même de cette fenêtre dénuée de matériau de poinçonnement modifie localement le rapport des deux résistances thermiques d'interface Si/NTC amont et aval. Une méthode de diagnostic de la connexion Si/NTC adaptée aux échantillons à double-poinçonnement (génération G3) a donc été développée dans la section suivante.

4.3.3 Diagnostic optique de la qualité du poinçonnement

Les amortisseurs T3D de dernière génération (G3) sont dits « double-poinçonnés », c'est-à-dire que l'interface catalytique Si/Al₂O₃/Fe/NTC côté capot est remplacée par une interface de poinçonnement Si/Ti/Au/In/Au/Ti/NTC identique à son homologue côté cavité (figure 2-3). Les résistances thermiques d'interface Si/NTC étant déterminantes dans la résistance thermique totale de l'amortisseur, il est d'intérêt de caractériser expérimentalement la qualité de la connexion Si/NTC de type poinçonnée. Pour ce faire, un bilan des données disponibles (dimensions, images infrarouges et visibles...) est dressé pour les amortisseurs de génération G3. L'interface Si/NTC résultant du premier poinçonnement est ensuite analysée, ce qui permet de lier les propriétés optiques IR de la couche de poinçonnement à son état après poinçonnement. Enfin, l'analyse de l'interface Si/NTC issue du deuxième poinçonnement permet d'établir un lien entre ces propriétés optiques et l'état de la structure conductrice de l'amortisseur.

4.3.3.1 Spécifications et images des échantillons testés

Tous les amortisseurs double-poinçonnés du projet T3D (tableau 4-6) sont fabriqués de la même manière : les NTC croissent sur un substrat en silicium sacrificiel doté d'une couche catalytique Al₂O₃/Fe, puis ces NTC sont recouverts d'une couche de titane (Ti) d'épaisseur 20 nm puis d'une couche d'or (Au) d'épaisseur 100 nm. Cet ensemble est ensuite pressé contre la cavité en silicium au fond de laquelle se trouve une couche de poinçonnement Ti/Au/In. La plaque de silicium sacrificiel est retirée et une fraction des NTC, variable selon les échantillons, reste poinçonnée au fond de la cavité. Un nouveau dépôt de Ti/Au est réalisé sur les NTC présents dans la cavité. Puis, pour les amortisseurs contenant du MCP, celui-ci est déposé puis fondu sur les NTC. Enfin, le capot en silicium, lui aussi muni d'une couche de poinçonnement Ti/Au/In, est pressé contre la cavité. Cette dernière opération permet de simultanément sceller la cavité avec le capot grâce au joint SU-8 et de poinçonner les NTC contre le capot. Ces différentes étapes sont illustrées sur la figure 2-3.

Le procédé de fabrication décrit précédemment diffère légèrement pour deux amortisseurs : le tapis de NTC de G3-CP-5 n'a pas reçu de dépôt Ti/Au avant le deuxième poinçonnement, et le premier poinçonnement de G3-CP-18 a été effectué avec du MCP liquide présent sur la couche de poinçonnement Ti/Au/In en fond de cavité.

Tableau 4-6. Caractéristiques principales des échantillons T3D double-poinçonnés, c'est-à-dire dont le tapis de NTC est poinçonné à ses deux extrémités.

	Echantillon complet		Interface Si/NTC		Cavité		NTC	
Echantillon	Epaisseur Si	Scellement	cavité	capot	Profond.	Contenu	Type	
G3-CP-5	380 + 380 µm	SU8-2005	NTC / Ti 20 nm / Au 100 nm / In 0,7-2,7 µm / Au 100 nm / Ti 20 nm / Si	*	150 µm	NTC + MCP	Densifié Des.6	
G3-Co-9		7-13 µm ap		Si / Ti 20 nm / Au 100 nm / In 0,7-2,7 µm / Au 100 nm / Ti 20 nm / NTC		NTC		
G3-CP-11	380 + 150 µm	SU8-2005					NTC + MCP	Densifié Des.8
G3-Co-12		épaisseur inconnue					NTC	
G3-Co-13								
G3-CP-16		SU8-2005 15-25 µm ap					NTC + MCP	Densifié Des.5
G3-CP-17								
G3-CP-18								

ap : épaisseur après scellement.

* : Si / Ti 20 nm / Au 100 nm / In 0,7-2,7 µm / NTC

La couche métallique de poinçonnement présente à chaque extrémité du tapis de NTC étant opaque aux IR, ces échantillons à double poinçonnement comportent des fenêtres de visualisation

IR, c'est-à-dire des zones où la couche métallique de poinçonnement a été retirée afin de préserver un accès IR au tapis de NTC.

Les amortisseurs double-poinçonnés ayant survécu à la fabrication et au transport du CEA vers le CETHIL (tableau 4-6) sont soumis à un créneau laser de plusieurs secondes au moyen du dispositif expérimental décrit sur la figure 2-14. Ces échantillons sont en configuration non peinte. De manière analogue à la section précédente, un cliché infrarouge est réalisé deux secondes au moins après l'arrêt du laser, lorsque la température de l'échantillon est déjà homogène et encore supérieure à la température ambiante T_{amb} . La figure 4-22 montre ces clichés IR, les images correspondantes dans le visible (images VIS à droite des images IR) ainsi que des photos prises pendant la fabrication des échantillons au CEA (à gauche des images IR).

Plusieurs remarques peuvent être formulées au sujet de ces images afin d'en faciliter l'interprétation. Contrairement aux autres échantillons, *G3-CP-5* est peint sur deux coins par face (zones claires c'est-à-dire de luminance élevée sur les images IR, et zones noires sur les images VIS). Les fenêtres IR de *G3-Co-9* sont opaques dans l'IR car le procédé utilisé pour créer ces fenêtres n'a pas permis d'enlever tout le métal des couches de poinçonnement, au contraire des fenêtres IR des autres échantillons, réalisées avec un procédé différent. Les capots de *G3-CP-11*, *G3-Co-12* et *G3-Co-13* sont opaques aux IR car le silicium utilisé est plus fortement dopé que le silicium T3D des autres échantillons. La plaque cavité de *G3-CP-11* est fissurée suite à l'étape de scellement. Les stries d'usinage (polissage par l'IEMN pour diminuer l'épaisseur du capot en silicium à 150 μm) sur les capots de *G3-CP-11*, *G3-Co-12*, *G3-Co-13*, *G3-CP-16*, *G3-CP-17* et *G3-CP-18* se retrouvent sur les images IR, de même que les numéros inscrits au feutre sur les faces cavité de *G3-CP-11*, *G3-Co-12* et *G3-Co-13*. Enfin, le MCP présent sur la surface externe des faces cavités de *G3-CP-16* et *G3-CP-18* se retrouve sur les images IR (zones sombres des images VIS et IR correspondantes).

Les données relatives aux échantillons testés présentées dans cette section sont utilisées pour l'analyse des interfaces Si/NTC exposée dans les sections suivantes.

4.3.3.2 Analyse du premier poinçonnement (côté cavité)

Les NTC des échantillons testés sont structurés en îlots hexagonaux (figure 2-8) et ils sont densifiés (figure 2-9). Sur les photos des cavités après le premier poinçonnement (figure 4-22), chaque îlot de NTC apparaît comme un point noir. Tous les NTC n'y ont pas été transférés. De manière surprenante, ces îlots de NTC sont également identifiables sur les images IR de certains échantillons à température homogène et supérieure à T_{amb} : la totalité des îlots est identifiable pour *G3-CP-11* et *G3-CP-17*, et une partie l'est pour *G3-Co-12* et *G3-CP-16* (images IR côté cavité sur la figure 4-22). Ce phénomène est analysé plus en détail en prenant pour exemple *G3-CP-11*.

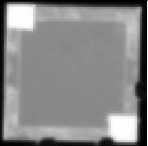
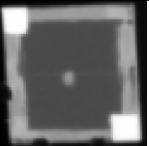
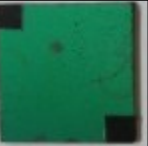
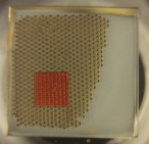
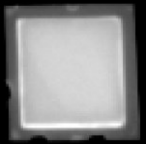
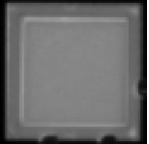
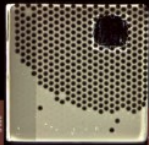
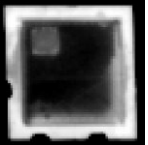
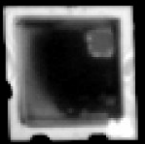
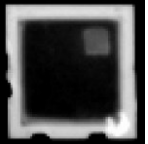
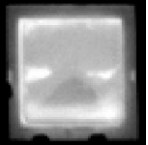
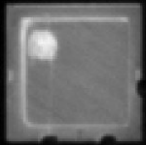
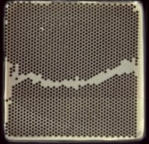
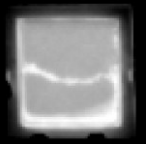
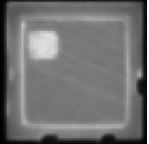
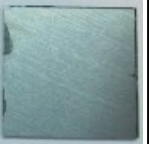
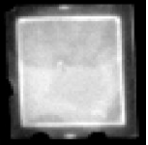
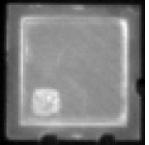
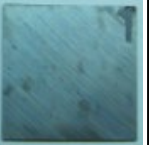
	Avant poinçonnements		Après 1er poinçonnt.	Après scellement			
	cavité	capot		IR (arrêt laser > 2 s)		VIS	
			cavité	cavité	capot	cavité	capot
G3-CP-5	Pas de fenêtre IR						
G3-Co-9						Pas d'image	Pas d'image
G3-CP-11							
G3-Co-12							
G3-Co-13							
G3-CP-16	Pas de fenêtre IR						
G3-CP-17	Pas de fenêtre IR						
G3-CP-18	Pas de fenêtre IR						

Figure 4-22. Photographies des échantillons avant et après le premier poinçonnement, après scellement, et images IR de ces échantillons à température homogène et supérieure à T_{amb} (photos avant et après le premier poinçonnement : CEA ; photos après scellement et images IR : CETHIL).

La comparaison de l'image IR de G3-CP-11 côté cavité avec une photo de l'intérieur de cette même cavité avant scellement permet d'identifier quatre zones distinctes (figure 4-23) :

- Zone « NTC » : l'image visible (VIS) montre les îlots de NTC recouverts de Ti/Au (et de MCP translucide), vus par le haut de la cavité avant scellement ; l'image IR montre l'autre extrémité des îlots de NTC couverts de Ti/Au et poinçonnés dans la couche de In/Au/Ti, vus à travers le silicium de la cavité.
- Zone « traces de poinçonnement » délimitée par les traits tillés : l'image VIS montre les traces régulières laissées par les NTC non transférés dans la couche Ti/Au/In lors du

premier poinçonnement ; dans l'IR, la luminance mesurée y est uniforme et plus élevée que celle de la zone NTC.

- « Zone intacte » entre les traits tillés et le bord de la cavité : l'image VIS ne révèle aucune trace à la surface de la couche de poinçonnement Ti/Au/In ; dans l'IR, la luminance mesurée y est uniforme et encore plus élevée que dans les deux zones précédentes.
- Zone « fenêtre » : l'image VIS montre que la fenêtre de visualisation IR est recouverte par le dépôt Ti/Au initialement destiné aux NTC.

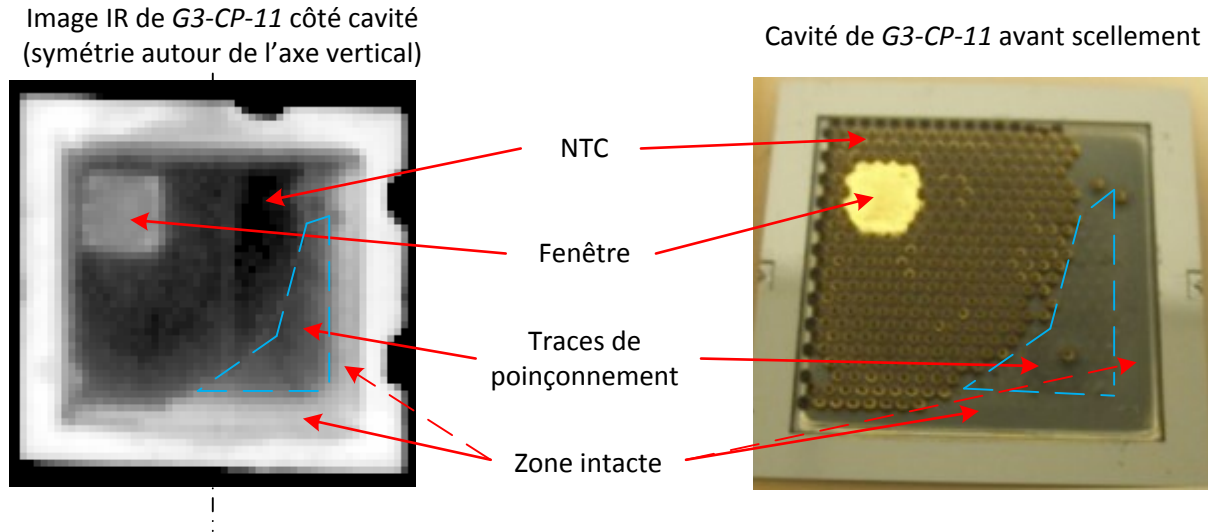


Figure 4-23. Les différentes zones identifiables de *G3-CP-11*. Gauche : image IR côté cavité de *G3-CP-11* à température homogène et supérieure à T_{amb} . Droite : image VIS de l'intérieur de la cavité après dépôt de Ti/Au et avant scellement (image CEA).

Les images IR de la figure 4-22 et de la figure 4-23 correspondent à des échantillons à température homogène (plus de 2 s après l'arrêt laser) et supérieure à l'ambiance. Ces images IR peuvent donc être considérées comme des cartographies d'émissivité ou de réflectance pondérées par les matériaux semi-transparentes (SiN, silicium, couches métalliques en-dessous d'une certaine épaisseur, MCP, SU-8) se trouvant entre la caméra IR et le matériau opaque observé (îlots de NTC, couches métalliques au-delà d'une certaine épaisseur).

Les différences de luminance constatées entre les différentes zones de l'image IR sur la figure 4-23 sont donc dues à une modification des propriétés optiques de la couche de poinçonnement Ti/Au/In en fond de cavité. Celle-ci a probablement été déformée lors du premier poinçonnement, avec pour conséquence une modification de l'épaisseur respective de chacune des couches minces, comme illustré schématiquement sur la figure 4-24 : au niveau des îlots de NTC, les épaisseurs diminuent, possiblement jusqu'à rendre certaines couches minces semi-transparentes dans l'IR ; les NTC non transférés lors du premier poinçonnement ont également pu laisser un dépôt de Ti/Au à la surface de l'indium. Suite au premier poinçonnement, la couche de Ti/Au/In en fond de cavité s'est donc transformée en un « miroir » de réflectance variable.

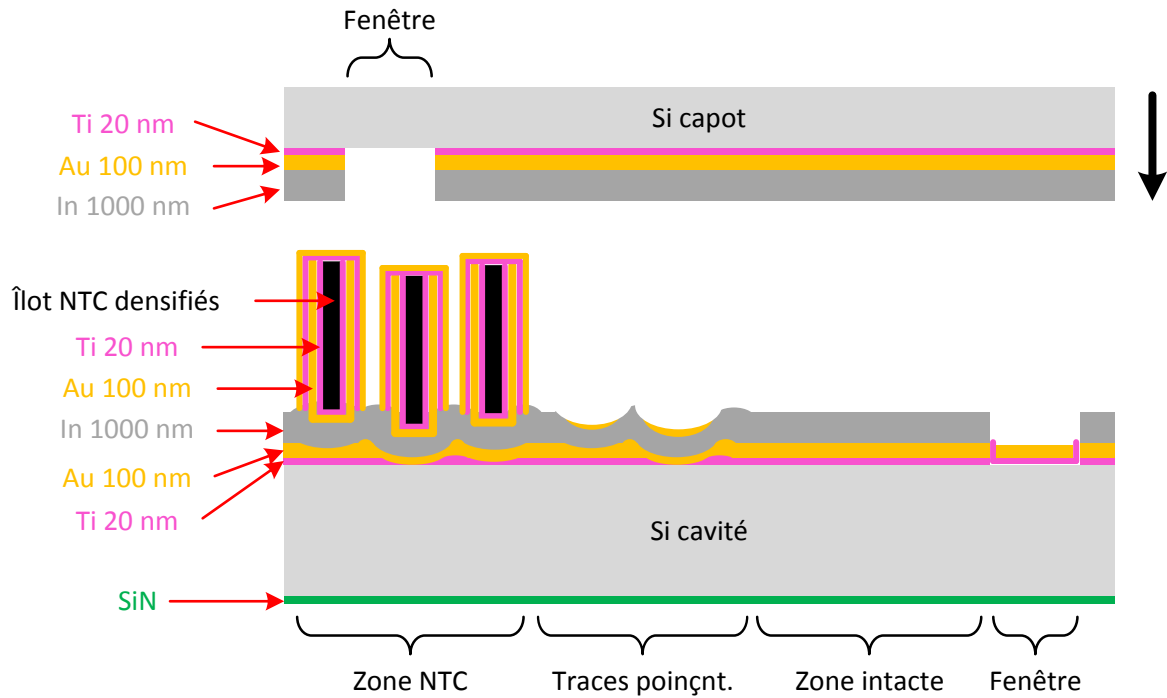


Figure 4-24. Coupe schématique des échantillons de génération *G3* contenant des NTC avant le second poinçonnement (échelle non respectée), aux exceptions suivantes près : pas de fenêtre côté cavité pour *G3-CP-5*, *G3-CP-16*, *G3-CP-17* et *G3-CP-18*, et pas de Ti/Au sur les NTC côté capot pour *G3-CP-5*. La déformation des NTC résultant du premier poinçonnement n'est pas représentée. Pour plus de clarté, les bords de la cavité et le MCP parfois présent dans la cavité ne sont pas représentés.

Sachant que l'échantillon est à une température supérieure à celle de son environnement radiatif, les zones de plus faible luminance (plus sombres sur les images IR) correspondent à une plus forte réflexion de l'environnement. Les réflectances entre 2,5 et 5,5 μm ρ_{IR} des différentes zones décrites précédemment peuvent alors être classées comme suit :

$$\rho_{IR}(\text{zone NTC}) > \rho_{IR}(\text{zone traces poinçonnement}) > \rho_{IR}(\text{zone intacte}) \quad (65)$$

4.3.3.3 Analyse du deuxième poinçonnement (côté capot)

A la différence des images IR côté cavité, les îlots de NTC ne sont identifiables sur aucune image IR côté capot (figure 4-22). Les capots de *G3-CP-11*, *G3-Co-12* et *G3-Co-13* ne sont ici pas considérés car ils sont opaques aux IR. Pour les autres capots de la figure 4-22, semi-transparentes dans l'IR, les couches de poinçonnement Ti/Au/In apparaissent toutes intactes, même pour *G3-CP-16* et *G3-CP-17* pour lesquels il a été montré par le CEA que les NTC dépassaient de la cavité de 10 à 60 μm et de 20 à 65 μm avant le second poinçonnement (figure 4-25). En retirant l'épaisseur maximale du joint SU-8 mesurée après scellement (20 μm +/- 5 μm), la longueur excédentaire des NTC reste de -15 à 35 μm pour *G3-CP-16* et de -5 à 40 μm pour *G3-CP-17*.

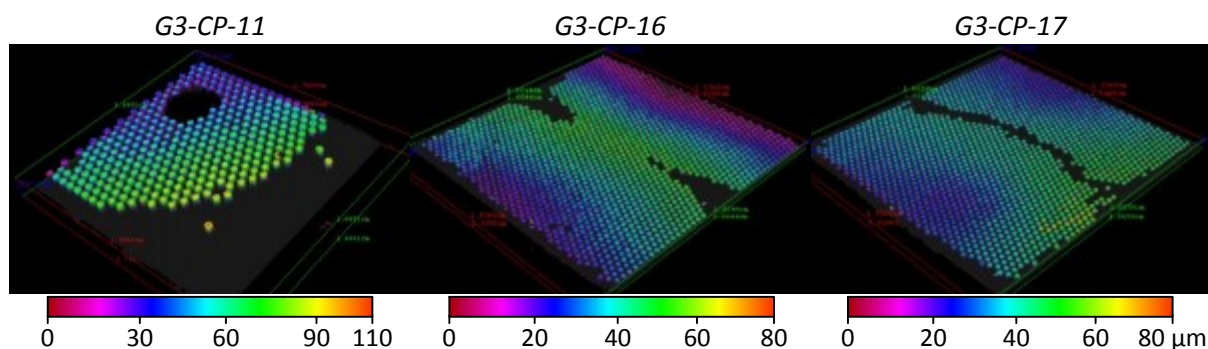


Figure 4-25. Cartographies d'altitude (μm) des NTC après le premier poinçonnement pour *G3-CP-11*, *G3-CP-16* et *G3-CP-17* (mesures et images CEA). L'altitude zéro est prise sur le pourtour de la plaque de base accueillant la cavité, dont le fond se situe par conséquent à $-150\ \mu\text{m}$.

Lors du scellement final des échantillons, cette longueur excédentaire des NTC a pu provoquer la déformation du capot (courbure) voire même peut-être la fissuration observée pour le capot de *G3-CP-11* (*G3-CP-11* affiche la longueur excédentaire de NTC la plus importante avec 25 à 65 μm de dépassement par rapport à la surface de SU-8), ainsi que la compression des NTC densifiés. En effet, il a été montré expérimentalement par le CEA que les NTC densifiés d'après le design D8 ou D5 peuvent se compresser plastiquement de plusieurs dizaines de micromètres lors du premier poinçonnement dans la cavité, c'est-à-dire qu'ils ne retrouvent pas leur longueur initiale après le retrait du silicium sacrificiel.

La différence d'aspect IR entre les couches de Ti/Au/In côté cavité et côté capot pour *G3-CP-16* et *G3-CP-17* est très probablement liée au mode de déformation des NTC : le flambage, déformation plastique des NTC dans un sens perpendiculaire à la force de pression. En effet, lors du premier poinçonnement, les NTC densifiés sont compressés jusqu'à l'amorce du flambage, ce qui nécessite une force élevée. La couche de Ti/Au/In en fond de cavité s'en trouve fortement perturbée et voit ses propriétés radiatives modifiées localement. Une fois le flambage amorcé, la force nécessaire à la poursuite de la compression des NTC est plus faible. Lors du deuxième poinçonnement, les NTC déjà flambés continuent leur compression, ce qui nécessite là encore une force moins élevée. La structure de la couche de Ti/Au/In côté capot n'est donc pas suffisamment perturbée par les îlots de NTC pour que ses propriétés radiatives s'en trouvent modifiées.

Pour *G3-CP-11*, *G3-Co-12* et *G3-Co-13*, la comparaison n'a pu être conduite pour cause de capot en silicium opaque, non conforme aux spécifications T3D. Pour *G3-CP-5*, *G3-Co-9* et *G3-CP-18*, aucune variation des propriétés radiatives n'est constatée pour les couches de poinçonnement côté cavité et capot : une couche métallique trop épaisse et/ou une force trop faible entre la pointe des NTC et la couche de poinçonnement en est la cause probable.

En conclusion, la visualisation infrarouge des couches métalliques de poinçonnement à travers le silicium semi-transparent permet d'évaluer la déformation mécanique de celles-ci et donc la force avec laquelle la pointe des NTC a été pressée contre la couche de Ti/Au/In. Il ressort que cette force est élevée lors du premier poinçonnement en fond de cavité, ce qui permet d'amorcer le flambage des NTC densifiés, et plus faible lors du deuxième poinçonnement sur le capot, où le flambage se poursuit. Or il a été montré en 3.2.2.2 que les paramètres mécaniques de l'étape de poinçonnement (pression, température, durée) influent sur la résistance thermique d'interface Si/NTC. Ce diagnostic IR sur l'état « mécanique » de la couche de poinçonnement peut donc être intéressant pour qualifier

la résistance thermique d'interface Si/NTC. Les échantillons testés présentant des marques de poinçonnement visibles dans l'IR sur une face tout au plus (figure 4-22), autrement dit faute d'information sur l'état mécanique des poinçonnements des deux interfaces Si/NTC d'un même amortisseur, il n'est pas possible d'établir un lien avec la résistance thermique totale de l'amortisseur R_{ff} , cette dernière étant constituée principalement des deux résistances thermiques d'interface Si/NTC disposées en série.

En choisissant bien l'architecture de la couche de poinçonnement (matériaux et épaisseurs) pour un type de NTC donné (structure, densification), il devrait être possible d'obtenir une corrélation entre un poinçonnement visible dans l'infrarouge d'une part, signe d'une interaction mécanique marquée entre les NTC et la couche de poinçonnement, et une faible résistance thermique d'interface Si/NTC d'autre part. En choisissant bien la longueur des NTC, le flambage de ces derniers pourrait peut-être être évité lors du premier poinçonnement, ce qui permettrait d'avoir une force de poinçonnement entre la pointe des NTC et la couche de Ti/Au/In également élevée lors du second poinçonnement.

4.3.4 Conclusions

Dans cette partie, les propriétés radiatives IR du tapis de NTC, de la couche catalytique $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}$ et de la couche de poinçonnement Ti/Au/In ont été identifiées. La connaissance de celles-ci a permis de mettre en évidence le meilleur potentiel en termes de conductance thermique de l'interface de poinçonnement par rapport à l'interface catalytique, menant ainsi à l'évolution des amortisseurs de dernière génération vers une architecture à double poinçonnement. Enfin, un lien a été établi entre l'état mécanique de la structure conductrice (couches de poinçonnement et NTC) et l'aspect IR des échantillons, augurant la possibilité d'un diagnostic IR non destructif et non invasif des qualités mécaniques et thermiques des interfaces Si/NTC dans le cadre d'une production industrielle.

4.4 Conclusions

La visualisation infrarouge du MCP contenu dans les amortisseurs Si-MCP-Si à travers le silicium semi-transparent permet d'analyser qualitativement l'écoulement de celui-ci et d'en déduire les forces dominantes en présence, gravitaires ou capillaires. Ceci permet de prévoir que les mouvements de MCP liquide sont de faible amplitude dans les amortisseurs contenant des NTC. Il ressort également que la distribution du MCP dans la cavité n'est pas homogène. Cependant, les images IR ne permettent pas d'estimation quantitative de la masse de MCP présent dans l'amortisseur du fait notamment de la porosité inconnue du MCP (bulles d'air invisibles à la caméra IR en dessous d'un certain diamètre) et de son épaisseur locale inconnue.

Une méthode d'estimation de la résistance thermique totale entre plaques de silicium R_{ff} alternative à la méthode décrite en 3.2.1 est développée dans la partie 4.2. Cette deuxième méthode livre un ordre de grandeur de la résistance R_{ff} dans les cas où la première méthode n'est pas applicable, et elle permet tout de même une bonne comparaison entre des échantillons à l'architecture thermique similaire. Les échantillons Si-Air-Si sont dans ce cas et cette méthode permet donc d'évaluer la qualité de leur scellement. L'estimation de la résistance thermique totale entre plaques R_{ff} pour ces échantillons Si-Air-Si montre que la résistance thermique due au scellement SU-8 est très variable d'un échantillon à l'autre du fait de la reproductibilité et de la variabilité de ce scellement dont l'épaisseur, le nombre de couches et les résistances thermiques d'interface Si/SU-8 et le cas échéant SU-8/SU-8 varient d'un échantillon à l'autre. Ces résistances

thermiques d'interface jouent un rôle majeur dans la résistance thermique totale des échantillons Si-Air-Si. La présence de MCP à la place de l'air dans la cavité abaisse et stabilise la résistance thermique totale de l'échantillon du fait de sa conductivité thermique supérieure.

Afin d'étudier la résistance clef de l'amortisseur qu'est la résistance thermique d'interface Si/NTC, une méthode permettant de localiser la résistance thermique d'interface Si/NTC dominante et reposant sur la mesure simultanée des thermogrammes des plaques en silicium amont et aval ainsi que du tapis de NTC situé au cœur de l'amortisseur est présentée dans la partie 4.3. Cette méthode est basée sur la connaissance des propriétés radiatives IR du tapis de NTC, de la couche métallique de poinçonnement Ti/Au/In et de la couche catalytique Al_2O_3 déterminées en préambule. Il ressort que l'interface de poinçonnement présente un meilleur potentiel en termes de conductance thermique d'interface que l'interface catalytique. Ce résultat a conduit à remplacer l'interface catalytique par une deuxième interface de type poinçonnée pour la dernière génération d'amortisseurs thermiques (G3). Par ailleurs, un possible effet de diminution de la résistance thermique d'interface Si/NTC lié à la présence de MCP dans la zone de contact a été observé, ce qui concorde avec la littérature. Enfin, une méthode de diagnostic optique de l'interface Si/NTC a été développée. Elle a permis d'établir un lien entre l'état mécanique de la structure conductrice (couches de poinçonnement et NTC) et l'aspect IR des échantillons de dernière génération, augurant la possibilité d'un contrôle IR non destructif et non invasif des qualités mécaniques et thermiques des interfaces Si/NTC dans le cadre d'une production industrielle.

Conclusions et perspectives

La miniaturisation continue des systèmes électroniques, l'augmentation régulière de leurs performances ainsi que leur empilement (intégration 3D) engendrent des densités de flux thermique croissantes. Or, la température des composants électroniques doit rester en-dessous d'une valeur maximale définie afin de ne pas dégrader leur durée de vie ni leurs performances. L'amortisseur thermique étudié dans le cadre de cette thèse a pour objectif de limiter les pics de température des composants électroniques fonctionnant en régime transitoire au moyen d'une structure composite consistant en un réseau de nanotubes de carbone (NTC) rempli de matériau à changement de phase (MCP) solide-liquide, le tout étant contenu dans un boîtier en silicium (Si). Ce système passif vise à augmenter l'inertie thermique volumique du composant électronique grâce à la chaleur latente du MCP tout en maintenant une bonne conductance thermique au sein du MCP et à travers le système grâce aux NTC.

Le stockage thermique au moyen d'un MCP solide-liquide, ici une paraffine, constitue une solution intéressante pour les appareils électroniques mobiles car elle est passive, simple et légère. La conductivité thermique très élevée des NTC doit pallier la faible conductivité du MCP. L'étude bibliographique montre que leur simple dispersion dans le MCP n'augmente que peu sa conductivité thermique, même lorsqu'ils forment un réseau interconnecté (seuil de percolation). Ceci est dû aux résistances thermiques d'interface, importantes en l'absence de liaison covalente. Afin de limiter les résistances thermiques d'interface aux deux interfaces Si/NTC, les NTC des amortisseurs T3D relient directement les deux parois espacées d'environ 150 μm entre lesquelles se situe la structure MCP-NTC. Il ressort de l'étude bibliographique que des structures de ce type (liaison directe par réseau de NTC, ou VACNT) sont actuellement étudiées dans le cadre du développement de matériaux d'interface thermique (TIM) performants.

Une étude théorique et numérique préalable à ce travail de thèse a permis d'identifier la plage d'utilisation optimale de l'amortisseur thermique en fonction de l'amplitude des sollicitations thermiques transitoires, de leur fréquence et de la résistance thermique entre l'amortisseur et la source froide. Deux modèles numériques de l'amortisseur, un local et un global, ont permis de montrer que l'amortissement des variations de température est moins efficace lorsque le glissement de température du MCP augmente, c'est-à-dire lorsque la plage de température sur laquelle s'étale le changement de phase de la paraffine augmente. De même, la plus petite dimension des cellules de MCP (hauteur ou diamètre selon le cas) doit être suffisamment faible pour permettre à la totalité du MCP de changer de phase. Enfin, il ressort que l'efficacité d'un amortisseur thermique est potentiellement élevée dans une faible plage de sollicitations thermiques uniquement.

Les différents échantillons fabriqués par les partenaires du projet T3D ont été classés en quatre générations en fonction de leur architecture. Les caractéristiques de leurs principaux constituants (Si, MCP, NTC, matériaux de scellement) ont été synthétisées. Le rôle du CETHIL au sein du projet T3D était notamment de caractériser thermiquement tous ces échantillons. A cette fin, un dispositif expérimental polyvalent a été spécifiquement conçu puis réalisé dans le cadre de cette thèse. L'excitation thermique de la face amont de l'échantillon est réalisée au moyen d'un laser de longueur d'onde 808 nm. La réponse thermique est mesurée simultanément sur les faces amont et aval par une caméra de thermographie rapide infrarouge (IR) sensible sur la bande 2,5-5,5 μm et un jeu de quatre miroirs IR. Une enceinte optiquement étanche garantit une ambiance radiative

homogène et constante pour les mesures et sert également à confiner le rayonnement laser. Ce banc d'essai permet de réaliser trois types de mesures : des mesures de type flash pour caractériser la conduction de la chaleur au sein de l'amortisseur, des mesures dites d'écrêtage consistant à chauffer l'amortisseur au-delà de la température de fusion du MCP pour caractériser sa capacité de stockage thermique (apparentées aux mesures de type DSC), et enfin des essais de cyclage thermique afin d'évaluer l'évolution des propriétés thermiques et mécaniques de l'amortisseur face à un grand nombre de sollicitations thermiques.

Le silicium étant semi-transparent dans l'IR, la mesure de température par thermographie IR nécessite le dépôt d'une couche opaque d'émissivité connue à la surface de l'échantillon. Une peinture noire a été sélectionnée à l'issue d'un test comparatif mené grâce à un dispositif expérimental dédié. L'étalonnage par thermocouple de la mesure de température de peinture par caméra IR a permis de limiter l'incertitude sur la température absolue à ± 1 K dans la plage d'intérêt (60-100 °C). Le retard du signal thermique en face aval induit par la peinture lors des mesures flash a été estimé à environ 10 ms. Pour la plupart des échantillons peints, ce déphasage n'est pas gênant car négligeable par rapport au temps de montée en température de la face aval. Quant aux échantillons de dernière génération, ils n'ont pas nécessité de peinture pour les mesures flash du fait de la présence de couches métalliques opaques sur chacune des plaques en silicium. Enfin, les échanges thermiques entre l'amortisseur et le banc d'essai ont été caractérisés.

Les essais montrent que la présence de MCP dans l'amortisseur permet effectivement d'abaisser la température maximale lors d'une sollicitation thermique transitoire. Le degré de surfusion de la paraffine contenue dans les échantillons est similaire à celui relevé lors de mesures de DSC indépendantes et vaut environ 7 K. Une méthode d'estimation de la capacité de stockage thermique, fonction première de l'amortisseur, a été développée. Elle permet d'accéder notamment aux capacités thermiques équivalentes dues uniquement au changement de phase en fonction de la température, mais aussi à la quantité de chaleur latente du changement de phase complet (en joules) et à la masse de MCP contenu dans l'amortisseur. La comparaison avec deux autres types de mesure montre que la méthode d'estimation développée dans cette étude est robuste. Sa sensibilité à des variations de géométrie de l'échantillon est faible.

Une méthode simple d'estimation de la résistance thermique totale entre les plaques de silicium a été développée afin de caractériser la seconde fonction principale de l'amortisseur qu'est la conduction de la chaleur. Il ressort que la somme des deux résistances thermiques d'interface Si/NTC en série dans l'amortisseur est dominante devant les résistances thermiques propres des plaques en silicium et des NTC, ce que confirme l'étude de sensibilité de la résistance thermique à la longueur des NTC. L'étude de sensibilité de la résistance thermique aux paramètres de fabrication de la connexion Si/NTC (ou « poinçonnement ») montre que ceux-ci influent de manière notable sur la connexion mécanique et thermique des NTC avec la couche métallique de poinçonnement déposée sur le silicium. La résistance thermique de la structure composite MCP-NTC incluant les résistances thermiques d'interface Si/NTC vaut environ $8 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2 \text{ K W}^{-1}$ pour le meilleur amortisseur de dernière génération, soit presque deux ordres de grandeur de plus que l'objectif initial du projet T3D, à savoir une plaque de silicium pleine d'épaisseur identique ($l_{Si}/\lambda_{Si} \approx 10^{-6} \text{ m}^2 \text{ K W}^{-1}$). Les valeurs mesurées de résistance thermique sont cependant cohérentes avec celles des dispositifs approchants (VANTC) rapportées dans la littérature.

Les essais de cyclage thermique ont montré que la capacité de stockage thermique de la structure composite MCP-NTC n'a pas évolué après 850 cycles alternant entre 25 °C et 125 °C. De même, l'intégrité de l'enveloppe des amortisseurs (silicium et adhésif) ainsi cyclés a été préservée. En revanche, la résistance thermique d'interface Si/NTC côté poinçonnement a fortement augmenté dès les premiers cycles thermiques pour les échantillons testés disposant de NTC non densifiés et poinçonnés à une seule extrémité (l'autre extrémité étant la surface catalytique sur laquelle ils ont crû). En comparaison, la résistance thermique totale d'un échantillon de dernière génération disposant de NTC densifiés et poinçonnés aux deux extrémités est restée constante après six cycles thermiques, augurant un meilleur potentiel pour cette configuration de NTC en termes de tenue mécanique et de maintien des performances thermiques face à des cycles thermiques répétés.

Le caractère semi-transparent du silicium a permis de réaliser des visualisations IR de l'intérieur de l'amortisseur et donc de développer des méthodes de contrôle non destructif par voie optique. Ainsi, la visualisation du comportement du MCP liquide contenu dans les amortisseurs de type Si-MCP-Si a montré que les forces capillaires deviennent dominantes sur les forces gravitaires lorsque la dimension de confinement du MCP est inférieure à 50 µm. Cette analyse qualitative permet d'extrapoler une faible amplitude des mouvements de MCP en présence des NTC. Par ailleurs, une seconde méthode d'estimation de la résistance thermique totale entre plaques de silicium a été développée pour les échantillons ne satisfaisant pas aux hypothèses de la première méthode évoquée précédemment. Cette méthode ainsi que la visualisation IR du scellement ont été mises à profit pour contrôler la qualité du scellement reliant les deux plaques en silicium des échantillons Si-Air-Si. Il ressort que la résistance thermique du scellement de type résine SU-8 est très variable d'un échantillon à l'autre. Ceci tient à la reproductibilité du procédé de scellement ainsi qu'à la variabilité des caractéristiques du scellement (épaisseur, nombre de couches, type de résine) d'un échantillon à l'autre.

Le comportement radiatif IR du tapis de NTC, de la couche métallique de poinçonnement (Ti/Au/In) et de la couche catalytique (Al_2/O_3) a été déterminé expérimentalement. Ceci combiné à la mesure simultanée des thermogrammes des plaques en silicium amont et aval et du tapis de NTC situé entre ces deux plaques a ensuite permis de localiser la plus élevée des deux résistances thermiques d'interface Si/NTC. Cette analyse par voie optique a conduit à remplacer l'interface catalytique par une deuxième interface de type poinçonnée pour la dernière génération d'échantillons dans le but d'améliorer la conduction de la chaleur. Enfin, une méthode de diagnostic optique de l'interface Si/NTC a été développée. Elle a permis d'établir un lien entre l'état mécanique de la structure conductrice (couches de poinçonnement et NTC) et l'image IR des échantillons de dernière génération, ouvrant la perspective d'un contrôle IR non destructif et non invasif des qualités mécaniques et thermiques des interfaces Si/NTC dans le cadre d'une production industrielle.

Les perspectives pour diminuer les résistances thermiques d'interface Si/NTC se situent du côté technologique avec l'amélioration du procédé de fabrication (couches minces employées, type de NTC, procédé de densification, température, pression et durée du poinçonnement...) mais aussi du côté théorique avec le mauvais couplage phononique, c'est-à-dire la mauvaise transmission des vibrations atomiques entre la structure massive 3D que constitue le silicium et la structure quasi 1D que constitue le NTC (Marconnet et al., 2013). Comme le suggère l'étude bibliographique, l'adjonction d'un matériau tiers à l'interface Si/NTC pourrait permettre d'améliorer le couplage thermique Si/NTC.

Il est aujourd'hui établi que les nanotubes de carbone (NTC) ont un caractère toxique élevé (Grosse et al., 2014), ce qui pourrait un jour compromettre leur utilisation. De plus, il n'y a à ce jour pas de solution pour la récupération des nanomatériaux dispersés dans l'environnement. Etant donné que les épaisseurs de paroi des structures de NTC densifiés intégrées aux amortisseurs thermique T3D sont nettement supérieures au micromètre, l'emploi d'un bon conducteur thermique n'étant pas un nanomatériau apparaît comme une perspective intéressante pour l'intégration d'amortisseurs thermiques dans des appareils électroniques commerciaux. Deux matériaux notamment semblent prometteurs : le graphite et le silicium. La conductivité thermique du graphite pyrolytique massif peut en effet atteindre $2000 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ à la température ambiante dans le plan des feuillets (Balandin, 2011). De plus, le couplage phononique du silicium avec ce matériau massif pourrait être meilleur qu'avec les NTC. Bien que de conductivité thermique moindre ($\approx 150 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ à température ambiante), le silicium ouvre quant à lui la perspective de la suppression des résistances thermiques d'interface avec les plaques en silicium en utilisant la méthode de collage direct ou collage moléculaire. Ce type de collage permet de lier deux surfaces de silicium très planes par contact direct de l'une avec l'autre sans adjonction de matière tierce, ce qui permet à la majorité des liaisons entre les surfaces d'être covalentes (Moriceau, 2005). Une des difficultés prévisibles réside dans l'obtention de surfaces suffisamment planes et propres malgré l'intégration du MCP. Ces deux solutions (graphite et silicium) représentent une perspective intéressante en termes de conduction de la chaleur, de toxicité et de coût de production à grande échelle.

Les méthodes simples d'estimation de paramètre ainsi que le banc d'essai développés dans le cadre de cette thèse ont suffi à caractériser le comportement thermique des amortisseurs expérimentaux. Pour continuer à utiliser ces méthodes simples avec des échantillons de résistance thermique plus faible, trois possibilités permettraient de diminuer la durée de la sollicitation thermique pour conserver son caractère impulsionnel relativement au temps de réponse de l'échantillon sans dégrader le ratio signal/bruit de la caméra IR : utiliser un laser plus puissant, utiliser un laser impulsionnel ou simplement augmenter la concentration du faisceau laser actuel, ce qui aurait par contre pour conséquence de diminuer l'uniformité de la sollicitation thermique sur la face amont de l'échantillon.

L'autre possibilité, prévue en début de projet, consisterait à utiliser le laser actuel et à prendre en compte le profil temporel de type créneau du flash laser actuel au moyen du code de calcul présenté dans le premier chapitre. Par ailleurs, le développement de ce code pourrait être poursuivi afin de mieux prendre en compte la géométrie réelle des échantillons, l'anisotropie du matériau composite MCP-NTC ainsi que le phénomène de surfusion, entre autres.

De même, pour des amortisseurs de résistance thermique plus faible et ne disposant pas d'une couche métallique sur chaque plaque en silicium, la variabilité du processus de peinture rendrait son utilisation inadaptée à l'estimation de la résistance thermique par méthode flash. La micro-structuration du silicium ou le dépôt d'une couche mince opaque pourraient alors être envisagés.

Le banc d'essai développé dans le cadre de cette thèse est modulable et pourrait donc servir à caractériser thermiquement différents types d'échantillons dans le futur. En plus des mesures apparentées à la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), des mesures de résistance thermique et des tests de cyclage thermique présentés dans cette thèse, d'autres grandeurs pourraient être estimées, comme par exemple la diffusivité thermique d'un matériau ou l'émissivité grise apparente d'une surface dans la gamme spectrale de la caméra IR.

Bibliographie

- Abhat, A., 1983. Low temperature latent heat thermal energy storage: heat storage materials. *Sol. Energy* 30, 313–332.
- Adachi, S., 2004. *Handbook on Physical Properties of Semiconductors*. Kluwer Academic Publishers.
- Alshaer, W.G., Nada, S.A., Rady, M.A., Del Barrio, E.P., Sommer, A., 2015. Thermal management of electronic devices using carbon foam and PCM/nano-composite. *Int. J. Therm. Sci.* 89, 79–86.
- Anandan, S.S., Ramalingam, V., 2008. Thermal management of electronics: A review of literature. *Therm. Sci.* 12, 5–26.
- Balandin, A.A., 2011. Thermal properties of graphene and nanostructured carbon materials. *Nat. Mater.* 10, 569–581.
- Chiu, C.-P., Maveety, J.G., Tran, Q.A., 2002. Characterization of solder interfaces using laser flash metrology. *Microelectron. Reliab.* 42, 93–100.
- Churchill, S.W., Chu, H.H., 1975. Correlating equations for laminar and turbulent free convection from a vertical plate. *Int. J. Heat Mass Transf.* 18, 1323–1329.
- Cola, B.A., Hodson, S.L., Xu, X., Fisher, T.S., 2008. Carbon nanotube array thermal interfaces enhanced with paraffin wax, in: *Proceedings of 2008 ASME Summer Heat Transfer Conference*, Jacksonville, FL.
- Delaire, E., 2012. *Le froid dans la conservation des produits de la mer*. Hal-01101930.
- Dincer, I., Rosen, M., 2002. *Thermal Energy Storage: Systems and Applications*. John Wiley & Sons.
- Dresselhaus, M.S., Dresselhaus, G., Saito, R., 1995. Physics of carbon nanotubes. *Carbon* 33, 883–891.
- Du, B., 2008. *Transient electro-thermal modeling on power semiconductor devices*. The University of Nebraska-Lincoln.
- Due, J.B., Robinson, A.J., 2013. Reliability of thermal interface materials: A review. *Appl. Therm. Eng.* 50, 455–463.
- Dumas, J.-P., 2002. Stockage du froid par chaleur latente - Aspect phénoménologique des transformations liquide-solide | *Techniques de l'Ingénieur*. Tech. Ing.
- Dutoit, D., Guthmuller, E., Miro-Panades, I., 2013. 3D integration for power-efficient computing, in: *Proceedings of the Conference on Design, Automation and Test in Europe*. EDA Consortium, pp. 779–784.
- Endo, M., Iijima, S., Dresselhaus, M.S., 2013. *Carbon nanotubes*. Elsevier.
- Fan, L., Khodadadi, J.M., 2011. Thermal conductivity enhancement of phase change materials for thermal energy storage: A review. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 15, 24–46.
- Feng, G., Wang, Y., Li, Y., Zhu, J., Zhao, L., 2011. Greatly enhanced infrared normal spectral emissivity of microstructured silicon using a femtosecond laser. *Mater. Lett.* 65, 1238–1240.
- FLIR ITC, 2012. *FLIR R&D Advanced Course (short)*.
- Fukai, J., Kanou, M., Kodama, Y., Miyatake, O., 2000. Thermal conductivity enhancement of energy storage media using carbon fibers. *Energy Convers. Manag.* 41, 1543–1556.

- Green, M.A., 2008. Self-consistent optical parameters of intrinsic silicon at 300 K including temperature coefficients. *Sol. Energy Mater. Sol. Cells* 92, 1305–1310.
- Grosse, Y., Loomis, D., Guyton, K.Z., Lauby-Secretan, B., El Ghissassi, F., Bouvard, V., Benbrahim-Tallaa, L., Guha, N., Scoccianti, C., Mattock, H., Straif, K., 2014. Carcinogenicity of fluoro-edenite, silicon carbide fibres and whiskers, and carbon nanotubes. *Lancet Oncol.* 15, 1427–1428.
- Hadjieva, M., Kanev, S., Argirov, J., 1992. Thermophysical properties of some paraffins applicable to thermal energy storage. *Sol. Energy Mater. Sol. Cells* 27, 181–187.
- He, B., Setterwall, F., 2002. Technical grade paraffin waxes as phase change materials for cool thermal storage and cool storage systems capital cost estimation. *Energy Convers. Manag.* 43, 1709–1723.
- Hodot, R., 2015. Modélisation et tests d'une boucle diphasique capillaire (LHP) pour applications avioniques civile et militaire. Thèse de doctorat, Université de Lyon.
- Hone, J., 2001. Phonons and thermal properties of carbon nanotubes, in: *Carbon Nanotubes*. Springer, pp. 273–286.
- Hone, J., Llaguno, M.C., Biercuk, M.J., Johnson, A.T., Batlogg, B., Benes, Z., Fischer, J.E., 2002. Thermal properties of carbon nanotubes and nanotube-based materials. *Appl. Phys. Mater. Sci. Process.* 74, 339–343.
- Hu, M., Keblinski, P., Wang, J.-S., Raravikar, N., 2008. Interfacial thermal conductance between silicon and a vertical carbon nanotube. *J. Appl. Phys.* 104, 83503.
- Inaba, H., Tu, P., 1997. Evaluation of thermophysical characteristics on shape-stabilized paraffin as a solid-liquid phase change material. *Heat Mass Transf.* 32, 307–312.
- Ivanov, I., Poretzky, A., Eres, G., Wang, H., Pan, Z., Cui, H., Jin, R., Howe, J., Geohegan, D.B., 2006. Fast and highly anisotropic thermal transport through vertically aligned carbon nanotube arrays. *Appl. Phys. Lett.* 89, 223110-223110–3.
- Jaworski, M., 2012. Thermal performance of heat spreader for electronics cooling with incorporated phase change material. *Appl. Therm. Eng.* 35, 212–219.
- Jiang, G., Diao, L., Kuang, K., 2012. *Advanced Thermal Management Materials*. Springer.
- Kandasamy, R., Wang, X.-Q., Mujumdar, A.S., 2008. Transient cooling of electronics using phase change material (PCM)-based heat sinks. *Appl. Therm. Eng.* 28, 1047–1057.
- Khodadadi, J.M., Fan, L., Babaei, H., 2013. Thermal conductivity enhancement of nanostructure-based colloidal suspensions utilized as phase change materials for thermal energy storage: A review. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 24, 418–444.
- Lienhard, J.H., 2011. *A Heat Transfer Textbook: Fourth Edition*. Dover Publications.
- Lin, W., Zhang, R., Moon, K.-S., Wong, C.P., 2010. Molecular phonon couplers at carbon nanotube/substrate interface to enhance interfacial thermal transport. *Carbon* 48, 107–113.
- Loukil, R., 2015. 2015, l'année du début de la fin de la Loi de Moore [WWW Document]. Usine-Digit. URL <http://www.usine-digitale.fr/article/2015-l-annee-du-debut-de-la-fin-de-la-loi-de-moore.N371045> (accessed 6.29.16).
- Maguer, A., 2007. Manipulation et fonctionnalisation de nanotube: Application aux nanotubes de nitrure de bore. Thèse de doctorat, Université Paris Sud-Paris XI.

- Marconnet, A.M., Panzer, M.A., Goodson, K.E., 2013. Thermal conduction phenomena in carbon nanotubes and related nanostructured materials. *Rev. Mod. Phys.* 85, 1295.
- Marks, S., 1980. An investigation of the thermal energy storage capacity of Glauber's salt with respect to thermal cycling. *Sol. Energy* 25, 255–258.
- Mehling, H., Cabeza, L.F., 2008. *Heat and cold storage with PCM*. Springer.
- Mills, A., Farid, M., Selman, J.R., Al-Hallaj, S., 2006. Thermal conductivity enhancement of phase change materials using a graphite matrix. *Appl. Therm. Eng.* 26, 1652–1661.
- Mizel, A., Benedict, L.X., Cohen, M.L., Louie, S.G., Zettl, A., Budraa, N.K., Beyermann, W.P., 1999. Analysis of the low-temperature specific heat of multiwalled carbon nanotubes and carbon nanotube ropes. *Phys. Rev. B* 60, 3264.
- Mizuno, K., Ishii, J., Kishida, H., Hayamizu, Y., Yasuda, S., Futaba, D.N., Yumura, M., Hata, K., 2009. A black body absorber from vertically aligned single-walled carbon nanotubes. *Proc. Natl. Acad. Sci.* 106, 6044–6047.
- Moore, G.E., 1975. Progress in digital integrated electronics, in: *Proceedings of Electron Devices Meeting*. Santa Clara, California, pp. 11–13.
- Moriceau, H., 2005. Le collage moléculaire, une technique attractive. *Clefs CEA* 44–46.
- Muratore, C., Aouadi, S.M., Voevodin, A.A., 2012. Embedded phase change material microinclusions for thermal control of surfaces. *Surf. Coat. Technol.* 206, 4828–4832.
- Narumanchi, S., Mihalic, M., Kelly, K., Eesley, G., 2008. Thermal interface materials for power electronics applications, in: *Thermal and Thermomechanical Phenomena in Electronic Systems*, 2008. ITherm 2008. 11th Intersociety Conference on. pp. 395–404.
- Ollier, E., Soupremanien, U., Remondière, V., Dijon, J., Le Poche, H., Seiler, A.L., Lefevre, F., Lips, S., Kinkelin, C., Rolland, N., Rolland, P., Zegaoui, M., Lhostis, S., Ancey, P., Descouts, B., Kaplan, Y., 2014. Thermal Management of Electronic Devices by Composite Materials Integrated in Silicon. *Microelectron. Eng.* 127, 28–33.
- Otiaba, K.C., Ekere, N.N., Bhatti, R.S., Mallik, S., Alam, M.O., Amalu, E.H., 2011. Thermal interface materials for automotive electronic control unit: Trends, technology and R&D challenges. *Microelectron. Reliab.* 51, 2031–2043.
- Park, M.-H., Kim, M.G., Joo, J., Kim, K., Kim, J., Ahn, S., Cui, Y., Cho, J., 2009. Silicon nanotube battery anodes. *Nano Lett.* 9, 3844–3847.
- Pecht, M., 2008. *Prognostics and health management of electronics*. Wiley Online Library.
- Pop, E., Mann, D., Wang, Q., Goodson, K., Dai, H., 2006. Thermal conductance of an individual single-wall carbon nanotube above room temperature. *Nano Lett.* 6, 96–100.
- Pouget, É., 2006. Nanotubes de silice obtenus par biominéralisation d'un auto-assemblage peptidique: structure et mécanismes de formation. Thèse de doctorat, Rennes 1.
- Prasher, R., 2006. Thermal interface materials: historical perspective, status, and future directions. *Proc. IEEE* 94, 1571–1586.
- Robak, C.W., Bergman, T.L., Faghri, A., 2011. Enhancement of latent heat energy storage using embedded heat pipes. *Int. J. Heat Mass Transf.* 54, 3476–3484.
- Sartre, V., Lallemand, M., 2001. Enhancement of thermal contact conductance for electronic systems. *Appl. Therm. Eng.* 21, 221–235.

- Sarvar, F., Whalley, D.C., Conway, P.P., 2006. Thermal interface materials-A review of the state of the art, in: Electronics Systemintegration Technology Conference, 2006. 1st. pp. 1292–1302.
- Schüllli, T., 2011. La science garde la tête froide... même au sujet de la surfusion [WWW Document]. URL <http://www.scienceinschool.org/node/2217> (accessed 6.22.16).
- Servent, J.-P., 2010. Rayonnements lasers : principe, application, risque et maîtrise du risque d'exposition. Edition INRS ED 6071.
- Setoh, G., Tan, F.L., Fok, S.C., 2010. Experimental studies on the use of a phase change material for cooling mobile phones. *Int. Commun. Heat Mass Transf.* 37, 1403–1410.
- Shaikh, S., Lafdi, K., 2010. C/C composite, carbon nanotube and paraffin wax hybrid systems for the thermal control of pulsed power in electronics. *Carbon* 48, 813–824.
- Sharma, A., Sharma, S.D., Buddhi, D., 2002. Accelerated thermal cycle test of acetamide, stearic acid and paraffin wax for solar thermal latent heat storage applications. *Energy Convers. Manag.* 43, 1923–1930.
- Shi, J.-N., Ger, M.-D., Liu, Y.-M., Fan, Y.-C., Wen, N.-T., Lin, C.-K., Pu, N.-W., 2013. Improving the thermal conductivity and shape-stabilization of phase change materials using nanographite additives. *Carbon* 51, 365–372.
- Shukla, A., Buddhi, D., Sawhney, R.L., 2008. Thermal cycling test of few selected inorganic and organic phase change materials. *Renew. Energy* 33, 2606–2614.
- Tan, F.L., Tso, C.P., 2004. Cooling of mobile electronic devices using phase change materials. *Appl. Therm. Eng.* 24, 159–169.
- Tong, T., Zhao, Y., Delzeit, L., Kashani, A., Meyyappan, M., Majumdar, A., 2007. Dense vertically aligned multiwalled carbon nanotube arrays as thermal interface materials. *Compon. Packag. Technol. IEEE Trans.* 30, 92–100.
- Vivet, P., Guérin, V., 2011. A Three-Layers 3D-IC Stack including Wide-IO and 3D NoC (Network on Chip)–Practical Design Perspective, in: *Proceedings of 3D-Architectures for Semiconductor Integration and Packaging (3D-ASIP)*. San Francisco, California.
- Waldrop, M.M., 2016. The chips are down for Moore's law. *Nat. News* 530, 144.
- Wang, X.-Q., Mujumdar, A.S., Yap, C., 2007. Effect of orientation for phase change material (PCM)-based heat sinks for transient thermal management of electric components. *Int. Commun. Heat Mass Transf.* 34, 801–808.
- Weinstein, R.D., Kopec, T.C., Fleischer, A.S., Addio, E.D., Bessel, C.A., 2008. The Experimental Exploration of Embedding Phase Change Materials With Graphite Nanofibers for the Thermal Management of Electronics. *J. Heat Transf.* 130, 040301.1-044503.4.
- Xiang, J., Drzal, L.T., 2011. Investigation of exfoliated graphite nanoplatelets (xGnP) in improving thermal conductivity of paraffin wax-based phase change material. *Sol. Energy Mater. Sol. Cells* 95, 1811–1818.
- Xu, J., Fisher, T.S., 2006. Enhancement of thermal interface materials with carbon nanotube arrays. *Int. J. Heat Mass Transf.* 49, 1658–1666.
- Zalba, B., Marín, J.M., Cabeza, L.F., Mehling, H., 2003. Review on thermal energy storage with phase change: materials, heat transfer analysis and applications. *Appl. Therm. Eng.* 23, 251–283.

Annexe A. Principe de mesure de la caméra IR

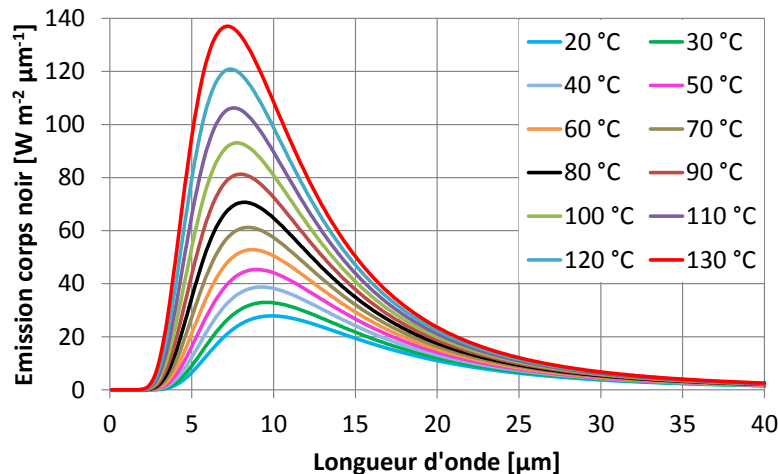
Le rayonnement thermique

Tout corps à température $T > 0$ K émet spontanément un rayonnement électromagnétique dont le spectre (les longueurs d'onde) et l'intensité dépendent principalement de sa température T . Dans le cas d'un « corps noir », ce rayonnement dit thermique est maximal. La dépendance en longueur d'onde et en température de ce rayonnement thermique est donnée par la loi de Planck :

$$q_{\lambda}^0 = \frac{2\pi hc_0^2}{\lambda^5 \left(\exp\left(\frac{hc_0}{k\lambda T}\right) - 1 \right)} \quad (66)$$

avec q_{λ}^0 le flux surfacique hémisphérique spectral émis par le corps noir [W m^{-3}], λ la longueur d'onde [m], T la température [K], $h = 6,626 \cdot 10^{-34}$ J s la constante de Planck, $k = 1,381 \cdot 10^{-23}$ J K⁻¹ la constante de Boltzmann et $c_0 = 2,998 \cdot 10^8$ m s⁻¹ la vitesse de la lumière dans le vide.

Le rayonnement thermique peut s'étendre entre 10^{-7} m et 10^{-3} m de longueur d'onde selon la température du corps émetteur (Lienhard, 2011), c'est-à-dire sur une partie du domaine ultraviolet (UV) et sur les domaines visible (VIS : 0,4 μm à 0,7-0,8 μm) et infrarouge (IR : 0,7-0,8 μm à environ 1 mm). Pour les températures du projet T3D (20-130 °C), seul le domaine infrarouge est concerné, comme le montrent les courbes de flux surfacique hémisphérique spectral q_{λ}^0 émis par un corps noir sur la figure ci-dessous. Lorsque la température du corps noir augmente, le rayonnement émis augmente pour toutes les longueurs d'onde et surtout, son maximum se décale vers les courtes longueurs d'onde et augmente fortement.



Flux surfacique hémisphérique spectral q_{λ}^0 émis par un corps noir en fonction de la longueur d'onde pour les températures d'intérêt du projet T3D.

Rayonnement IR arrivant sur la matrice de détecteurs IR

Le principe de mesure de la caméra IR est de quantifier le rayonnement thermique émis par l'objet dont on souhaite déterminer la température. De manière analogue aux appareils photographiques numériques, l'objectif de la caméra IR permet de former l'image de l'objet sur la

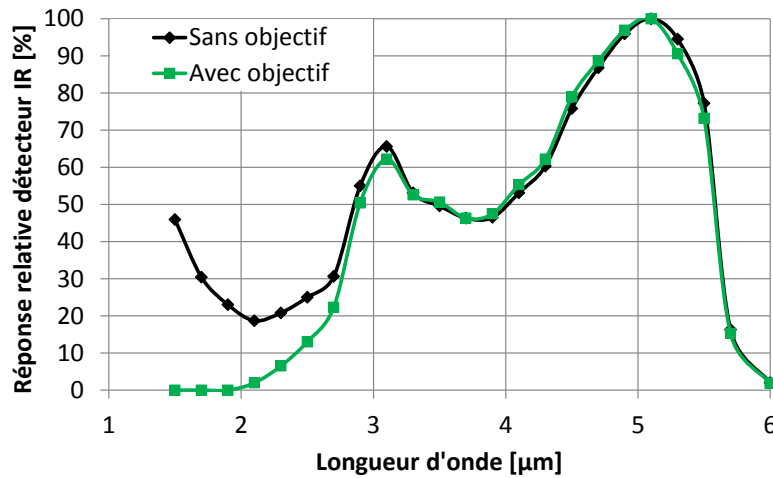
matrice de détecteurs IR. Chaque détecteur IR correspond à un pixel de l'image IR. Cependant, le flux arrivant sur le détecteur IR ne correspond pas à tout le flux émis par le point objet conjugué du point image. En effet, le flux radiatif reçu par le capteur IR correspond au flux émis dans un angle solide donné par le diamètre utile de l'objectif et par la distance et l'orientation objet/caméra. De plus, l'objectif de la caméra IR ne laisse passer que les photons de longueur d'onde supérieure à 2,5 μm et sa transmittance varie avec la longueur d'onde (Annexe B p. 217). Le détecteur IR étant sensible entre 1,5 et 5,5 μm , la caméra IR est donc sensible aux photons de longueur d'onde comprise entre 2,5 et 5,5 μm .

Conversion du rayonnement arrivant sur le détecteur IR en signal électrique

Le signal électrique s délivré par le détecteur IR, ici une photodiode, est proportionnel à la luminance mesurée par le détecteur IR L_{mes} (FLIR ITC, 2012) :

$$s(T) = K L_{mes}(T) \quad (67)$$

avec K une constante. Cette luminance mesurée L_{mes} dépend elle-même de la luminance reçue par le détecteur IR et de la réponse spectrale relative de celui-ci, c'est-à-dire de sa capacité à convertir la luminance incidente en signal électrique en fonction de la longueur d'onde. Les courbes de réponse spectrale relative du détecteur de la caméra IR sont présentées sur la figure ci-dessous. Elles sont normées par rapport à leur maximum.



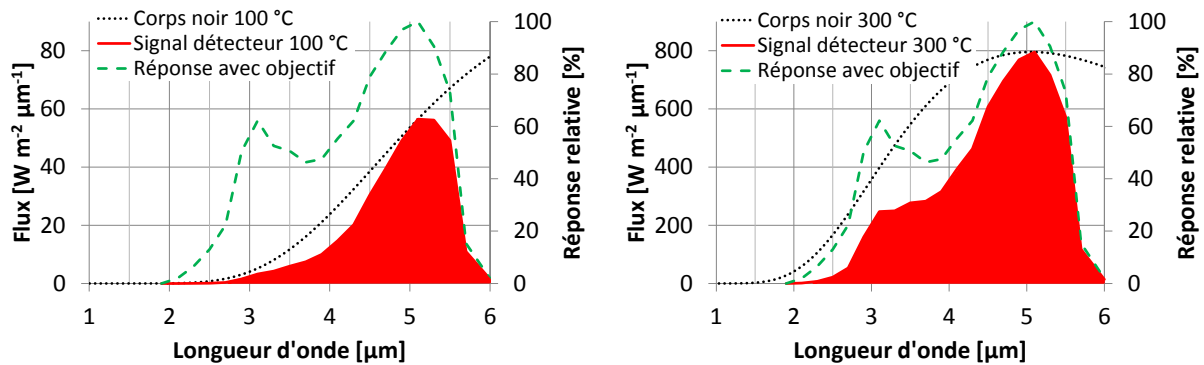
Réponses spectrales relatives du détecteur IR « Pelican » de la caméra IR SC7600 sans et avec objectif en fonction de la longueur d'onde (données FLIR).

Lorsque la caméra IR fait face à un corps noir, le signal électrique s délivré par le détecteur IR s'exprime alors (FLIR ITC, 2012) :

$$s(T) = K \int \xi(\lambda) \frac{2\pi hc_0^2}{\lambda^5 \left(\exp\left(\frac{hc_0}{k\lambda T}\right) - 1 \right)} d\lambda \quad (68)$$

avec K une constante et $\xi(\lambda)$ la réponse spectrale relative avec objectif du détecteur IR. L'intégrale de l'équation (68) est représentée par l'aire en rouge sur la figure ci-dessous pour deux températures de corps noir : 100 °C et 300 °C. La « forme » de cette aire ainsi que sa « hauteur »

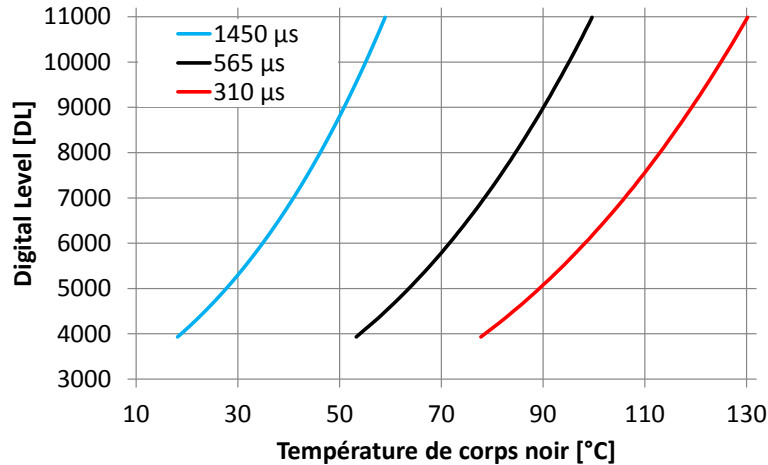
évoluent avec la température car il en est ainsi du rayonnement émis par le corps noir (équ. (66)) et car la réponse spectrale relative n'est pas constante en fonction de la longueur d'onde. Le signal s étant proportionnel à la valeur de cette intégrale, son amplitude augmente donc avec la température. L'amplitude de ce signal dépend aussi du temps d'intégration défini par l'utilisateur, c'est-à-dire du temps durant lequel le détecteur IR collecte les photons, équivalent du temps d'exposition en photographie classique. Pour finir, le signal électrique analogique est converti en signal numérique 14 bit dont l'unité est le DL (Digital Level).



Flux surfacique hémisphérique spectral q_{λ}^0 émis par un corps noir, réponse spectrale relative ζ du détecteur IR et signal électrique s (aire sous la courbe, unité arbitraire) délivré par le détecteur IR lorsque la caméra IR fait face à un corps noir à 100 °C (gauche) et à 300 °C (droite). Les échelles des deux graphes diffèrent pour une meilleure lisibilité.

Etalonnage en température

La correspondance unique entre le signal numérique délivré par la caméra IR et la température de corps noir définit la courbe d'étalonnage de la caméra pour la configuration en question (objectif, temps d'intégration, paramètres de conversion analogique/numérique du signal, etc.). La figure ci-dessous présente trois courbes d'étalonnage de la caméra IR pour trois temps d'intégration différents. En effet, à un temps d'intégration donné correspond une plage de température sur laquelle l'incertitude de mesure est conforme à la valeur annoncée. En-dessous de cette plage de température ($s \lesssim 4000$ DL), l'incertitude de mesure croît car le détecteur IR sort de sa zone de linéarité et car le nombre de photons collectés devient trop faible. De même, au-dessus de cette plage ($s \gtrsim 11000$ DL), le détecteur sort de sa zone de linéarité avant de saturer. Un abaque donne la correspondance entre les températures de corps noir minimale et maximale et le temps d'intégration (Annexe B p. 216).



Courbes d'étalonnage de la caméra IR SC7600 pour des temps d'intégration de 1450 μ s, 565 μ s et 310 μ s (courbes extraites du fichier de l'étalonnage expérimental réalisé chez FLIR).

NUC, CNUC

La caractéristique tension/flux thermique du détecteur IR, linéaire dans la zone utile, est du type $U = (\text{gain}) \cdot L + (\text{offset})$ avec L le flux radiatif incident et U la tension électrique. Cette caractéristique est différente pour chaque détecteur IR de la matrice. Le signal numérique est donc traité afin de corriger la non-uniformité de l'image IR liée à la sensibilité différente de chaque pixel. Cette correction du signal définissant un gain et un offset propre à chaque pixel afin d'obtenir une image IR uniforme pour une scène thermique uniforme s'appelle la NUC (Non Uniformity Correction ou correction de non-uniformité).

Quatre CNUC (NUC compensée automatiquement en fonction du temps d'intégration et de la température de la caméra) comprenant l'étalonnage en température de la caméra ont été réalisées chez FLIR et enregistrées dans la mémoire flash de la caméra pour les quatre fenêtrages cités en 2.2.2.2.

Emissivité grise apparente

Jusqu'à présent dans cette section, il n'a été question que de corps noirs qui sont des émetteurs idéaux. En réalité, le rayonnement thermique émis par un corps réel est inférieur à celui du corps noir donné par la loi de Planck (éq. (66)). L'émissivité ϵ désigne le ratio entre le flux émis par le corps réel et le flux émis par le corps noir. Selon que cette propriété s'applique à un flux radiatif émis quittant la surface émettrice dans une direction donnée ou dans le demi-espace vu par cette surface, on parle d'émissivité directionnelle ou hémisphérique. De même, selon que cette propriété s'applique à une longueur d'onde donnée ou à l'ensemble du spectre, on parle d'émissivité monochromatique ou totale.

Dans sa gamme de longueur d'onde (2,5-5,5 μ m), la caméra IR convertit le rayonnement incident en signal électrique avec un taux de conversion proportionnel à la réponse spectrale relative ξ du détecteur IR. Cependant, une fois le rayonnement converti en électrons, il n'est plus possible de remonter à la distribution spectrale de celui-ci. Pour cette raison, on parle d'émissivité grise apparente en thermographie infrarouge. Cette émissivité grise apparente est définie comme étant le ratio du signal délivré par la caméra IR face à un objet donné et du signal que délivrerait la caméra

face à un corps noir à la même température et dans les mêmes conditions de mesure (distance, angle, temps d'intégration, configuration optique de la caméra...) (FLIR ITC, 2012) :

$$\varepsilon_{ga} = \frac{\int \varepsilon_{\lambda}(\lambda) \xi(\lambda) \frac{2\pi hc_0^2}{\lambda^5 \left(\exp\left(\frac{hc_0}{k\lambda T}\right) - 1 \right)} d\lambda}{\int \xi(\lambda) \frac{2\pi hc_0^2}{\lambda^5 \left(\exp\left(\frac{hc_0}{k\lambda T}\right) - 1 \right)} d\lambda} \quad (69)$$

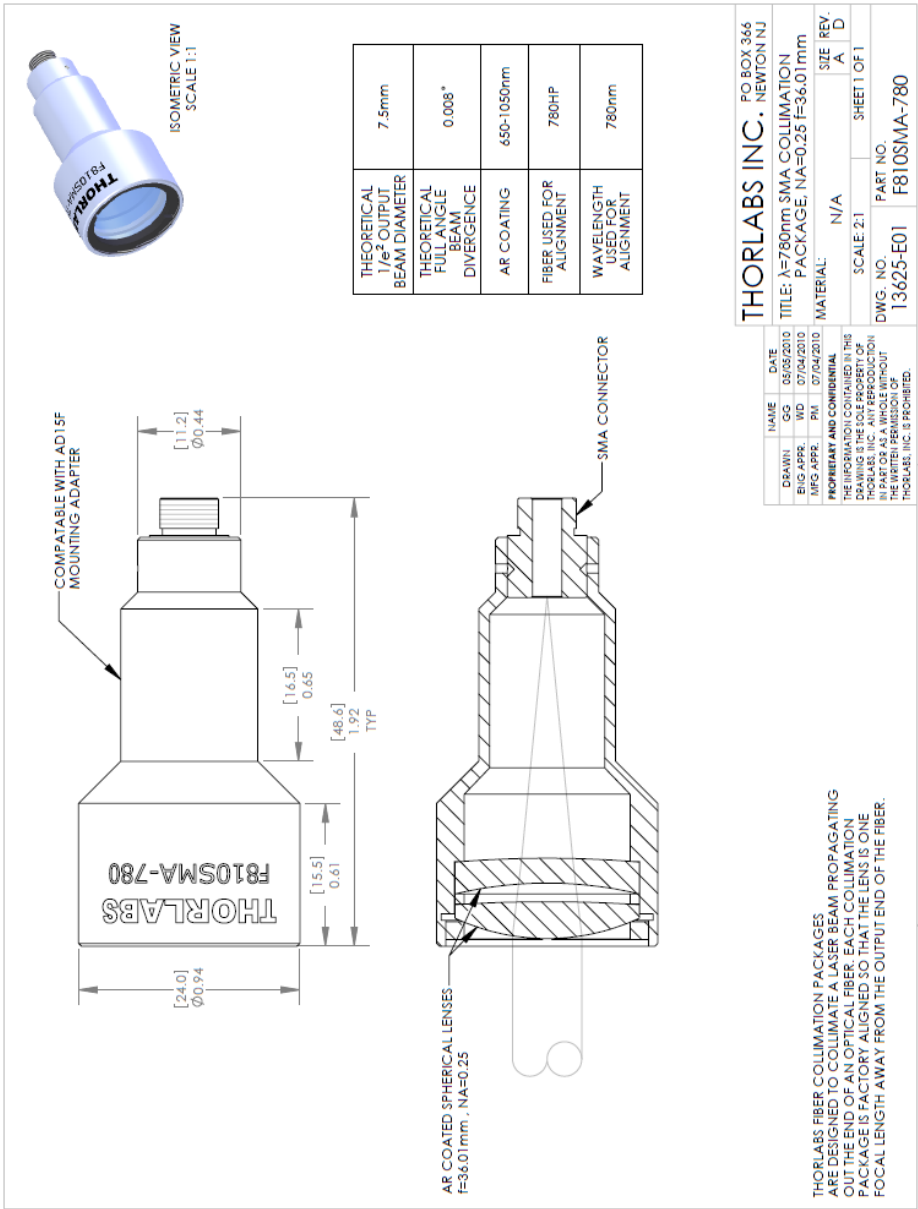
avec ε_{ga} l'émissivité grise apparente et ε_{λ} l'émissivité monochromatique de l'objet.

L'émissivité grise apparente peut être vue comme une moyenne de l'émissivité monochromatique ε_{λ} sur la gamme 2,5-5,5 μm pondérée par la courbe de Planck et par la réponse spectrale relative du détecteur IR. Cette pondération dépend donc de la température (Planck) et de la caméra IR (réponse relative spectrale). Elle est illustrée par la courbe enveloppant l'aire rouge de la figure p. 207. Pour notre caméra IR et pour les températures du projet T3D (20-130 °C), l'émissivité monochromatique de la gamme 4-5,5 μm est prépondérante dans l'obtention de l'émissivité grise apparente.

Cette émissivité est dite grise car cela revient à considérer que l'objet émetteur est un corps gris (émissivité indépendante de la longueur d'onde), et apparente car cette émissivité dépend de la réponse relative spectrale du détecteur IR, elle-même dépendant de la configuration optique et du détecteur IR de la caméra. Il en résulte que deux objets dont les courbes d'émissivité monochromatique diffèrent peuvent avoir une émissivité grise apparente identique pour une caméra donnée, et que deux caméras IR différentes peuvent donner deux émissivités grises apparentes différentes pour un même objet filmé dans les mêmes conditions. En outre, comme l'émissivité classique, l'émissivité grise apparente est susceptible de varier en fonction de la température de l'objet et de la direction d'observation.

Annexe B. Fiches techniques du matériel expérimental

Fiche technique du collimateur en sortie de fibre optique



Fiche technique du laser

Final Test Data Sheet



Item Number: P4-030-0808-3-G-R01

Serial Number: 29-05109-10-09014

Final Test Date: 17 October 2013

Fiber Serial Number: 11V66Y

Customer P/N:

OPTICAL

Wavelength Centroid, nm	810.4
Output Power, W	30
FWHM Spectral Width, nm	1.4
1/e ² Spectral Width, nm	2.3
Slope Efficiency, W / A	6.6
Divergence, NA (90% power incl.)	0.17

ELECTRICAL

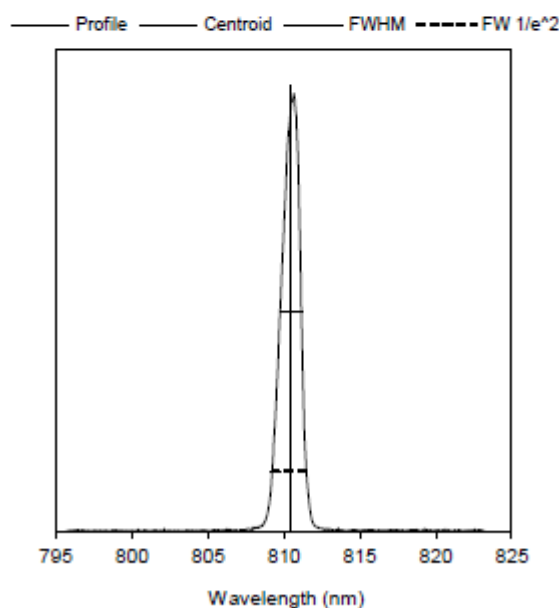
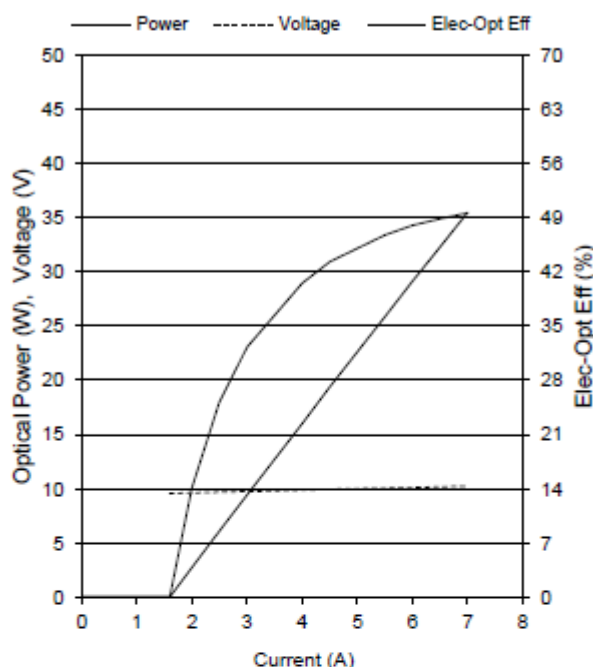
Electrical-Optical Efficiency @ I _{op}	48%
Threshold Current, A	1.6
Operating Current, A	6.1
Operating Voltage, V	10.1
Series Resistance, Ω	0.12

THERMAL

Thermistor Temperature, °C	25.0
Thermal Resistance, °C / W _{heat}	0.37
Wavelength Shift, nm / A	0.41
Wavelength Temp. Coeff., nm / °C	0.28

PILOT BEAM

Nominal Wavelength, nm	640
Threshold Current, amps	0.6
Maximum Current, amps	1
Slope Efficiency, mW / A	468



DANGER

AVOID EYE OR SKIN EXPOSURE TO DIRECT OR SCATTERED RADIATION.

WARNING

THIS IS A CLASS IV LASER PRODUCT. CW POWERS IN EXCESS OF 40 WATTS COULD BE ACCESSIBLE. ALWAYS WEAR PROPER EYE PROTECTION WHEN OPERATING.

This device does not comply with the International Regulation IEC 60825-1 as administered by the Center for Devices and Radiological Health per Laser Notice No. 50. Purchaser acknowledges that his/her products must comply with these regulations before they can be sold to a customer.

nLight Corporation — 5408 NE 88th ST, Suite E — Vancouver, WA 98665-0990 — USA — (tel) 360-566-4460

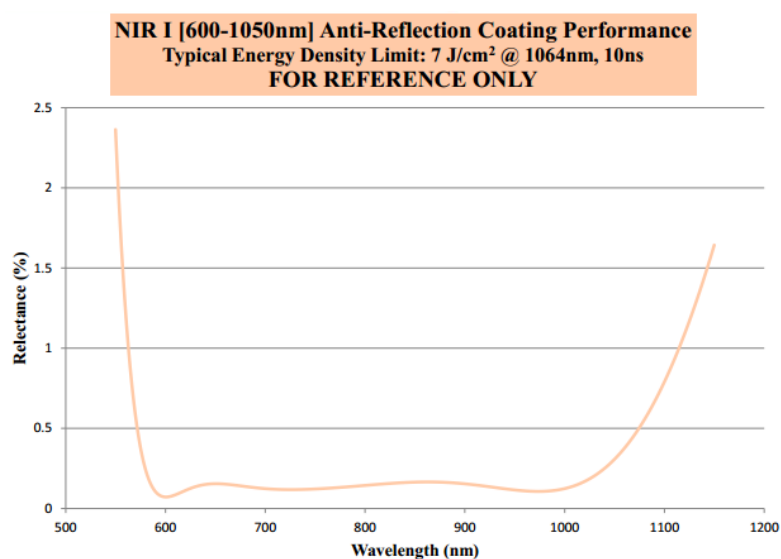
Remarque : la puissance optique affichée par le laser est calculée par interpolation linéaire entre deux couples {intensité électrique ; puissance optique} déterminés par le constructeur. Faute de linéarité parfaite entre intensité électrique et puissance optique, la puissance affichée par le laser est une approximation de la puissance optique réelle.

Spécifications des lentilles utilisées pour la mise en forme du faisceau laser

Lentille	Réf. EO	Type	Focale	Diamètre	Verre	Traitement antireflet
Divergente	49-536	Plan-concave	-50 mm	25 mm	N-BK7	« NIR I » Réflectance $\approx 0,2\%$ à 808 nm
Convergente	48-801	Plan-convexe	+200 mm	50 mm		

EO = Edmund Optics

Réflectance du traitement antireflet « NIR I » des lentilles



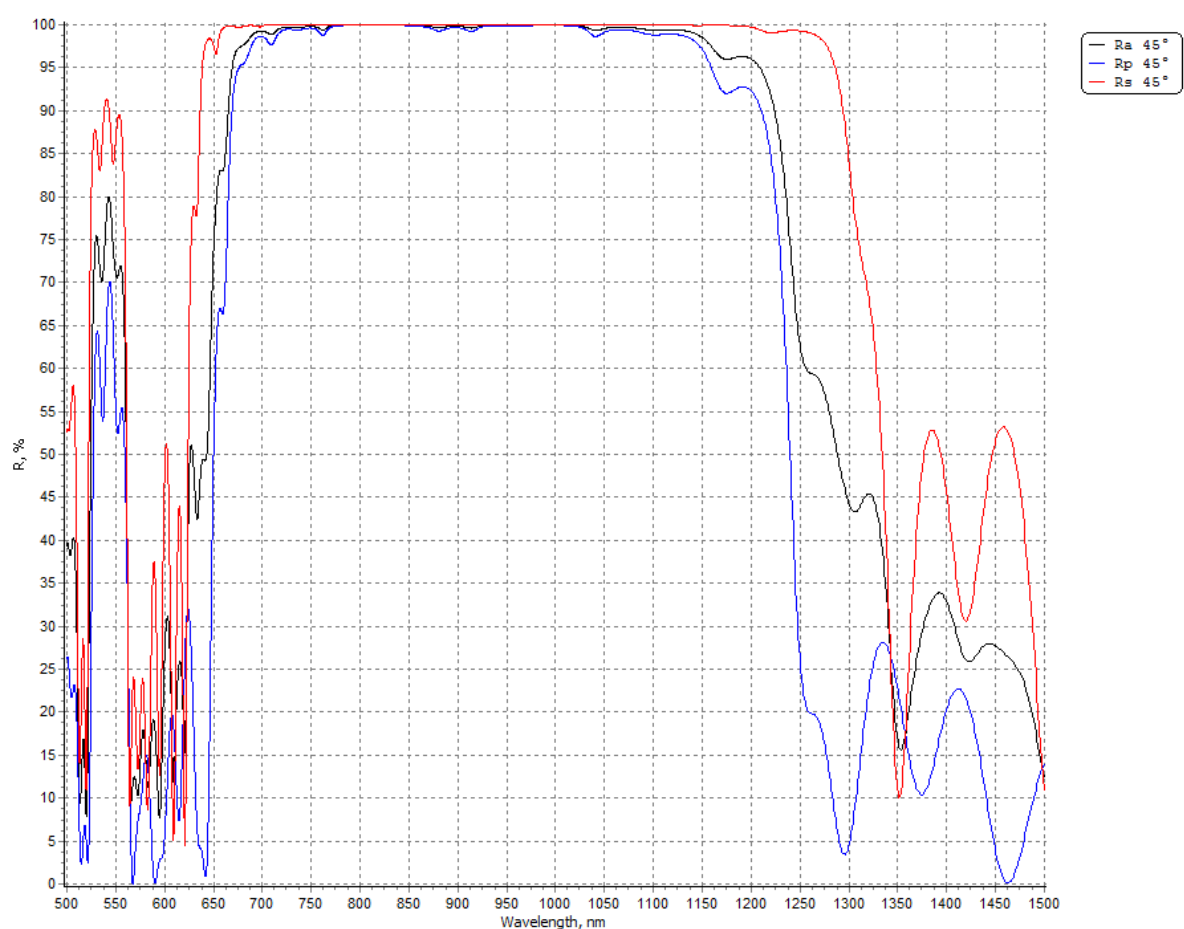
EO Edmund
 optics | worldwide
www.edmundoptics.com

Spécifications du miroir laser

Réf. EO	Diamètre	Angle d'incidence prévu	Planéité	Puissance maximale continue admissible	Revêtement réfléchissant
47-162	50 mm	45 °	$\lambda/10$	0,3 kW cm ⁻²	« Ti:saphir » Réflectance $\approx 99,9\%$ à 808 nm

EO = Edmund Optics

Réflectance du miroir laser (courbes Edmund Optics)



Spécifications des miroirs IR

Miroir IR	Réf. EO	Surface	Revêtement réfléchissant
Captage	63-179	40 x 40 mm ²	Or protégé Réflectance $> 97\%$ entre 0,8 μm et 10 μm
Visualisation	48-456	75 x 50 mm ²	

Fiche technique de la caméra IR

Cooling Type	Integral Stirling cooler
Cooling Time	< 7mn @ 25°C ambient
Camera External Trigger	LVTTL (<300ns Jitter)
Frame rate resolution	0.1Hz step
Integration Time	3µs to 20000 µs programmable, 1µs Step
Power Supply	12 VDC / 5A
Power consumption	50W in cool down mode, 30W in steady state mode
Analog Video	PAL (50Hz) or NTSC (60Hz)
Remote Control	GigE / Camera LINK
Overall dim, (mm)	253x130x168 (w/o lens)
Weight (W/O lens)	4.950 kg
Water & humidity	IP54
Operational temperature range	-20°C +55°C
Motorized filter wheel	4 slots

	7200	7500	7600/7650
Detector Materials	InSb		
Number of Pixels	320x256 pixels		640x512 pixels
Spectral Response	1.5-5.1µm		1.5-5.1µm
Sub Windowing	160x128 pixels 64x120 pixels 64x8 pixels	160x128 pixels 64x128 pixels 64x4 pixels User defined	320x256 pixels 160x128 pixels 16x4 pixels User defined
Frame Rate	up to 175Hz Full Frame 11kHz@64x8	up to 383Hz Full Frame – 31.7kHz@48x4	up to 100Hz Full Frame – 3400Hz@48x4
Image Capture	Snapshot Integrate then Read mode (ITR)	Snapshot Integrate While Read mode (IWR) Integrate Then Read mode (ITR)	
Pitch	30µm x 30µm		15µm x 15µm
NETD	<25mK @ 25°C (20mK Typical)		
Aperture	3		2.5
Digital Video	USB2 / CamLINK / GigE Ethernet (Optional)	CamLINK / GigE Ethernet (Optional)	

Fiche de conformité constructeur de la caméra IR

Acceptance test report #1349 (Camera S/N : 200014)

1. Camera Configuration

	Spec.	Status
Name	SC7600	☒ Ok
Image Format	640*512	
Video Standard	☒ CCIR-PAL (50 Hz) ☐ RS170-NTSC (60 Hz)	☒ Ok
Option	☐ Industrial ☐ Removable filter holders	☒ Ok
Multi-IT Option	☒ Yes ☐ No	☒ Ok
Trigger Option	☒ Yes ☐ No	☒ Ok
Irig B Option	☐ Yes ☒ No	☒ Ok
Analog Signal / Lockin	☒ Yes ☐ No	☒ Ok

2. Detector Technology

	Spec.	Status
Detector Material	InSb	
Aperture	F/3	☒ Ok
Pitch	15 µm	
Band	☐ MW ☒ MB	☒ Ok
Detector S/N	PL0808256	☒ Ok
Pixel Clock	40 MHz	☒ Ok

3. H/W & S/W Release Code

		Last version
Bootloader Release	bootjadelv_2.11.006.out	☒ Ok ☐ N/A
Application Release	SILVER_516_Pelican_5.90.068_2_02_2012_C31 CRC 42	☒ Ok ☐ N/A
E0516 Pic Release	v.1.108	☒ Ok ☐ N/A
E0516 CPLD	cdsp_2.02.001.pof	☒ Ok ☐ N/A
E0516 FPGA	3.02.007.pelican.bistd.gige.rbf CRC 8	☒ Ok ☐ N/A
E0325 Altera	Pelican.1.01.001.pof	☒ Ok ☐ N/A
GlqE	G33 (Firmware version 2.5.0)	☐ Ok ☒ N/A

4. Hardware version

		Last version
E0516	Version: S	☒ Ok ☐ N/A
E0325	Version: AS	☒ Ok ☐ N/A

5. Lenses

P/N	S/N	Focal Length	Aperture	Status
L0106	164557	50mm	F/2	☒ Ok

[...]

9. Performances

Test	Parameter	Spec.	Meas.	Status
FPA Temperature	@20 °C	< 80 K (detector spec +/-1 K)	75 K	☒ Ok
Cool-down Time	Background	< 7"	4'28"	☒ Ok
Electronic Noise	@25 °C BB	< 5.5 DL	4.36 DL	☒ Ok
NETD	Int. = 2.2 ms	< 25 mK	19.62 mK	☒ Ok
Sensitivity	25-26 °C		4.53 mK/DL	☒ Ok
Number of defective pixels Supplier value	640x512	< 1%	196 px	☒ Ok
CNUC™ BPR Full Frame	640x512		296 px	☒ Ok
CNUC™ BPR 1/2 Frame	320x256		63 px	☒ Ok
CNUC™ BPR 1/4 Frame	160x128		8 px	☒ Ok
Max. Frame Rate	Int. = 0.01 ms		100 Hz	☒ Ok

10. Calibration

HyperCal™	Focal Length	Filter Name	Low Temp. (°C)	High Temp. (°C)	Read mode	File Name	Loaded in camera
1	50mm	Open	5	300	IWR	200014_L0106_Open	☒ Yes ☐ No
Manufacturer tolerances							Status
+/- 1 °C above -20 °C and below 100 °C +/- 1% above 100 °C							☒ Yes ☐ No
HyperCal™ version							Status
V2							☒ Ok ☐ N/A
CNUC validation							Status
Check CNUC and analog video after a switch off							☒ Ok

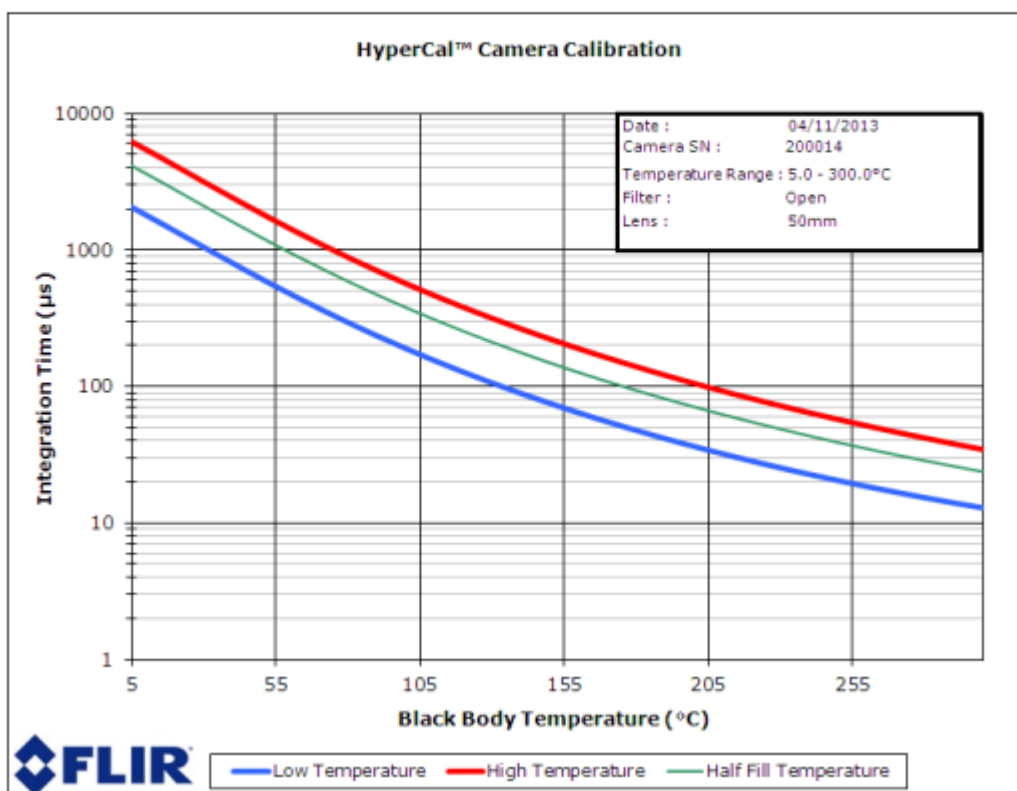
Temps d'intégration de la caméra IR en fonction de la température de corps noir

Hypercal™ with 50 mm lens, without filter

How to read this graph?

For a defined integration time:

- The blue curve indicates the minimum temperature the camera can measure
- The red curve indicates the maximum temperature the camera can measure
- The green curve shows the temperature corresponding to a half filled detector



Fiche technique de l'objectif IR



FLIR ATS
19 bd Georges Bidault
77183 Croissy Beaubourg
France
www.flir.com

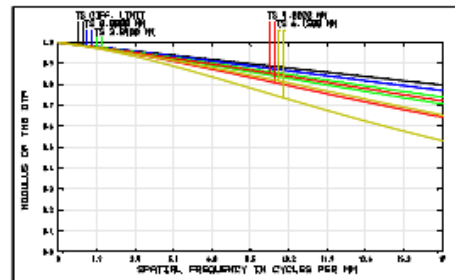
LENS SPECIFICATION SHEET

SC7000 / ORION SC7000

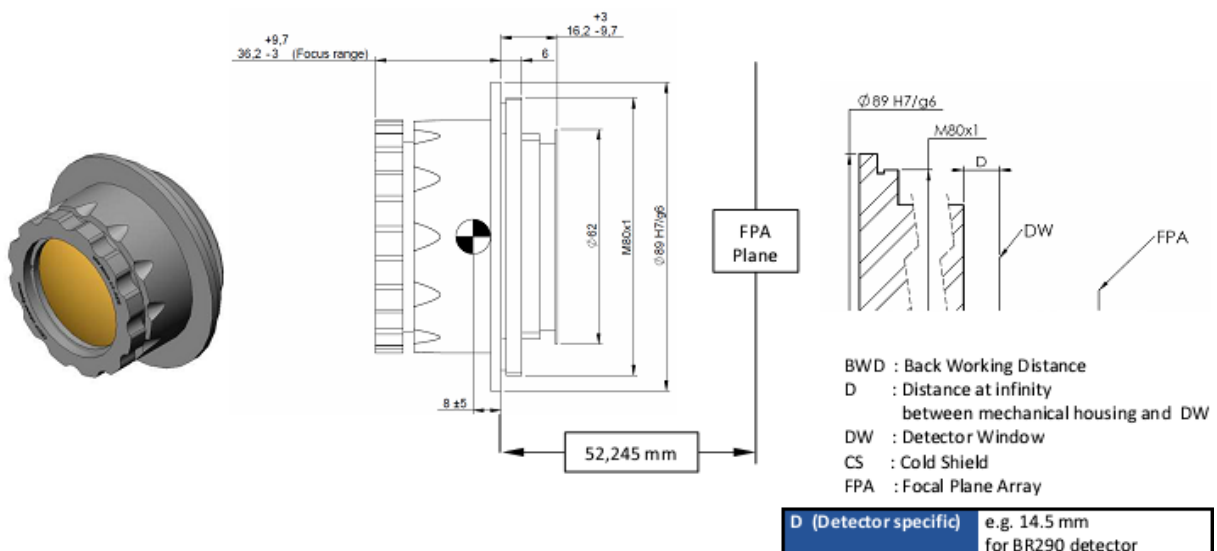
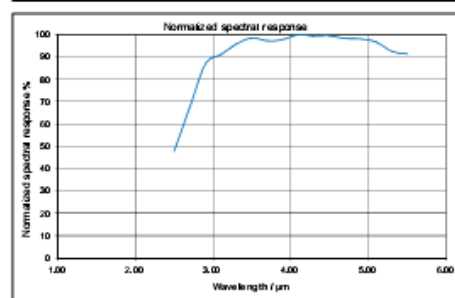
MW 50mm F/2.0

L0106

Spectral band	3.7-5.15 μm
Focal length	50 mm (+/- 2%)
F number	2 +/- 5%
Transmission	>94%
Image Field Flatness (mm)	+/- 0.15
Distortion	<0.2%
Focus range w/o vignetting	1.5m to infinity
Operating temperature	0°C to 50°C
Storage temperature	-20°C to 70°C
Weight	320 g
Assembly Drawing	Drawing n°L0106.M101
Drifting Temperature	N/A
Field of View for:	320x256, 30 μm pitch detector
Horizontal	640x512, 15 μm pitch detector
Vertical	10.97°
Diagonal	8.78°
MTF	At 16.67 cc/mm
Center	62.8%
Top/Bottom edge	66.2% (S-T average)
Left and Right	63.3% (S-T average)
Corner	54.7% (S-T average)



POLYMERIZATION DIFFRACTION MTF
L0106 MW 50 F/2.0
MTF FULL 200%
DATA FOR 2.500 TO 5.1500 μm .
SURFACE DRAW
FLIR SYSTEMS ARE
SPECIFICATION 1 OF 10



Annexe C. Spécifications et propriétés des matériaux

Récapitulatif des propriétés thermiques des matériaux et des $t_{1/2}$ associés

Les propriétés des constituants des amortisseurs thermiques T3D sont détaillées en 2.1.3 ainsi que plus loin dans cette annexe. Une vue d'ensemble de leurs propriétés thermiques et des temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ correspondants est donnée ci-dessous pour la température ambiante (environ 300 K). Le temps de demi-montée en température est calculé à partir de la relation suivante :

$$t_{1/2} = 0,14 \frac{l^2}{a} \quad (70)$$

avec l l'épaisseur du matériau traversée par le flux thermique et a sa diffusivité thermique.

Propriétés thermiques et temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ des constituants des amortisseurs thermiques T3D à la température ambiante.

					Epaisseur / [mm]				
					0,01	0,1	1	3	10
Matériau	λ [W m ⁻¹ K ⁻¹]	ρ [kg m ⁻³]	c_p [J kg ⁻¹ K ⁻¹]	a [m ² s ⁻¹]	$t_{1/2}$ [ms] si unité non spécifiée				
Silicium	156	2329	714	$9,4 \cdot 10^{-5}$	0,000	0,015	1,5	13	150
MCP solide	$\approx 0,5$	815	≈ 2000	$\approx 3 \cdot 10^{-7}$	0,046	4,6	460	4,1 s	46 s
Adhésif 9628FL, 9629PC	$\approx 0,15$	≈ 1150	≈ 1300	$\approx 1 \cdot 10^{-7}$	0,14	14	1400	13 s	140 s
Résine SU-8 2002, 2005	$\approx 0,25$	≈ 1150	≈ 1500	$\approx 1,5 \cdot 10^{-7}$	0,097	9,7	970	8,7 s	97 s

Fiche technique du silicium T3D d'épaisseur 380 µm

BT Electronics
 6, avenue des Andes
 Mini parc Bât. 4, Z.A. de Courtaboeuf
 91940 LES ULIS - France
 Tél. : (33) 01 69 18 16 60
 Fax : (33) 01 60 92 07 91

 bt.electronics@orange.fr
 www.bt-electronics.com



S.A.R.L. au Capital de 10 000 €
 R.C.S. Evry B 480 377 563 (2005B00216)
 SIRET 480 377 563 00022 - APE 4652Z
 TVA FR 15 480 377 563

Certificate of Quality Control

Customer Name	Contract Number	Appendix #	Lot Number
	23-10 dated 12.02.10	30 dated 24.10.11	11/0912
Description	Shipment Quantity		Shipment Quantity
SILICON WAFERS	500		24.10.2011

RESULTS

Parameter	Specification	#Samples	Results of control
Grade	Prime	-	Prime
Diameter , mm	76.2+/-0.5	500	75.7-76.7
Type	P	-	P
Dopant	Boron	10	Boron
Orientation	(100) ± 0,5°	500	(100) ± 0,5°
Resistivity, Ohm*cm	5-10	500	5-10
Thickness, mkm	380 ± 25	500	355-405
Surface finish	Mirror polished	500	Mirror polished
Backside	Lapped and etched	500	Lapped and etched
Primary flat	SEMI	500	(011) ± 1°, 20-24 mm
Secondary flat	SEMI	500	90 ± 5°, 10-12 mm
Edge Profile	Rounded, 20 °	500	Rounded, 20 °
Bow, µm	< 30	500	< 30
Warp, µm	< 30	500	< 30
TTV, µm	< 10	500	< 10
Particles, pcs	< 10@0,5µm	500	< 10@0,5µm
Haze	None	500	None
Orange peel	None	500	None
Scratches	None	500	None
Dimples	None	500	None
Edge chips	None	500	None

Quality Control Manager

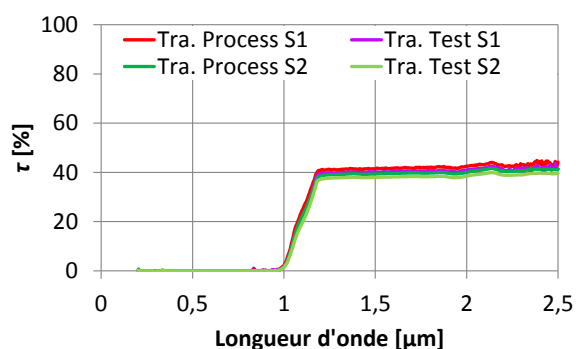
L'IEMN reçoit les wafers de silicium déjà découpés à 380 µm +/-25 µm.

Propriétés optiques du silicium T3D d'épaisseur 380 μm

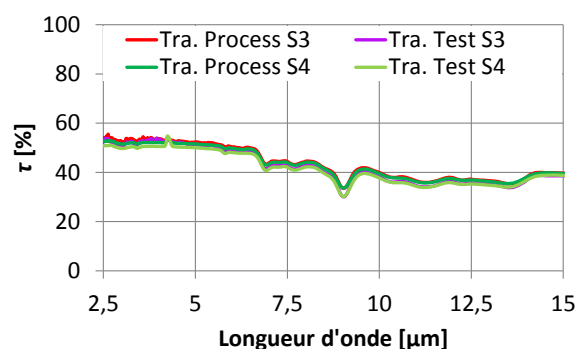
La transmittance monochromatique quasi normale hémisphérique $\tau_{\lambda}^{\prime n}$ et la réflectance monochromatique quasi normale hémisphérique $\rho_{\lambda}^{\prime n}$ de deux échantillons « test » et « process » en silicium T3D ont été mesurées par la société Influtherm sur quatre spectromètres différents :

- 0,2 à 2,5 μm :
 - Spectromètre « S1 » : Perkin-Elmer Lambda 900
 - Spectromètre « S2 » : Agilent Cary 5000
- 2,5 à 15 μm :
 - Spectromètre « S3 » : Biorad FTS-60A
 - Spectromètre « S4 » : Agilent Cary 670 FTIR

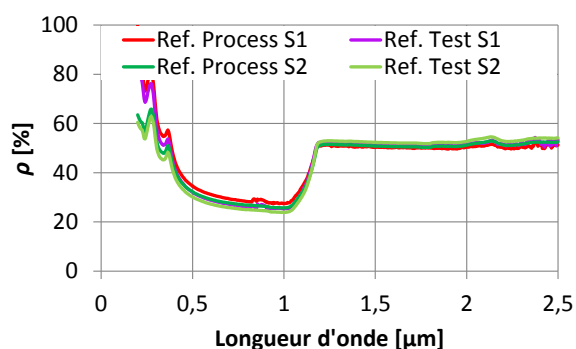
Les discontinuités de réflectance et surtout de transmittance à 2,5 μm sont très probablement dues aux angles d'incidence du flux spectrométrique qui diffèrent légèrement (de 0° à 15° environ) entre spectromètres ainsi qu'entre la mesure de réflectance et celle de transmittance pour un même spectromètre. Cependant, ces mesures sont suffisantes pour identifier les zones d'opacité ou de semi-transparence et de forte ou faible réflectance du silicium T3D.



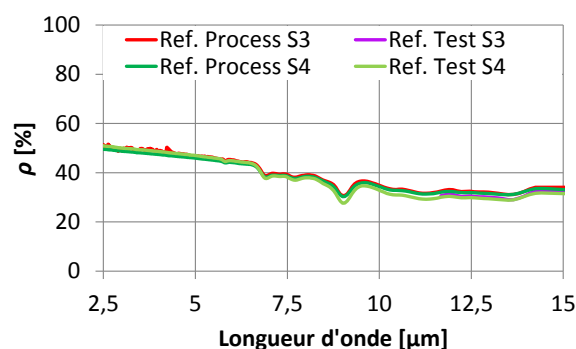
Transmittance* de 0,2 à 2,5 μm



Transmittance* de 2,5 à 15 μm



Réflectance* de 0,2 à 2,5 μm



Réflectance* de 2,5 à 15 μm

* : monochromatique quasi normale hémisphérique des deux échantillons en silicium T3D « process » et « test » d'épaisseur 380 μm +/- 25 μm à température ambiante, face non polie côté faisceau incident.

Capacité thermique molaire et massique du silicium

La capacité thermique molaire à pression constante du silicium $C_{p,m,si}$ [$\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$] est donnée par le NIST⁵ pour des températures comprises entre 298 et 1685 K par l'équation de Shomate :

$$C_{p,m,si} = B_0 + B_1\vartheta + B_2\vartheta^2 + B_3\vartheta^3 + B_4\vartheta^{-2} \quad (71)$$

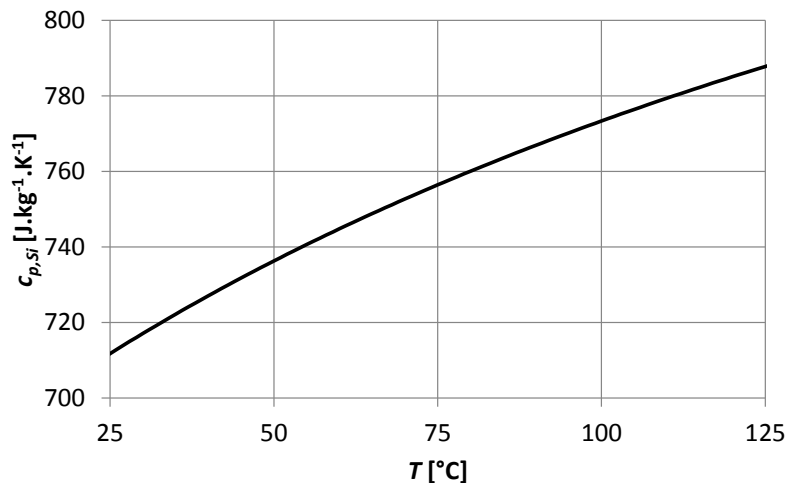
avec :

B_0	22,81719
B_1	3,899510
B_2	-0,082885
B_3	0,042111
B_4	-0,354063

et ϑ la température T en Kelvin divisée par mille : $\vartheta = T/1000$.

La masse molaire du silicium est également donnée par le NIST et vaut $\mathcal{M}_{Si} = 28,0855 \text{ g mol}^{-1}$. La capacité thermique massique à pression constante du silicium $c_{p,si}$ s'exprime comme suit et sa courbe en fonction de la température est donnée ci-dessous :

$$c_{p,si} = \frac{1000 \cdot C_{p,m,si}}{\mathcal{M}_{Si}} \quad (72)$$



Capacité thermique massique à pression constante du silicium pur (données NIST).

⁵ Source internet NIST :

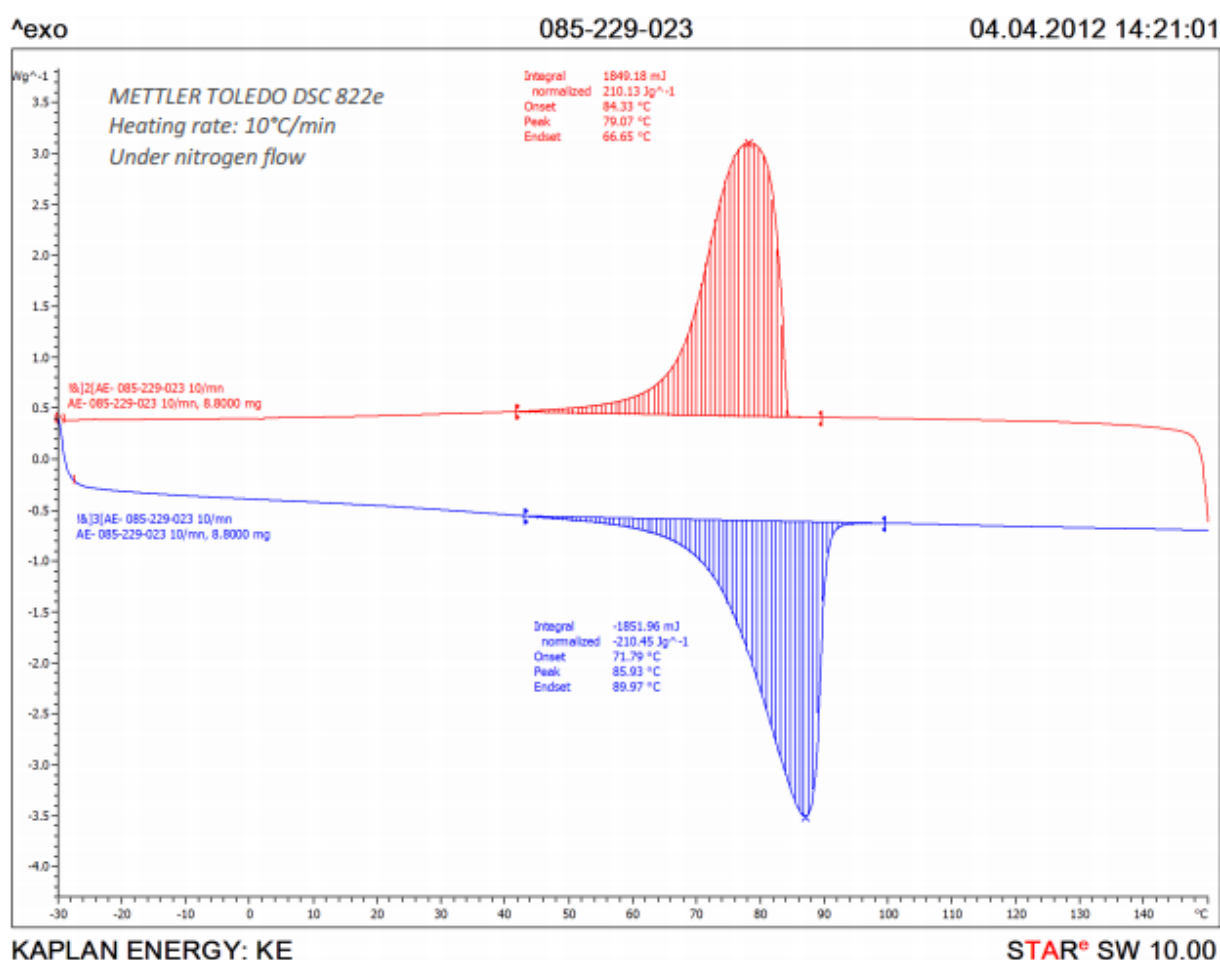
<http://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID=C7440213&Units=SI&Mask=2&Type=JANAFS&Table=on#JANAFS>

Caractéristiques du MCP type « PCM-89 »

Le MCP de type « PCM-89 » de chez Kaplan Energy (aujourd'hui Clauger) a été caractérisé au moyen d'une mesure DSC par les sociétés Kaplan Energy et Influtherm.

Mesure DSC effectuée par Kaplan Energy

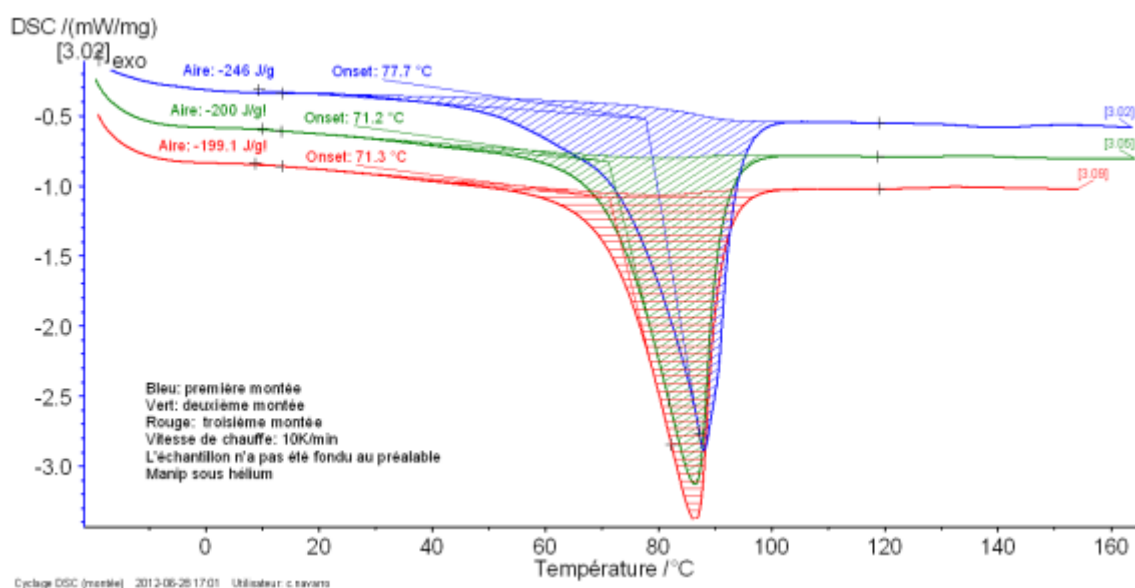
- Appareil de mesure : METTLER TOLEDO DSC 822e
- Gaz de purge : azote (pression atmosphérique)
- Creuset en aluminium de 40 μl muni d'un couvercle troué
- Masse de MCP testée : de l'ordre de 10 mg
- Rampe de température : 10 K min^{-1}
- Chaleur latente mesurée : entre 199 et 211 kJ kg^{-1} selon les mesures



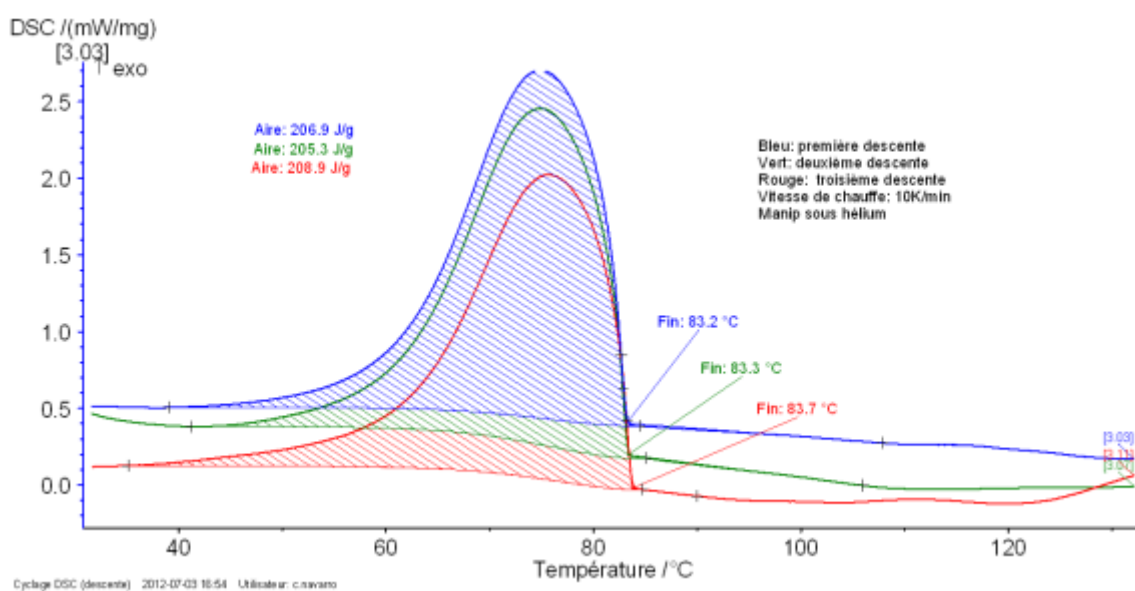
Montée (courbe bleue) et descente (courbe rouge) en température de la mesure DSC (courbes Kaplan Energy)

Mesure DSC effectuée par Influtherm

- Appareil de mesure : DSC-ATG STA 449 F3
- Gaz de purge : hélium (pression atmosphérique)
- Creuset en alumine muni d'un couvercle troué
- Masse de MCP testée : 13,5 mg
- Rampe de température : 10 K min⁻¹
- Chaleur latente mesurée : entre 199 et 211 kJ kg⁻¹ selon les mesures
- Changement de phase répétable sur les trois cycles de fusion/solidification mesurés



Trois montées en température des trois mesures DSC successives (courbes Influtherm).



Trois descentes en température des trois mesures DSC successives (courbes Influtherm).

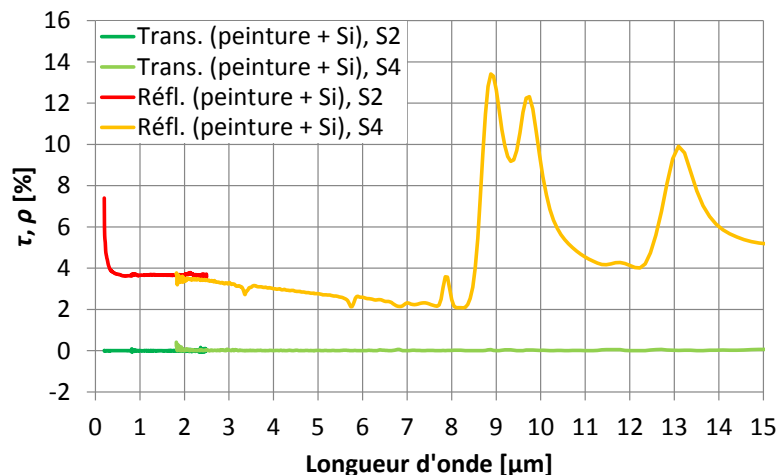
Propriétés optiques de la peinture Jelt déposée sur du silicium T3D

L'échantillon mesuré est une plaque de silicium T3D d'épaisseur $380 \mu\text{m} \pm 25 \mu\text{m}$ (échantillon « test » dont les propriétés optiques avant peinture sont données en Annexe C p. 220) peint sur sa face non polie avec 12 couches de peinture « Jelt noir mat 700 °C », l'épaisseur totale de peinture étant comprise entre 50 et $100 \mu\text{m}$ selon l'endroit.

La transmittance monochromatique quasi normale hémisphérique $\tau_{\lambda}^{\prime n}$ et la réflectance monochromatique quasi normale hémisphérique $\rho_{\lambda}^{\prime n}$ de l'échantillon ont été mesurées par la société Influtherm sur deux spectromètres différents :

- 0,2 à $2,5 \mu\text{m}$:
 - o Spectromètre « S2 » : Agilent Cary 5000
- 1,8 à $15 \mu\text{m}$:
 - o Spectromètre « S4 » : Agilent Cary 670 FTIR

Le faisceau spectrométrique incident arrive côté peinture. Les mesures sont réalisées à température ambiante.



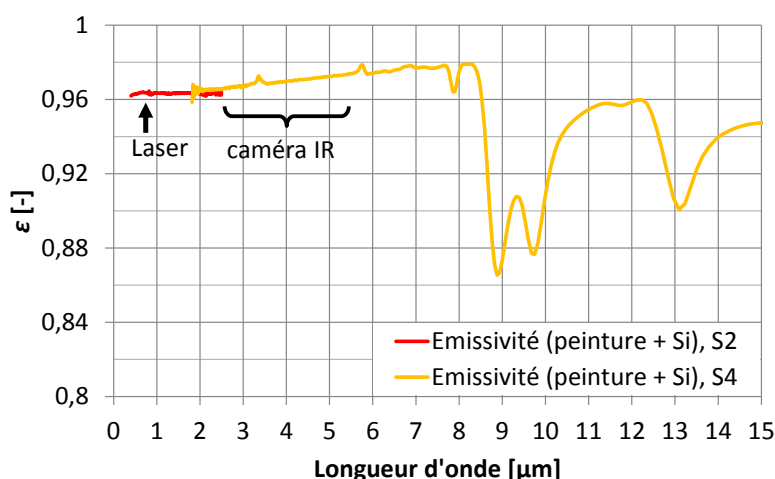
Transmittance et réflectance monochromatiques quasi normales hémisphériques $\tau_{\lambda}^{\prime n}$ et $\rho_{\lambda}^{\prime n}$ du silicium T3D couvert d'une épaisseur de peinture « Jelt noir mat 700 °C » d'épaisseur $75 \pm 25 \mu\text{m}$. Mesures réalisées par Influtherm entre 0,2 et $15 \mu\text{m}$ de longueur d'onde et à la température ambiante.

La transmittance $\tau_{\lambda}^{\prime n}$ du silicium peint est nulle entre 0,2 et $15 \mu\text{m}$ de longueur d'onde. En revanche, la transmittance $\tau_{\lambda}^{\prime n}$ de la même plaque en silicium mais non peinte est de l'ordre de 40 % entre 1,1 et $15 \mu\text{m}$ de longueur d'onde (Annexe C p. 220). Ceci signifie que la couche de peinture présente sur le silicium est opaque entre 1,1 et $15 \mu\text{m}$, ce qui corrobore les mesures de transmittance de la peinture en fonction de l'épaisseur de celle-ci (2.3.2). Entre 0,2 et $1,1 \mu\text{m}$ de longueur d'onde, les mesures spectrométriques ne permettent pas de connaître la transmittance de la seule peinture étant donné l'opacité du silicium utilisé. Cependant, la réflectance de la peinture déposée sur silicium, d'allure assez constante et valant environ 3 % entre 0,4 et $7,7 \mu\text{m}$ de longueur d'onde, donc bien différente de la réflectance du silicium seul qui varie entre 20 et 60 % sur la même plage de longueur d'onde, ainsi que le caractère opaque de la peinture observé à l'œil nu (donc dans le visible entre 0,4 et $0,7-0,8 \mu\text{m}$), permettent de formuler l'hypothèse raisonnable que la transmittance de la seule peinture est également nulle entre 0,4 et $1,1 \mu\text{m}$.

Avec cette hypothèse, la peinture Jelt d'épaisseur $75 \mu\text{m} \pm 25 \mu\text{m}$ est opaque entre $0,4$ et $15 \mu\text{m}$ de longueur d'onde. L'émissivité monochromatique quasi normale ε'_λ de la peinture s'obtient alors comme suit pour des longueurs d'onde comprises entre $0,4$ et $15 \mu\text{m}$:

$$\varepsilon'_\lambda = 1 - \rho'_\lambda \quad (73)$$

avec ρ'_λ la réflectivité monochromatique quasi normale hémisphérique mesurée pour la peinture déposée sur silicium, celle-ci étant attribuée à la seule couche de peinture. La courbe d'émissivité monochromatique quasi normale de la peinture est présentée ci-dessous. L'incertitude associée à cette émissivité est de $\pm 5\%$.



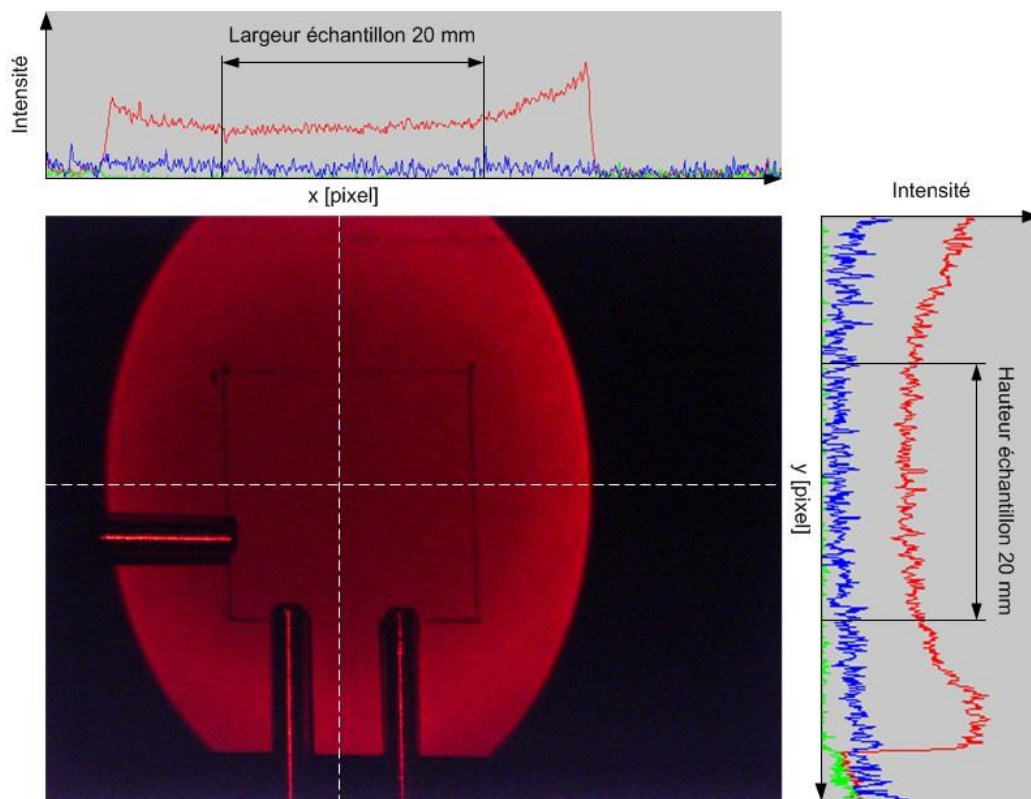
Emissivité monochromatique quasi normale de la peinture « Jelt noir mat 700°C » d'épaisseur $75 \pm 25 \mu\text{m}$, calculée à partir des mesures réalisées par Influtherm entre $0,4$ et $15 \mu\text{m}$ de longueur d'onde et à la température ambiante.

Il ressort que la peinture « Jelt noir mat 700°C » peut être considérée comme un corps gris voire comme un corps noir sur la plage de longueur d'onde $0,4$ - $7,7 \mu\text{m}$ puisque son émissivité monochromatique quasi normale y est assez constante et très élevée ($\approx 0,97$). Pour les longueurs d'onde comprises entre $7,7$ et $15 \mu\text{m}$, l'émissivité de la peinture est moins constante mais reste élevée ($> 0,8$).

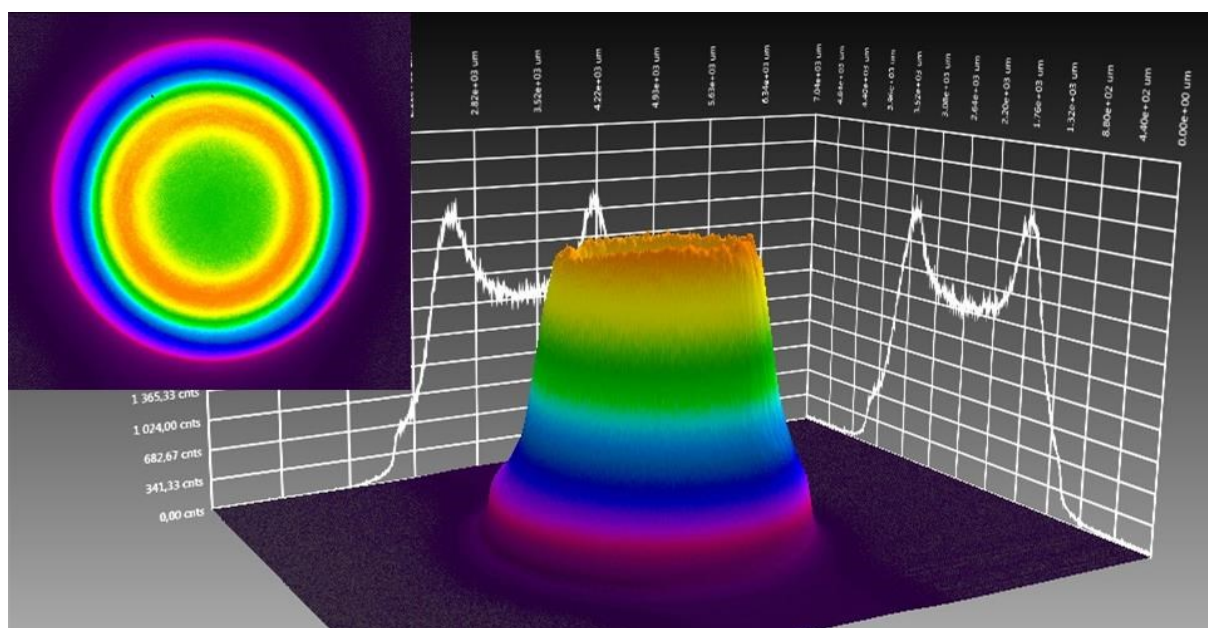
Remarque : les valeurs de transmittance mesurées avec le dispositif de la figure 2-19 correspondent à la transmittance grise apparente quasi normale (par analogie avec l'émissivité grise apparente) tandis que les valeurs mesurées par Influtherm sur le spectromètre doté d'une sphère intégrante correspondent à la transmittance monochromatique quasi normale hémisphérique.

Annexe D. Mesures complémentaires

Mesures du profil de faisceau de la diode pilote 640 nm



Profil du faisceau 640 nm dans le plan du porte-échantillon après la lentille divergente, la lentille convergente et le miroir laser à 45°. Seuls les capteurs rouges de la caméra délivrent un signal, le rouge 640 nm étant filtré pour les capteurs bleus et verts.



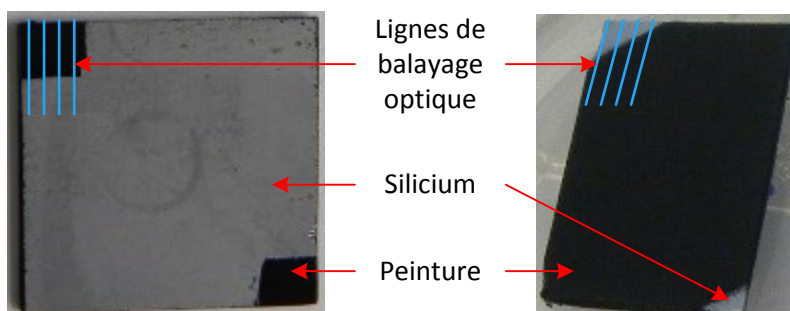
Profil du faisceau 640 nm à 1 m du collimateur après une lentille convergente.

Caractérisation de l'épaisseur de peinture

La peinture a pour objectif de rendre la surface des échantillons T3D opaque dans l'infrarouge. Des essais préliminaires de peinture ont permis de fixer à 12 le nombre de couches de peinture Jelt à appliquer aux échantillons T3D afin d'atteindre l'épaisseur d'opacité de 40 μm .

Chaque couche de peinture est appliquée en déplaçant à la main la bombe de peinture de la gauche vers la droite afin de passer devant chaque échantillon, les échantillons à peindre étant alignés les uns à côté des autres. L'épaisseur de peinture déposée localement lors d'un passage dépend du débit de peinture (décroissant à mesure que la bombe se vide), de la distance bombe-échantillon (maintenue aussi constante que possible), de la vitesse de passage (maintenue aussi constante que possible) et de la visée (l'objectif étant que le centre du spray coïncide avec le centre de l'échantillon). Tous ces paramètres induisent une variabilité de l'épaisseur de peinture d'une couche de peinture à l'autre et possiblement d'un échantillon à l'autre. La visée induit en outre une variabilité d'épaisseur au sein de la surface d'un même échantillon.

Afin de caractériser la variabilité de l'épaisseur de peinture, celle-ci est mesurée par profilométrie optique au moyen d'un microscope confocal. Des profils altimétriques sont mesurés le long de lignes de balayage afin de déterminer la différence d'altitude entre la surface de la peinture et la surface du silicium sous-jacent (figure ci-dessous).



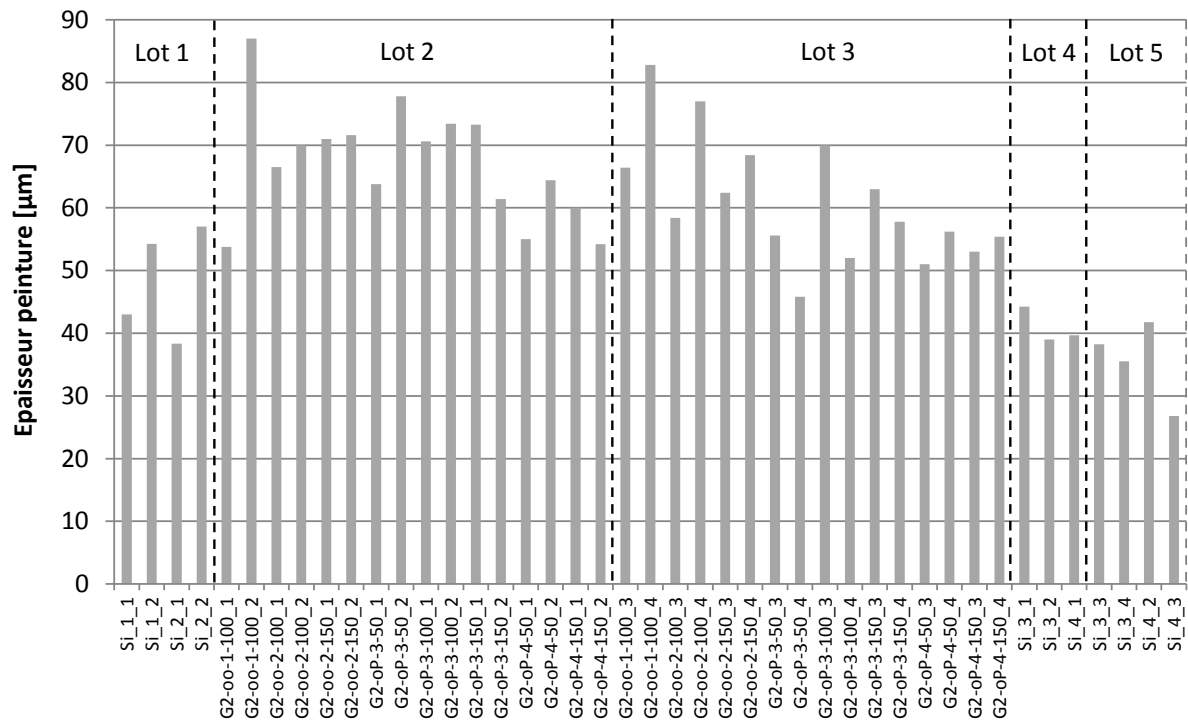
Lignes de balayage optique pour la mesure d'épaisseur de peinture par profilométrie optique pour deux types d'échantillons différents.

Les échantillons caractérisés par profilométrie optique ont tous reçu 12 couches de peinture « Jelt noir mat 700 °C » par face peinte. Ayant été peints lors de cinq sessions de peinture distinctes, ils forment cinq « lots de peinture » différents. L'épaisseur moyenne de peinture de chaque coin d'échantillon mesuré est donnée dans la figure ci-dessous.

Sur l'ensemble des mesures réalisées, l'épaisseur de 12 couches de peinture Jelt varie entre 27 et 87 μm avec une valeur moyenne de 58 μm et un écart-type de 13 μm . 90 % des épaisseurs mesurées sont comprises entre 38 et 78 μm .

Les différences d'épaisseur sont moindres entre les échantillons issus du même lot de peinture car ils ont été peints dans le même mouvement de bombe (même vitesse de passage, même distance buse-échantillon). Pour ces échantillons, l'écart-type de l'épaisseur de peinture vaut 5-10 μm (sauf le lot 4 dont l'écart-type est de 2 μm mais qui ne comprend que trois échantillons).

L'écart d'épaisseur de peinture entre les deux coins d'une même face vaut 10 μm en moyenne, avec un écart-type de 8 μm . En relatif, cela correspond à une épaisseur de peinture variant de 20 % en moyenne entre les deux coins d'une même face.



Epaisseur de peinture mesurée dans les coins pour différents échantillons peints avec 12 couches de peinture « Jelt noir mat 700 °C » lors de cinq sessions différentes de peinture (lots 1 à 5).

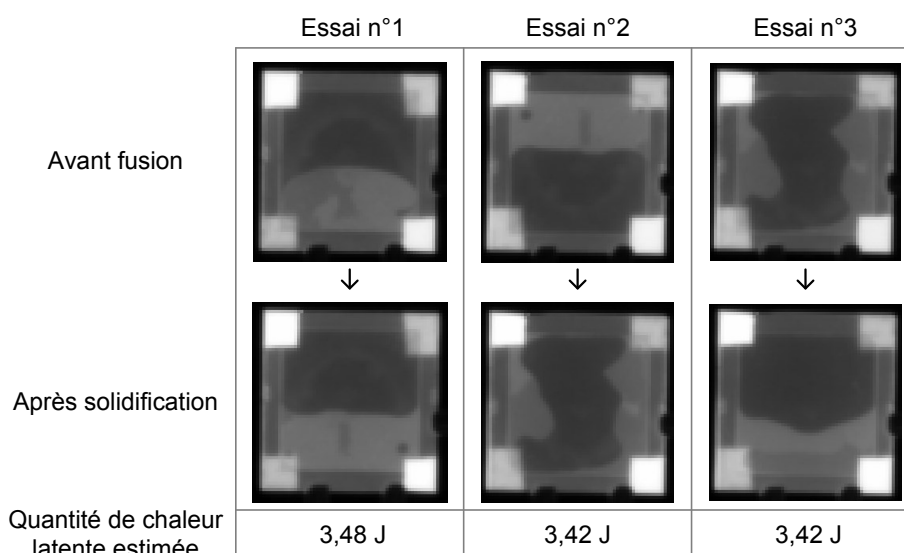
Analyse de sensibilité de la quantité de chaleur latente estimée à la position du MCP dans la cavité

L'échantillon *G2-oP-3b-150* de type Si-MCP-Si (tableau ci-dessous) est testé trois fois selon les conditions expérimentales décrites en 3.1.1, pour trois distributions différentes du MCP dans la cavité (figure ci-dessous) :

- 1^{er} essai : le MCP étant déjà dans la partie basse de la cavité, sa distribution spatiale ne varie quasiment pas durant le test.
- 2^{ème} essai : l'échantillon ayant été préalablement tourné de 180° autour de l'axe optique, le MCP initialement en haut de la cavité s'écoule vers le bas en suivant les bords de la cavité. La solidification du MCP durant la phase de refroidissement fige la position du MCP sur les côtés gauche et droit de la cavité.
- 3^{ème} essai : l'échantillon est dans la même position que pour le 2^{ème} essai. Le MCP termine son écoulement des bords vers le bas de la cavité.

Echantillon	Echantillon complet peint				Cavité		
	Surface	Epaisseur Si	Masse	Scellement	Surface	Profondeur	Contenu
<i>G2-oP-3b-150</i>	20 x 20 mm ²	380 + 380 µm (hors peinture)	681 mg	SU8-2005 ép. 7-13 µm	16 x 16 mm ²	150 µm	MCP (+ air)

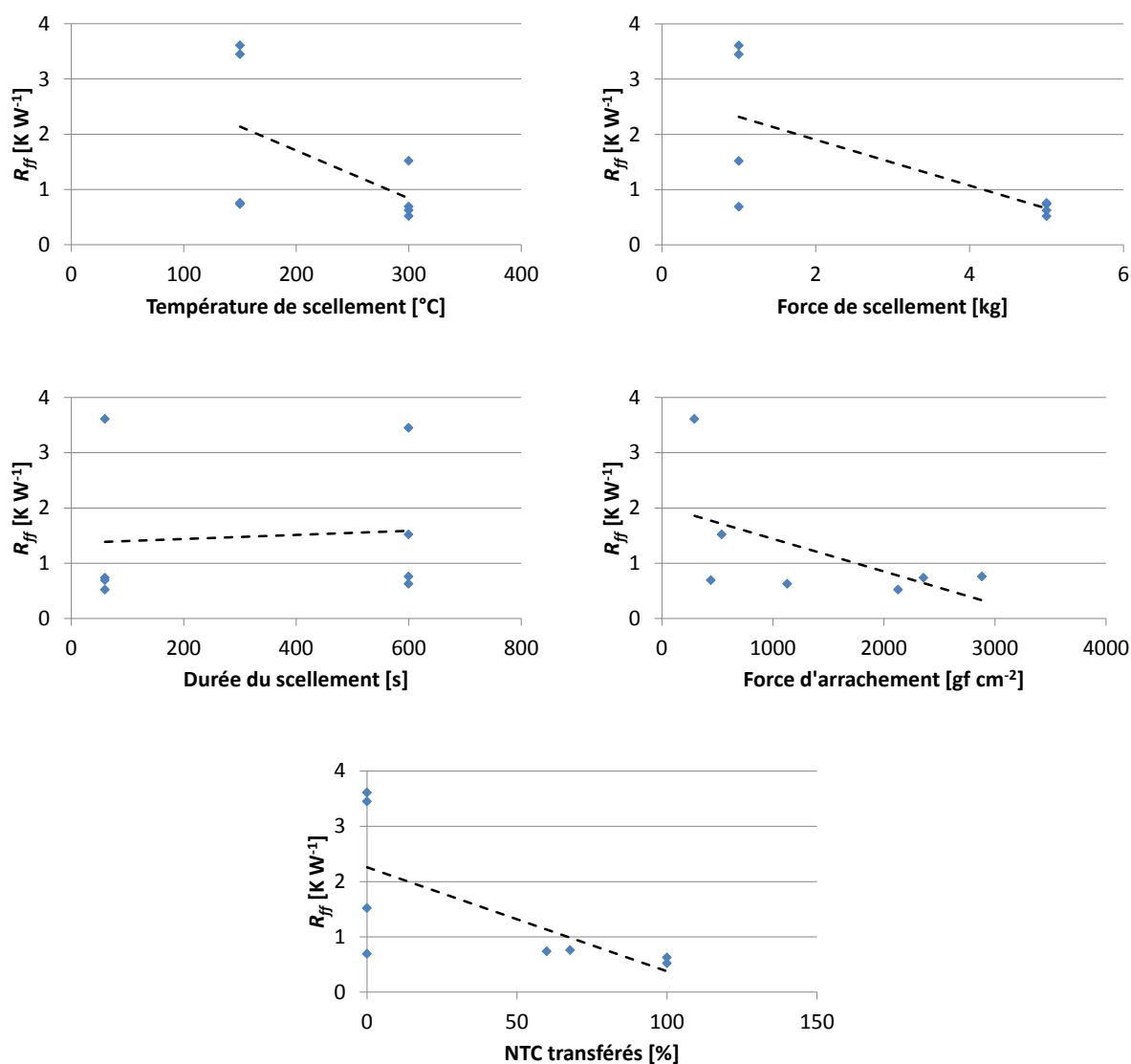
Les quantités de chaleur latente estimées pour ces trois essais sont très proches (figure ci-dessous), avec un écart maximal inférieur à 2 % entre les trois mesures. De plus, il se peut que l'écart entre la première estimation et les deux suivantes soit dû en partie au repositionnement de l'échantillon sur le porte-échantillon. On peut en conclure que la sensibilité de la méthode d'estimation de la quantité de chaleur latente présentée dans la section 3.1.3 à la position du MCP dans la cavité est faible.



Images IR des distributions initiales (avant fusion) et finales (après solidification) du MCP dans la cavité de *G2-oP-3b-150* pour les trois essais et quantités de chaleur latente estimées correspondantes.

Sensibilité de la résistance thermique totale R_{ff} aux paramètres de poinçonnement

Les résistances thermiques totales R_{ff} estimées à partir des temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ mesurés au CETHIL en face aval des échantillons $G0-Co-1c$ à $-8c$ de type Si-NTC-Si sont présentées ci-dessous en fonction des paramètres de scellement (température, pression, durée) ainsi qu'en fonction des forces d'arrachement et des taux de transferts mesurés au CEA sur les échantillons Si-NTC-Si $1a$ à $8a$. La tendance est représentée par la régression linéaire en pointillés.



Résistances thermiques totales R_{ff} des échantillons $G0-Co-1c$ à $-8c$ en fonction de différents paramètres.

Tableau récapitulatif des temps de demi-montée $t_{1/2}$

Au début du projet T3D, les échantillons ont d'abord été testés avec une lampe flash classique. Dès que le banc d'essai développé pour le projet T3D a été opérationnel, les échantillons ont été flashés avec le laser. Le profil temporel de la puissance du flash étant différent pour la lampe flash (pic de puissance suivi d'une décroissance rapide) et pour le flash laser (puissance constante durant le flash), le temps de demi-montée en température diffère légèrement selon la source flash utilisée.

Le flash doit être absorbé par la plaque amont de l'amortisseur. Or le silicium est opaque dans le visible mais semi transparent dans l'infrarouge, et la lampe flash classique émet dans le visible et dans l'infrarouge. Les premiers échantillons du projet T3D sont donc peints sur la face amont avec une peinture opaque aux IR. Le silicium étant opaque à la longueur d'onde du laser pour les épaisseurs de silicium considérées, les échantillons flashés avec le laser ne nécessitent pas de peinture en face amont.

En plus de la face amont, les premiers échantillons du projet T3D sont également peints sur la face aval car celle-ci est semi-transparente aux IR. L'adjonction de peinture en face aval permet alors d'accéder au thermogramme aval, au décalage temporel près induit par la présence de cette épaisseur additionnelle de peinture. Les amortisseurs disposant d'une couche opaque aux IR déposée sur le silicium aval, comme la couche de Ti/Au/In utilisée pour le poinçonnement des NTC, ne nécessitent pas de peinture en face aval pour accéder au thermogramme aval.

Afin de pouvoir comparer les thermogrammes d'échantillons postérieurs à ces premiers échantillons T3D, certains amortisseurs ont été peints de la même manière, c'est-à-dire sur leurs deux faces.

Le tableau ci-dessous récapitule les temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ des principaux amortisseurs T3D testés par méthode flash. Les différentes colonnes du tableau correspondent aux différentes configurations : lampe flash classique ou laser, peinture sur 0, 1 ou 2 faces. Les caractéristiques principales des échantillons y sont également rappelées : type de scellement, type de poinçonnement et type de NTC.

A noter que les mesures des échantillons *G0-Co-1c*, *-2c* et *-3c* avec le laser ont été réalisées 15 mois après les mesures avec la lampe flash classique. Une évolution des échantillons durant ce laps de temps, spontanée ou due à la manipulation de ceux-ci, est l'explication probable de l'écart entre les valeurs de $t_{1/2}$ mesurées avec chaque méthode, différent pour chaque échantillon.

Récapitulatif des temps de demi-montée $t_{1/2}$.

	$t_{1/2}$ [ms]				Scellemt.	NTC		
	Si - Si	Si - pt	pt - pt					
Echantillon	LASER	LASER	Lampe	LASER	Type	Poinçont.	Densifiés	Structure
<i>G0-Co-1c</i>	-	-	142	118	Aucun	Simple	Non	Non
<i>G0-Co-2c</i>	-	-	141	146				
<i>G0-Co-3c</i>	-	-	28	38				
<i>G0-Co-4c</i>	-	-	31	-				
<i>G0-Co-5c</i>	-	-	28	-				
<i>G0-Co-6c</i>	-	-	61	-				
<i>G0-Co-7c</i>	-	-	21	-				
<i>G0-Co-8c</i>	-	-	26	-				
<i>G0-Co-11</i>	-	-	-	76	Aucun	Simple	Non	Non
<i>G0-Co-46</i>	-	-	-	51				
<i>G0-Co-93</i>	-	-	-	44				
<i>G0-Co-133</i>	-	-	-	51				
<i>G1-Co-6</i>	-	-	-	260	3M	Simple	Non	Réseau trous
<i>G1-CP-11</i>	-	-	-	260				
<i>G1-CP-12</i>	-	-	-	260				
<i>G3-CP-5</i>	49	-	-	-	SU-8	Double	Oui	Îlots design 6
<i>G3-oo-7</i>	400 à 550	-	-	-		-	-	-
<i>G3-Co-9</i>	40 à 220	-	-	-		Double	Oui	Îlots design 6
<i>G3-CP-11</i>	30 à 80	-	-	-	SU-8	Double	Oui	Îlots design 8
<i>G3-Co-12</i>	30 à 70	-	-	-				
<i>G3-Co-13</i>	35 à 80	-	-	-				
<i>G3-oo-15</i>	50 à 130	-	-	-		-	-	-
<i>G3-CP-16</i>	~ 27	-	-	-	SU-8	Double	Oui	Îlots design 5
<i>G3-CP-17</i>	20	~ 35	-	-				
<i>G3-CP-18</i>	18 à 36	-	-	-				

Si - Si : silicium à silicium. Si - pt : silicium à peinture. pt - pt : peinture à peinture.

Précision et sensibilité de la méthode d'estimation de R_{ff} à partir d'une sollicitation de type créneau

Les températures T_{am} et T_{av} sont mesurées sur les coins peints. En réalité, les températures des coins de l'amortisseur ne sont pas exactement égales aux températures moyennes de chaque plaque en silicium car leur température n'est pas parfaitement uniforme (écart d'environ 1 K mesuré entre le coin et le centre à 90 °C). De plus, l'écart de température $T_{am} - T_{av}$ mesuré sur les zones peintes est supérieur à l'écart de température entre les plaques de silicium du fait de la résistance thermique de la peinture et de la résistance thermique d'interface entre la peinture et le silicium :

$$T_{pt,am} > T_{Si,am} > T_{Si,av} > T_{pt,av} \quad (74)$$

Les écarts de température $T_{pt,am} - T_{pt,av}$ mesurés en phase de chauffe étant compris entre 2 et 8 K pour la plupart des échantillons T3D, une surestimation de seulement 1 K de l'écart réel $T_{Si,am} - T_{Si,av}$ mènerait à une surestimation de R_{ff} pouvant être importante selon les échantillons.

L'estimation de G_{env} (éq. (34)) est peu sensible à une hétérogénéité des résistances thermiques locales entre les plaques de silicium, autrement dit à une plaque de silicium de température non uniforme. En effet, un offset de 1 K sur la température d'un coin de l'échantillon durant les phases de chauffe et de refroidissement ne changera quasiment pas la valeur de dT_m/dt ni celle de l'écart $T_m - T_{amb}$. De même, l'estimation de Q_{tr} (éq. (58)) est peu sensible à une telle hétérogénéité, l'impact sur dT_{av}/dt et l'écart $T_{av} - T_{amb}$ étant faible également. En revanche, l'estimation de R_{ff} (éq. (61)) est sensible à une hétérogénéité des résistances thermiques locales entre plaques de silicium lorsque l'écart $T_{am} - T_{av}$ mesuré l'est. C'est le cas lorsque les températures T_{am} et T_{av} sont mesurées sur les coins et que la chaleur passe plus vite entre les deux plaques de silicium qu'entre la zone centrale et la périphérie d'une même plaque de silicium, autrement dit lorsque le temps $t_{1/2}$ mesuré en face aval est inférieur au temps de demi-montée en température à travers environ 10 mm de silicium, soit environ 150 ms (cf. les temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ à travers différentes longueurs de silicium en Annexe C p. 218). Cette hétérogénéité des résistances thermiques locales entre plaques de silicium peut venir de l'architecture de l'échantillon (Si-Air-Si par exemple, pour lesquels le scellement conduit mieux la chaleur que l'air) ou de sa réalisation (hétérogénéité des connexions Si/NTC par exemple). Pour des échantillons affichant des temps de demi-montée en température en face aval $t_{1/2} \lesssim 150$ ms et en cas d'hétérogénéité importante des résistances thermiques locales entre les plaques de silicium, la résistance R_{ff} estimée sera donc biaisée.

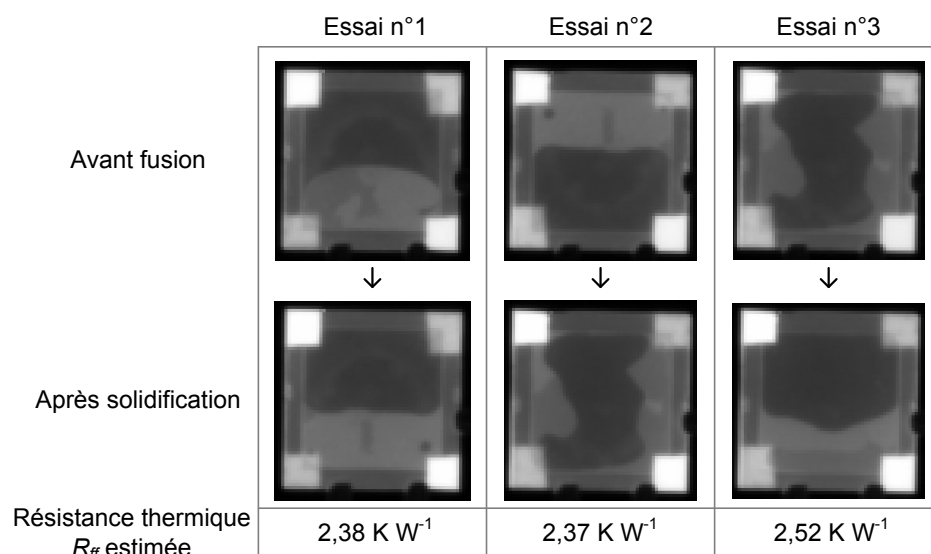
Etant donné les hypothèses formulées et les incertitudes associées, la valeur de R_{ff} estimée dans la section 4.2.1 est à considérer comme un ordre de grandeur surestimé de la résistance thermique entre les plaques de silicium. Ceci est suffisant pour répondre aux objectifs fixés à cette méthode d'estimation dans le cadre du projet T3D :

- Estimation d'un ordre de grandeur de la résistance thermique entre plaques R_{ff} pour les échantillons pour lesquels la méthode flash décrite en 3.2.1 n'est pas applicable, ou tout simplement pour lesquels il existe déjà une mesure de type créneau (mesure dédiée initialement à l'analyse de la fonction stockage de l'amortisseur décrite en 3.1) et pour lesquels une estimation plus précise de R_{ff} n'est pas attendue (échantillons Si-Air-Si et Si-MCP-Si).

- Comparaison des résistances thermiques entre plaques R_{ff} pour des échantillons de géométrie similaire et peints de la même manière.
- Allure de la résistance R_{ff} en fonction de la température.
- Suivi de l'évolution de la résistance R_{ff} pour un même échantillon au fil des cycles de chauffe-refroidissement.

A noter qu'à partir du modèle de la figure 4-5, il est aussi possible d'obtenir la résistance R_{ff} par estimation du flux transmis Q_{tr} et de l'écart de température $T_{am} - T_{ov}$ en régime stationnaire à partir de l'estimation du flux laser absorbé ou du flux échangé avec l'environnement, mais ceci implique un essai supplémentaire en régime stationnaire. Pour cette raison, la méthode par estimation du flux transmis Q_{tr} en régime instationnaire présentée dans la section 4.2.1 a été retenue.

Une étude de sensibilité de l'estimation de la résistance thermique R_{ff} à la distribution du MCP dans la cavité a été réalisée à partir des mêmes mesures que celles présentées en Annexe D p. 229. L'échantillon *G2-oP-3b-150* de type Si-MCP-Si est testé trois fois selon les conditions expérimentales décrites en 3.1.1, pour trois distributions différentes du MCP dans la cavité. Ces trois distributions sont illustrées sur la figure ci-dessous. Les résistances thermiques R_{ff} estimées pour ces trois essais sont proches, avec un écart maximal inférieur à 7 % entre les trois mesures, sachant que la résistance R_{ff} peut évoluer d'une mesure à l'autre, par exemple du fait de la possible dégradation de la conduction thermique à travers le scellement SU-8 (phénomène observé sur *G2-oo-1b-150*). On peut en conclure que la sensibilité de la présente méthode d'estimation de R_{ff} à la position du MCP dans la cavité est faible.



Images IR des distributions initiales (avant fusion) et finales (après solidification) du MCP dans la cavité de *G2-oP-3b-150* pour les trois essais et résistances thermiques R_{ff} estimées correspondantes.

Annexe E. Calculs et analyses complémentaires

Puissance échangée entre l'échantillon et l'enceinte par rayonnement

Etant donné la petite taille de l'échantillon comparé à celle de l'enceinte, la puissance radiative nette échangée entre l'échantillon et le corps noir que représente l'enceinte s'écrit :

$$P_{ref,ray} = S\varepsilon\sigma(T_m^4 - T_{amb}^4) \quad (75)$$

avec S la surface externe de l'échantillon, ε son émissivité, $\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-4}$ la constante de Stefan-Boltzmann, T_m la température de l'échantillon et T_{amb} la température de l'enceinte égale à la température ambiante. L'émissivité de l'équation (75) est une moyenne des émissivités ou émittances de la peinture et du silicium pondérée par les surfaces peinte et non peinte.

Pour les températures du projet T3D, la majeure partie du rayonnement thermique est émis entre 5 et 25 μm de longueur d'onde. L'émissivité de la peinture et l'émittance du silicium T3D n'y sont que partiellement connues (Annexe C p. 220 et p. 224). Sur la bande 5-25 μm , l'émissivité de la peinture est prise égale à 0,94 +/- 0,06, et l'émittance du silicium non peint est prise égale à 0,3 +/- 0,1. La surface peinte d'un coin de l'échantillon G2-00-1-100 est prise égale à 15 mm^2 +/- 3 mm^2 . L'incertitude sur la puissance théorique $P_{ref,ray}$ (eq. (75)) est calculée à partir des incertitudes sur l'émissivité de la peinture, sur l'émittance du silicium et sur la surface peinte.

Puissance échangée entre l'échantillon et l'air par convection naturelle

Sans ventilateur, l'écoulement d'air est laminaire pour une température d'échantillon comprise entre 20 et 130 °C ($Grashof \ll 10^9$). Les petites dimensions de l'échantillon permettent de considérer que celui-ci est à température uniforme. La corrélation de convection naturelle utilisée pour calculer le nombre de Nusselt Nu_L de la plaque verticale isotherme que constitue l'échantillon T3D est la suivante, avec de l'air à température ambiante (Churchill et Chu, 1975) :

$$Nu_L = 0,68 + 0,515 Ra_L^{1/4} \quad (76)$$

avec le nombre de Rayleigh $Ra_L = \frac{g\beta L^3(T_m - T_{amb})}{\alpha\nu}$ et $L = 20 \text{ mm}$ la hauteur de l'échantillon. Le coefficient d'échange convectif h_{conv} se calcule comme suit :

$$h_{conv} = \frac{\lambda Nu_L}{L} \quad (77)$$

avec λ la conductivité thermique de l'air. L'incertitude sur la valeur de h_{conv} est prise égale à +/- 30 % (incertitude sur la corrélation elle-même, différence entre le montage expérimental T3D et celui ayant servi à établir la corrélation, effets de bords dus à la faible largeur de l'échantillon T3D, température d'échantillon non constante dans le temps).

Relation entre la résistance thermique entre les deux faces de l'amortisseur R_{ff} et le temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ lors d'un flash

Les hypothèses associées au modèle thermique illustré sur la figure 3-10 sont formulées en 3.2.1. Les conditions initiales et finales sont les suivantes, avec T_{∞} la température finale de l'échantillon :

$$\begin{cases} t < 0 \Rightarrow T_{am} = T_{av} = T_{amb} \\ t = 0 \Rightarrow T_{am} > T_{av} = T_{amb} \\ t \rightarrow \infty \Rightarrow T_{am} = T_{av} = T_{\infty} \end{cases} \quad (78)$$

Pour $t > 0$, le flux de chaleur sortant de la masse amont m_{am} est égal au flux de chaleur entrant dans la masse aval m_{av} . Il vient :

$$m_{am}c_p \frac{dT_{am}}{dt} = -m_{av}c_p \frac{dT_{av}}{dt} \quad (79)$$

L'intégration de l'équation (79) donne, avec k une constante :

$$T_{am} = -\frac{m_{av}}{m_{am}}T_{av} + k \quad (80)$$

La condition finale à l'équilibre thermique permet d'écrire :

$$T_{\infty} = -\frac{m_{av}}{m_{am}}T_{\infty} + k \quad \Rightarrow \quad k = T_{\infty} \left(1 + \frac{m_{av}}{m_{am}} \right) \quad (81)$$

Les équations (80) et (81) donnent l'expression de T_{am} en fonction de T_{av} , de T_{∞} et des masses :

$$T_{am} = -\frac{m_{av}}{m_{am}}T_{av} + \frac{m_{am} + m_{av}}{m_{am}}T_{\infty} \quad (82)$$

Par ailleurs, de manière analogue à la résistance électrique $R = U/I$, la résistance thermique R_{ff} est définie comme suit, avec Q_{tr} la puissance thermique transférée de la plaque amont vers la plaque aval :

$$R_{ff} = \frac{T_{am} - T_{av}}{Q_{tr}} \quad (83)$$

La relation (83) est vraie aussi en régime instationnaire car la résistance thermique R_{ff} est ici supposée avoir une capacité thermique nulle. Le bilan thermique de la seule plaque aval s'écrit :

$$Q_{tr} = m_{av}c_p \frac{dT_{av}}{dt} \quad (84)$$

L'injection de l'équation (84) dans l'équation (83) donne :

$$T_{am} - T_{av} = R_{ff} m_{av} c_p \frac{dT_{av}}{dt} \quad (85)$$

En remplaçant T_{am} donné par l'équation (82), il vient après simplification :

$$\frac{d(T_{av} - T_{\infty})}{dt} = - \frac{m_{am} + m_{av}}{m_{am} m_{av} c_p R_{ff}} (T_{av} - T_{\infty}) \quad (86)$$

La solution de cette équation différentielle est de type exponentielle décroissante. Avec $T_{av,i}$ la température initiale de la plaque aval à $t = 0$, il vient :

$$\begin{cases} (T_{av} - T_{\infty}) = (T_{av,i} - T_{\infty}) e^{-t/\tau} \\ \tau = \frac{c_p R_{ff}}{\frac{1}{m_{am}} + \frac{1}{m_{av}}} \end{cases} \quad (87)$$

Au temps de la demi-montée en température $t = t_{1/2}$, par définition il vient :

$$\frac{(T_{av,1/2} - T_{\infty})}{(T_{av,i} - T_{\infty})} = \frac{1}{2} = e^{-t_{1/2}/\tau} \Rightarrow \frac{t_{1/2}}{\tau} \approx 0,693 \quad (88)$$

D'où, avec l'expression du temps caractéristique τ donnée dans l'équation (87) :

$$R_{ff} = \frac{t_{1/2}}{0,693 \cdot c_p} \left(\frac{1}{m_{am}} + \frac{1}{m_{av}} \right) \quad (89)$$

Méthode d'estimation de la borne supérieure de la résistance thermique d'interface Si/NTC au poinçonnement R_{poi} des échantillons *G1-CP-11* et *G1-CP-12*

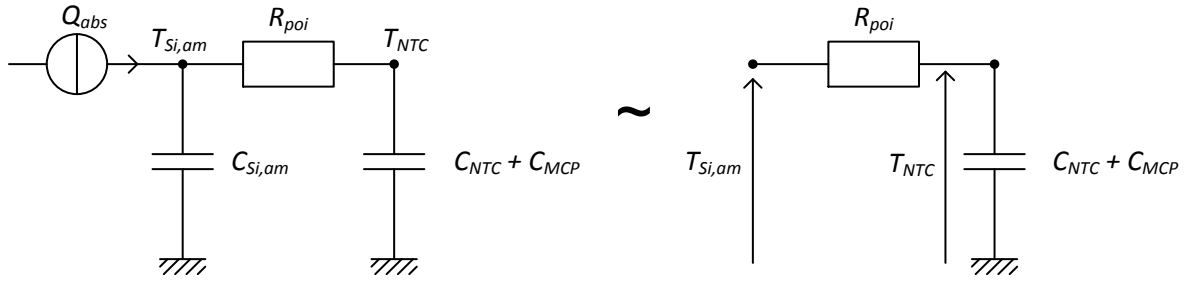
Il a été montré que l'augmentation rapide de luminance mesurée en face aval de *G1-CP-11* et *G1-CP-12* en zone NTC (figure 4-17) est due uniquement à la variation de température du tapis de NTC (opaque aux IR) et pas à celle du silicium aval, ce dernier mettant beaucoup plus longtemps à monter en température (figure 4-20).

Pendant la durée du flash laser (10 ms), les transferts thermiques avec l'adhésif dans la zone périphérique de la plaque amont de silicium n'a pas ou peu d'incidence sur les transferts thermiques en zone centrale entre le silicium amont et les NTC. En effet, le temps de demi-montée en température d'une épaisseur de 3 mm de silicium (une longueur caractéristique de la distance entre l'adhésif et le tapis de NTC) est de 14 ms, soit un phénomène lent comparé à la montée en température du tapis de NTC, déphasée de quelques millisecondes tout au plus par rapport à la plaque de silicium amont. L'adhésif est donc négligé pendant la durée du flash laser.

Du fait de la diffusivité thermique élevée du silicium et des NTC, les températures du silicium amont $T_{Si,am}$ et des NTC T_{NTC} sont supposées uniformes pendant la durée du flash laser. Ceci revient à attribuer l'ensemble de la résistance thermique Si/NTC à l'interface Si/NTC et donc à légèrement surestimer R_{poi} , ce qui n'est pas un problème dans le cadre de l'estimation de sa borne supérieure.

Il a également été montré que R_{cat} est très supérieure à R_{poi} pour *G1-CP-11* et *G1-CP-12* (tableau 4-5). La résistance R_{cat} et la plaque de silicium aval peuvent donc être négligées pendant la durée du flash laser. Durant le flash laser, les échantillons *G1-CP-11* et *G1-CP-12* peuvent être modélisés par une simple résistance thermique R_{poi} entre le silicium amont et le tapis de NTC contenant également du MCP (schéma ci-dessous à gauche). La source de courant constant représente le flux laser constant durant le flash. Le fait de considérer R_{cat} comme infinie conduit ici à surestimer R_{poi} , ce qui est acceptable dans le cadre de l'estimation de la borne supérieure de R_{poi} .

La capacité thermique de la plaque amont en silicium $C_{Si,am}$ est très supérieure à la capacité thermique du tapis de NTC C_{NTC} ainsi qu'à celle de la fraction de MCP C_{MCP} participant à la montée en température du tapis de NTC (pour rappel, ici le MCP ne change pas d'état, l'ensemble de l'essai se déroulant à environ 20 °C). Soumis à une source de courant d'intensité constante (le flash de durée 10 ms), le potentiel (ou température) $T_{Si,am}$ augmente alors linéairement presque indépendamment des valeurs de R_{poi} et de $C_{NTC}+C_{MCP}$. Pendant la durée du flash, le comportement de ce système (ci-dessous à gauche) s'apparente donc à celui d'un simple circuit électrique RC soumis à une augmentation linéaire du potentiel de « consigne » $T_{Si,am}$ (ci-dessous à droite).



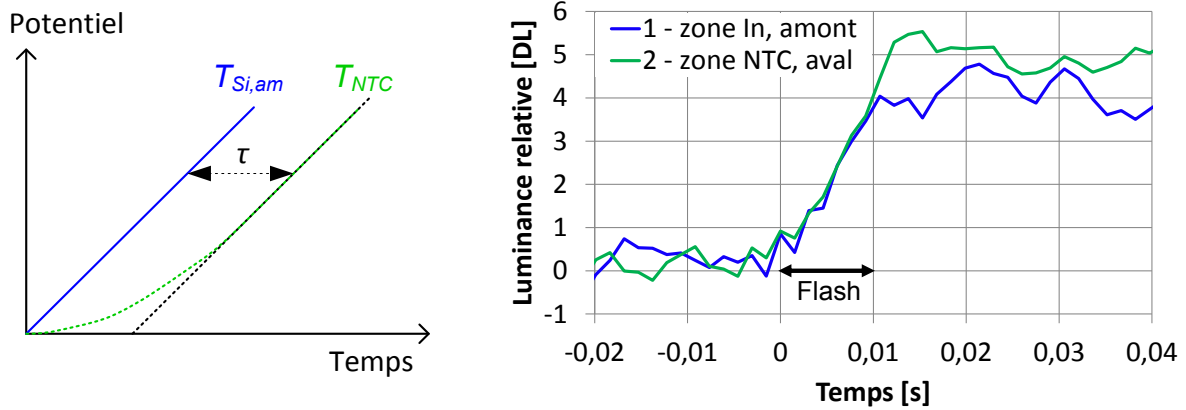
Modèle thermique de la plaque amont et du tapis de NTC des échantillons *G1-CP-11* et *G1-CP-12* pendant la durée du flash.

La réponse du potentiel T_{NTC} de ce circuit RC à une rampe du potentiel de consigne $T_{Si,am}$ est connue : c'est une rampe de même pente que la rampe de consigne $T_{Si,am}$, mais déphasée d'un temps de retard $\tau = RC$ une fois le régime permanent atteint (graphe ci-dessous à gauche), ce retard τ s'exprimant ici :

$$\tau = R_{poi}(C_{NTC} + C_{MCP}) \quad (90)$$

En estimant une borne supérieure du retard $\sup(\tau)$ à partir des mesures flash de *G1-CP-11* et *G1-CP-12* non peints (graphe ci-dessous à droite pour *G1-CP-11*) et en estimant une borne inférieure de la capacité thermique $\inf(C_{NTC} + C_{MCP})$ participant à la montée en température T_{NTC} , on obtient une borne supérieure de la résistance thermique d'interface au poinçonnement :

$$\sup(R_{poi}) = \frac{\sup(\tau)}{\inf(C_{NTC} + C_{MCP})} \quad (91)$$



Températures théoriques (gauche) correspondant au modèle RC et températures mesurées (droite) du silicium amont et du tapis de NTC pendant la durée du flash.

D'après les différentes mesures flash réalisées et en tenant compte du bruit du signal mesuré, une borne supérieure prudente du retard τ est estimée à 5 ms.

La masse de NTC présente dans *G1-CP-11* et *G1-CP-12* n'a pu être déterminée précisément et elle est comprise entre 0,02 et 0,1 mg. Sa borne inférieure est donc égale à $m_{NTC} = 0,02$ mg. La capacité thermique massique des NTC monofeuillets (SWCNT) est estimée comme étant similaire à celle du graphène à température ambiante (Hone, 2001). Celle des NTC multifeuillets (MWCNT) est

considérée comme semblable à celle du graphite à température ambiante (Mizel et al., 1999). A 300 K, les capacités thermiques massiques des SWCNT, des MWCNT, du graphène et du graphite sont effectivement très proches (Hone, 2001; Hone et al., 2002). La borne inférieure de la capacité thermique massique des NTC est prise égale à $c_{NTC} = 600 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$ à 300 K. La borne inférieure de la capacité thermique des NTC présents dans *G1-CP-11* et *G1-CP-12* est donc égale à $C_{NTC} = 1 \cdot 10^{-5} \text{ J K}^{-1}$.

La masse de MCP participant à la montée en température mesurée sur le tapis de NTC est inconnue. Elle est comprise entre zéro et la masse totale de MCP présente dans l'échantillon. La borne inférieure de la capacité thermique du MCP ne peut donc qu'être égale à $C_{MCP} = 0 \text{ J K}^{-1}$.

Avec une borne supérieure de τ égale à 5 ms et une borne inférieure de $(C_{NTC} + C_{MCP})$ valant $1 \cdot 10^{-5} \text{ J K}^{-1}$, il vient une borne supérieure pour *G1-CP-11* et *G1-CP-12* valant :

$$\sup(R_{poi}) = 5 \cdot 10^2 \text{ K W}^{-1} \quad (92)$$

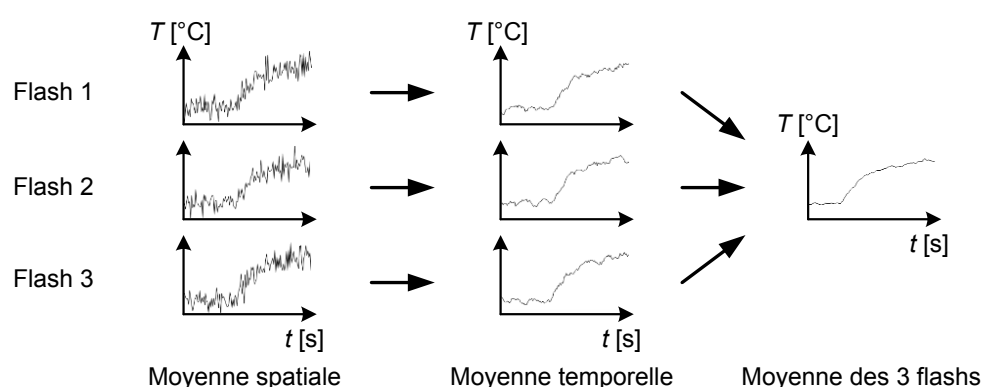
La surface réelle de NTC, donc sans compter les trous du tapis, est d'environ 7 mm^2 . La borne supérieure de la résistance thermique de surface Si/NTC au poinçonnement vaut alors pour *G1-CP-11* et *G1-CP-12* :

$$\sup(r_{poi}) = 4 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2 \text{ K W}^{-1} \quad (93)$$

Cependant, en considérant une capacité thermique massique du MCP $c_{MCP} = 2000 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$ à 300 K (2.1.3.2) et la masse totale de MCP présente dans les échantillons *G1-CP-11* et *G1-CP-12* (environ 4 mg, soit deux ordres de grandeur au-dessus de la masse de NTC), on remarque que la capacité thermique ainsi obtenue ($8 \cdot 10^{-3} \text{ J K}^{-1}$) est supérieure de deux à trois ordres de grandeur à celle des NTC. Le fait de ne pas connaître la fraction de MCP prenant part à la montée rapide en température mesurée sur le tapis de NTC est la raison pour laquelle les bornes supérieures estimées de R_{poi} et de r_{poi} sont possiblement supérieures de plusieurs ordres de grandeur aux valeurs vraies correspondantes pour *G1-CP-11* et *G1-CP-12*.

Augmentation du ratio signal/bruit IR

Afin de diminuer le bruit de mesure, il est d'usage de calculer le thermogramme moyen sur une zone de mesure englobant un nombre de pixels le plus important possible au sein d'une zone thermiquement uniforme. Si cette moyenne spatiale ne suffit pas, une moyenne temporelle glissante sur quelques images consécutives peut être appliquée au signal en prenant soin de vérifier que cela ne porte pas atteinte à l'allure des thermogrammes. Toujours dans le but d'augmenter le ratio signal/bruit, si plusieurs mesures du même essai sont disponibles, un thermogramme moyen de celles-ci peut être calculé. La figure ci-dessous illustre les trois opérations de moyennage successives avec trois thermogrammes mesurés dans une zone thermiquement homogène lors de trois mesures de type flash réalisées dans les mêmes conditions. A noter que le thermogramme moyen final résultant de ces trois opérations successives de moyennage ne dépend pas de l'ordre d'exécution de chacune des trois opérations de lissage.



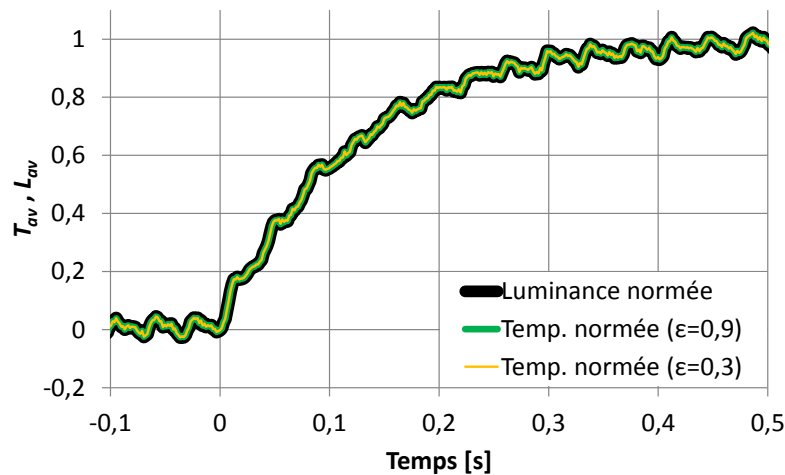
Traitement du signal infrarouge permettant d'augmenter le ratio signal/bruit.

Annexe F. Influence de l'émissivité considérée pour la mesure flash

L'échantillon *G3-oo-15* est soumis à un flash laser durant 10 ms en configuration non peinte. Il comporte une couche métallique déposée sur la face intérieure de chaque plaque en silicium, ce qui rend chacune de ses faces opaque. La luminance mesurée par la caméra IR peut être normée comme suit :

$$L_{normée} = \frac{L - L_{min}}{L_{max} - L_{min}} \quad (94)$$

La courbe de luminance mesurée dans la zone cavité de la plaque aval est convertie en deux courbes de température pour deux émissivités caméra arbitraires prises égales à 0,3 et 0,9. Ces thermogrammes sont normés selon le même principe que la luminance en remplaçant L par la température aval T_{av} dans l'équation (94). Ces trois courbes paraissent identiques (figure ci-dessous).



Courbes de température calculées à partir de la courbe de luminance mesurée pour deux émissivités différentes dans la zone cavité de la plaque aval de *G3-oo-15* soumis à un flash laser.

L'écart maximal entre la courbe de luminance normée et chacune des courbes de température normée est de l'ordre de 0,1 %. Ceci est dû au fait que les variations de température mesurées en face aval des échantillons T3D lors d'une mesure de type flash sont faibles ($< 0,2$ K), ce qui permet de linéariser la dépendance en température de la luminance. L'erreur sur le temps $t_{1/2}$ due à la linéarisation est de l'ordre de 0,1 % et est donc négligeable pour les mesures flash du projet T3D.

En conclusion, du fait de la faible amplitude des variations de température aval lors des mesures de type flash du projet T3D, le temps de demi-montée en température $t_{1/2}$ d'une face aval opaque, peinte ou non, peut être déterminé indifféremment à partir du profil de luminance ou du profil de température mesuré avec une émissivité caméra prise au hasard. Lorsque l'échantillon comporte une face aval opacifiée par une couche métallique, il est donc préférable de le tester en configuration non peinte afin d'éviter le déphasage induit par une épaisseur additionnelle de peinture.

Annexe G. Comparaison des deux méthodes d'estimation de la résistance thermique R_{ff}

Dans cette section, les deux méthodes d'estimation de la résistance thermique entre plaques R_{ff} présentées en 3.2.1 et en 4.2.1 sont comparées. Sur l'ensemble des échantillons disponibles (Annexe H), seuls cinq d'entre eux sont compatibles avec les deux méthodes. En effet, les échantillons de génération *G0* ainsi que les échantillons *G3-CP-11*, *G3-CP-16* et *G3-CP-18* ne peuvent pas subir de montée en température marquée car le risque de rupture de ces échantillons contenant des NTC est trop élevé (scellement absent ou trop fragile), ce qui exclut la méthode présentée en 4.2.1. Les échantillons de génération *G2* ne peuvent se prêter à la mesure d'un temps de demi-montée en température en face aval car ils sont semi-transparents dans l'infrarouge en l'absence de couche opaque (pas de couches minces métalliques, peinture seulement sur les coins). De plus, leurs cavités contiennent de l'air ou du MCP et de l'air, de sorte que la température dans la plaque aval est hétérogène lors d'un flash, ce qui contrevient aux hypothèses formulées pour la méthode présentée en 3.2.1. Pour cette même raison d'hétérogénéité des montées en température mesurées en face aval lors d'un flash, les échantillons *G3-oo-7*, *-14*, *-15*, *G3-Co-9*, *-12*, *-13*, *G3-CP-11* et *-18* ne peuvent être caractérisés par la méthode présentée en 3.2.1.

Les valeurs de résistance thermique totale R_{ff} estimées pour les cinq échantillons compatibles avec les deux méthodes sont données dans le tableau ci-dessous. La méthode du flash (3.2.1) est considérée comme donnant une valeur centrée sur la valeur vraie de R_{ff} , à l'incertitude de mesure près. Comme attendu, la méthode du créneau (4.2.1) surestime systématiquement la résistance R_{ff} du fait de la peinture, et la valeur obtenue pour des temps de demi-montée en température courts ($t_{1/2}$ de 50 et 20 ms mesurés en face aval de *G3-CP-5* et *G3-CP-17*) n'est pas du bon ordre de grandeur. En revanche, pour des temps de demi-montée en température longs ($t_{1/2}$ de 260 ms pour les trois échantillons *G1*), la condition de validité de la méthode présentée en 4.2.1 est remplie et l'ordre de grandeur de la résistance thermique R_{ff} est cohérent avec la valeur mesurée par la méthode présentée en 3.2.1.

La résistance thermique mesurée pour *G1-Co-6* avec la méthode du créneau est plus élevée que pour *G1-CP-11* et *G1-CP-12*, alors que les trois valeurs sont similaires avec la méthode du flash. Outre les incertitudes des méthodes respectives, ceci tient au fait que les échantillons n'avaient pas encore subi de montée en température significative au CETHIL lors de la mesure flash (méthode 3.2.1), alors que la mesure créneau (méthode 4.2.1) implique de monter à 100 °C environ, ce qui a probablement contribué à faire évoluer différemment la résistance thermique de ces trois échantillons *G1* dès la première sollicitation thermique de type créneau long.

Résistances thermiques totales R_{ff} obtenues pour les cinq échantillons compatibles avec les deux méthodes d'estimation présentées en 3.2.1 (flash) et 4.2.1 (créneau).

Echantillon	$R_{ff} [K W^{-1}]$		
	Méthode flash		Méthode créneau
	sans peinture	avec peinture	avec peinture
<i>G1-Co-6</i>	-	6	11
<i>G1-CP-11</i>	-	6	9
<i>G1-CP-12</i>	-	6	9
<i>G3-CP-5</i>	0,6	-	3
<i>G3-CP-17</i>	0,4	-	2

Il en résulte que les deux méthodes d'estimation présentées précédemment sont complémentaires. Elles ont servi à caractériser des échantillons différents durant le projet T3D, et ce dans deux optiques différentes : la première méthode, quantitative, a servi à estimer les propriétés conductrices des échantillons pour lesquels une faible résistance thermique R_{ff} était attendue (échantillons contenant des NTC) à partir d'une mesure flash dédiée, tandis que la deuxième méthode a servi à comparer les propriétés conductrices d'échantillons dont la vocation principale était l'étude du stockage thermique (échantillons ne contenant pas de NTC), et ce à partir des mesures préexistantes dédiées à l'étude du stockage thermique (solicitation de type créneau de 18 s). Cependant, la comparaison des deux méthodes montre que les ordres de grandeur des résistances thermiques estimées sont cohérents dans les domaines de validité respectifs des deux méthodes.

Annexe H. Spécifications des échantillons testés

Nom thème	Nom T3D	Base Si		Cavité		Densifié	Structuré	NTC		Surface ou taux de transfert après 1er polissoinment	Interface NTC/Si côté capot	Capot Si		Masse MCP estimée CEA	Scellement		
		Surface Si mm²	Epaisseur µm	Profondeur µm	Interface Si/NTC côté base			Longueur* µm	µm			Surface Si mm²	Epaisseur µm		Matériau	Couches nombre	Epaisseur totale µm
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
G0-Co-1c	01c											16 x 12					
G0-Co-2c	02c											18 x 12					
G0-Co-3c	03c											16 x 11					
G0-Co-4c	04c											18 x 12					
G0-Co-5c	05c											17,5 x 12					
G0-Co-6c	06c											17 x 12					
G0-Co-7c	07c											17,5 x 12					
G0-Co-8c	08c											19 x 12					
G1-CP-1	Inf01																
G1-CP-2	Inf02																
G1-CP-3	Inf03																
G2-00-1-100	G2-100-01																
G2-00-2-100	G2-100-02																
G2-00-2-150	G2-150-02																
G2-0P-3-50	G2-50-03																
G2-0P-3-100	G2-100-03																
G2-0P-3-150	G2-150-03																
G2-0P-4-50	G2-50-04																
G2-0P-4-100	G2-100-04																
G2-0P-4-150	G2-150-04																
G0-Co-11	11µm																
G0-Co-46	46µm																
G0-Co-93	93µm																
G0-Co-133	133µm																
G1-Co-6	Ech6																
G1-CP-11	Ech11																
G1-CP-12	Ech12																
G2-00-1b-150	Puce1																
G2-0P-3b-150	Puce3																
G2-0P-4b-150	Puce4																
G3-CP-5	Puce5																
G3-00-7	Puce7																
G3-CP-9	Puce9																
G3-Co-11	Puce11																
G3-CP-12	Puce12																
G3-Co-13	Puce13																
G3-00-14	Puce14																
G3-00-15	Puce15																
G3-CP-16	Puce16																
G3-CP-17	Puce17																
G3-CP-18	Puce18																

<

() : grosse incertitude. av/ap : avant/après scellement.

* : après croissance.



FOLIO ADMINISTRATIF

THESE DE L'UNIVERSITE DE LYON OPEREE AU SEIN DE L'INSA LYON

NOM : KINKELIN
Prénom : Christophe

DATE de SOUTENANCE : 18/10/2016

TITRE : Etude expérimentale d'un amortisseur thermique composite MCP-NTC

NATURE : Doctorat

Numéro d'ordre : 2016LYSEI100

Ecole doctorale : MEGA de Lyon (Mécanique, Energétique, Génie Civil, Acoustique)

Spécialité : Thermique Energétique

RESUME :

L'amortisseur thermique étudié dans le cadre de cette thèse a pour objectif de limiter les pics de température des composants électroniques fonctionnant en régime transitoire au moyen d'une structure composite consistant en un réseau de nanotubes de carbone (NTC) rempli de matériau à changement de phase (MCP) solide-liquide, le tout étant contenu dans un boîtier en silicium (Si). Ce système passif vise à augmenter l'inertie thermique volumique du composant grâce à la chaleur latente du MCP tout en maintenant une bonne conductance thermique grâce aux NTC.

Un dispositif expérimental polyvalent a été développé spécifiquement pour caractériser les différentes générations d'échantillons fabriqués par les partenaires du projet THERMA3D. L'excitation thermique de l'échantillon est réalisée au moyen d'un laser en face amont et la réponse thermique est mesurée par caméra infrarouge simultanément sur les faces amont et aval. L'application d'une peinture sélectionnée sur l'échantillon permet d'accéder à sa température après un étalonnage dédié.

Des méthodes d'estimation de paramètres ont été développées pour quantifier les deux caractéristiques essentielles de l'amortisseur thermique que sont sa capacité de stockage thermique et sa résistance thermique. Les sensibilités de la résistance thermique aux caractéristiques de la connexion Si/NTC et à la longueur des NTC ont été étudiées et les résistances thermiques d'interface Si/NTC ont été identifiées comme dominantes au sein du système. Des essais de cyclage thermique ont permis d'évaluer la fiabilité de l'ensemble de manière accélérée.

Le comportement du MCP et la qualité du matériau de scellement ont été analysés par voie optique. Par ailleurs, la plus élevée des deux résistances thermiques d'interface Si/NTC a été localisée grâce à la visualisation infrarouge du réseau de NTC à travers le silicium semi-transparent. Enfin, une méthode de contrôle non destructif de la qualité de l'interface Si/NTC a été développée pour les amortisseurs thermiques de dernière génération.

MOTS-CLÉS :

Matériau à changement de phase solide-liquide, nanotubes de carbone, stockage thermique, résistance thermique d'interface, chauffage laser, méthode flash, thermographie infrarouge, cyclage thermique, amortisseur thermique, gestion thermique de l'électronique transitoire, contrôle non destructif infrarouge

Laboratoire de recherche : CETHIL (Centre d'Energétique et de Thermique de Lyon)

Directeur de thèse : Frédéric LEFEVRE

Président de jury : Yves BERTIN

Composition du jury :

BERTIN, Yves
LE MASSON, Philippe
LE NILIOT, Christophe
DELMAS, Agnès
SARTRE, Valérie
SOUPREMANIEN, Ulrich
LEFEVRE, Frédéric
LIPS, Stéphane

Professeur (ISAE-ENSMA)
Professeur (Université de Bretagne-Sud)
Professeur (Université d'Aix-Marseille)
Maître de Conférences HDR (INSA-Lyon)
Maître de Conférences HDR (INSA-Lyon)
Ingénieur de Recherche (CEA-LITEN)
Professeur (INSA-Lyon)
Maître de Conférences (INSA-Lyon)

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examinatrice
Examinatrice
Examinateur
Directeur de thèse
Co-directeur de thèse