

Caractérisation thermique de couches minces par une méthode opto-électrothermique : étude de l'influence des biais et des non-idéalités expérimentales.

Thin film thermal characterization by an opto-electrothermal method: study of the influence of bias and experimental non-idealities.

Sébastien PEILLON^{(1,2)*}, Christophe RODIET^(1,2).

¹EPF, Ecole d'ingénieur(e)s, 21 boulevard Berthelot – 34000 Montpellier.

²IES, Univ Montpellier, CNRS, Montpellier, France

* (auteur correspondant : sebastien.peillon@epfedu.fr)

Résumé – Cette communication s'intéresse particulièrement aux biais de modélisation ainsi qu'aux non-idéalités expérimentales (formes temporelles de flux et chaîne de mesure) impactant l'estimation de la conductivité thermique de couches minces diélectriques par méthode opto-électrothermique, dans une gamme de $10 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ à $100 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. Il est ainsi montré qu'après réduction de modèle et dimensionnement de la chaîne de mesure, l'erreur d'estimation théorique en tenant compte des résistances thermiques d'interface est limitée à 11% dans le cas le plus défavorable (en l'absence de biais sur la forme de flux), et peut être divisée par dix avec la méthode proposée.

Mots-clés : Caractérisation thermique ; Méthode Flash ; Films/couches minces ; Chaîne de mesure ; Méthodes inverses.

Abstract – This communication is focused on model biases and experimental non-idealities (flux temporal shapes and measurement chain) impacting the estimation of thermal conductivity of dielectric thin films by opto-electrothermal method, in the range from $10 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ to $100 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. It is thus shown that after model reduction and dimensioning of the measurement chain, the theoretical estimation error taking into account interface thermal resistances is limited to 11% in the worst case, and can be divided by ten with the proposed method.

Keywords: Thermal characterization; Flash method; Thin film; Acquisition chain; Inverse methods.

Nomenclature

a	diffusivité thermique, $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	ρ	masse volumique, $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$
C	capacité électrique du condensateur, F	σ	écart-type
C_p	capacité calorifique massique, $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	τ_{laser}	temps d'impulsion laser, s
E	tension batterie, V	τ_{cd}	temps de conduction thermique (e^2/a), s
E_f	effusivité, $\text{J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1/2}$	θ	transformée de Laplace de la température
e	épaisseur, m	<i>Indices et exposants</i>	
h	coefficient de transfert de chaleur par convection, $\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$	0	initial
L	transformée de Laplace	c	capacitif (modèle)
p	variable de Laplace	ca	critère d'arrêt
R	résistance électrique, Ω	$estim$	estimé (paramètre)
S	surface, m^2	$éq$	équivalent
T	température, $^{\circ}\text{C}$	f	film
t	temps, s	k, j	k -ième élément de la j -ième colonne
U	tensions électriques, V	M	mur (modèle)
X	sensibilité	m	moyen (modèle)
Z	impédance électrique dans l'espace de Laplace, Ω	max	maximal
<i>Symboles grecs</i>		MC	Monte-Carlo (sur 100 échantillons)
α	coefficient de température, K^{-1}	r	ruban
ε	émissivité	rel	relatif
ε_{rel}	erreur relative, %	s	substrat
Λ	libre parcours moyen, m	th	théorique
λ	conductivité thermique, $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	*	valeur réduite
φ	densité de flux de chaleur, $\text{W} \cdot \text{m}^{-2}$	°	valeur nominale
Φ	transformée de Laplace du flux de chaleur	p	valeur commune des résistances du pont de Wheatstone (R_0, R_2, R_3, R_4)

1. Introduction

Le contexte de ce travail est celui de la caractérisation thermique de couches minces diélectriques. Il s'inscrit en continuité de travaux précédents [1, 2, 3] sur le développement d'une méthode impulsométrique « opto-électrothermique », basée sur la classe des méthodes Flash. Un large panel de méthodes de caractérisation thermique de couches minces existe, adaptées à différentes gammes de temps de réponses. Les plus connues sont les méthodes 3ω et de thermorélectance (en fréquence ou en temps). Le but est ici d'étendre le cadre d'application de la méthode Flash à des couches minces dont le temps de réponse thermique peut être inférieur à la microseconde. A ce titre, le cadre de ce travail est l'étude de matériaux servant d'isolants diélectriques, par exemple pour le transfert de puissance tel que le polyéthylène (ordre de grandeur de conductivité thermique de $\sim 0.1 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ à $50 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ [3]) ou à la réalisation de dissipateurs thermiques passifs (de puces électroniques, lasers, ...) par des matériaux de type AlN ($\sim 50 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ à plus de $100 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ [4]).

Cette communication s'intéresse particulièrement aux biais de modélisation ainsi qu'aux non-idéalités expérimentales impactant l'estimation de paramètres. L'objectif est de déterminer les possibilités de réduction de modèles et de définir des critères ainsi que des méthodes permettant de minimiser les erreurs d'estimation sur le paramètre d'intérêt (conductivité thermique). Pour cela, le principe de fonctionnement de la méthode de caractérisation et de la chaîne de mesure associée seront tout d'abord exposés (section 2). Différentes modélisations du comportement thermique de l'échantillon dans le cadre de certains cas limites seront ensuite présentés, ainsi qu'un modèle électrothermique tenant compte des non-idéalités de la chaîne de mesure (réponse fréquentielle, erreurs de quantification, fréquences d'échantillonnage limitées, ...) (section 3). Les biais associés aux réductions de modèle dans la gamme de conductivité thermique envisagée pourront alors être investigués, en tenant compte dans la procédure d'estimation des résistances thermiques d'interface (section 4.1). La prise en compte du caractère non impulsionnel (non Dirac en temps) de l'excitation laser et des non-idéalités de la chaîne de mesure compléteront cette étude (section 4.2). En particulier, il sera montré que la mise en œuvre de la méthode proposée peut permettre de diviser jusqu'à dix les erreurs d'estimations sur la conductivité thermique.

2. Présentation de la méthode et problématiques

Afin de remonter à la conductivité thermique $\lambda_{f,th}$ d'un film mince diélectrique déposé sur un substrat rigide, une méthode inverse est utilisée. Expérimentalement, pour faire face au rapide temps de conduction thermique du film, un ruban métallique opaque servant de transducteur électrothermique est déposé sur celui-ci (dimensions en Figure 1), amenant à l'étude thermique d'un tricouche {ruban/film mince/substrat} dont les propriétés utilisées sont disponibles en Tableau 1. Après excitation optique par laser pulsé impactant le ruban, la variation de température ΔT_r de ce dernier, induite par diffusion, est mesurée grâce à son effet thermorésistif. Relié à un pont de Wheatstone équilibré (Figure 1), la mesure de la tension différentielle $U_{AB}(t)$ (appareil de mesure - oscilloscope, sonde de mesure ou différentielle - cf. Figure 2) permet ensuite de remonter à la variation de température $\Delta T_r(t)$, obtenue en première approximation grâce à la relation ($\Delta T_{r,max} < 10^\circ\text{C}$ et $\alpha_r = 3.9 \cdot 10^{-3} \text{K}^{-1}$) :

$$R_r(T_r) = R_1 = R_0(1 + \alpha_r \Delta T_r) = R_0 + \Delta R_r(T_r) ; \Delta T_r(t) = T_r(t) - T_r(t_0) \quad (1)$$

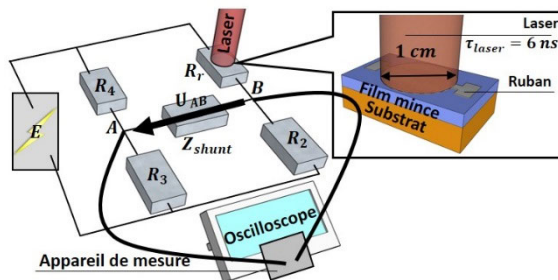


Figure 1 : Schéma de principe de la méthode opto-électrothermique

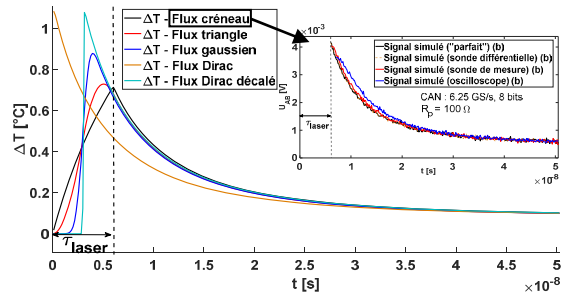


Figure 2 : Influence des formes temporelles de flux et de la chaîne de mesure sur signaux thermique et électrothermique

Pour l'estimation de la conductivité, il est primordial d'utiliser un modèle permettant de décrire correctement l'évolution du signal mesuré, tout en faisant intervenir un minimum de paramètres. Cette évolution dépend de la modélisation thermique du tricouche (section 3.1), mais aussi de la chaîne de mesure (section 3.2). En effet, la réponse thermique de l'échantillon sera modifiée par la forme temporelle de l'excitation laser (Figure 2 et section 4.2.1) et dégradée expérimentalement par la non-idéalité de la chaîne de mesure. A ce titre, la sensibilité du pont de Wheatstone, l'incidence du temps de conduction du film sur la bande-passante des appareils de mesure, la quantification et l'échantillonnage du signal vont être autant de sources d'erreurs pouvant être non négligeables pour l'estimation (section 4.2) [2], et s'ajoutant aux biais de modélisation thermiques (section 4.1).

	$\lambda [W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}]$	$\rho c_p [J \cdot m^{-3} \cdot K^{-1}]$	$a [m^2 \cdot s^{-1}]$	$e [\mu m]$	$Ef [J \cdot K^{-1} \cdot m^{-2} \cdot s^{-1/2}]$	$\tau_{cd} [ns]$
Ruban	120 [5]	$2.4 \cdot 10^6$	$5.6 \cdot 10^{-5}$	0.1~0.2 [6]	-	0.2~0.8
Film	10~100 [3, 4]	$2.4 \cdot 10^6$	$4.2 \cdot 10^{-6} \sim 4.2 \cdot 10^{-5}$	2	4912~15532	96~960
Substrat	1.1	$1.8 \cdot 10^6$	$6.0 \cdot 10^{-7}$	1000	1406	$1.7 \cdot 10^9$

Tableau 1 : Valeurs numériques utilisées pour la modélisation de l'échantillon

Par souci de simplification, il sera supposé que les résistances constituant le pont autres que celle du ruban (i.e. $R_i, \forall i \in \llbracket 2 ; 4 \rrbracket$) ont des variations négligeables (faibles auto-échauffement et tolérances). Elles seront considérées comme non inductives et non capacitives au contraire de l'appareil de mesure dont l'effet sera mis en avant. Par ailleurs, la tension de mode commun (s'ajoutant à la tension différentielle du pont) ne sera pas étudiée en supposant que l'appareil de mesure a un taux de réjection de mode commun suffisant. Enfin, un optimum de sensibilité du pont est atteint lorsque à l'instant initial l'ensemble des résistances $R_i, \forall i \in \llbracket 1 ; 4 \rrbracket$ sont de même valeur, i.e. $R_i(t_0) = R_0 = R_p$, et constituera donc la configuration traitée pour des cas limites de $R_p = 10 \Omega$ et $R_p = 100 \Omega$ afin de se placer dans la gamme de valeurs expérimentales de résistances du ruban prévues [2].

3. Modélisations thermiques et électrothermique

Afin de pouvoir décrire au mieux l'évolution du signal mesuré, on commencera par présenter en section 3.1 les différentes modélisations thermiques envisagées, suivies en section 3.2 de la modélisation électrothermique tenant compte de la chaîne de mesure. En particulier, il sera montré qu'il existe des intervalles temporels préférentiels pour l'estimation limitant l'impact des biais (thermiques et électrothermiques).

3.1. Thermique

Le ruban - de largeur importante devant son épaisseur - est irradié intégralement et de façon uniforme (laser à front plat). Le temps de mesure est également faible ($< 1 \mu s$) vis-à-vis du temps diffusif du film dans le plan. La variation de température ΔT_r est alors modélisable par un transfert de chaleur 1D instationnaire purement diffusif suivant l'épaisseur, dans lequel les échanges globaux h seront négligés ($\Delta T_{r,max} < 10^\circ C$, $\varepsilon_r < 0.1$, faible temps de mesure) [7]. Une modélisation par quadripôles thermiques du tricouche est alors possible.

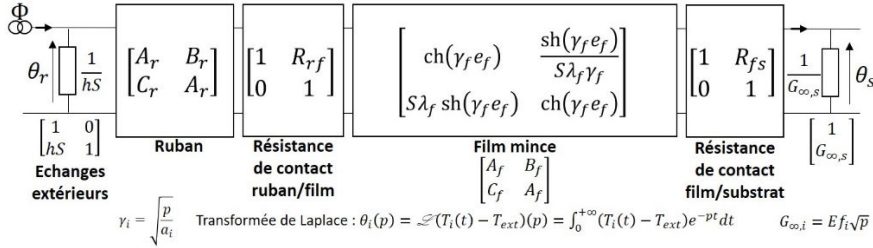


Figure 3 : Modélisation quadripolaire de la diffusion de chaleur au sein d'un tricouche

Afin de diminuer le nombre de paramètres et réduire la variance sur les paramètres à estimer, plusieurs modélisations de l'échantillon (de la plus complète à la plus simple) sont envisagées. La première tient compte d'un gradient de température suivant l'épaisseur du ruban (modèle θ_{3M} - éq. (2)), pour laquelle les coefficients matriciels du ruban sont analogues à ceux du film (Figure 3) :

$$\text{Modèle } \theta_{3M} : \quad \theta_r(p) = \frac{(A_r A_f + B_r C_f)(1 + R_{fs} G_{\infty,s}) + (A_r B_f + B_r A_f) G_{\infty,s}}{(A_f C_r + D_r C_f)(1 + R_{fs} G_{\infty,s}) + (B_f C_r + D_r A_f) G_{\infty,s}} \Phi(p) \quad (2)$$

$$\mathcal{A}_f = (A_f + R_{rf} C_f); \quad \mathcal{B}_f = (B_f + R_{rf} A_f); \quad \mathcal{C}_r = (h S A_r + C_r); \quad \mathcal{D}_r = (h S B_r + A_r)$$

La seconde, servant de modèle pour les données expérimentales simulées, considère sa température moyenne, car la résistance électrique moyenne du ruban sera expérimentalement mesurée (modèle θ_{3m} - éq. (3)).

$$\text{Modèle } \theta_{3m} : \quad A_r = \frac{sh(\gamma_r e_r)}{\gamma_r e_r}; \quad B_r = \frac{ch(\gamma_r e_r) - 1}{S \lambda_r \gamma_r^2 e_r}; \quad C_r = S \lambda_r \gamma_r sh(\gamma_r e_r) \quad (3)$$

La troisième, d'autant plus valide que le ruban est de faible épaisseur et suffisamment bon conducteur, considère le ruban comme un milieu isotherme (modèle θ_{3c} - éq. (4)).

$$\text{Modèle } \theta_{3c} : \quad \theta_r(p) = \frac{A_f + (A_f R_{fs} + B_f) G_{\infty,s} + R_{rf} (C_f + (C_f R_{fs} + D_f) G_{\infty,s})}{(hS + C_r)(A_f + (A_f R_{fs} + B_f) G_{\infty,s}) + (hS + C_r) R_{rf} + 1} \Phi(p) \quad \text{avec } C_r = (\rho c_p e)_r p \quad (4)$$

Toujours dans l'optique de réduction de modèle, la modélisation par un bicouche {ruban/film} ne tenant pas compte de l'influence du substrat est envisagée. Le film est alors considéré comme un milieu « mur » (modèle $\theta_{2c,M}$ - éq. (5) avec condition de flux nul à l'interface film/substrat) ou semi-infini (modèle θ_{2c} - éq. (6)), et le ruban comme un milieu isotherme ($C_r = (\rho c_p e)_r p$) :

$$\text{Modèle } \theta_{2c,M} : \quad \theta_r(p) = \frac{A_f}{(hS + C_r) A_f + C_f} \Phi(p) \quad (5)$$

$$\text{Modèle } \theta_{2c} : \quad \theta_r(p) = \frac{1 + R_{rf} G_{\infty,f}}{(hS + C_r)(1 + R_{rf} G_{\infty,f}) + G_{\infty,f}} \Phi(p) \quad (6)$$

Une inversion numérique de Laplace par un algorithme de De Hoog [8] permet l'obtention des modèles dans l'espace temporel (respectivement T_{3M} , T_{3m} , T_{3c} , $T_{2c,M}$, T_{2c} - et plus loin U_{AB} lorsque la chaîne de mesure sera prise en compte - éq. (7)), représentés en Figure 4 et Figure 5. La Figure 4 illustre le biais associé à la modélisation du ruban (pour deux valeurs différentes de conductivités thermiques du film), tandis que la Figure 5 compare les modèles tricouche et bicouche (dont deux supplémentaires avec température moyenne du ruban considérée) pour $\lambda_f = 100 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$. La montée étant particulièrement sensible aux biais de modélisation du ruban - ainsi qu'à la forme du flux (cf. Figure 2 et section 4.2.1) -, il apparaît préférable d'estimer sur la phase de relaxation du signal. Cependant, cette influence (étudiée en section 4.1.1) continue de se faire sentir sur le début de la relaxation, de façon d'autant plus prégnante que la conductivité thermique du film augmente. Aux temps longs, le caractère semi-infini du film tombe en défaut au-delà de $t = 5 \cdot 10^{-8} s$, nécessitant la mise en place d'un critère de temps final pour la plage d'estimation (cf. Figure 5 et section 4.1.2).

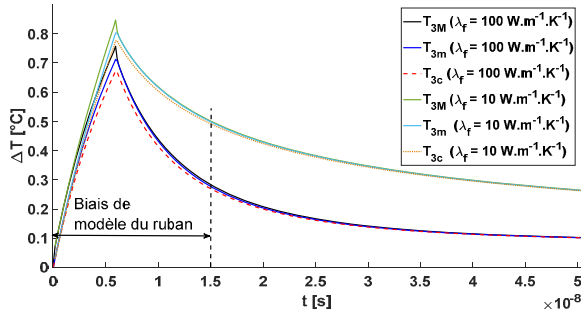


Figure 4 : Biais de modélisation du ruban sur les modèles thermiques tricouche ($e_r = 200 \text{ nm}$, $R_{rf} = 10^{-8} \text{ K.W}^{-1}$)

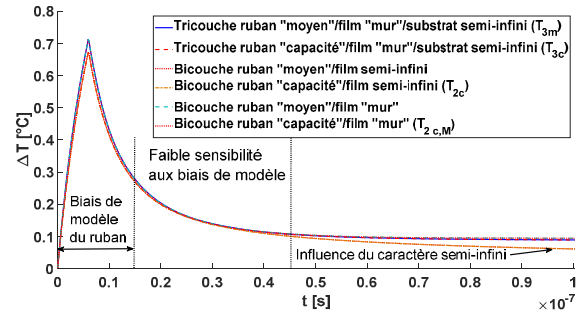


Figure 5 : Comparaison de différents modèles thermiques ($\lambda_f = 100 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $e_r = 200 \text{ nm}$, $R_{rf} = 10^{-8} \text{ K.W}^{-1}$)

Les sensibilités réduites aux paramètres thermiques $\left[X_{\beta_j}^* \right]_{kj} = \beta_j \frac{\partial T(t_k)}{\partial \beta_j}$ (paramètres en légende des figures concernées avec β_j° leur valeur nominale) pour les modèles utilisés pour l'estimation (T_{3c} et T_{2c}) sont tracées en Figure 6 et Figure 7, pour une conductivité de $\lambda_f = 100 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Les sensibilités étant similaires entre les deux modèles à même configuration - au nombre de paramètres près -, le choix a été fait d'afficher les sensibilités pour des valeurs nominales de R_{rf} et e_r différentes afin d'illustrer leur comportement dans certains cas limites.

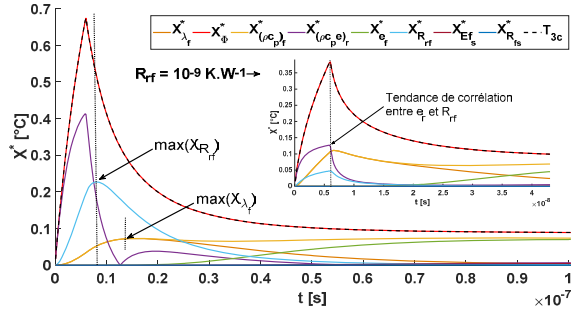


Figure 6 : Sensibilités réduites aux paramètres (T_{3c} , $\lambda_f = 100 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $R_{rf} = 10^{-8} \text{ K.W}^{-1}$, $e_r = 200 \text{ nm}$)

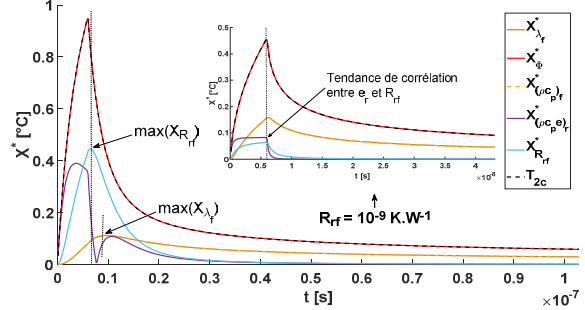


Figure 7 : Sensibilités réduites aux paramètres (T_{2c} , $\lambda_f = 100 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $R_{rf} = 10^{-8} \text{ K.W}^{-1}$, $e_r = 100 \text{ nm}$)

Dans le cas du tricouche, l'analyse des sensibilités permet, grâce au faible temps de mesure et au caractère isolant du substrat ($\tau_{cd,s} \approx 2 \text{ s}$), de s'affranchir de la connaissance de la résistance film/substrat R_{fs} (prise ici telle que $R_{fs} = 10^{-8} \text{ K.W}^{-1}$), par opposition à la résistance ruban/film R_{rf} nécessairement estimée [7]. Malgré une sensibilité moindre, la corrélation entre R_{rf} et e_r est d'autant plus forte que leurs valeurs respectives diminuent (encarts Figure 6 et Figure 7), ce qui aura une influence sur la variance de la conductivité estimée (section 4.1.1).

3.2. Electrothermique

L'évolution de température pilotant celle de la résistance du ruban R_r (cf. éq. (1)) étant modélisée, il est alors possible de définir la tension différentielle du pont de Wheatstone $U_{AB}(t)$ dans le domaine de Laplace ($\mathcal{U}_{AB}(p)$) :

$$\mathcal{U}_{AB}(p) = \frac{EZ_{shunt}(p)(R_3 Z_r(p) - R_4 R_2)}{\gamma(p)(R_3 + R_4)(Z_r(p) + R_2)} \quad (7)$$

$$\gamma(p) = Z_{shunt}(p) + \frac{R_3 R_4}{R_3 + R_4} + \frac{Z_r(p) R_2}{Z_r(p) + R_2}; Z_{shunt}(p) = \frac{R_{\acute{e}q}}{1 + R_{\acute{e}q} C_{\acute{e}q} p}; Z_r(p) = L(R_r)$$

Ce modèle tient compte de la non-idéalité du pont, mais aussi de celle de l'appareil de mesure (sonde différentielle TDP3500 adaptée aux hautes-fréquences, sonde de mesure non différentielle TPP0500b, ou oscilloscope MSO5 seul) à travers Z_{shunt} (représentée en Figure 1 – infinie dans un cas U_{AB} « parfait »), qui modélise l'impédance d'entrée de l'appareil ($R_{\acute{e}q}$ et $C_{\acute{e}q}$ respectivement la résistance et la capacité électrique du condensateur équivalentes fournies par le constructeur). Ces aspects sont complétés par la prise en compte de l'échantillonnage et de la quantification par l'oscilloscope (CAN) du signal mesuré. La chaîne de mesure et son influence sont ainsi représentées en Figure 8 et Figure 9 pour les deux valeurs limites (10Ω et 100Ω) de résistances de pont R_p (avec une évolution de température basée sur un modèle T_{3m} , systématiquement utilisé par la suite pour générer les signaux expérimentaux synthétiques). Si le CAN semble n'avoir que peu d'impact (Figure 8), ce n'est pas le cas de l'appareil de mesure, d'autant plus délétère que R_p est grand (effet passe-bas qui ralentit le signal et décale les temps où la température est maximale, cf. Figure 9). Il semble donc primordial de prendre en compte les performances de la chaîne de mesure, en particulier en faisant le choix de la sonde différentielle TDP3500 comme il sera montré en section 4.2.2.

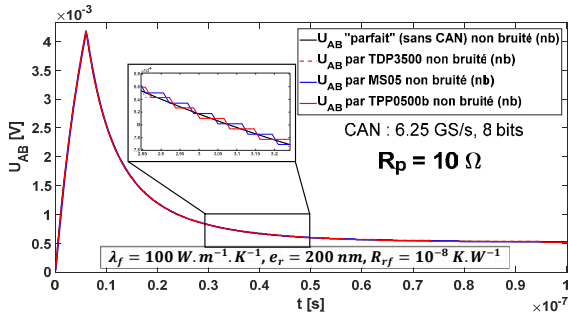


Figure 8 : Influence de la chaîne de mesure sur le signal (T_{3m}) pour $R_p = 10 \Omega$

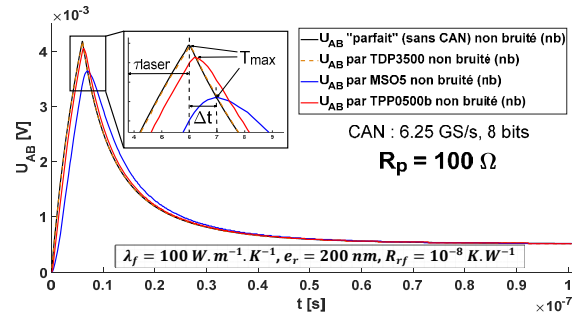


Figure 9 : Influence de la chaîne de mesure sur le signal (T_{3m}) pour $R_p = 100 \Omega$

4. Estimation de paramètres

Cette partie met en évidence en section 4.1 les critères et une méthode permettant de réduire les biais associés aux réductions de modèles envisagées en section 3.1. L'importance de la prise en compte de la forme du flux (Figure 2) et de la chaîne de mesure (cf. section 3.2) sera mise en exergue en section 4.2, en montrant qu'il est possible de diminuer leur influence, mais aussi ceux des biais de modèle. Les estimations réalisées utilisent une méthode par moindres carrés couplée à un algorithme de type Levenberg-Marquardt régularisé [9]. Il est cherché à minimiser la somme des écarts quadratiques entre température/tension mesurée expérimentalement (synthétique ici) et température/tension calculée telle que (β étant le vecteur paramètre à estimer) :

$$J(\beta) = \sum_{k=k_1}^{k_2} (T_{exp}(t_k) - T_{calc}(t_k, \beta))^2 \Rightarrow \hat{\beta} = \arg \min_{t \in [t_{k_1}; t_{k_2}]; \beta} (J(\beta)); \beta = (\lambda_f; \varphi_{max}; R_{rf}) \quad (8)$$

L'intervalle d'estimation est défini sur la phase de relaxation du thermogramme tel que $t \in [t_{k_1}; t_{k_2}] \subseteq [t_{ini}; t_{max}]$, avec $t_{ini} = \arg \max(T_{exp})$ et $t_{max} = 1 \mu s$ (condition de transfert thermique 1D et substrat semi-infini) afin de réduire les biais de modèles (section 3). Les estimations présentées ont été réalisées sur signaux bruités (b) (bruit gaussien de moyenne nulle et d'écart type σ_B à 1% de l'amplitude maximale du signal, cf. encart de la Figure 2), associées à une méthode de Monte-Carlo permettant d'obtenir les propriétés statistiques des estimations réalisées (écarts-types σ_{MC} sur 100 essais).

4.1. Biais de modèles et cas limites

4.1.1. Biais sur la modélisation du ruban et influence de la résistance d'interface

Le biais de modélisation du ruban par un milieu isotherme (modèle tricouche T_{3c} - éq. (4)), comparativement au modèle tricouche T_{3m} considérant sa température moyenne (éq. (3) - avec excitation laser de type créneau) est étudié dans cette section en fonction du temps de conduction du ruban. Pour cela, différentes valeurs d'épaisseur de ruban expérimentalement envisagées sont prises, allant de $e_r = 100 \text{ nm}$ ($\cong 5\text{Å}$) à 200 nm ($\cong 10\text{Å}$) afin de se placer dans le cadre d'un régime diffusif de Fourier [6]. Les résultats d'estimation de λ_f sont présentés en Figure 10 et Figure 11, respectivement pour $\lambda_f = 10 \text{ W.m}^{-1}.K^{-1}$ et $\lambda_f = 100 \text{ W.m}^{-1}.K^{-1}$, en tenant compte de la résistance d'interface ruban/film dans l'estimation. Ces résultats sont comparés à ceux avec influence de la chaîne de mesure ($R_p = 100 \Omega$ et CAN : 6.25 GS/s 8 bits) dans le cas d'utilisation d'une TDP3500 présentant le moins de déformations apparentes sur le signal par rapport aux autres appareils de mesure envisagés (cf. Figure 9).

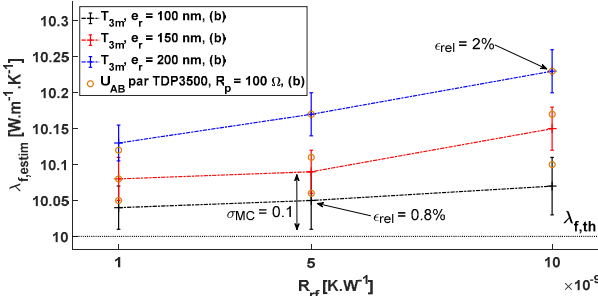


Figure 10 : Biais de modélisation du ruban sur l'estimation de λ_f par T_{3c} , avec influence de R_{rf} ($\lambda_{f,th} = 10 \text{ W.m}^{-1}.K^{-1}$, sur données bruitées)

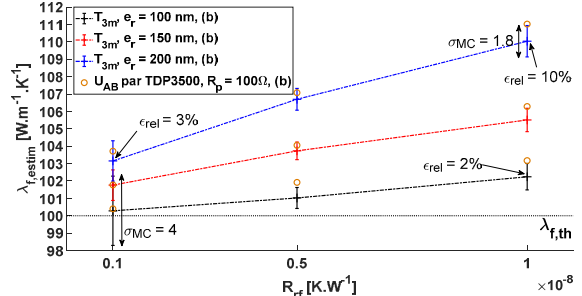


Figure 11 : Biais de modélisation du ruban sur l'estimation de λ_f par T_{3c} , avec influence de R_{rf} ($\lambda_{f,th} = 100 \text{ W.m}^{-1}.K^{-1}$, sur données bruitées)

Notons que les estimations sur signal non bruité, non représentées par souci de lisibilité, sont comprises dans les écarts-types affichés sur les graphes, indiquant la robustesse de la méthode d'estimation utilisée. L'augmentation croissante des erreurs d'estimation avec la conductivité λ_f du film (comparer les Figure 10 et Figure 11) témoignent de l'évolution du biais de modèle avec l'augmentation de la conductivité du film et/ou une épaisseur de ruban plus grande, ce qui conduira à se préoccuper du temps de conduction du ruban vis-à-vis de celui

du film (cf. section 4.1.3). L'erreur d'estimation dépend également de R_{rf} et diminue avec elle en contrepartie d'un écart-type sur la valeur estimée plus important, expliqué par la tendance de corrélation des sensibilités de e_r et R_{rf} (cf. Figure 6).

Par ailleurs, le choix de la TDP3500 paraît pertinent (ronds marrons en Figure 10 et Figure 11), avec une faible différence sur les valeurs estimées (+1% d'erreur maximum par rapport au signal thermique pur). Dans ce cas, les écarts-types σ_{MC} (non représentés) ne dépassent pas $2.9 W.m^{-1}.K^{-1}$ (pour $\lambda_f = 100 W.m^{-1}.K^{-1}$, $e_r = 100 nm$ et $R_{rf} = 10^{-9} K.W^{-1}$) et sont du même ordre de grandeur que sur signal expérimental thermique. Il sera montré en section 4.2.1 qu'il est possible de diviser par 10 l'erreur maximale affichée en Figure 11.

4.1.2. Biais sur la modélisation du film et la non prise en compte du substrat

La réduction du nombre de paramètres intervenant dans le modèle d'estimation est poursuivie en étudiant cette fois-ci la validité d'un modèle bicouche T_{2c} (cf. éq (6)) comparativement au modèle tricouche T_{3m} (cf. éq. (3)). Cinq paramètres seulement interviennent alors dans T_{2c} (contre huit avec le modèle T_{3c} , cf. Figure 7) s'il est souhaité remonter à la conductivité. Le biais lié à la modélisation du film par un milieu semi-infini (cf. Figure 5) est réduit en limitant la plage d'estimation à un intervalle de temps $[t_{ini}; t_{ca}]$, à l'aide d'un critère d'arrêt fixant le temps t_{ca} qui minimise l'erreur d'estimation au sens de la somme des écarts quadratiques. Les résultats d'estimation pour $\lambda_{f,th} = 10 W.m^{-1}.K^{-1}$ et $\lambda_f = 100 W.m^{-1}.K^{-1}$, avec et sans critère d'arrêt, sont ainsi présentés dans le Tableau 2 avec ceux obtenus sur un signal électrothermique avec TDP3500 ($R_p = 100 \Omega$).

e_r [nm]	R_{rf} [$K.W^{-1}$]	$\lambda_{f,th}$ [$W.m^{-1}.K^{-1}$]	$\lambda_{f,estim}$ [$W.m^{-1}.K^{-1}$]		
			Sur thermogramme complet	Avec critère	Avec TDP3500 et critère
100	10^{-9}	10	6.38 ± 0.59	6.35	4.23
		100	NC	80.67	105.39
	10^{-8}	10	16.83 ± 6.87	6.88	5.25
		100	NC	NC	NC
200	10^{-9}	10	NC	11.01	9.36
		100	NC	119.44	124.84
	10^{-8}	10	18.72 ± 0.87	12.62	12.82
		100	NC	NC	NC

Tableau 2 : Biais de modélisation du film et de la non-prise en compte du substrat sur l'estimation de λ_f par un modèle bicouche T_{2c} , avec et sans mise en place d'un critère d'arrêt (T_{3m} , sur données bruitées – NC : ne converge pas)

L'analyse des résultats montre la nécessité d'utilisation du critère d'arrêt afin de réduire les erreurs par rapport à une estimation sur l'ensemble de la descente - notamment lorsque la conductivité est grande car il permet parfois la convergence de l'algorithme d'estimation. Toutefois, le critère n'est pas suffisamment robuste pour limiter de façon fiable les erreurs et être applicable systématiquement, ce qui ne permet pas une estimation aussi performante que dans le cas de l'utilisation d'un modèle tricouche (cf. section 4.1). Le modèle T_{3c} sera ainsi privilégié pour l'estimation malgré le nombre de paramètres plus important.

4.1.3. Influence du temps de conduction thermique du film à caractériser

Ayant fait le choix du modèle tricouche T_{3c} , l'augmentation du biais de modèle en section 4.1.1 avec la diminution de l'épaisseur du ruban conduit à étudier l'influence du rapport entre son temps de conduction et celui du film. Les conductivités thermiques visées allant de $10 W.m^{-1}.K^{-1}$ à $100 W.m^{-1}.K^{-1}$, voire dans les cas les plus extrêmes $400 W.m^{-1}.K^{-1}$, ces valeurs sont estimées en Figure 12 et Figure 13 en tenant compte de l'épaisseur de ruban et de la résistance ruban/film (à conductivité fixée). La chaîne de mesure avec TDP3500 est également traitée (ronds marrons sur les graphes).

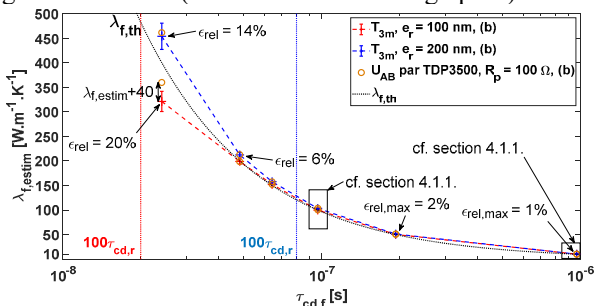


Figure 12 : Influence de $\tau_{cd,f}$ sur l'estimation de λ_f par T_{3c} ($R_{rf} = 10^{-9} K.W^{-1}$, sur données bruitées)

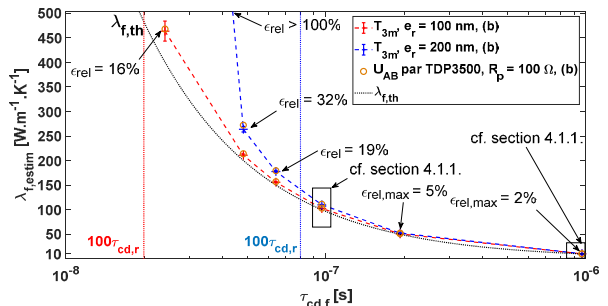


Figure 13 : Influence de $\tau_{cd,f}$ sur l'estimation de λ_f par T_{3c} ($R_{rf} = 10^{-8} K.W^{-1}$, sur données bruitées)

La faible erreur d'estimation est notée pour une conductivité du film inférieure à $50 W.m^{-1}.K^{-1}$ ($\epsilon_{rel} < 5\%$) quelle que soit la configuration de ruban et la valeur de résistance R_{rf} étudiées, mais exponentiellement amplifiée à mesure que le temps de conduction du film devient faible devant celui du ruban. L'hypothèse de temps de conduction du ruban rapide devant celui du film tombe alors progressivement en défaut de même que celle de la validité d'un modèle capacitif du ruban. Il convient donc de dimensionner le ruban de façon à respecter *a minima*

ce critère en fonction de la gamme de temps de réponse de film visée. Enfin, notons que l'influence de la chaîne de mesure sur le signal (points marrons en Figure 12 et Figure 13) reste faible sur la plage de conductivités expérimentalement prévues grâce à l'utilisation de la sonde TDP3500.

4.2. Non-idéalités expérimentales

4.2.1. Formes de flux

Expérimentalement, l'évolution de température dépend de l'excitation laser, apparaissant comme facteur d'une fonction de transfert dans les modèles – cf. éq. (4). On s'intéresse donc à son influence sur l'estimation en l'absence de connaissance *a priori* de sa forme temporelle. L'incidence sur le signal des différentes formes de flux (Figure 14 - flux en légende de la figure), modélisées pour une même énergie déposée, est ainsi clairement visible en Figure 2 sur le début de la phase de relaxation, y compris à faible valeur de conductivité (non représentée).

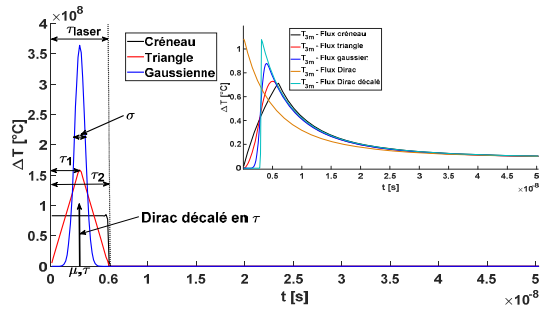


Figure 14 : Influence de la forme temporelle de l'excitation laser sur le signal thermique ($\lambda_f = 100 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)

Type de flux	Degrés de liberté
Créneau	τ_{laser} (durée d'excitation totale)
Triangle	τ_1 (temps de fin de montée) ; τ_2 (temps de fin d'excitation)
Gaussien (loi normale)	μ (espérance) ; σ (écart-type)
Dirac	Aucun
Dirac décalé	τ

Tableau 3 : Degrés de liberté utilisés pour l'estimation de la forme du flux

La prise en compte des flux en estimant certaines de leurs composantes (cf. Tableau 3) permet de diminuer les biais de modèles présentés en section 4.1, comme le montre le Tableau 4 pour $\lambda_f = 100 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, comparant les résultats obtenus avec différents modèles de flux expérimentaux (1^{ère} ligne du tableau) et estimés avec différents modèles de flux (1^{ère} colonne du tableau).

Modèle exp. :		Créneau		Triangle		Gaussien		Dirac		Dirac décalé		
Mod. estim.	e_r [nm]	R_{rf} [nm]	10^{-9}	10^{-8}	10^{-9}	10^{-8}	10^{-9}	10^{-8}	10^{-9}	10^{-8}	10^{-9}	10^{-8}
	Cren.	100	100	100.96 ±0.7	102.14 ±1.7	97.44 ±1.5	110.42 ±2.8	106.15 ±1.4	166.00 ±11.6	101.69 ±15.2	102.70 ±6.8	135.30 ±13.9
200		100	103.54 ±0.9	108.97 ±2.1	104.03 ±1.2	120.61 ±3.7	120.97 ±2.5	177.90 ±13.8	110.96 ±14.4	113.99 ±14.8	161.65 ±21.3	483.94 ±373.8
Tr.	100	100	104.94 ±1.1	99.87 ±5.7	98.17 ±1.4	104.01 ±5.4	104.51 ±3.9	104.30 ±10.1	122.46 ±33.0	108.68 ±38.3	111.00 ±10.9	137.98 ±48.0
	200	100	101.08 ±1.0	99.99 ±1.9	103.31 ±2.7	101.53 ±3.1	104.54 ±5.4	101.60 ±5.1	110.38 ±24.6	89.51 ±26.9	114.80 ±22.4	168.23 ±159.6
Gauss.	100	100	107.29 ±1.0	100.93 ±1.6	102.30 ±0.7	98.07 ±1.7	101.08 ±0.9	100.46 ±2.3	NC	NC	116.88 ±2.8	144.40 ±33.5
	200	100	103.86 ±2.0	99.96 ±2.5	102.21 ±1.0	99.37 ±1.8	106.50 ±7.4	104.03 ±6.1	NC	NC	113.67 ±1.8	117.17 ±6.7
Dirac décalé	100	100	101.98 ±4.6	101.99 ±2.1	108.19 ±1.9	114.82 ±5.4	105.67 ±2.4	104.82 ±3.2	128.62 ±65.0	65.11 ±28.9	89.11 ±15.2	75.94 ±30.5
	200	100	99.63 ±1.4	100.04 ±1.8	106.08 ±8.4	104.48 ±2.7	104.97 ±2.3	102.20 ±2.4	109.90 ±50.2	54.46 ±43.7	81.03 ±39.4	NC
Dirac décalé	100	100	9.95 ±0.1	10.01 ±0.1	10.11 ±0.1	10.15 ±0.1	10.09 ±0.1	10.10 ±0.1	NC	4.58 ±50.7	10.21 ±1.4	5.11 ±51.8
	200	100	9.94 ±0.1	9.97 ±0.1	10.02 ±0.1	10.01 ±0.1	10.06 ±0.1	10.03 ±0.1	13.64 ±27.3	NC	11.11 ±1.1	11.57 ±9.1

Tableau 4 : Estimations de $\lambda_f \pm \sigma_{MC}$ en estimant les degrés de liberté des flux ($\lambda_{f,th} = 100 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ et $\lambda_{f,th} = 10 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ en bleu, sur données bruitées - NC : Non Convergence, Cren. : Créneau, Tr. : Triangle, Gauss. : Gaussien).
Légende : en rouge - $\varepsilon_{rel} \geq 20\%$; en orange - $\varepsilon_{rel} \geq 10\%$; en jaune - $\varepsilon_{rel} \geq 5\%$; en vert - $\varepsilon_{rel} < 5\%$.

En comparant ces résultats à ceux obtenus dans les sections précédentes, il apparaît que les biais de modèles thermiques peuvent être fortement réduits (divisés par dix dans le cas le plus biaisé – cf. Figure 11) en modélisant le flux par un Dirac décalé ou un triangle, présentant tous deux de bonnes performances (réduction de l'erreur et faible écart-type), permettant ainsi en première approximation de s'affranchir de la connaissance expérimentale du flux (photodiode). Cette méthode sera testée dans la section suivante sur un signal électrothermique.

4.2.2. Chaîne de mesure

L'étude de cette communication se termine par l'influence des biais supplémentaires induits par la chaîne de mesure (Figure 9). Afin de les réduire au maximum, la Figure 15 compare dans un premier temps les performances des différents appareils envisagés pour deux configurations de pont et de CAN (priviliégiant soit la fréquence d'échantillonnage, soit la quantification) dans le cas d'étude où les erreurs sur l'estimation sont les plus défavorables ($\lambda_f = 100 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, $e_r = 200 \text{ nm}$, $R_{rf} = 10^{-8} \text{ K} \cdot \text{W}^{-1}$). Les performances de l'estimation avec

la chaîne de mesure choisie sont alors étudiées en Figure 16 pour la gamme de conductivités des matériaux diélectriques envisagés. La robustesse de la méthode développée en section 4.2.1 a également été testée en l'appliquant systématiquement aux estimations réalisées par T_{3c} avec une forme de flux de type Dirac décalé (cf. * sur les graphes), un flux créneau ayant été utilisé pour le signal expérimental (cf. Figure 1).

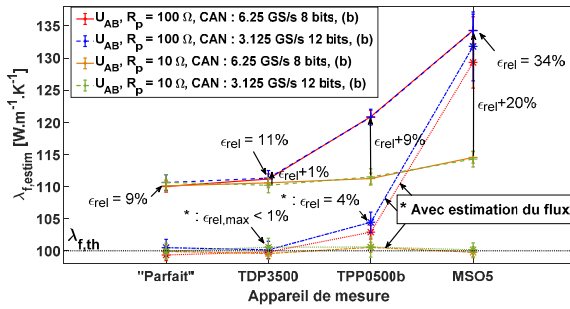


Figure 15 : Prise en compte de la chaîne de mesure sur l'estimation de λ_f , ($\lambda_{f,th} = 100 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $e_r = 200 \text{ nm}$, $R_{rf} = 10^{-8} \text{ K.W}^{-1}$, sur données bruitées)

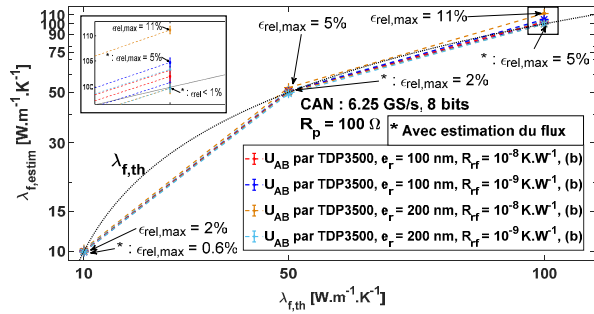


Figure 16 : Influence de la réduction de modèle et de la chaîne de mesure sur l'estimation de λ_f pour différentes conductivités ($R_p = 100 \Omega$, sur données bruitées)

La comparaison des appareils de mesure (Figure 15) met nettement en avant la sonde différentielle TDP3500 ($\epsilon_{rel} = 11\%$) comparativement à l'oscilloscope ($\epsilon_{rel} = 34\%$). Le choix du CAN n'engendre quant à lui pas d'écart significatif sur la valeur estimée, si ce n'est sur l'écart-type, amélioré en privilégiant la configuration 6.25 GS/s 8 bits (fréquence d'échantillonnage double de la seconde configuration). Il est montré que la chaîne de mesure bien dimensionnée n'entraîne qu'un écart de 1% de plus (avec $\sigma_{MC} < 2 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$), les biais identifiés provenant principalement de la réduction de modèle du ruban (donc du respect du critère cité en section 4.1.3) et de la résistance d'interface ruban – ce biais augmentant si elle n'est pas prise en compte (cf. [7]).

L'application de la méthode estimant les flux par Dirac décalé ou triangle, mise en place en section 4.2.1, permet une diminution notable des biais en divisant ici aussi jusqu'à dix l'erreur d'estimation (Figure 15), et en la cantonnant à $\epsilon_{rel,max} = 5\%$ tout cas confondus sur la gamme de conductivité étudiée (Figure 16). Elle permet donc de s'affranchir dans une certaine mesure de la non-idéalité de la chaîne de mesure : si la sonde TPP0500b devient un choix possible (réduction de l'erreur maximale de 21% à 4% dans le cas présenté – cf. Figure 15), ce n'est pas le cas de l'oscilloscope dès lors que $R_p > 10 \Omega$. Enfin, bien que non présentée ici, l'application de la méthode proposée sur l'estimation d'une conductivité $\lambda_f = 200 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ permet de restreindre l'erreur dans une plage de 1~6%, contre 5~32% sans (cf. section 4.1.3 et Figure 13).

5. Conclusion

Dans cette communication, il a été montré qu'il existait des intervalles de temps préférentiels pour l'estimation, préconisant d'utiliser une partie de la phase de relaxation du signal. Dans ce cas, le modèle tricouche avec modélisation isotherme du capteur (modèle T_{3c}), associé à une mesure avec sonde différentielle hautes-fréquences TDP3500 et la modélisation de la forme des flux par un Dirac décalé ou un triangle, est la méthode la plus performante (division jusqu'à dix des erreurs), comparativement à un modèle bicouche associé à un critère de temps d'arrêt, insuffisamment robuste. Cette méthode permet également de s'affranchir de la connaissance expérimentale de la forme de flux (photodiode). Par ailleurs, il a été montré que la précision des estimations de conductivité se dégradait exponentiellement lorsque le temps de conduction du film devient comparable à celui du ruban ($\tau_{cd,f} \leq 100\tau_{cd,r}$), avec un seuil maximum d'erreur de globalement 5% dans le cas contraire. Enfin, il a été montré qu'en l'absence de prise en compte de la chaîne de mesure, les erreurs pouvaient aller jusqu'à 34% dans le cas où les mesure seraient effectuées uniquement avec un oscilloscope hautes fréquences.

Références

- [1] S. Orain, *et al.*, «Use of genetic algorithms for the simultaneous estimation of thin films thermal conductivity and contact resistances,» *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 2001.
- [2] S. Peillon, *et al.*, «Etude d'une chaîne de mesure pour la caractérisation thermique de couches minces - Impact sur l'estimation de paramètres sur données synthétiques dans un cas simplifié,» *SFT*, 2019.
- [3] A. Yamanaka *et al.*, «Thermal Conductivity of High-Strength Polyethylene Fiber and Applications for Cryogenic Use,» *ISRN*, 2011.
- [4] M. Aubain, «Determination of the Thermal Conductivity of Dielectric Thin Films through Experimental Measurement and Crystallographic Analysis,» 2013.
- [5] A. Jain *et al.*, «Thermal transport by phonons and electrons in aluminum, silver, and gold from first principles,» *Physical Review B*, 2016.
- [6] D. Gall, «Electron mean free path in elemental metals,» *Journal of Applied Physics*, 2016.
- [7] C. Rodiet, *et al.*, «Développement et optimisation d'une méthode de caractérisation thermique de couches minces par technique électrothermique sur données synthétiques,» *SFT*, 2017.
- [8] F. R. Hoog, *et al.*, «An Improved Method for Numerical Inversion of Laplace Transforms,» *SIAM*, 1982.
- [9] P. E. Gill *et al.*, «Algorithms for the Solution of the Nonlinear Least-Squares Problem,» *SIAM*, 1978.