

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 935 137**

21 Número de solicitud: 202130821

51 Int. Cl.:

G01K 17/00 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

01.09.2021

43 Fecha de publicación de la solicitud:

01.03.2023

71 Solicitantes:

**CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES
CIENTÍFICAS (CSIC) (100.0%)
C/ Serrano, nº 117
28006 Madrid (Madrid) ES**

72 Inventor/es:

**REPARAZ, Juan Sebastian y
CAMPOY-QUILES, Mariano**

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

54 Título: **EQUIPO Y MÉTODO PARA LA OBTENCIÓN DE UN TENSOR DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA EN MATERIALES ISÓTROPOS Y ANISÓTROPOS**

57 Resumen:

Equipo y método para la obtención de un tensor de conductividad térmica en materiales isótropos y anisótropos que comprende un primer láser de bombeo, un segundo láser sonda, con una longitud de onda menor; un transductor, un conjunto de divisores de haz dispuestos para unir los haces de los láseres en un eje óptico común; un elemento de difracción óptica (DOE), configurado para convertir mediante difracción un haz con distribución Gaussiana en un haz con forma de línea con distribución de intensidad uniforme en el eje longitudinal y distribución Gaussiana en el eje transversal; un detector balanceado, configurado para recibir la reflexión de los haces y una muestra del haz de láser sonda, calculando la diferencia entre ambos, un amplificador tipo "lock-in", que recibe una señal modulada en frecuencia que refleja las oscilaciones térmicas de la superficie de la muestra y se usa para obtener el tensor de conductividad térmica.

ES 2 935 137 A1

DESCRIPCIÓN

**EQUIPO Y MÉTODO PARA LA OBTENCIÓN DE UN TENSOR DE CONDUCTIVIDAD
TÉRMICA EN MATERIALES ISÓTROPOS Y ANISÓTROPOS**

5

OBJETO DE LA INVENCION

La presente invención se enmarca dentro del campo de los sistemas y métodos para la caracterización térmica de materiales. En particular, se centra en la obtención simplificada del tensor de conductividad térmica en distintos tipos de materiales, de tipo isótropo y anisótropo.

Un objeto de la presente invención es un equipo destinado a producir una respuesta térmica en una muestra de material de la cual se desea extraer el tensor de conductividad térmica, de modo que se puede caracterizar la muestra a partir de la respuesta térmica que provoca el equipo de la invención.

Otro objeto de la invención es un método para la determinación del tensor de conductividad en materiales isótropos y anisótropos que permite la simplificación en el procesamiento de datos obtenidos y, por tanto, la reducción en el consumo de recursos, en la complejidad del cálculo y en el tiempo necesario para obtener la respuesta al análisis térmico realizado.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

25

El estudio de la anisotropía térmica en sólidos ha atraído considerable atención científica y tecnológica en los últimos años. La habilidad de controlar el transporte de calor a través de anisotropía térmica intrínseca o provocada, tiene el potencial de abrir nuevas rutas para desarrollar conceptos novedosos hacia la manipulación inteligente de calor.

30

En los materiales térmicamente anisótropos, dicha anisotropía queda evidenciada por los distintos elementos del tensor de conductividad (κ_{ij}), dando pie a la ley de Fourier en forma tensorial:

$$q_i = \kappa_{ij} \left(\frac{\partial T}{\partial x_j} \right)$$

donde q_i son cada uno de los componentes del vector flujo de calor, T es la temperatura y x_j es la coordenada espacial.

5 Algunas soluciones actuales en el campo de la técnica están relacionadas con variaciones del método 3-omega, las cuales permiten obtener las componentes del tensor de conductividad (κ_{ij}).

10 Estas soluciones se caracterizan por el uso como fuente de calor de una línea larga y estrecha en lugar de un punto, por lo que la principal diferencia con otros métodos conocidos es la geometría de la fuente de calor, que en este caso es una línea.

15 La principal ventaja de hacer uso de una fuente de calor en forma de línea delgada y alargada en lugar de una fuente de calor puntual es que proporciona sensibilidad térmica sólo en dos direcciones cristalográficas debido a que la fuente de calor se extiende en una dirección (1D), haciendo que la distribución de temperatura en la dirección longitudinal en la que se extiende la fuente de calor sea uniforme. Ésta característica simplifica considerablemente el proceso de análisis, ya que no existe flujo de calor en una de las direcciones, reduciendo así la dimensión del problema.

20 Sin embargo, las soluciones conocidas también comprenden numerosos inconvenientes, como por ejemplo, la necesidad de depositar contactos eléctricos sobre la muestra; además, se incorporan dificultades técnicas en el estudio de conductores eléctricos ya que el transductor que se coloca sobre la muestra ha de estar aislado eléctricamente de la muestra por medio de una capa de material aislante para evitar fugas de corriente desde el transductor hacia la muestra (en este caso eléctricamente conductora).

30 Otras soluciones se caracterizan por permitir la obtención de las componentes del tensor de conductividad (κ_{ij}) sin contacto entre la fuente de calor y la muestra, usando elementos ópticos en lugar de resistencias eléctricas. Un ejemplo sería la técnica de termorefectancia resuelta en tiempo.

35 Dichas soluciones, están basadas en fuentes de calor puntuales y focalizadas, con una distribución Gaussiana en el plano de la muestra. Así, aunque se pueden obtener las componentes del tensor de conductividad (κ_{ij}), el cálculo necesario para obtenerlas

resulta considerablemente más complejo, haciendo necesario conocer con precisión la distribución espacial de intensidad de la fuente de calor (puntual, en este caso).

Como se puede observar, las soluciones del estado de la técnica presentan numerosos inconvenientes, como la complejidad en el estudio de materiales conductores eléctricos, así como la complejidad en la obtención de los componentes del tensor de conductividad (κ_{ij}) cuando la fuente de calor es puntual o elíptica. Por tanto, se hace necesario el desarrollo de una solución que permita solucionar los problemas del estado de la técnica identificados.

5
10

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCIÓN

El objeto de la presente invención es un equipo y un método para la obtención de las componentes del tensor de conductividad (κ_{ij}) en materiales isótropos y anisótropos.

15

En este sentido, la presente invención aprovecha la simplificación en el análisis de los resultados experimentales para obtener las componentes del tensor de conductividad (κ_{ij}) debida al uso de una fuente de calor lineal alargada y estrecha, en lugar de una fuente de calor puntual, al mismo tiempo que se evita la complicación de hacer uso de conductores eléctricos, sustituyéndolos por una fuente de calor óptica, sin contacto, de tipo láser.

20

El equipo y el método de la invención son aplicables para materiales isótropos y anisótropos, y para láminas delgadas.

25

El método de la invención hace uso de la misma geometría que el método 3-omega, y en lugar de usar un resistor eléctrico se hace uso de un haz láser focalizado que define una fuente de calor en forma de línea homogénea en intensidad, alargada y estrecha. Esto permite beneficiarse de las ventajas de la geometría de la fuente de calor como el uso del método de pendiente ("slope method"), usado en el método 3-omega, para determinar la conductividad térmica.

30

Las ecuaciones obtenidas son aplicables a volúmenes, muestra multicapa y láminas delgadas.

35

El equipo y el método de la invención permiten obtener las componentes del tensor de conductividad (κ_{ij}) de una muestra por medio de la aplicación de una fuente de calor en forma de línea alargada (≈ 1 mm) y estrecha (≈ 10 μ m), que es similar a la usada en el método 3-omega, donde un resistor metálico con dicha forma es depositado sobre la superficie de la muestra, y es usado como fuente de calor y termómetro. Sin embargo, en la invención la fuente de calor es ópticamente definida por medio de la focalización de un láser de tipo Gaussiano, en forma de línea con una distribución de potencia uniforme, la cual es obtenida por medio de una reconstrucción difractiva del perfil del haz, por medio de un elemento de difracción óptica (DOE).

10

La distribución de intensidad a lo largo de la línea definida por el haz láser es prácticamente uniforme (perfil tipo sombrero plano), mientras que es de tipo Gaussiana en la dirección perpendicular.

15 Un primer objeto de la invención es un equipo para obtener las componentes de dicho tensor de conductividad térmica en una muestra de material isótropo o anisótropo.

El equipo comprende, en primer lugar, un láser de bombeo, que genera un haz de luz monocromático, cuya intensidad es controlada mediante un generador de onda y, también, un segundo láser sonda, con longitud de onda diferente al láser de bombeo, que se utiliza para medir la temperatura en la superficie de la muestra.

20

Los haces láser, de bombeo y sonda, son dirigidos hacia un conjunto de divisores de haz y uno o más espejos dicróicos, dispuestos para ambos haces en un eje óptico común, formando un haz combinado de bombeo y sonda que se enfoca en la superficie de la muestra.

25

El equipo también comprende el elemento de difracción óptica (DOE), configurado para homogeneizar la intensidad de los haces, convirtiendo, mediante difracción, un haz con distribución espacial de intensidad Gaussiana, en un haz con forma de línea con distribución de intensidad uniforme en el eje longitudinal y distribución Gaussiana en el eje transversal.

30

A continuación, el haz láser combinado es enfocado en la superficie en la muestra, preferiblemente tras pasar a través de una o más lentes acromáticas y un transductor, preferiblemente una capa homogénea y fina de espesor conocido (típicamente hecho

35

de oro). El haz láser sonda es parcialmente reflejado en la superficie de la muestra. Las características de dicho haz reflejado dependerán de la muestra, del transductor, así como del haz, de la potencia y frecuencia del láser de bombeo y su interacción con la muestra (por ejemplo, a través de lo que el haz de bombeo consiga calentar la muestra).

5

El haz sonda reflejado en la muestra se dirige hacia un detector, preferiblemente balanceado, por medio de varios divisores de haz y espejos. Dicho detector también recibe una muestra del haz de laser sonda, y calcula la diferencia entre ambos con el propósito de reducir el ruido intrínseco del láser sonda.

10

El resultado de dicha operación se proporciona a un amplificador tipo "lock-in", que recibe una señal modulada en frecuencia que refleja las oscilaciones térmicas de la superficie de la muestra. El voltaje amplificado se detecta utilizando el amplificador tipo "lock-in", el cual esta sincronizado en frecuencia con el generador de onda utilizado para controlar el láser de bombeo.

15

Asimismo, el equipo también puede comprender uno o más expansores de haz, configurados para ajustar de forma precisa las dimensiones y la distribución de potencia de los láser de bombeo y sonda.

20

Preferiblemente, también se dispone un filtro de corte (del inglés, "notch filter") en la entrada de los haces hacia el detector con el propósito de seleccionar que haz (bombeo o sonda) es detectado.

25

Asimismo, el equipo puede comprender al menos un filtro de señal continua DC situado en la entrada del amplificador tipo "lock-in" para obtener una señal dependiente del tiempo.

30

La invención también se refiere a un método para la obtención del tensor de conductividad térmica en materiales isótropos y anisótropos que comprende las etapas de:

- proveer un haz láser de bombeo
- proveer un haz láser sonda
- combinar ambos haces en un único haz combinado;

35

- homogeneizar la intensidad de los haces por medio de un elemento de difracción óptica (DOE) convirtiendo mediante difracción un haz con distribución Gaussiana, en un

haz con forma de línea con distribución de intensidad uniforme en el eje longitudinal y distribución Gaussiana en el eje transversal;

- dirigir ambos haces hacia la muestra (10) que se quiere estudiar;
- redirigir la reflexión de los haces tras impactar en la muestra hacia un detector,
5 preferiblemente balanceado;
- recibir una muestra del haz de laser sonda en el detector,
- calcular la diferencia entre ambos; y
- amplificar la señal mediante un amplificador tipo "lock-in", modulando la señal del haz láser de bombeo (1), mediante la sincronización en frecuencia del amplificador
10 (11) con el generador de onda (3) que controla el láser de bombeo (1); y
- obtener una señal de la respuesta térmica de la muestra y procesarla mediante un módulo de procesamiento configurado para llevar a cabo los pasos de:
 - o obtener un modelo de ecuación de calor a oscilaciones de temperatura (T_w) en la superficie de un medio semiinfinito bajo excitación armónica;
 - 15 o aplicar una convolución con la distribución de potencia Gaussiana de la fuente de calor; y
 - o ponderar la expresión obtenida con la distribución Gaussiana de intensidad del láser sonda, mediante la convolución aplicada para los láseres de bombeo (1) y sonda (2).

20

En el caso de que la muestra que se desea analizar sea anisotrópica, el método puede comprender además un paso de rotación secuencial, en el plano de la muestra, es decir, la superficie de la muestra por donde se ilumina, de la muestra en fracciones de 1° con el propósito de obtener los elementos del tensor de conductividad térmica.

25

El método de la invención se puede aplicar en dos o más orientaciones cristalográficas de la muestra fuera del plano de la muestra, repitiendo los pasos descritos.

El método de la invención puede aplicarse en varios casos:

30

1. Sustrato isotrópico. La solución se obtiene mediante integración numérica y es válida para todo el rango de frecuencia siempre que el sustrato pueda considerarse semi-infinito.
2. Sustrato isotrópico ($|q|^{-1} \gg \sigma$). La solución es válida cuando la profundidad de penetración térmica ($|q|^{-1}$) es mucho mayor que la anchura, σ , de la fuente de calor Gaussiana. La conductividad térmica se obtiene por medio del método de la pendiente ("slope method") con $\kappa = P_p / [2\pi I_p (\partial T / \partial \ln(f))]$.

35

3. Sustrato anisótropo. La solución se obtiene mediante integración numérica y es válida para todo el rango de frecuencias siempre que el sustrato pueda considerarse semi-infinito.
4. Sustrato anisótropo ($|q|^{-1} \gg \sigma$). La solución es válida cuando la profundidad de penetración térmica ($|q|^{-1}$) es mucho mayor que la anchura σ de la fuente de calor Gaussiana. La conductividad térmica se obtiene por medio del método de pendiente ("slope method") con $\kappa = P_p / [2\pi l_p (\partial T / \partial \ln(f))]$, y está relacionado con los componentes: $\kappa_{\text{eff}} = \sqrt{\kappa^{\perp} \kappa^{\parallel}}$
5. Láminas delgadas en un sustrato. La solución es válida cuando la conductividad térmica del sustrato es mayor que la conductividad térmica de la lámina delgada (κ_{TF}). $\kappa_{\text{sustrato}} \geq 10\kappa_{\text{TF}}$.

La eficiencia de la metodología aplicada se demuestra con el cálculo del tensor de conductividad (κ_{ij}) en materiales isotropos, como un volumen de cristal, Germanio (Ge) y Silicio (Si), así como en el caso de una lámina delgada de óxido de silicio (SiO_2/Si). Asimismo, se han realizado pruebas con materiales anisótropos como $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$, donde se muestra que haciendo uso del método de la invención se reduce el procesamiento y modelado de datos, manteniendo al mismo tiempo una alta precisión, por debajo del 5% de error.

20

DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

Para complementar la descripción que se está realizando y con objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características de la invención, de acuerdo con un ejemplo preferente de realización práctica de la misma, se acompaña como parte integrante de dicha descripción, un juego de dibujos en donde con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado lo siguiente:

Figura 1.- Muestra un esquema de la distribución de intensidad en el haz láser que se usa como fuente de calor en el método de la invención.

Figura 2a.- Muestra los resultados del cálculo numérico para la parte real (Re) e imaginaria (Im) de la amplitud de las oscilaciones de temperatura obtenidas con el método de la invención para el caso de Vidrio/Au (volumen de vidrio + 60 nm Au) comparado con los resultados que se obtendrían si el perfil transversal del haz lineal fuese cuadrado en vez

35

de Guassiano (lo que correspondería con el método 3-omega donde el ancho viene dado por el ancho del resistor).

5 Figura 2b.- Muestra los resultados del cálculo numérico para la parte real (Re) e imaginaria (Im) de la amplitud de las oscilaciones de temperatura obtenidas con el método de la invención para el caso de Si/Au (Volumen de Si; 60 nm Au), y Si/SiO₂/Au (Volumen de Si; 285 nm SiO₂; 60 nm Au) comparado con los resultados que se obtendrían con un haz de perfil transversal cuadrado (equivalente al método 3-omega).

10 Figura 3.- Muestra una configuración preferente del equipo de la invención para la obtención del tensor de conductividad (κ_{ij}).

15 Figura 4a.- Muestra las medidas experimentales de la amplitud de las oscilaciones de temperatura en función de la frecuencia de modulación para el caso de sustrato de vidrio.

Figura 4b.- Muestra las medidas experimentales de la amplitud de las oscilaciones de temperatura en función de la frecuencia de modulación para el caso de sustrato de Silicio, Germanio y una película delgada de SiO₂/Si de 285 nm de espesor.

20

Figura 5.- Muestra la respuesta del aumento de temperatura en función de la frecuencia de modulación para dos direcciones perpendiculares para un sustrato de β -Ga₂O₃.

25 Figura 6.- Muestra un diagrama polar de la conductividad térmica en el plano para una muestra de β -Ga₂O₃ en función del ángulo de rotación en pasos de 10°.

Figura 7a.- Muestra un una imagen óptica polarizada de trozo de cinta Kapton a analizar por el sistema y el método de la invención.

30 Figura 7b.- Muestra la conductividad térmica en el plano en función del ángulo de rotación para un trozo de cinta de Kapton.

REALIZACIÓN PREFERENTE DE LA INVENCION

35 A continuación se describe, con ayuda de las figuras, algunos ejemplos de realización de la presente invención.

El método de la invención permite obtener las componentes del tensor de conductividad (κ_{ij}) en diferentes materiales con distintos grados de complejidad.

En primer lugar, es posible obtener una solución para un caso con medio semiinfinito, el cual se puede generalizar para un caso de una muestra anisótropa multicapa.

Asimismo, se puede proveer un límite para la profundidad de penetración térmica, que da lugar al método de pendiente ("slope method") para una muestra anisótropa semi-infinita. Este método permite una determinación precisa de la conductividad térmica, ya que $\kappa \propto [\partial T / \partial \ln(2\pi f)]^{-1}$, por lo que una regresión lineal de los datos experimentales es suficiente para obtener la conductividad térmica sin necesidad de hacer más suposiciones y/o modelos numéricos.

Se usa como punto de partida la solución para la ecuación de calor para oscilaciones de temperatura (T_w) en la superficie de un medio semiinfinito bajo excitación armónica producida por una fuente de calor con forma de línea alargada y estrecha, en el caso ideal en el que la fuente de calor es infinitamente larga y estrecha.

$$T_w(r, t) = \frac{p}{\pi k l} K_0(qr) \exp(i2\omega t) \quad (1)$$

donde r y t son coordenadas radial y temporal, ω es la frecuencia temporal (siendo $\omega=2\pi f$), p es la potencia disipada en la fuente de calor con longitud l , κ es la conductividad térmica escalar (isotrópica) de un medio semiinfinito, K_0 es la función modificada de Bessel de segundo tipo y de orden cero, $q = (i\omega/\alpha)^{1/2}$ es la longitud de onda térmica con su profundidad de penetración térmica $1/|q|$, que es definida como la caída de longitud espacial característica de $K_0(qr)$.

Para obtener la solución en el caso en el que la fuente de calor es de anchura finita, se calcula la convolución de la ecuación 1 con la distribución de potencia Gaussiana de la fuente de calor:

$$P_i(r) = p_i I(\sigma, x) = \frac{p_i}{2\sigma_i \sqrt{2\pi}} e^{-\frac{x^2}{8\sigma_i^2}} \quad (2)$$

Aplicando el teorema de convolución se simplifica la solución, de modo que $F\{f * g\} = F\{f\} * F\{g\}$; donde F representa la transformada de Fourier, y, a continuación, se obtiene la inversa de la transformada de Fourier de la expresión resultante.

$$F_r[T_w(r)](\varepsilon) = T_w(\varepsilon) = \frac{p}{\pi k l} \frac{1}{\sqrt{\varepsilon^2 + q^2}} \quad (3)$$

$$F_r[P_i(r)](\varepsilon) = P_i(\varepsilon) = p_i \exp\left(-\frac{\sigma_i^2 \varepsilon^2}{8}\right) \quad (4)$$

Así, se obtiene la transformada de Fourier de la ecuación 1 y de la fuente de calor:

$$T_w(\varepsilon) = \frac{p_p}{\pi k l_p} \frac{\exp[-\sigma_p^2 \varepsilon^2]}{\sqrt{\varepsilon^2 + q^2}} \quad (5)$$

Donde p_i ($i = p, pr$) representa la potencia absorbida del láser de bombeo o sonda, y σ_i es el $1/e^2$ radio del láser de bombeo enfocado. Así, la multiplicación de las ecuaciones

5 3 y 4 da lugar a una solución en el dominio de la frecuencia:

$$T_w(\varepsilon) = \frac{p_p}{\pi k l_p} \frac{\exp[-\sigma_p^2 \varepsilon^2]}{\sqrt{\varepsilon^2 + q^2}} \quad (5)$$

Haciendo la inversa de la transformada de Fourier, resulta:

$$T_w(\varepsilon) = \frac{p_p}{\pi k l_p} \int_0^\infty \frac{\exp[-\sigma_p^2 \varepsilon^2]}{\sqrt{\varepsilon^2 + q^2}} \cos(\varepsilon x) d\varepsilon \quad (6)$$

Para obtener una solución directamente relacionada con los experimentos la respuesta
10 térmica del sistema ($T_w(x)$) debe ser ponderada con la distribución de intensidad del láser sonda, que es también Gaussiana. Este se lleva a cabo también en el espacio de Fourier mediante la convolución de las ecuaciones 3 y 4 para los láseres bomba y sonda:

$$\bar{T}_w(\varepsilon) = T_w(\varepsilon) I_{bomba}(\varepsilon) I_{sonda}(\varepsilon) \quad (7)$$

Obteniendo la transformada inversa, se llega a las oscilaciones de temperatura de una
15 fuente de calor de tipo línea Gaussiana ponderada por la distribución de intensidad del láser sonda.

$$\bar{T}_f = \frac{p_p}{\pi k l_p} \int_0^\infty \frac{\exp[-(\sigma_p^2 + \sigma_{pr}^2) \varepsilon^2 / 8]}{\sqrt{\varepsilon^2 + q^2}} d\varepsilon \quad (8)$$

Dicha ecuación puede resolverse numéricamente para proveer la respuesta térmica
compleja de la muestra como una función de la frecuencia de excitación.

20

En la ecuación 8 el límite de baja frecuencia es particularmente interesante, ya que da
lugar a una solución similar a la obtenida en el caso del método 3-omega, es decir, cuando la profundidad de penetración térmica es mucho mayor que el tamaño de la fuente de calor:

25

$$L_p = \frac{1}{|q|} = \sqrt{\alpha} / (2\pi f) \gg \sigma_p \quad (9)$$

La ecuación 8 puede aproximarse mediante:

$$\bar{T}_f = \frac{p_p}{\pi k l_p} \int_0^{1/\sigma_p} \frac{1 - (\sigma_p^2 + \sigma_{pr}^2) \varepsilon^2 / 8}{\sqrt{\varepsilon^2 + q^2}} d\varepsilon \quad (10)$$

Dicha expresión se puede simplificar aún más fijando que $\sigma_{pr} = \sigma_p$. Después de hacer
la integral definida, se obtiene:

30

$$\bar{T}_f = \frac{p_p}{\pi k l_p} \left[\ln\left(\frac{\sqrt{\alpha/i}}{\sigma}\right) - \frac{1}{2} \ln(2\pi f) - 1/8 + \ln(2) \right] \quad (11)$$

Donde, reordenando y aplicando que $\ln(-i) = i\pi/2$:

$$\bar{T}_f = \frac{p_p}{2\pi k l_p} \left[\ln\left(\frac{\alpha}{\sigma^2}\right) - \ln(2\pi f) - \frac{1}{4} + 2\ln(2) - i\frac{\pi}{2} \right] \quad (12)$$

Donde la dependencia en la frecuencia es dada únicamente en el segundo de los términos. Es interesante notar que la solución obtenida en el caso limite ($L_p \gg \sigma$) es similar a la obtenida en el caso del método 3-omega, que es una consecuencia de la similitud en la geometría de la fuente de calor usada en ambos casos.

Se puede generalizar la ecuación 8 al caso de una muestra multicapa a través de un modelo desarrollado por Borca-Tarsiuc:

$$\bar{T}_f = \frac{p_p}{\pi k^\perp l_p} \int_0^\infty \frac{\exp[-(\sigma_p^2 + \sigma_{pr}^2)\varepsilon^2/8]}{A_1(\varepsilon)B_1(\varepsilon)} d\varepsilon \quad (13)$$

Donde A_1 y B_1 se definen como:

$$A_{j-1} = \frac{A_j \frac{k_j^\perp B_j}{k_{j-1}^\perp B_{j-1}} - \tanh(B_{j-1} d_{j-1})}{1 - A_j \frac{k_j^\perp B_j}{k_{j-1}^\perp B_{j-1}} \tanh(B_{j-1} d_{j-1})} \quad j = (2, \dots, n) \quad (14)$$

$$B_j = \sqrt{\frac{k_j^\parallel}{k_j^\perp} \varepsilon^2 + \frac{2C_j \rho_j (2\pi f)}{k_j^\perp}} \quad (15)$$

$$A_n = -\tanh(B_n d_n)^s \quad (16)$$

Donde n es el número de capas contando desde la superficie superior, es decir, $n=1$ es la superficie donde impactan los haces laser y n ="número total de capas" hasta la capa inferior.

El parámetro s fija el tipo de condición de contorno en la capa inferior, con $s=0$ para un sustrato semiinfinito y, cuando la anchura del sustrato es finita, $s=1$ cuando las condiciones de contorno son adiabáticas y $s=-1$ cuando las condiciones de contorno son isotérmicas.

La solución para las oscilaciones de temperatura en el caso de multicapa es dada por la ecuación 13, incluyendo las componentes de la conductividad térmica el plano (ab en la Fig. 1), y el plano ortogonal (κ^\perp , eje c en el Fig. 1).

Así, rotando la fuente de calor en el plano ab lleva a una proyección de K_{ij} en dicho plano. Finalmente, el límite de baja frecuencia (gran profundidad de penetración) de la ecuación 13 para el caso de medio semiinfinito anisótropo da lugar a una expresión similar a la ecuación 12.

$$\bar{T}_f = \frac{p_p}{2\pi l_p \sqrt{\kappa^\perp \kappa^\parallel}} \left[\ln \left(\frac{\kappa^\parallel \alpha}{\kappa^\perp \sigma^2} \right) - \ln(2\pi f) - 1/4 + 2\ln(2) - i \frac{\pi}{2} \right] \quad (17)$$

Donde κ^\parallel es una dirección arbitraria en el plano ab como se define en la figura 1, que es perpendicular a la dirección definida por la fuente de calor. La ecuación 17 implica que para el caso de sustratos anisótropos, la conductividad térmica extraída del método de pendiente (“slope method”) detecta simultáneamente las componentes en el plano de la muestra (ab) y en el plano transversal.

$$\kappa_{eff} = \sqrt{\kappa^\perp \kappa^\parallel} \quad (18)$$

De ese modo, si se analiza una muestra con baja simetría, por ejemplo, un cristal con una estructura monoclinica, entonces al menos dos orientaciones deben ser analizadas para determinar todos los componentes de κ_{ij} . Aunque la solución completa del caso de multicapa es dada por la ecuación 13, se simplifica el análisis considerablemente con la aproximación de baja frecuencia.

A continuación, se presenta la expresión para la conductividad térmica de una lámina delgada con un espesor d depositada sobre un sustrato. En el límite de baja frecuencia, la lámina delgada es considerada como una resistencia térmica que no introduce ninguna respuesta dependiente de la frecuencia.

Esto se debe al hecho de que la profundidad de penetración térmica en el rango de baja frecuencia, $|q|^{-1} = (i2\pi f/\alpha)^{-1/2}$, es normalmente mucho más grande ($\approx 100 \mu\text{m}$) que el espesor típico de la lámina delgada ($\approx 100 \text{nm}$). Esta simplificación sólo es válida para el límite de flujo de calor 1D en el que la conductividad térmica del sustrato es mayor que la conductividad térmica de una lámina delgada y, por tanto, el sustrato se comporta como un disipador de calor. Para obtener una expresión para la conductividad térmica de una lámina delgada, se usa el área Gaussiana del punto láser para definir la interfaz de resistencia térmica.

$$\int_{-\infty}^{\infty} \exp\left(-\frac{2r^2}{\sigma}\right) dr = \sigma \sqrt{\pi/2} \quad (19)$$

Por tanto, la conductividad térmica de una lámina delgada es:

$$K_{TF} = \frac{Pd}{l_p \sigma \Delta T_{TF} \sqrt{\pi/2}} \quad (20)$$

Donde ΔT_{TF} es el aumento de la temperatura independiente de la frecuencia debido a la lámina delgada con respecto a la respuesta del sustrato desnudo.

Las Figuras 2a y 2b muestra los resultados del cálculo numérico para la parte real (Re) e imaginaria (Im) de la amplitud de las oscilaciones de temperatura obtenidas usando la

- ecuación 7 para el caso de sustratos de vidrio y silicio (Si) y la ecuación 11 para el caso de sustrato de óxido de silicio (SiO₂/Si) que se muestran en líneas sólidas: (a) Vidrio/Au (volumen de vidrio; 60 nm Au). (b) Si/Au (Volumen de Si; 60 nm Au), and Si/SiO₂/Au (Volumen de Si; 285 nm SiO₂; 60 nm Au). Para todas las simulaciones se han usado
- 5 una potencia en la fuente de calor de $P = 10$ mW, una longitud de la fuente de calor $L = 1$ mm, y un radio del punto de focalización σ_{1/e^2} de los láseres de sonda y bomba. La respuesta calculada para cada muestra, asumiendo una distribución uniforme de potencia en el plano, como en el método 3-omega, es mostrada en línea discontinua.
- 10 La Figura 2a muestra el caso de un sustrato de vidrio recubierto con 60 nm de un transductor de Au. Como era de esperar, la respuesta a la temperatura se aproxima a una dependencia lineal en escala logarítmica para frecuencias bastante bajas (gran profundidad de penetración térmica). En este régimen, la conductividad térmica se puede obtener directamente a través del "método de la pendiente", es decir, $\kappa \propto [\partial T / \partial \ln(2\pi f)]^{-1}$. Para frecuencias más altas, la profundidad de penetración disminuye y se vuelve comparable con el ancho de la fuente de calor, lo que conduce a desviaciones del comportamiento lineal (en escala de frecuencia logarítmica) observado a frecuencias
- 15 más bajas.
- 20 La Figura 2b muestra la amplitud de las oscilaciones de temperatura para un sustrato de Silicio (Si) así como para una lámina delgada de SiO₂ de 285 nm de espesor depositada sobre un sustrato de Silicio (Si).

Para el Silicio, la parte real de las oscilaciones de temperatura depende linealmente de

25 $\ln(2\pi f)$, mientras que la parte imaginaria permanece casi constante en todo el rango de frecuencias. Esto es una consecuencia directa de la gran profundidad de penetración térmica del Silicio, que se debe a su gran conductividad térmica. Es interesante notar que en todos los casos estudiados la respuesta a la temperatura es similar a la obtenida con el método 3-omega (líneas discontinuas grises en las Fig.2a y 2b), sin embargo,

30 para densidades de potencia de excitación similares, la magnitud de la respuesta en temperatura del método descrito es siempre mayor en comparación con el caso del método 3-omega. Esta respuesta térmica más fuerte posiblemente se origine de la distribución de potencia no uniforme inherente a una distribución de potencia gaussiana.

- 35 La Figura 3 muestra una configuración preferente del equipo de la invención. El equipo comprende un láser de bombeo (1) y un láser sonda (2), con una longitud de onda del

láser de bombeo es $\lambda_{\text{pump}} = 405 \text{ nm}$ y la longitud de onda del láser sonda es $\lambda_{\text{probe}} = 532 \text{ nm}$.

La potencia del láser de bombeo (1) se moduló con un generador de ondas (3) armónicas externo entre 63 Hz y 100 kHz, y la intensidad del láser sonda (2) es constante en el tiempo. A continuación del láser sonda (2) se coloca un elemento supresor de ruido (16).

La potencia del láser sonda (2) se ha de mantener baja para evitar cualquier efecto de calentamiento, típicamente del orden de cientos de μW . Por otro lado, la potencia del láser de bombeo (1) se incrementa hasta que se pueda observar un aumento de temperatura del orden de varios grados, típicamente decenas de mW.

La magnitud del aumento de temperatura depende de la conductividad térmica de la muestra, así como del coeficiente de reflectividad de temperatura del transductor (9) de Au, $(1/R) (\partial R / \partial T) \approx 3 \times 10^{-4} \text{ K}^{-1}$ para 532 nm, que es la longitud de onda del láser sonda (2).

Ambos láseres (1, 2) se acoplan al eje óptico principal (4) utilizando un conjunto de divisores de haz (7) (BS), espejos (8), y espejos dicróicos (8). El diámetro de los haces de bombeo (1) y sonda (2) a la salida del láser es de 1100 μm y 800 μm , respectivamente, y su distribución de intensidad es gaussiana.

Se colocan dos expansores de haz (12) en la trayectoria óptica de los láseres, ya que el diámetro del haz debe ajustarse con precisión para una reconstrucción exitosa del haz de bombeo (1) y sonda (2).

Dicha reconstrucción se lleva a cabo a través de un elemento óptico difractivo holográfico (5) (DOE) especialmente diseñado, que se coloca justo antes de una lente de enfoque acromática (17) ($f = 50 \text{ mm}$). El DOE (5) es responsable de homogeneizar la intensidad de los láseres de la bomba (1) y la sonda (2), y convertir la distribución gaussiana mediante difracción de un punto a una forma de línea con una distribución de intensidad uniforme a lo largo del eje longitudinal, y con distribución gaussiana en la dirección perpendicular.

35

La Figura 3 muestra una imagen óptica de los láseres bomba (1) y sonda (2) después de la reconstrucción de intensidad utilizando el DOE (5).

5 Aunque hay varias formas de convertir un rayo gaussiano en una distribución de sombrero de copa (por ejemplo, usando una fibra con núcleo cuadrado para inducir la mezcla de modo o simplemente usando un difusor óptico en combinación con una lente cilíndrica), el uso de un DOE (5) es el que conduce a los mejores resultados en términos de forma y tamaño del punto, y potencia de salida del láser de bombeo (1).

10 La reflexión de los láseres después de enfocar la muestra se acopla en la línea de detección usando un divisor de haz (7), y la longitud de onda del láser se selecciona mediante un filtro de corte (13) controlado mecánicamente.

Como detector se usa un detector (6) balanceado acoplado de área grande (5x5 mm²).
15 Una muestra del láser sonda (2) (532 nm) se acopla de forma independiente a la segunda entrada del detector (6), tras pasar por un filtro de densidad neutra (15).

La salida del detector (6) es sensible a la diferencia en intensidad entre la señal de la reflexión de los haces y la muestra del láser sonda, siempre que la señal de diferencia dependa del tiempo. Esto se logra colocando un filtro de señal continua DC (14) antes
20 de un amplificador (11) tipo "lock-in" dentro del detector (6). Por tanto, la salida es una señal de frecuencia modulada que surge de las oscilaciones térmicas en la superficie de la muestra (10).

25 Observamos que el uso de un esquema de detector (6) balanceado es conveniente en este rango de frecuencia (63 Hz a 100 kHz) ya que el ruido total está dominado por el ruido 1/f.

Para minimizar el ruido del láser, la trayectoria óptica de los láseres de señal y de
30 referencia se ha de mantener similar, dentro del rango de 1 cm, y la potencia de entrada en ambas entradas del detector (6) se ha de equilibrar.

El láser de bombeo (1) también se acopla al sistema de detección para obtener una fase de referencia para la señal térmica, es decir, primero se mide la señal del láser de
35 bombeo (1) (amplitud y fase) mediante el amplificador (14) de bloqueo, y después se

cambia el filtro de corte mecánico (13), y se obtiene la amplitud y fase de la señal térmica. Este proceso se repitió secuencialmente para cada frecuencia de excitación.

5 Para convertir la medición de voltaje (generalmente en unidades V) a temperatura, se deben tener en cuenta varios factores. En primer lugar, la amplitud de las oscilaciones de reflectividad medidas con el amplificador de bloqueo (VAC) debe normalizarse mediante la reflectividad de CC a la longitud de onda de la sonda (532 nm).

10 Este proceso debe realizarse con cuidado ya que el detector (6) balanceado y el amplificador (11) de bajo ruido involucran varias etapas de amplificación de la señal modulada (señal térmica). La relación de voltaje resultante $VAC/VDC = \Delta R/R_0$.

15 El cambio de reflectividad, $\Delta R/R_0$, se convierte en temperatura utilizando el coeficiente de reflectividad de temperatura del transductor (9) de oro (Au). El desfase de la reflectividad óptica con respecto a la excitación armónica se ve fuertemente afectado por el tamaño de la región de calentamiento y por la resistencia térmica de borde entre el transductor (9) oro y la muestra (10).

20 La respuesta fototérmica de los transductores (9) de oro se calibró estudiando una muestra de control de vidrio cuya conductividad térmica se midió de forma independiente mediante el método 3-omega, obteniendo una conductividad térmica de $0,96 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Este valor se utilizó como calibración de entrada para obtener el coeficiente de reflectividad de temperatura del transductor (9) de oro de la misma muestra de vidrio mediante la aplicación del método de pendiente utilizando la ecuación 12.

25

El valor $(1 / R_0) [\partial R / \partial T] = 2 \times 10^{-4} \text{ K}^{-1}$, concuerda con la mayoría de los valores reportados para oro.

30 Se observó que la resolución de temperatura estimada de este enfoque experimental era tan baja como 3 mK, mientras que el error en la determinación de la conductividad térmica es de aproximadamente 5%.

35 Para comprobar la eficiencia del equipo y el método de la invención, se han estudiado cuatro muestras de volúmenes de vidrio, Si (100), Ge (100), Ga₂O₃ (201) y una lámina delgada de SiO₂ de 285 nm de espesor depositada sobre un sustrato de Si (100).

Todas las muestras fueron recubiertas con una película delgada de oro de 60 nm de espesor (transductor) que se evaporó térmicamente a una presión base de 10^{-6} mbar. Y todas las mediciones se realizaron en condiciones ambientales.

- 5 En particular, se ha analizado un sustrato de Ga₂O₃ orientado (201), que exhibía una fuerte anisotropía térmica en el plano.

Las Figuras 4a y 4b muestra las medidas experimentales de la amplitud de las oscilaciones de temperatura en función de la frecuencia de excitación para el caso de
10 vidrio, Si, Ge y una película delgada de SiO₂ / Si de 285 nm de espesor. Para el caso del sustrato de vidrio, mostrado en la Fig. 4a, la temperatura decae aproximadamente linealmente con $\ln(2\pi f)$.

Sin embargo, a medida que aumenta la frecuencia, la caída de la temperatura se desvía
15 gradualmente del comportamiento lineal observado a frecuencias más bajas, como se ha explicado anteriormente.

Así, como se ha explicado, a frecuencias más bajas se puede obtener la conductividad
20 térmica directamente a través del "método de la pendiente" (slope method), evitando el ajuste numérico de los datos experimentales.

Este aspecto, simplifica el análisis, ya que para ajustar numéricamente los datos, es
necesario conocer el ancho exacto del calentador óptico en forma de línea. Sin embargo,
la pendiente de la dependencia lineal observada a frecuencias más bajas es
25 independiente hasta cierto punto del ancho del calentador.

Como se puede apreciar, un ajuste lineal a los puntos de datos en el rango de frecuencia
hasta ≈ 1 kHz, da como resultado una conductividad térmica de $0.96 \pm 0.05 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$.

30 En la Figura 4b se muestra la respuesta de temperatura para el caso de Silicio y Germanio y una película delgada de SiO₂ de 285 nm de espesor depositada sobre un sustrato de Si (100). Las muestras de Silicio y Germanio presentan una disminución de temperatura lineal con $\ln(2\pi f)$ que se asemeja a la observación de la muestra de vidrio a frecuencias más bajas.

35

Sin embargo, para el Silicio y el Germanio la profundidad de penetración térmica, $L_p = 1/|q| = \sqrt{\alpha / (2\pi f)}$, es sustancialmente mayor en comparación con el caso del vidrio ya que $L_p \propto \alpha$, donde $\alpha = \kappa / (Cp \cdot \rho)$, es la difusividad térmica de la muestra.

- 5 La conductividad térmica de las muestras se obtuvo mediante el método de pendiente siendo, $137 \pm 7 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ y $52 \pm 3 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ para Si y Ge, respectivamente.

La dependencia de la frecuencia del aumento de temperatura para la película delgada de SiO₂ / Si de 285 nm de espesor es similar al caso del Si puro como se muestra en la Fig. 4b, aunque se observa un desplazamiento de temperatura que surge como consecuencia de la presencia del SiO₂.

10

Recordemos que, al igual que en el caso del método 3-omega, la presencia de la película delgada en el aumento de temperatura no introduce dependencia de la frecuencia. Así, si la profundidad de penetración térmica es mucho mayor que el espesor de la lámina delgada, no se espera una dependencia de la frecuencia en el aumento de temperatura.

15

También, se ha aplicado el equipo y método de la invención al caso de un material anisotrópico. Se ha usado una muestra de β -Ga₂O₃ plano (201), donde se espera anisotropía térmica en el plano. El β -Ga₂O₃ tiene una estructura monoclinica con constantes de red, $a = 12.288 \text{ \AA}$, $b = 3.036 \text{ \AA}$ y $c = 5.808 \text{ \AA}$.

20

La Figura 5 muestra el aumento máximo de temperatura de AC en función de la frecuencia de excitación para dos direcciones perpendiculares correspondientes a b y b^\perp . Se observa una respuesta térmica diferente en cada una de estas direcciones, es decir, a lo largo del eje b se observa un menor aumento de temperatura en comparación con b^\perp , lo que para las muestras en volumen implica una conductividad térmica menor.

25

Se puede apreciar que la respuesta de temperatura para el β -Ga₂O₃ se encuentra entre las los casos de vidrio y Silicio (o Germanio). De hecho, la respuesta a la temperatura es lineal en escala logarítmica hasta $\approx 10\text{kHz}$.

30

La Figura 6 muestra la conductividad térmica en el plano en función del ángulo de rotación mediante pasos de 10° . Para las muestras anisotrópicas, la respuesta de temperatura en cada orientación de la fuente de calor en forma de línea con respecto a los ejes principales está influenciada por los valores de la conductividad térmica en

35

ambas direcciones perpendiculares a la fuente de calor con forma de línea simultáneamente.

La dirección paralela a la fuente de calor con forma de línea tiene una distribución de temperatura uniforme y, por lo tanto, no hay flujo de calor en esta dirección. La conductividad térmica a lo largo de la dirección j , se obtiene usando la siguiente expresión $\kappa^j \text{ eff} = \sqrt{\kappa^c \kappa^j}$

donde κ^c es la conductividad térmica en la dirección c , es decir, perpendicular a la superficie de la muestra, y $\kappa^j \text{ eff}$ es la conductividad térmica efectiva medida a lo largo de la dirección j .

El factor de anisotropía térmica en el plano, es decir, la relación entre el κ máximo y mínimo en el plano, se puede obtener directamente de la respuesta mostrada en la Fig.5.

Sin embargo, para obtener cuantitativamente la proyección del tensor de conductividad térmica en el plano, debe conocerse el valor fuera del plano de la conductividad térmica (κ^c). Dado que el método está dirigido a su aplicabilidad en muestras anisotrópicas, se usa $\kappa^c = 9.5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$.

Para medir todos los componentes del tensor de conductividad térmica, se debe estudiar un mayor número de orientaciones cristalíneas.

La precisión experimental en la determinación de la conductividad térmica resultó en $\approx 5\%$, y una resolución de temperatura más baja es $\Delta T < 5 \text{ mK}$. El método tiene todas las ventajas que ofrecen los métodos sin contacto, pero manteniendo la simplicidad matemática en el proceso de evaluación de datos. De hecho, un simple ajuste lineal a la respuesta de temperatura dependiente de la frecuencia ("método de pendiente") es suficiente para obtener la conductividad térmica de las muestras, de manera similar al caso del método 3-omega.

La ventaja clave de este enfoque desde la perspectiva térmica radica en la geometría de la fuente de calor, que proporciona sensibilidad simultánea a dos direcciones cristalográficas (perpendiculares a la línea del calentador), mientras que es insensible a la dirección paralela al calentador. Esta capacidad, junto con su forma sin contacto,

permite sondear todas las direcciones en el plano mediante la rotación continua de la línea del calentador.

5 Por tanto, el método es particularmente conveniente para medir la proyección del tensor de conductividad térmica sobre el plano correspondiente a la superficie de las muestras. Así, el presente equipo y método permite determinar con precisión el tensor de conductividad térmica en materiales anisótropos.

10 Finalmente, en la Figura 7a se muestra la respuesta óptica y térmica de un trozo de cinta Kapton. Se pretende demostrar que incluso si la calidad de la superficie de la muestra está lejos de ser ideal (lo cual surge en este caso del proceso de fabricación), es aún posible determinar la anisotropía térmica en el plano. En particular, el proceso de fabricación de las cintas Kapton implica estirar el material en una dirección. La Figura 7a muestra una imagen óptica polarizada de la muestra, donde se pueden apreciar irregularidades de la superficie, rugosidad, y se pueden apreciar burbujas. Además, el eje óptico principal se puede identificar fácilmente mediante polarización óptica. En 15 consecuencia, el escaneo de anisotropía térmica presenta anisotropía en la dirección coincidente con el eje óptico del material.

20 La Figura 7b muestra la conductividad térmica en el plano en función del ángulo de rotación para el trozo de cinta de Kapton. Observamos que la dispersión de los puntos dentro la Figura 7b no solo surge de errores experimentales, sino también de defectos inherentemente presente en la superficie de la muestra, lo que puede afectar la distribución de temperatura.

REIVINDICACIONES

1.- Equipo para la obtención del tensor de conductividad térmica en materiales isótropos y anisótropos que comprende:

- 5
- un primer láser de bombeo (1), cuya intensidad es controlada mediante un generador de onda (3);
 - un segundo láser sonda (2), que genera un haz de longitud de onda diferente a la del láser de bombeo (1), para medir la temperatura en la superficie de una muestra (10),
- 10
- un conjunto de divisores de haz (7) y uno o más espejos dicróicos (8) dispuestos para unir en un eje óptico común (4) los haces de luz del láser de bombeo (1) y el láser sonda (2);
 - un elemento de difracción óptica (DOE) (5), configurado para homogeneizar la intensidad de los haces, convirtiendo, mediante difracción, un haz con distribución radial Gaussiana, en un haz con forma de línea con distribución de intensidad uniforme en el eje longitudinal y distribución Gaussiana en el eje transversal,
- 15
- un detector (6), configurado para recibir la reflexión de los haces tras reflejarse en la superficie de la muestra (10) y una muestra del haz de laser sonda (2), calculando la diferencia en intensidades entre ambos con el propósito de reducir el ruido intrínseco del láser sonda (2),
- 20
- un amplificador (11) tipo "lock-in" , que recibe una señal modulada en frecuencia que refleja las oscilaciones térmicas de la superficie de la muestra (10), detecta la señal procesada y está sincronizado en frecuencia con el generador de onda (3) que controla el láser de bombeo (1); y
- 25
- un módulo de procesamiento configurado para obtener una señal de la respuesta térmica de la muestra y procesarla, obteniendo del tensor de conductividad de la muestra (10).

30 2.- Equipo según la reivindicación 1, caracterizado porque incluye un transductor (9), que recubre la muestra.

3.- Equipo según la reivindicación 2, caracterizado porque el transductor (9) es una capa homogénea y fina de espesor conocido.

35

4.- Equipo según la reivindicación 1, donde el detector (6) es de tipo detector balanceado.

5.- Equipo según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende además uno o
5 más expansores de haz (12), configurados para ajustar de forma precisa el diámetro de haz.

6.- Equipo según la reivindicación 1 caracterizado porque comprende al menos un filtro
10 de corte (13) situado en la entrada de la reflexión de los haces hacia el detector (6).

7.- Equipo según la reivindicación 1 caracterizado porque comprende al menos un filtro
de señal continua DC (14) situado en la entrada del amplificador (11) tipo “lock-in” para
obtener una señal dependiente del tiempo.

15 8.-Equipo según la reivindicación 1, donde el generador de onda (3) está configurado
para limitarse a un rango de frecuencias de modulación entre 63 Hz y 100 kHz.

9.-Método para la obtención de un tensor de conductividad térmica en materiales
isótropos y anisótropos que comprende las etapas de:

- 20
- proveer un haz láser de bombeo;
 - proveer un haz láser sonda;
 - combinar ambos haces en un único haz combinado;
 - homogeneizar la intensidad de los haces por medio de un elemento de difracción
25 óptica (DOE) (5) convirtiendo mediante difracción un haz con distribución
Gaussiana, en un haz con forma de línea con distribución de intensidad uniforme
en su eje longitudinal y distribución Gaussiana en su eje transversal;
 - dirigir ambos haces hacia la muestra (10) que se quiere estudiar;
 - redirigir la reflexión de los haces tras impactar en la muestra (10) hacia un
detector (6);
 - 30 - recibir una muestra del haz de laser sonda en el detector (6),
 - calcular la diferencia entre ambos;
 - amplificar la señal mediante un amplificador (11) tipo “lock-in” modulando la
señal del haz láser de bombeo (1), mediante la sincronización en frecuencia del
amplificador (11) con el generador de onda (3) que controla el láser de bombeo
35 (1);

- obtener una señal de la respuesta térmica de la muestra y procesarla mediante un módulo de procesamiento configurado para llevar a cabo los pasos de:
 - o obtener un modelo de ecuación de calor a oscilaciones de temperatura (T_w) en la superficie de un medio semiinfinito bajo excitación armónica;
 - o aplicar una convolución con la distribución de potencia Gaussiana de la fuente de calor; y
 - o ponderar la expresión obtenida con la distribución Gaussiana de intensidad del láser sonda, mediante la convolución aplicada para los láseres de bombeo (1) y sonda (2).

10

10.- Método según la reivindicación 9, que además comprende una etapa de proveer un transductor depositado sobre la muestra en forma de capa fina de oro que recubre la misma para medir los cambios de reflexión debidos al calentamiento del láser de bombeo.

15

11.- Método según la reivindicación 9, que además comprende una etapa de rotar, en el plano de la muestra, el eje longitudinal de los haces de luz con respecto a la muestra.

20

12.- Método según la reivindicación 9, donde se repiten los pasos del método para dos o más orientaciones cristalográficas de la muestra fuera del plano de la muestra.

13.- Método de acuerdo con la reivindicación 9, donde la solución en el campo de la temperatura en función de la frecuencia se obtiene mediante la expresión:

$$\bar{T}_f = \frac{p_p}{\pi k l_p} \int_0^\infty \frac{\exp [-(\sigma_p^2 + \sigma_{pr}^2) \varepsilon^2 / 8]}{\sqrt{\varepsilon^2 + q^2}} d\varepsilon \quad (8)$$

25

14.- Método de acuerdo con la reivindicación 13, donde la profundidad de penetración térmica es mucho mayor que el ancho (σ_p) de la fuente de calor y $\sigma_{pr} = \sigma_p$, obteniendo la solución en el campo de la temperatura en función de la frecuencia mediante la expresión:

30

$$\bar{T}_f = \frac{p_p}{2\pi k l_p} [\ln\left(\frac{\alpha}{\sigma^2}\right) - \ln(2\pi f) - 1/4 - i\frac{\pi}{2}] \quad (12)$$

15.- Método de acuerdo con la reivindicación 13, donde la muestra es multicapa y la solución en el campo de la temperatura en función de la frecuencia se obtiene mediante la expresión:

$$\bar{T}_f = \frac{p_p}{\pi k^\perp l_p} \int_0^\infty \frac{\exp[-(\sigma_p^2 + \sigma_{pr}^2)\varepsilon^2/8]}{A_1(\varepsilon)B_1(\varepsilon)} d\varepsilon \quad (13)$$

donde A1 y B1 se definen como:

$$A_{j-1} = \frac{A_j \frac{k_j^\perp B_j}{k_{j-1}^\perp B_{j-1}} \tanh(B_{j-1} d_{j-1})}{1 - A_j \frac{k_j^\perp B_j}{k_{j-1}^\perp B_{j-1}} \tanh(B_{j-1} d_{j-1})} \quad j = (2, \dots, n) \quad (14)$$

$$B_j = \sqrt{\frac{k_j^\parallel}{k_j^\perp} \varepsilon^2 + \frac{2C_j \rho_j (2\pi f)}{k_j^\perp}} \quad (15)$$

$$5 \quad A_n = -\tanh(B_n d_n)^s \quad (16)$$

donde n es el número de capas contando desde la superficie superior, es decir, n=1 es la superficie donde impactan los haces laser y n="número total de capas" hasta la capa inferior y el parámetro s fija el tipo de condición de contorno en la capa inferior, con s=0 para un sustrato semiinfinito y, cuando la anchura del sustrato es finita, s=1 cuando las condiciones de contorno son adiabáticas y s=-1 cuando las condiciones de contorno son isotérmicas.

16.- Método de acuerdo con la reivindicación 15, donde la profundidad de penetración térmica es mucho mayor que el ancho (σ_p) de la fuente de calor, resultando la solución en el campo de la temperatura en función de la frecuencia definida mediante la expresión:

$$\bar{T}_f = \frac{p_p}{2\pi l_p \sqrt{\kappa^\perp \kappa^\parallel}} \left[\ln\left(\frac{\kappa^\parallel \alpha}{\kappa^\perp \sigma^2}\right) - \ln(2\pi f) - 1/4 - i\frac{\pi}{2} \right] \quad (17)$$

donde κ^\parallel es una dirección arbitraria en el plano de la muestra, que es perpendicular a la dirección definida por la fuente de calor.

17.- Método de acuerdo con la reivindicación 9, donde la muestra es una lámina delgada con un espesor d depositada sobre un sustrato, y se considera un límite de baja frecuencia, en el que la profundidad de penetración térmica es mayor que el espesor de la lámina delgada, resultando la solución en el campo de la temperatura en función de la frecuencia definida mediante la expresión:

$$K_{TF} = \frac{Pd}{l_p \sigma \Delta T_{TF} \sqrt{\pi/2}} \quad (20)$$

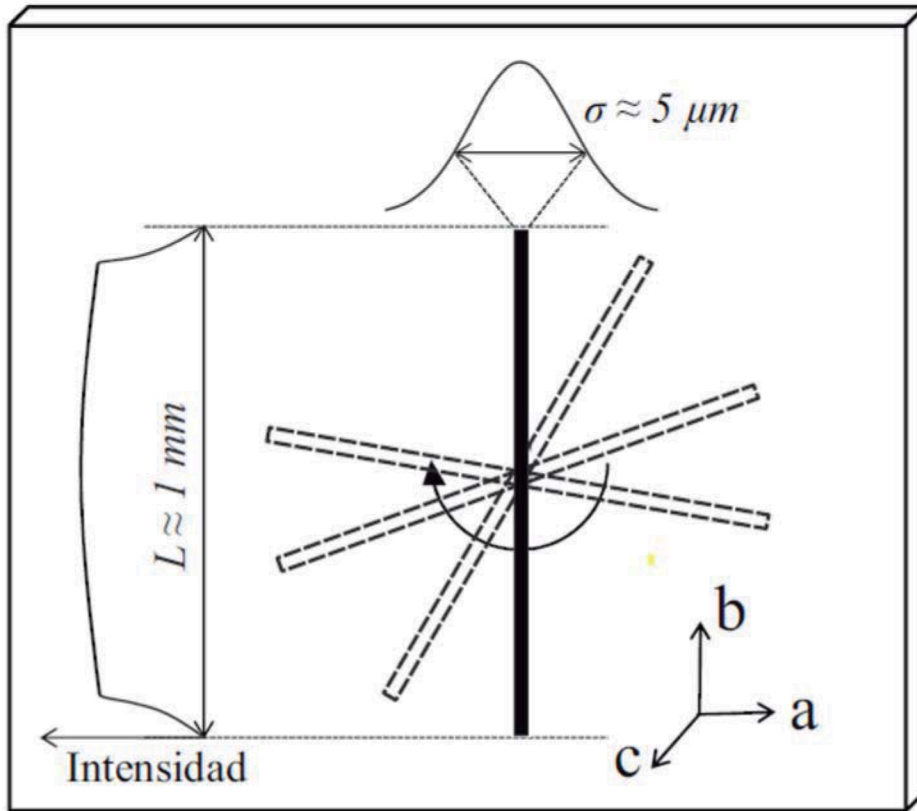


FIG. 1

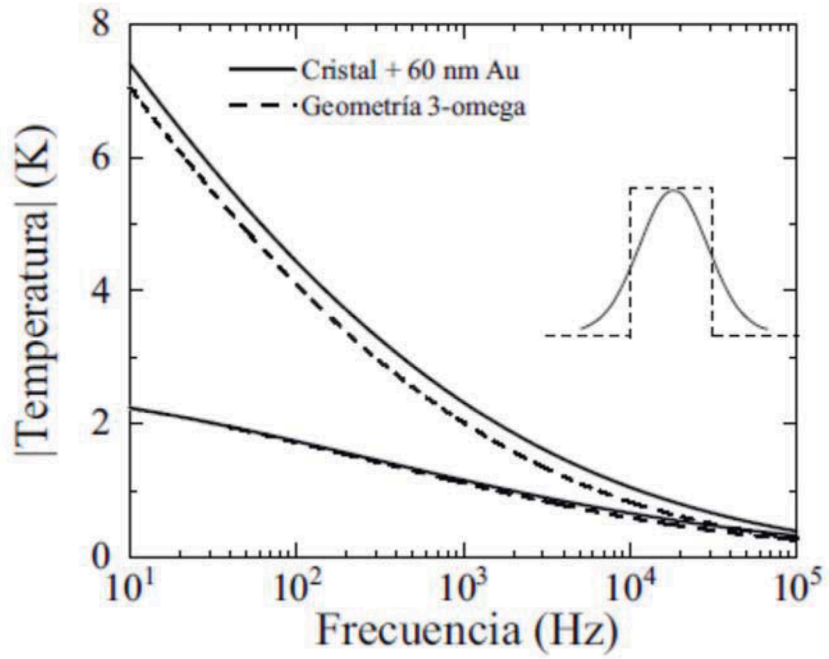


FIG. 2a

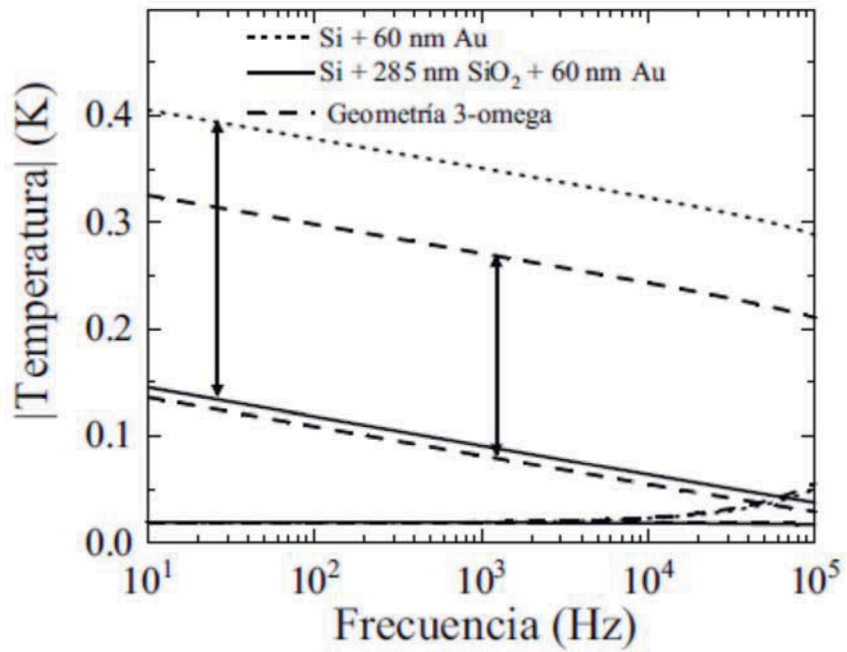


FIG. 2b

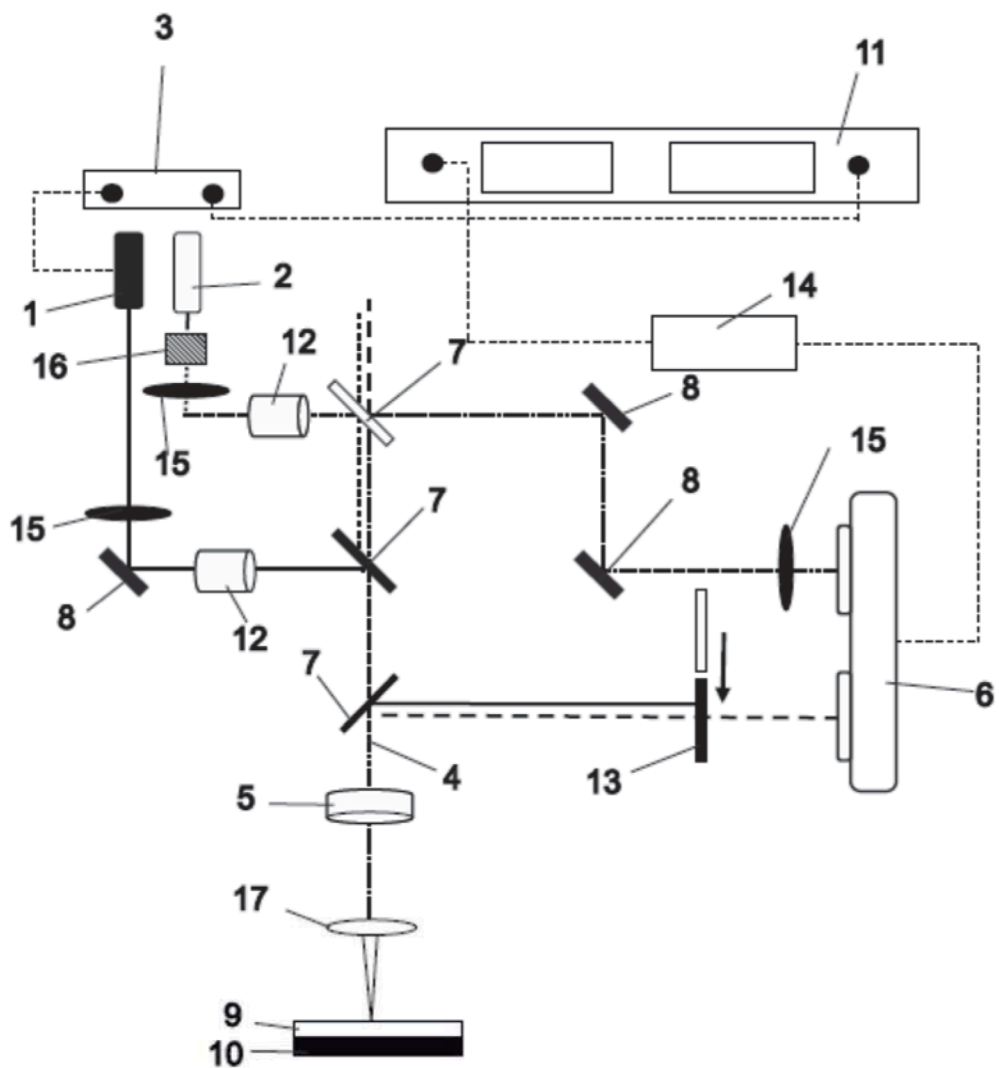


FIG. 3

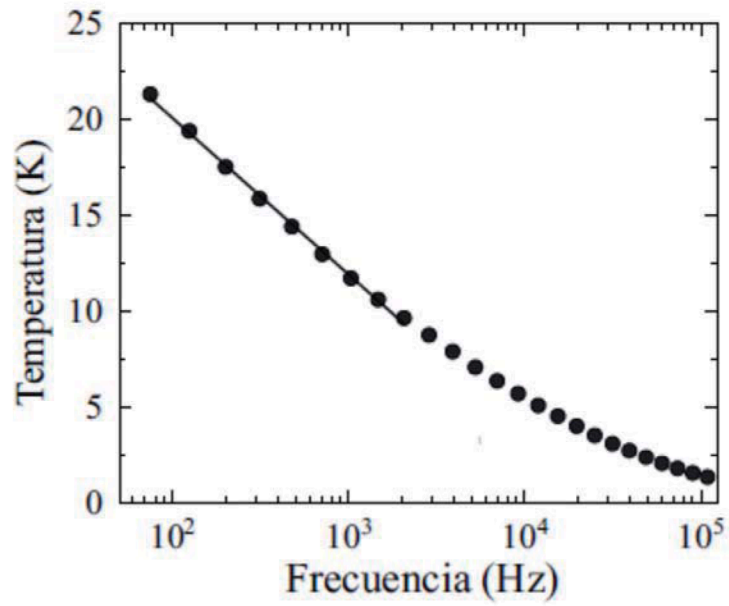


FIG. 4a

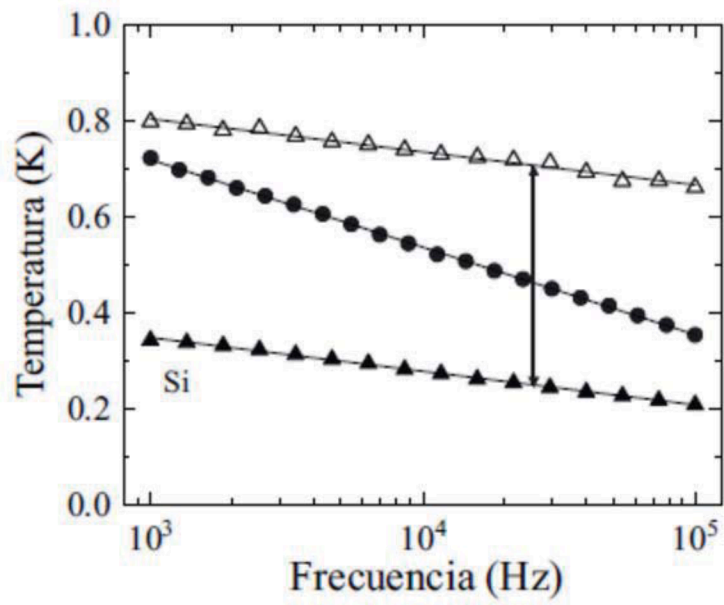


FIG. 4b

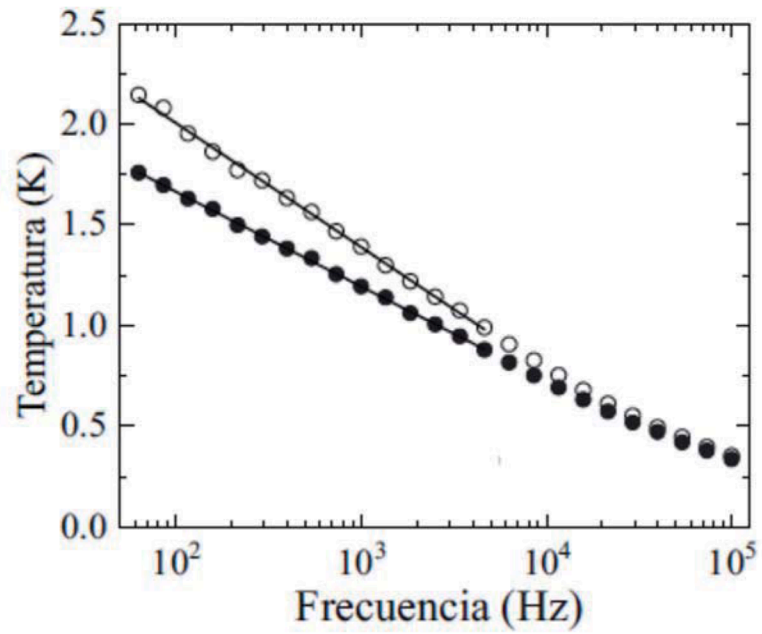


FIG. 5

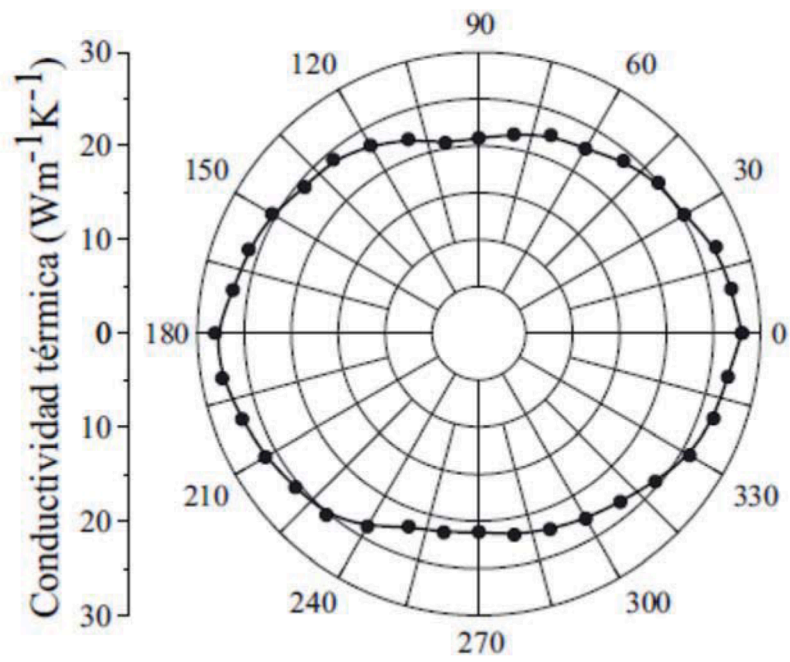


FIG. 6



FIG. 7a

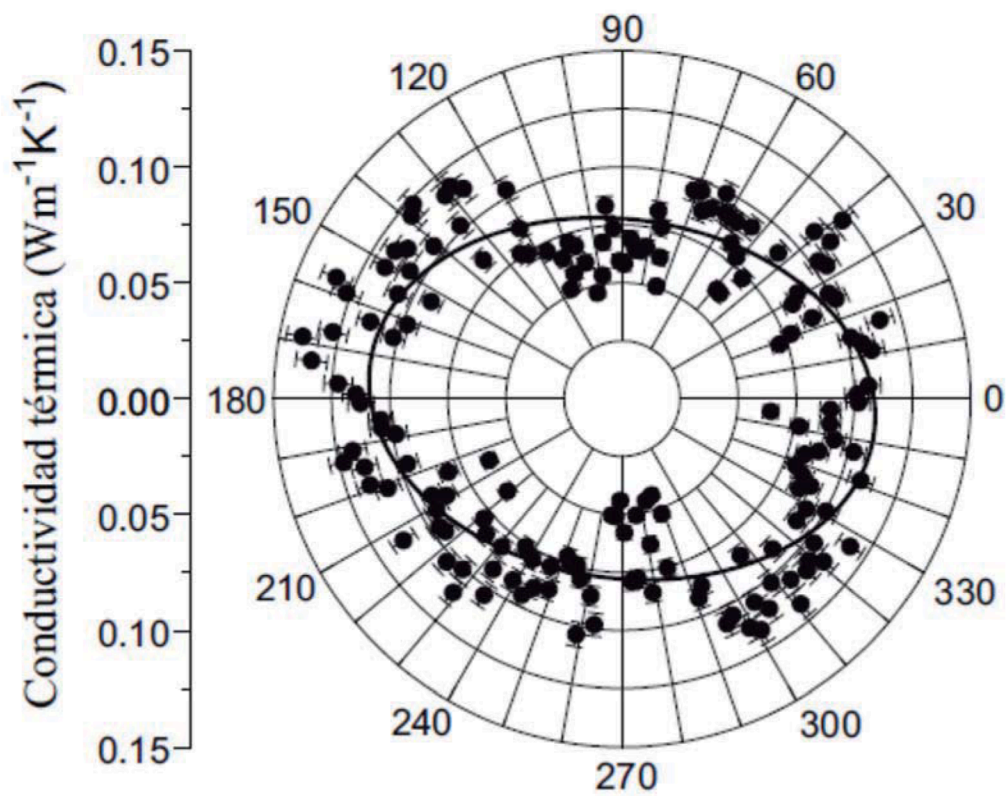


FIG. 7b



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

②① N.º solicitud: 202130821

②② Fecha de presentación de la solicitud: 01.09.2021

③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. ci.: **G01K17/00** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	TANG LEI; DAMES CHRIS. Anisotropic thermal conductivity tensor measurements using beam-offset frequency domain thermoreflectance (BO-FDTR) for materials lacking in-plane symmetry. International Journal of Heat and Mass Transfer, 20201028 ELSEVIER, AMSTERDAM, NL, 28/10/2020, Vol. 164, ISSN 0017-9310, <DOI: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2020.120600>	1-17
A	HURLEY DAVID H; SCHLEY ROBERT S; KHAFIZOV MARAT; WENDT BRYCEN L. Local measurement of thermal conductivity and diffusivity. Review of Scientific Instruments, diciembre 2015, American Institute of Physics, 2 Huntington Quadrangle, Melville, NY 11747, diciembre 2015, Vol. 86, Nº 12, ISSN 0034-6748, <DOI: 10.1063/1.4936213>	1-17
A	BORCA-TASCIUC T; KUMAR A R; CHEN G. Data reduction in 3 ω method for thin-film thermal conductivity determination. Review of Scientific Instruments, 20010401 American Institute of Physics, 2 Huntington Quadrangle, Melville, NY 11747, 01-04-2001, Vol. 72, Nº 4, Páginas 2139 - 2147, ISSN 0034-6748, <DOI: 10.1063/1.1353189>	1-17

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe

22.03.2022

Examinador

J. Botella Maldonado

Página

1/2

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

G01K

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, NPL, XPESP, XPAIP, XPI3E, INSPEC.