

附件 1

ICS xxx.xxx.xx

xxxx

T/CSMT

团 体 标 准

T/CSMT-00*—20xx

泵浦-探测瞬态热反射检测方法

Pump-probe transient thermoreflectance characterization method

（征求意见稿）

XXXX - XX - XX 发

XXXX - XX - XX 实施

中国计量测试学会 发布

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语及定义	1
4 一般要求	3
4.1 试验人员	3
4.2 环境要求	3
5 方法原理	3
6 测量设备组成	3
6.1 概述	3
6.2 泵浦加热光组件	4
6.3 探测光组件	4
6.4 光束引导组件	4
6.5 温度控制组件	5
6.6 信号接收组件	5
6.7 数据处理组件	5
7 数据分析	5
7.1 测试样品结构	5
7.2 多层材料测试策略(>5层)	6
7.3 数据拟合	6
7.4 已知参数获取	8
7.5 误差计算	9
8 实验程序	9
8.1 样品准备	9
8.2 样品表面平均粗糙度(Ra)	9
8.3 样品表面金属薄膜制备	9
8.4 信号测试	10
8.5 不同基准温度测试	11
9 样品测试报告	11
9.1 样品信息	11
9.2 待测参数	11
9.3 测试信息	11
9.4 数据拟合	11
9.5 误差分析	11
9.6 特别事项	11
附录 A 泵浦光照射在样品表面上的平均功率选择的大致标准	12
附录 B 半导体材料的常温下的比热容和密度作为参考	14
附录 C 一种单探测激光泵浦-探测瞬态热反射测试系统	15
附录 D 一种多探测激光泵浦-探测瞬态热反射测试系统	16

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中国计量测试学会提出。

本文件由中国计量测试学会归口。

本文件起草单位：武汉大学、中国科学院微电子技术研究所、北京青禾晶元半导体科技有限责任公司、西安电子科技大学、北京科技大学、中国科学院上海微系统与信息技术研究所、湖北九峰山实验室。

本文件主要起草人：袁超、王鑫华、母凤文、武枚、魏俊俊、欧欣、肖科。

本文件为首次制定。

团体标准立项申请-泵浦-探测瞬态热反射检测方法

1 范围

本文件确定了泵浦-探测瞬态热反射检测方法的系统组成、技术构架、涉及到的光、机、电零部件指标要求和参数分析方法，并规定了检测的一般步骤、相关要求等。

本文件适用于电子类相关纳微米尺度薄膜和块体材料热导率和界面热阻测试。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 15313-2008 激光术语

GB/T 13739-2011 激光光束宽度、发散角的测试方法以及横模的鉴别方法

GB/T 13863-2011 激光辐射功率和功率不稳定性测试方法

GB/T 14264-2009 半导体材料术语

JB/T 9478.10-2013 光电池测量方法 第 10 部分：上升时间、下降时间

GB/T 7247.14-2012 激光产品的安全 第 14 部分：用户指南

JB/T 6898-2015 低温液体贮运设备 使用安全规则

GB 30863-2014 个体防护装备 眼面部防护 激光防护镜

GB/T 11378-2005 金属覆盖层 覆盖层厚度测量 轮廓仪法

GB/T 36969-2018 纳米技术原子力显微术测定纳米薄膜厚度的方法

GB/T 31563-2015 金属覆盖层 厚度测量 扫描电镜法

GB/T 36053-2018 X 射线反射法测量薄膜的厚度、密度和界面密度 仪器要求、准直和定位、数据采集、数据分析和报告

GB/T 16594-2008 微米级长度的扫描电镜测量方法通则

GB/T 20307-2006 纳米级长度的扫描电镜测量方法通则

3 术语及定义

3.1 样品表面

样品与空气的接触面。

3.2 激光光束直径

激光光束强度为峰值能量最大值的 $1/e^2$ 倍位置的宽度，单位为米（m）。

3.3 脉冲激光脉宽

脉冲激光的半峰全宽，激光脉冲上升和下降到它的 50% 峰值功率点之间的间隔时间，单位为秒（s）。

3.4 脉冲激光频率

脉冲激光每秒钟发射脉冲的次数，单位为赫兹（Hz）。

3.5 脉冲能量

单个脉冲激光携带的激光能量，单位为焦耳（J）。

3.6 样品表面脉冲能量密度

单个脉冲激光照射样品表面时单位面积内的激光能量，即：

$$H = \frac{Q}{A}$$

式中：

H ——能量密度，单位为焦耳每平方厘米(J/cm²)；

Q ——脉冲能量，单位为焦耳(J)；

A ——样品表面激光光束面积，单位为每平方厘米(cm²)。

3.7 平均功率

一个重复周期内单位时间所输出的激光能量，即：

$$P_a = Q * f$$

式中：

P_a ——平均功率，单位为瓦(W)；

Q ——脉冲能量，单位为焦耳(J)；

f_p ——脉冲激光频率，单位为每秒(Hz)。

3.8 环境温度

测试系统所处实验室或密闭空间内的温度，单位为摄氏度(°C)。

3.9 基准温度

待测样品所处的样品仓内温度，单位为摄氏度(°C)。

3.10 带宽

在特定频率范围内的信号传输能力或信号处理能力。

3.11 示波器直流信号(DC)

在测试中，光电探测器获得的反射探头信号包含的直流部分，即无泵浦加热情况下的参考电压信号，单位为毫伏 (mV)。

3.12 示波器交流信号(AC)

在测试中，光电探测器获得的反射探头信号包含的交流部分，该部分是探测激光反射光功率随时间变化所引起的电压信号变化量，单位为毫伏 (mV)。

3.13 上升时间(t_r)

当瞬时加上稳态光照时,光电流对峰值而言从规定的低百分值上升到规定的高百分值所需的时间为上升时间，单位为秒(s)。

3.14 热导率

单位温度梯度在单位时间内经单位导热面所传递的热量，单位为瓦每米每开尔文(W/mK)。

3.15 界面热导

流过该界面的单位面积热流与界面处的温差之比，单位为兆瓦每平方米每开尔文(MW/m²K)。

3.16 热反射系数(C_{th})

表示材料表面反射率变化和表面温度变化的关系，是两者所成的比例，即：

$$\frac{\Delta R}{R} = \left(\frac{1}{R} \frac{\partial R}{\partial T} \right) \Delta T = C_{th} \Delta T$$

式中：

$\Delta R/R$ ——反射信号的变化率；

C_{th} ——热反射系数，单位为每摄氏度(°C⁻¹)；

ΔT ——样品表面温度的变化量，单位为摄氏度(°C)。

3.17 热反射线性关系

热反射线性关系指的是反射信号的变化率($\Delta R/R$)和样品表面温度的变化量(ΔT)之间的比例几乎不变, 即 C_{th} 为常数。这是基于热反射原理的相关技术用作材料热表征的最基本假设。

3.18 比热容

质量为 1kg 的物体的温度使之上升 1K 所需的热量, 单位为焦耳每千克每开尔文(J/kgK)。

3.19 密度

材料单位体积的质量, 单位为千克每立方米(kg/m³)。

3.20 平均粗糙度(Ra)

在求值长度内相对于中间线来说, 表面轮廓高度偏差 $Z(x)$ 的平均值。

4 一般要求

4.1 试验人员

试验人员应掌握激光的使用方法并且经过培训上岗, 满足标准 GB/T 7247.14-2012 要求。试验人员应掌握液氮的使用, 符合 JB/T 6898-2015 标准要求。试验人员应全程佩戴激光护目镜, 护目镜防护满足 GB 30863-2014 标准。

4.2 环境要求

试验环境要求如下:

- a) 温度: 10℃~30℃;
- b) 相对湿度: 20%~70%;
- c) 避免震动剧烈的环境;
- d) 测试时样品避免外界环境光照。

5 方法原理

热反射原理: 材料表面温度变化导致复折射率的变化, 最终导致材料反射率变化。材料表面反射率变化($\Delta R/R$)和表面温度变化(ΔT)成比例, 比例系数称为热反射系数(C_{th}):

$$\frac{\Delta R}{R} = \left(\frac{1}{R} \frac{\partial R}{\partial T} \right) \Delta T = C_{th} \Delta T \quad (1)$$

泵浦-探测瞬态热反射使用一束脉冲激光对样品表面泵浦加热, 表面发生温度变化; 使用另一束连续激光探测表面反射率的变化, 根据热反射原理, 探测激光器间接探测到表面温度变化, 该温度变化背后暗含着材料热物性信息。基于瞬态热反射解析热传导模型, 通过非线性拟合算法对探测的温度变化信号进行拟合, 推导出材料未知热物性参数 (如热导率、界面热导等)。

6 测量设备组成

6.1 概述

测量装置需要集成多个部件, 包括: 泵浦加热光组件、探测光组件、光束引导组件、温度控制组件、信号接收组件、数据处理组件。如图 6-1 展示了瞬态热反射测量装置的基本构成, 实际应用中, 根据所使用的泵浦激光、探测激光、探测器等类型和型号, 对基本装置中的分光镜、扩束镜、滤光片、物镜、透镜、反射镜等部件的类型、性能和指标等进行设计选取。下面对各个组件和部件参数进行具体介绍。

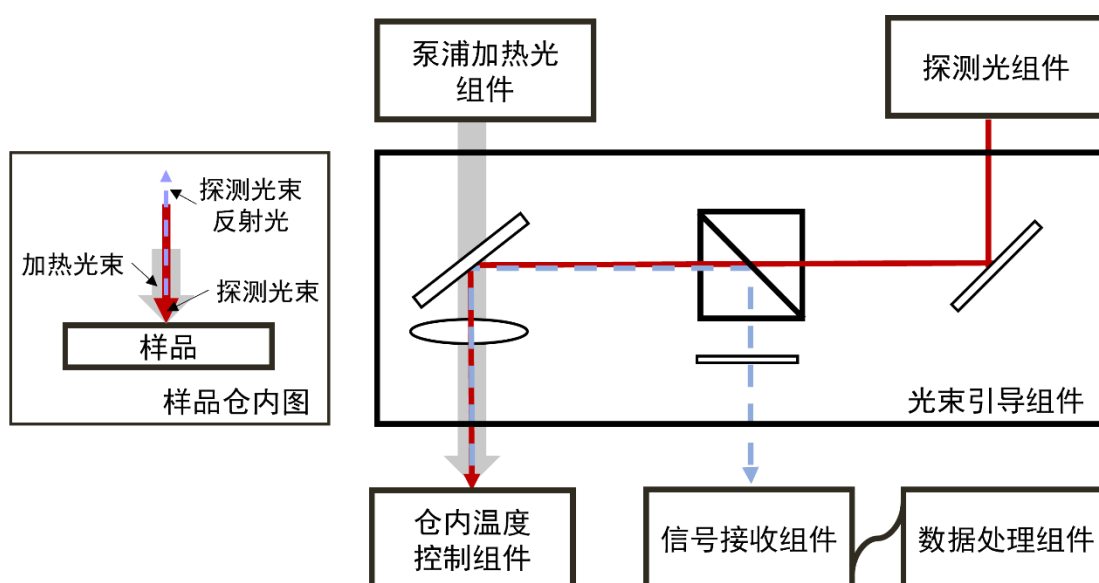


图 6-1 瞬态热反射测量装置基本构成

6.2 泵浦加热光组件

泵浦加热光组件包括泵浦激光器，以及用于控制脉冲激光光束直径大小的扩束镜等。使用泵浦激光器产生的脉冲光束对样品表面进行泵浦加热，使其表面产生温度变化。测量装置中，泵浦激光的波长可从紫外到红外波段进行选取，较适宜的选择范围为 300-1100 nm；泵浦激光的频率范围应控制在 100 kHz 以内，以确保脉冲激光加热过程中不会出现热累积效应，即单次脉冲所产生的热量在下一个脉冲到来之前完全耗散；为实现纳微米尺度薄膜测试，泵浦激光的脉宽在 100 皮秒(ps)到 10 纳秒(ns)之间选取，脉冲形状高斯状；激光光束的光强分布也为高斯状，圆度 >0.8 ，脉冲光束经扩束镜以及物镜聚焦后，照射在样品表面的激光光束直径控制在 $10\ \mu\text{m}$ 到 $2\ \text{mm}$ 之间。脉冲激光本身具备的脉冲能量至少为 $3.5\text{E}-6\ \text{J}$ ，其功率还可以通过分光镜或滤光片可进行调节。扩束镜放大倍率范围应为 2X-30X，物镜的放大倍率范围应为 2.5X-20X。所有光学部件都应适合泵浦激光波长，以及损伤阈值需高于激光最大能量密度，保证光学元件的适用性与较长的工作寿命。

6.3 探测光组件

探测光组件主要包括连续激光器，波长的选取根据测试时使用的金属传感层确定，例如选择金作为传感层时，探测光波长选择 532nm 或 480 nm；选择铝作为传感层时，用探测光波长选择 800nm 左右。选取原则是，在波长下具有较大 C_{th} ($>1\text{E}-4\ ^\circ\text{C}^{-1}$)及良好的热反射线性关系。

探测光束首先需保证其经物镜聚焦到样本表面后的光束直径应小于泵浦光束此刻照射在样品表面的光束直径的 1/5，所以探测光束在样品表面的光束直径应该在 $2\ \mu\text{m}$ 到 $50\ \mu\text{m}$ 之间。

6.4 光束引导组件

光路引导组件包括用于引导激光光路的反射镜、分光镜、二向色镜、物镜等光学部件，其组成光学部件需适合激光波长，以及损伤阈值需高于激光最大能量密度，保证光学元件的适用性与较长的工作寿命。通过光路引导组件，使得泵浦激光光束和探测激光光束共轴，并且二者光束中心在样品表面重合。探测激光光束的反射光可通过该组件引导至信号接收组件处被采集，探测激光反射信号最终被探测器与示波器接收。其他部件还包括用于过滤其它杂散光的滤光片，用于在样品表面聚焦泵浦激光与探测激光的物镜，以及用于聚焦探测激光反射光的透镜。物镜的聚焦倍数应根据经物镜聚焦后的泵浦激光以及探测激光光束直径选择，

二者光束直径已在 6.2, 6.3 进行了相关说明。

6.5 温度控制组件

温度控制组件包括高精度冷热台及相关控制软件。通过该组件可在样品仓内实现不同基准温度下的热物性测试。其温度控制精度优于 $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；温度控制波动应优于 $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，以保证测试稳定性。该组件控制的温度范围以及仓内气氛需保证待测金属不发生变化

6.6 信号接收组件

信号接收组件主要包括光电探测器以及相关光学组件。光电探测器用于将来自样品表面的探测激光反射光信号转换为电压信号。光电探测器的上升时间小于泵浦激光脉宽的 $1/3$ （带宽 $=0.35/\text{上升时间}$ ）。另外，光电探测器应对在 300 nm 到 1200 nm 范围内所选取的激光波长具有良好的响应，以硅基探测器为例，对 532 nm 波长响应度 $>0.2\text{ A/W}$ ，对 800 nm 波长响应度 $>0.4\text{ A/W}$ ，利用高阻抗负载的跨阻放大器的增益应 $\geq 10\text{ kV/A}$ 。信号接收过程还包括将光电探测器所测的电压信号转换成数字信号的示波器。示波器同样要求上升时间小于泵浦激光脉宽的 $1/3$ （带宽 $=0.35/\text{上升时间}$ ），且采样率大于 1 GSa/s ，波形平均次数大于 5000 次，分辨率优于 10 bit ，信号通道数大于等于 2 。示波器的测试时长需要设置小于 $1/10$ （ $1/\text{泵浦激光频率}$ ），通常为 $1\text{--}100\text{ }\mu\text{s}$ ，其它根据所需信号要求进行设置。

6.7 数据处理组件

数据处理组件主要包括电脑以及相关数据处理软件，详见第 7 部分数据分析。

7 数据分析

7.1 测试样品结构

在具有多层(大于等于 3 层)材料的结构中，为了避免拟合中过多未知物性/未知量的影响，需要对材料样品的多层结构进行合理分析。这里以三种不同的情形为例：1. 快体材料样品、2. 薄膜/衬底样品、3. 薄膜/薄膜/衬底样品。在样品表面制备金属薄膜后，三种不同的样品结构分别描述为：

- 1：金属层、金属-衬底界面和衬底层；
- 2：金属层、金属-薄膜界面、薄膜层、薄膜-衬底界面和衬底层；
- 3：金属层、金属-薄膜 1 界面、薄膜 1 层、薄膜 1-薄膜 2 界面、薄膜 2 层、薄膜 2-衬底界面和衬底层。

通常当薄膜层厚度小于 50 nm 时，这一层薄膜层及它上下的界面热导(阻)被视为一个整体界面热导(阻)，因为材料的比热和密度在较薄的厚度下不会影响拟合曲线。如下图所示，若薄膜 2 层厚度小于 50 nm ，则该结构应视为：金属层、金属-薄膜 1 界面、薄膜 1 层、薄膜 1-衬底界面和衬底层。

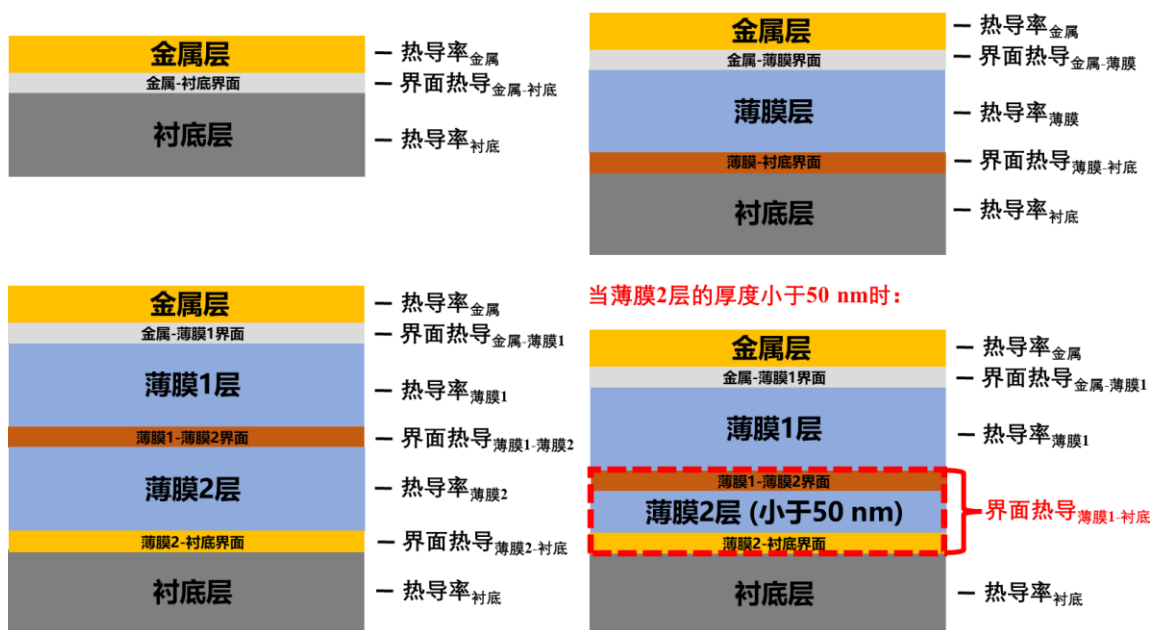


图 7-1. 金属/衬底(体材料)样品、金属/薄膜/衬底样品和金属/薄膜/薄膜/衬底样品的结构示意图

7.2 多层材料测试策略 (>5 层)

以七层结构为例，对于具有七层结构的材料：金属层、金属-薄膜 1 界面、薄膜 1 层、薄膜 1-薄膜 2 界面、薄膜 2 层、薄膜 2-衬底界面和衬底层。其中未知量有界面热导 $\kappa_{\text{金属-薄膜1}}$ 、热导率 $\kappa_{\text{薄膜1}}$ 、界面热导 $\kappa_{\text{薄膜1-薄膜2}}$ 、热导率 $\kappa_{\text{薄膜2}}$ 、界面热导 $\kappa_{\text{薄膜2-衬底}}$ 和热导率 $\kappa_{\text{衬底}}$ ，未知量有 6 个，不利于数据分析。采用分层测试策略减少分析的未知量个数，助力数据分析。如下图所示，即先测试衬底体材料，数据分析后得到界面热导 $\kappa_{\text{金属-衬底}}$ 和热导率 $\kappa_{\text{衬底}}$ 数据。再测试结构为金属层、金属-薄膜 2 界面、薄膜 2 层、薄膜 2-衬底界面和衬底层的材料，将得到的热导率 $\kappa_{\text{衬底}}$ 数据作为已知量用作数据分析，此时未知量为 3 个：界面热导 $\kappa_{\text{金属-薄膜2}}$ 、热导率 $\kappa_{\text{薄膜2}}$ 和界面热导 $\kappa_{\text{薄膜2-衬底}}$ ，数据分析后得到界面热导 $\kappa_{\text{金属-薄膜2}}$ 、热导率 $\kappa_{\text{薄膜2}}$ 和界面热导 $\kappa_{\text{薄膜2-衬底}}$ 数据。将热导率 $\kappa_{\text{薄膜2}}$ ，界面热导 $\kappa_{\text{薄膜2-衬底}}$ 和热导率 $\kappa_{\text{衬底}}$ 作为已知量用作七层结构的数据分析，最终未知量从 6 个减少为 3 个：界面热导 $\kappa_{\text{金属-薄膜1}}$ 、热导率 $\kappa_{\text{薄膜1}}$ 和界面热导 $\kappa_{\text{薄膜1-薄膜2}}$ 。对于更多层结构，以此策略类推。

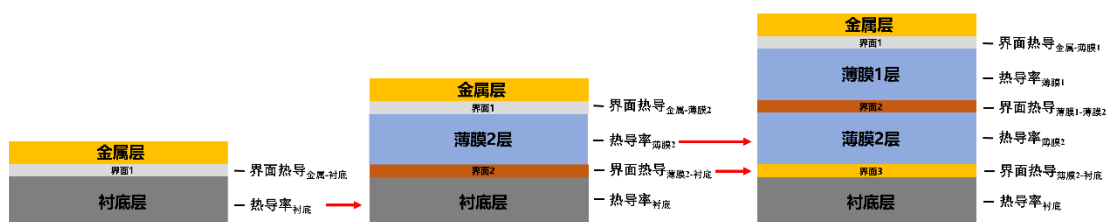


图 7-2. 多层材料测试策略

7.3 数据拟合

瞬态热反射测试是一个光生热、热再在多层材料中进行三维传导的过程。通过三维热传导方程进行描述，再通过拉普拉斯和汉克尔变换(Laplace and Hankel transforms)对方程进行求解，获得表面温升(ΔT)解析式：

$\varepsilon_1(r, z, t)$

$$= \frac{A_{abs}}{2\pi j} \int_{\sigma-j\omega}^{\sigma+j\omega} \exp(st) ds \left(\int_0^{\infty} \frac{1}{4\pi} \exp\left(-\frac{\omega_0^2 \beta^2}{8}\right) * \exp\left(\frac{s\left(\frac{h^2}{8 \ln 2} - 2t_m\right)}{2}\right) \operatorname{erfc}\left(\frac{s\frac{h}{2\sqrt{2 \ln 2}} - \frac{t_m}{\frac{h}{2\sqrt{2 \ln 2}}}}{\sqrt{2}}\right) \widehat{Z}_n \beta J_0(\beta r) d\beta \right) \quad (2)$$

$\varepsilon_I(0,0,t)$ ，即脉冲激光加热的中心位置材料表面的温升。对 $\varepsilon_I(0,0,t)$ 进行归一化，将瞬态温升除以整个时间段的温升最大值：

$$T(t) = \frac{\varepsilon_1(0,0,t)}{\varepsilon_{1MAX}(0,0,t)} \quad (3)$$

在这里，

t : 时间

$J_0(\beta r)$: 第一类贝塞尔函数

ω_0 : 脉冲激光在样品表面的 $1/e^2$ 半径

t_m : 脉冲激光达到最大值时的时间

h : 脉冲激光半高全宽

$\widehat{Z}_n$: 材料堆叠的热阻抗，可表示为：

$$\widehat{Z}_n = Z_n \frac{\widehat{Z}_{n-1} + Z_n \tanh(\gamma_n d_n)}{Z_n + \widehat{Z}_{n-1} \tanh(\gamma_n d_n)} \quad (4)$$

其中，

$$Z_i = \begin{cases} \infty & i = 1, \quad \text{假定第} n \text{层材料底部绝热} \\ \frac{1}{k_i \gamma_i} & i > 1 \end{cases} \quad (5)$$

$$\gamma_i = \sqrt{\frac{\rho_i c_i}{k_{z,i}} s + \frac{k_{r,i}}{k_{z,i}} \beta^2} \quad (6)$$

在这里，

ρ_i : 第 i 层材料的密度

c_i : 第 i 层材料的比热容

d_n : 第 n 层材料的厚度

$k_{z,i}$: 第 i 层材料的垂直方向热导率

$k_{r,i}$: 第 i 层材料的水平方向热导率

(β, s) : 空间和时间频域

上述模型表达了材料表面温升受激光参数（脉冲激光脉宽、脉冲激光光束 $1/e^2$ 直径、脉冲激光达到最大值时的时间）和材料物性参数（热导率、界面热导、比热容、密度、厚度）决定。其中，一些参数可以通过文献或者测量获取；剩下的参数作为未知量，通过将模型曲线和测试曲线进行拟合获取。一般而言，除金属层外其他层的热导率和层与层之间的界面热导（阻）是未知量，剩下的影响温升的参数都是已知量，已知量的获取方式见 7.4。

拟合采用最小二乘法(全局优化算法 Global Optimization、列文伯格-马夸尔特算法 Levenberg-Marquardt、信赖域算法 Trust-Region 等非线性拟合方法)，根据已经被测定的归一化温度变化曲线的数据 $T_I(t_i)$ 和归一化温度变化曲线的理论公式 $T(t_i, k)$ 的残差的二乘和 E ，使其最小可将 k 算出。

$$E = \sum_{i=1} [T_1(t_i) - T(t_i, k)]^2$$

(7)

这里，

k : 热导率 (W/mK)

TBC : 当层的热容量趋于 0 时，假设界面具有极小厚度 d ，界面热导 TBC 根据 k/d 得到。具体分析过程中，给定一个较小厚度 d ，厚度 d 范围在 1-50nm，对 k 进行拟合； d 的变化不影响 k 的拟合，不影响最终 TBC 。

t : 时间

$T(t_i, k_i)$: 归一化温度变化理论曲线的理论公式

E : 归一化温度变化曲线的测定数据和理论公式的残差的二乘和

7.4 已知参数获取

已知参数包含激光参数和已知的材料物性参数。

所有激光参数均为已知参数，具体获取方式见下表。

表 7-1 激光参数表

激光参数	获取来源
脉冲激光脉宽 h	光电探测器+示波器测量
脉冲激光光束 $1/e^2$ 直径	光束轮廓仪测量
脉冲激光达到最大值时的时间 t_m	光电探测器测量+示波器测量

已知的材料物性参数包含各层材料的比热容、密度、厚度以及金属层的热导率，通常其他层材料热导率(k_{i-r} , k_{i-z})和界面热导(TBC_{i-i+1})为未知量已知的材料物性参数具体获取方式见表 7-2 和 7-3。

表 7-2 金属-衬底材料物性参数表

材料物性 获取来源 材料层	垂直方向热 导率 k_z W/m*K	水平方向 热导率 k_r W/m*K	比热容 c J/kg*K	密度 ρ kg/m ³	厚度 d nm
第一层金属层 (Au/Al)	文献/ GB/T 3651-2008/ 四点探针法		文献/差式 扫描量热 法 GB/T 19466.4- 2016	文献/X 射 线反射法 GB/T 36053-2018	轮廓仪 GB/T 11378-2005 /原 子力显微镜 GB/T 36969- 2018 / 扫描电 镜 GB/T 31563- 2015/ X 射线反 射法 GB/T 36053-2018
第二层界面层					扫描电镜 GB/T 16594-2008
第三层衬底					GB/T 20307- 2006/ X 射线反 射法 GB/T 36053-2018

表 7-3 金属-薄膜-衬底材料物性参数表

材料物性 获取来源 材料层	垂直方向热 导率 k_z W/m*K	水平方向 热导率 k_r W/m*K	比热容 c J/kg*K	密度 ρ kg/m ³	厚度 d nm
第一层金属层 (Au/Al)	文献/GB/T 3651-2008/ 四点探针法		文献/差式 扫描量热 法 GB/T 19466.4- 2016	文献/X 射 线反射法 GB/T 36053-2018	轮廓仪 GB/T 11378-2005 /原 子力显微镜 GB/T 36969- 2018 / 扫描电 镜 GB/T 31563- 2015/ X 射线反 射法 GB/T 36053-2018
第二层界面层					扫描电镜 GB/T 16594-2008
第三层薄膜层					GB/T 20307-
第四层界面层					2006/ X 射线反 射法 GB/T
第五层衬底层					36053-2018

注：附录 B 给了一些半导体材料的常温下的比热容和密度作为参考
表 7-2 和 7-3 中的四点探针法参考 R. Brandt and G. Neuer, “Electrical resistivity and thermal conductivity of pure aluminum and aluminum alloys up to and above the melting temperature,” Int. J. Thermophys. 28(5), 1429–1446 (2007).

7.5 误差计算

误差计算采用蒙特卡诺误差统计法。假设除需拟合的参数外，其他受控参数（激光参数和已知的材料物性参数）围绕其值呈正态分布，不确定度为 2σ ，置信度为 95%。激光参数包含脉冲激光脉宽和脉冲激光光束 $1/e^2$ 直径，这些参数可以通过 7.4 提到的方式测量获取。其不确定度由实际测量误差确定。已知的材料物性参数包含各层材料已知的比热容、密度、厚度或热导率，这些参数可以通过 7.4 提到的方式获取。通过测量获取的参数不确定度由实际测量误差确定，通过文献获取的参数不确定度由文献统计误差确定。然后从受控参数分布中随机选择，用分析模型重复拟合同一组瞬态 ≥ 1000 次，得出新的拟合参数分布。因此，可以根据拟合参数分布的 2σ 确定拟合参数的不确定性。

8 实验程序

8.1 样品准备

测试样品的形状无明确要求，以规则形状最好。测试样品的尺寸需大于测试所用泵浦激光光束直径的两倍。

8.2 样品表面平均粗糙度(Ra)

待测样品的表面粗糙度 Ra 应在 50 nm 以下。

8.3 样品表面金属薄膜制备

制备金属薄膜前应对衬底表面进行清洗。样品表面金属薄膜的种类包括金和铝等，其

中金薄膜直接沉积在大多数衬底表面时由于结合力较差会导致较大的热阻，因此通常制备金薄膜时会在衬底表面先制备一层厚度为 2-10 nm 的铬或钛薄膜。为使金属薄膜较为均匀且致密，通常采用高真空度($<5 \times 10^4$ Pa)下的物理沉积方法，如热蒸发、电子束蒸发和磁控溅射等。

8.4 信号测试

信号测试的步骤，如下所示：

- 固定样品，打开连续激光器、光电探测器和示波器；
- 通过控制位移控制台的 x、y、z 方向，使探测光聚焦到样品待测区域表面；
- 打开泵浦激光，示波器上的测试信号形式如图 8-1。其中示波器直流信号 $DC=V_0$ ，示波器交流信号 $AC=V(t)-V_0$ ，示波器归一化信号形式如图 8-1 所示，其归一化公式为：

$$\text{normalize} = \frac{V(t) - V_0}{\text{Max}(V(t) - V_0)} \quad (8)$$

在这里，

$V(t) - V_0$ ：示波器交流信号；

$\text{Max}(V(t) - V_0)$ ：示波器交流信号最大值。

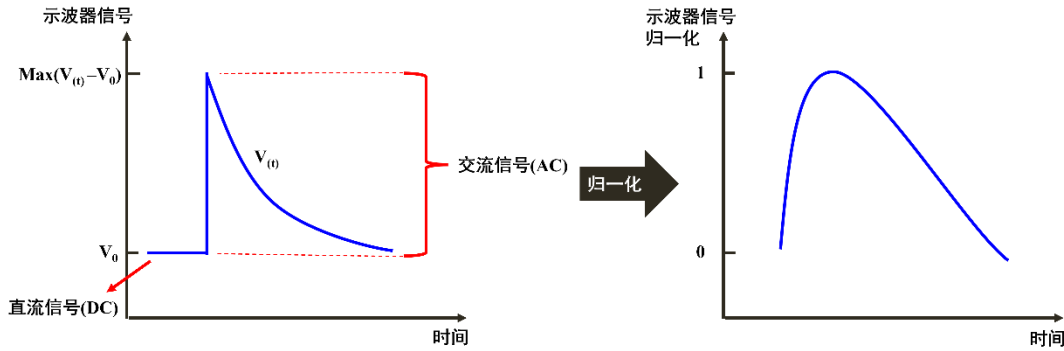


图 8-1. 测试信号与归一化处理

为保证测试满足热反射基本原理(即公式(1)所描述线性关系)，需对泵浦激光功率进行选择。可通过两种方法进行选择：1.使用多个不同泵浦功率进行测试(注意功率不能烧毁金属表面)，将探测反射光信号归一化后比较，在一定功率下测得归一化曲线相同即说明测试的曲线都满足线性关系，理论上可选取归一化曲线重合的任意曲线进行后续热物性分析；2.在一定泵浦功率下测试，在测试信号基础上计算

$$P_{\text{signal}} = \text{Max}(V(t) - V_0)/V_0 \quad (9)$$

该值在一定范围内保证线性关系，测试金薄膜时， P_{signal} 应小于 0.02，测试铝薄膜时， P_{signal} 应小于 0.014。这种限定下，泵浦激光功率的选取与泵浦激光脉宽（全宽）、光束直径大小、重复频率以及样品有关，金或铝薄膜样品表面平均能量密度范围大致标准可参考附录 A 中表格。

- 温度变化曲线的测得：

根据如 6.1 所示瞬态热反射测量装置，以泵浦加热用的脉冲光的照射时间为基准，测定温度变化曲线。温度变化曲线测定时间的范围是信号最大点 t_0 前面的时间，能够记录温度变化曲线最长的时间范围是到泵浦加热用的脉冲光的脉冲间隔为止，一般情况下记录 1 – 100 μs 。

- 数据处理：

将所测得的温度变化曲线归一化后，进行第 7 部分数据处理。

8.5 不同基准温度测试

利用温度控制组件对样品仓内温度进行控制与测定，并重复 8.4 信号测试等测试程序，获取不同基准温度下实验数据，进而实现在不同基准温度下对样品进行相关热物性测试与分析。

9 样品测试报告

泵浦-探测瞬态热反射检测方法的样品检测报告，包括：

9.1 样品信息

列出测试样品的结构图及每层样品厚度、密度、比热等信息

9.2 待测参数

根据测试需求，确定需拟合热物性的材料和界面

9.3 测试信息

泵浦激光、该测试所用到的探测激光以及所有激光的参数和对应的光束直径大小等内容。

金属镀膜方法，包括测量的金属薄膜厚度。如需进行变温测试或扫描测试，给出测试的温度变化范围。

9.4 数据拟合

拟合曲线，以及需要用到所测材料的比热、密度、热导率和厚度等信息。应以表格的形式给出上述所有信息并注明数据来源。

依次给出每个样品的测试结果，包括热导率和界面热导（阻）；每个样品至少有 5 个以上的随机测试点（如样品不均匀则增加测试点），给出所有随机测试点的热物性测试均值和方差。

9.5 误差分析

总结蒙特卡洛误差分析的结果作为误差分析结果。

9.6 特别事项

包括与此测试报告规格规定不一致的事项，测试人和委托测试人之间已经协定了的事项，以及其他必要事项。

附录 A 泵浦光照射在样品表面上的平均功率选择的大致标准

测试过程中，照射在金属薄膜表面的泵浦激光平均能量密度(J/cm²)计算公式如下：

$$E = \frac{4P_a}{f_p * \pi \omega^2}$$

其中， P_a 为泵浦激光平均功率，单位为 W；

f_p 为泵浦激光频率，单位为 Hz；

ω 为脉冲激光照射在样品表面上的光束直径，单位为 cm。

通常情况下，测试过程中泵浦激光功率选取与示波器交流信号的最大值和示波器直流信号的比值 P_{signal} 有关：在测试金薄膜时， P_{signal} 应 ≤ 0.02 ；在测试铝薄膜时， P_{signal} 应 ≤ 0.014 。下表为对于泵浦光照射在金或铝薄膜样品表面上的平均功率选择的大致标准：

表 A1：对于金-衬底结构，衬底热导率大致为 150 W/mK，界面热导在 20-300 MW/m²K 变化，其照射在金薄膜表面的激光平均能量密度上限：

样品表面平均能量密度(J/cm ²)		脉宽全宽(ns)				
		0.5	1	3	7	10
金与衬底之间界面热导(MW/m ² K)	20	1.30E+4	1.37E+4	1.57E+4	2.15E+4	2.61E+4
	100	1.72E+4	1.86E+4	2.54E+4	4.16E+4	5.47E+4
	200	2.08E+4	2.29E+4	3.31E+4	5.67E+4	7.49E+4
	300	2.33E+4	2.59E+4	3.84E+4	6.60E+4	8.66E+4

表 A2：对于金-衬底结构，金与衬底之间界面热导大致为 100 MW/m²K，衬底热导率在 5-280 W/mK 变化，其照射在金薄膜表面的激光平均能量密度上限：

样品表面平均能量密度(J/cm ²)		脉宽全宽(ns)				
		0.5	1	3	7	10
衬底热导率(W/mK)	5	1.53E+4	1.62E+4	1.94E+4	2.67E+4	3.23E+4
	30	1.64E+4	1.76E+4	2.28E+4	3.47E+4	4.41E+4
	120	1.71E+4	1.85E+4	1.19E+5	4.07E+4	5.31E+4
	280	1.74E+4	1.88E+4	2.60E+4	4.35E+4	5.76E+4

表 A3：对于铝-衬底结构，衬底热导率大致为 150 W/mK，界面热导在 20-300 MW/m²K 变化，其照射在铝薄膜表面的激光平均能量密度上限：

样品表面平均能量密度(J/cm ²)		脉宽全宽(ns)				
		0.5	1	3	7	10
铝与衬底之间界面热导(MW/m ² K)	20	2.41E+4	2.53E+4	2.93E+4	4.00E+4	4.93E+4
	100	3.19E+4	3.46E+4	4.79E+4	8.05E+4	1.07E+5
	200	3.90E+4	4.28E+4	6.42E+4	9.69E+4	1.53E+5
	300	4.45E+4	4.96E+4	7.65E+4	1.36E+5	1.82E+5

表 A4：对于铝-衬底结构，金与衬底之间界面热导大致为 100 MW/m²K，衬底热导率在 5-280 W/mK 变化，其照射在铝薄膜表面的激光平均能量密度上限：

样品表面平均能量密度		脉宽全宽(ns)				
------------	--	----------	--	--	--	--

T/CSMT-00*—20xx

度(J/cm ²)		0.5	1	3	7	10
衬底热导 率 (W/mK)	5	2.89E+4	3.07E+4	3.79E+4	5.41E+4	6.69E+4
	30	3.08E+4	3.32E+4	4.40E+4	6.93E+4	8.92E+4
	120	3.17E+4	3.44E+4	4.73E+4	7.89E+4	1.04E+5
	280	3.20E+4	3.48E+4	4.87E+4	8.33E+4	1.11E+5

附录 B 半导体材料的常温下的比热容和密度作为参考

	比热容 c J/kg*K	密度 ρ kg/m ³
Au	129	19300
Al	897	2700
Al ₂ O ₃	778	3980
GaN	430	6150
Ga ₂ O ₃	485	5880
Si	700	2200
SiC	690	3260
GaAs	330	5320
Diamond	520	3515
AlN	600	3230
Ge	310	5323
GaP	430	4140
InAs	250	5680
GaSb	250	5610
InSb	200	5770
InP	310	4810
InN	320	6810
.....		

附录 C 一种单探测激光泵浦-探测瞬态热反射测试系统

单探测激光泵浦-探测瞬态热反射测试系统，波长为 532 nm 或 785 nm。当波长设计为 532nm 时，用于表面具有金薄膜的样品测试；当波长设计为 785nm 时，用于表面具有铝薄膜的样品测试。

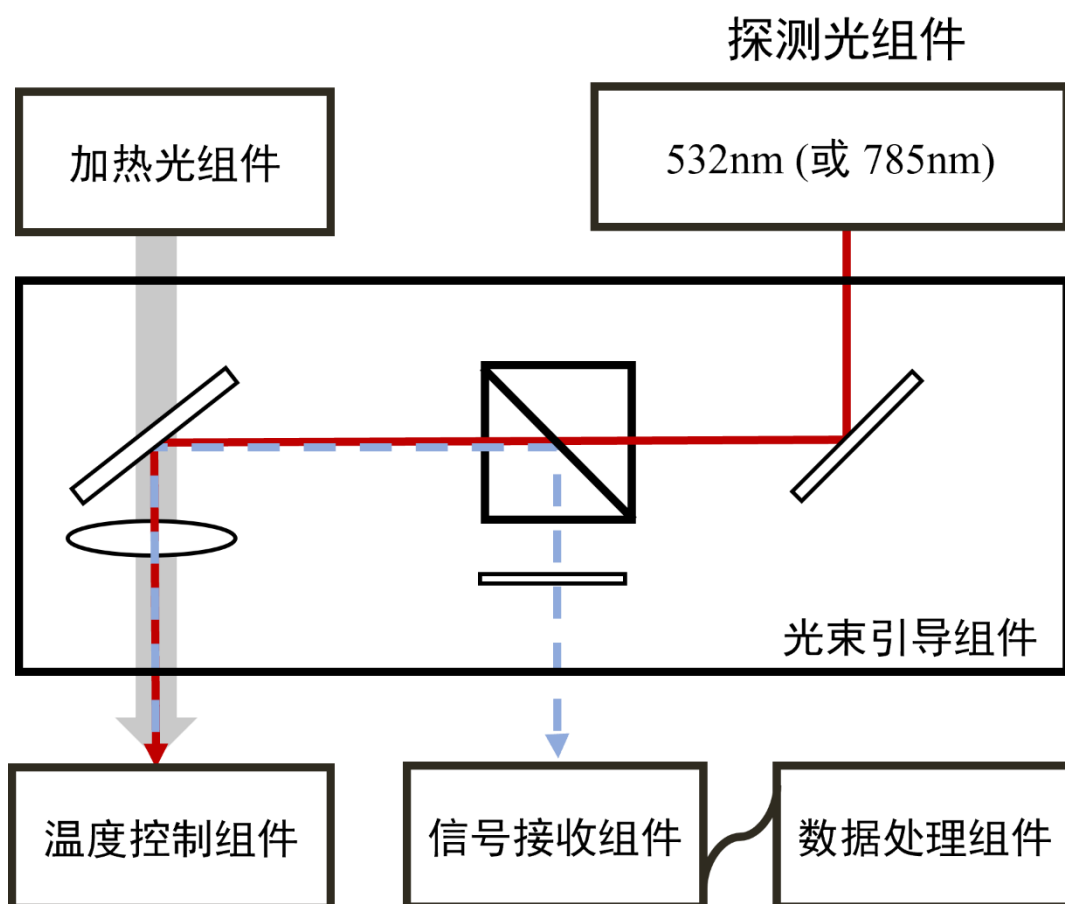


图 C. 一种应用于表面具有金薄膜(或铝薄膜)样品的单探测激光泵浦-探测瞬态热反射测试系统

附录 D 一种多探测激光泵浦-探测瞬态热反射测试系统

多探测激光泵浦-探测瞬态热反射测试系统，波长为 532 nm 和 785 nm 的连续激光同时作为探测激光，实现金薄膜和铝薄膜样品切换测试。

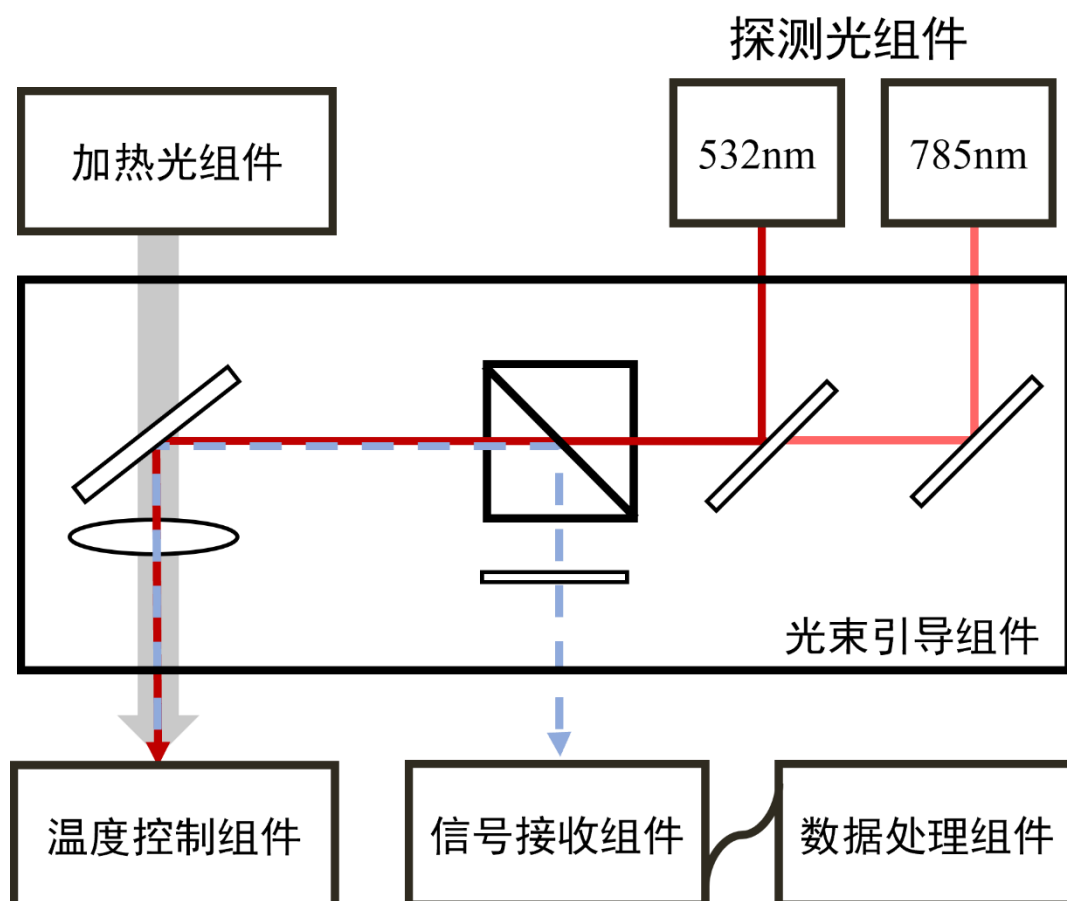


图 D. 一种应用于表面具有金薄膜和铝薄膜样品的多探测激光泵浦-探测瞬态热反射测试系统