



HAL
open science

Identification des transferts thermiques par méthode inverse dans un procédé de PACVD : approche méthodologique de la modélisation d'un processus complexe régi par un système d'équations aux dérivées partielles non linéaires.

Sébastien Rouquette

► **To cite this version:**

Sébastien Rouquette. Identification des transferts thermiques par méthode inverse dans un procédé de PACVD : approche méthodologique de la modélisation d'un processus complexe régi par un système d'équations aux dérivées partielles non linéaires.. Génie des procédés. Université de Perpigna-Via Domitia, 2003. Français. NNT: . tel-04713852

HAL Id: tel-04713852

<https://hal.umontpellier.fr/tel-04713852v1>

Submitted on 30 Sep 2024

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



UNIVERSITE DE PERPIGNAN
ECOLE DOCTORALE 0305



Institut de Science et de Génie des Matériaux et Procédés (IMP)
Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS - UPR 8521)

N° bibliothèque : |_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|

THESE de DOCTORAT
pour obtenir le grade de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE PERPIGNAN
Discipline : Sciences de l'ingénieur

présentée et soutenue publiquement
par
Sébastien Rouquette

le 19 décembre 2003

Identification des transferts thermiques par méthode inverse dans un procédé de PACVD : approche méthodologique de la modélisation d'un processus complexe régi par un système d'équations aux dérivées partielles non linéaires.

Jean-Claude Trigeassou	Professeur des Universités	Rapporteur
Yvon Jarny	Professeur des Universités	Rapporteur
Francisco Carillo	Professeur des Universités	Président du jury
Charles Chaussavoine	Professeur des Universités	Directeur de thèse
Laurent Autrique	Maître de Conférences	Co-directeur de thèse
Laurent Thomas	Maître de Conférences	Co-directeur de thèse
Christophe Le Niliot	Maître de Conférences Hdr	Invité

Remerciements

Je tiens à remercier mon Directeur de thèse, Le Professeur Charles Chaussavoine « le Sage », sans qui je n'aurais jamais pu être là aujourd'hui. Je le remercie de la confiance qu'il a mis en moi en m'acceptant sous sa tutelle. J'espère qu'il n'a ni regrets, ni remords à ce sujet, seulement d'agréables souvenirs de ces trois années passées à l'Institut de science et de génie des Matériaux et Procédés. En ce qui me concerne, ces trois années resteront gravées dans mon cœur et mon âme. Deux places, tout aussi importantes, sont réservées aux Laurent Autrique « le Passionnel » et Laurent Thomas « le Débordé », Maîtres de Conférence. Je les remercie tous trois pour toutes les heures passées avec moi à discuter de mon travail, de l'enseignement à l'université et de l'actualité sous toute ces formes.

Je n'oublie pas Jean-Pierre Leyris, Maître de Conférence Habilité, pour son écoute et ses conseils. Je le remercie d'avoir accepté d'être mon tuteur de monitorat durant ces trois années. Merci Jean-Pierre. Il y a, aussi, Christine Picard, assistante ingénieur, sans qui les manipulations sur le procédé n'auraient pas pu être possibles sans son expérience (ainsi que l'expérience de Laurent Thomas). Mais au-delà de l'aspect professionnel, je remercie la personnalité agréable et dévouée de Christine. L'informatique serait encore aux bouliers, ce que sont les silex aux revêtements de carbure de silicium, sans le génial informaticien Patrick Artaud « la bricole ». Je le remercie pour tous les services qu'il m'a rendu sans jamais tarder à la tâche. Enfin, la dernière personne à qui je dédie de particuliers remerciements pour son amabilité et sa bonne humeur est Marina Teyssandier, sans qui le service comptabilité de l'IMP aurait du mal à être aussi accueillant et plein de dévotion.

Il reste encore bon nombre de personnes à remercier, sans qui ces trois années auraient été ternes. Ils se reconnaîtront à la citation de leur prénom : Philippe E. « le fin », Jean-jacques H., Sylvie P., Benoît C., Olivier P., Sandrine G., Romie, Stéphanie D-P., Eric T., Gregory C., Caroline L. « la passionnée », Marie-Noëlle D. « la puce », Emilie S., Stéphanie R., Céline G., Stéphane « le mexicain » ... et bien d'autres !

En fin, un grand merci à mes nouveaux collègues universitaires pour m'avoir accueilli au sein de leur équipe et qui m'ont fait confiance : Philippe Rogeon, Philippe Lemasson, Denis Carron et Muriel Carrin.

Je terminerai cette page de remerciements par une dédicace toute particulière à mes parents : Denis et Irène (sans qui je ne serai pas la non plus !), à ma petite sœur, Marylin, à mon

frère, Matthieu, pour ces séjours estivaux inopinés (et éprouvant pour moi). Il manque encore tous ceux qui me connaissent depuis ma plus petite enfance et qui râlent de ne pas pouvoir me voir plus souvent. Je leur demande d'être indulgent et de rester de fidèles amis pour beaucoup d'années futures : merci David R. (mon cousin), Yannick C. (bonne chance pour la rédaction de ta thèse), Johan B. « le jackass » ... et puis il y a tous ceux que je ne cite pas mais pour qui j'ai une pensée.

A présent, une nouvelle page de ma vie se tourne, la page universitaire, en tant « qu'étudiant », touche à sa fin. Une « nouvelle vie » s'ouvre à moi : universitaire ou autre, la première pierre qui scellera ce commencement sera la dernière seconde qui scellera ma soutenance.

Bonne lecture.

Table des matières

Table des matières	i
<u>Chapitre introductif</u>	vi
<u>Chapitre 1 : De la modélisation à l'identification paramétrique</u>	1
1. Généralités : Systèmes et Modèles	1
1.1. Exemple de modèle à paramètres localisés	3
1.2. Exemple de modèle à paramètres répartis	4
2. Erreur de sortie et Critères	5
3. Méthodes d'optimisation	8
3.1. La méthode des moindres carrés	8
3.2. Les méthodes du gradient	10
3.3. La méthode de Newton	10
3.4. Les méthodes de Quasi-Newton	11
3.5. La méthode du gradient conjugué	11
3.6. Initialisation et Arrêt	12
4. Les problèmes inverses de la conduction de la chaleur (PICC)	13
4.1. Formulation du problème direct de la conduction de la chaleur (PDCC)	13
4.2. Formulation du problème inverse de la conduction de la chaleur (PICC)	15
4.3. Quelques différentes méthodes de régularisation	18
4.3.1. La régularisation de Tikhonov	18
4.3.2. La régularisation par décomposition en valeurs singulières	19
4.3.3. La méthode de spécification de Beck	19
4.3.4. Les méthodes de régularisation itérative	20
5. Conclusion	21
<u>Chapitre 2 : Mise en œuvre de la méthode du gradient conjugué</u>	23
1. Énoncé du problème	23
2. Mise en œuvre de la méthode du gradient conjugué	28
2.1. Gradient d'une fonction	28
2.2. Principe de la méthode du gradient conjugué	29

2.3. Le problème de sensibilité	30
2.4. La formulation lagrangienne du problème d'optimisation	33
2.5. L'algorithme de résolution	36
2.6. Critère d'arrêt du problème inverse	37
3. Résultats numériques	39
3.1. Le problème de sensibilité et le placement optimal de capteurs	39
3.2. Effet de la valeur d'initialisation du flux	41
3.3. Effet du nombre de capteurs sur l'identification du flux	44
3.4. Effet du pas de temps sur l'identification du flux	46
3.5. Effet du bruit de mesure sur l'identification du flux	48
4. Conclusion	51

Chapitre 3 : Le procédé de dépôt chimique en phase gazeuse assisté plasma – Principe et

<u>Modélisation thermique</u>	52
1. Introduction	52
2. Le procédé de Dépôt chimique par voie gazeuse assisté plasma	53
2.1. Les revêtements de carbure de silicium	53
2.2. Le dépôt chimique en phase vapeur (Chemical Vapor Deposition)	55
2.3. Le dépôt chimique en phase gazeuse assisté par plasma	57
2.3.1. Le milieu plasma, les plasmas froids	57
2.3.2. Génération d'un plasma froid	58
2.3.3. Principe du dépôt chimique en phase gazeuse assisté par plasma	63
2.4. Le réacteur PACVD micro-onde (Micro Pol #1)	65
2.4.1. Le dispositif	65
2.4.1.1. L'enceinte	65
2.4.1.2. Flux et mesures de pression	66
2.4.1.3. Sources plasma	67
2.4.1.4. Chauffage de la surface des substrats	68
2.4.1.5. Diagnostic du procédé	69
2.4.2. Description de la procédure standard de dépôt	70
2.4.3. Paramètres influents du procédé	71
2.5. Quel outil pour la mesure de température du substrat ?	74
3. Modélisation thermique	75
3.1. Les échanges thermiques	75

3.2. Le domaine	76
3.3. Le modèle thermique	76
3.4. Remarques sur l'écriture du modèle	80
3.4.1. <i>Présence de transferts thermiques par convection forcée</i>	80
3.4.2. <i>Estimation des résistances thermiques de contact</i>	81
3.5. Etude simplifiée : Porte substrats « école » sans terme plasma	82
3.6. Validité du modèle thermique : comparaison entre la résolution numérique et les mesures expérimentales	86
4. Conclusion	89
<u>Chapitre 4 : Analyse de sensibilité du modèle</u>	
1. <i>Planification d'expérience : application et méthode</i>	91
1.1. Pourquoi utiliser un plan d'expériences ?	91
1.2. La planification d'expériences : principe et méthode	94
2. <i>La planification d'expériences numériques appliquée à l'analyse du modèle</i>	97
2.1. Choix du plan d'expériences numériques	97
2.2. Résultats du plan d'expériences numériques	104
2.3. Conclusion du plan d'expériences numériques	107
2.4. Comparaison entre les données expérimentales et les températures calculées	108
3. <i>Analyse de sensibilité relative aux facteurs influents</i>	113
3.1. Analyse de sensibilité relative au coefficient d'émissivité du porte substrats	115
3.2. Analyse de sensibilité relative au coefficient d'échange convectif	116
3.3. Conclusion	118
4. <i>Analyse du porte substrats expérimental</i>	119
4.1. Le modèle thermique	119
4.2. Analyse de sensibilité pour le coefficient d'émissivité	123
4.3. Analyse de sensibilité pour le coefficient d'échange convectif	125
5. <i>Conclusion</i>	127
<u>Chapitre 5 : Identification des paramètres expérimentaux : coefficient d'émissivité et coefficient d'échange convectif</u>	
1. <i>Mesures expérimentales de température</i>	129
1.1. Le capteur utilisé pour l'acquisition de données et erreur de mesure	129
1.2. Méthodologie expérimentale pour l'identification	130

1.3. Mesures de température sur l'élément chauffant	131
1.4. Mesures de température sur le porte-substrats et la céramique	133
1.5. Conclusions	134
2. Etude du comportement thermique hors milieu plasma	134
2.1. Le problème inverse de conditions aux limites	135
2.1.1. <i>Le problème direct de la thermique</i>	135
2.1.2. <i>Les équations de sensibilité</i>	136
2.1.3. <i>Les équations adjointes</i>	138
2.1.4. <i>Expression du gradient de la fonction à identifier</i>	139
2.1.5. <i>Algorithme du gradient conjugué</i>	140
2.2. Etude du chauffage sous « vide » : identification du coefficient d'émissivité	141
2.2.1. <i>Tests numériques du programme d'identification</i>	141
2.2.1.a. Le problème direct, les données numériques exactes	142
2.2.1.b. Le problème inverse et l'influence du pas de temps	144
2.2.1.c. L'influence du nombre et de la position des capteurs	146
2.2.1.d. Influence du bruit de mesure	149
2.2.1.e. Conclusions	
2.2.2. <i>Identification du coefficient d'émissivité</i>	151
2.2.2.a. Données thermiques de l'essai X24	151
2.2.2.b. Données thermiques de l'essai X26	155
2.2.2.c. Données thermiques de l'essai X27	157
2.2.3. <i>Conclusions</i>	160
2.3. Bilan thermique sous pression de travail pour l'identification du coefficient d'échange convectif	161
2.3.1. <i>Tests numériques</i>	161
2.3.1.a. Le problème direct, les données numériques exactes	161
2.3.1.b. Influence du pas de temps	163
2.3.1.c. Influence du nombre et de l'emplacement des capteurs	165
2.3.1.d. Influence de l'incertitude du coefficient d'émissivité	167
2.3.1.e. Influence du bruit de mesure	170
2.3.1.f. Conclusions	172
2.3.2. <i>Identification du coefficient d'échange convectif</i>	172
2.3.2.a. Données thermiques de l'essai X23	172
2.3.2.b. Données thermiques de l'essai X28	175

2.3.2.c. Données thermiques de l'essai X29	178
2.3.3. Conclusions	180
3. Conclusions	180
<u>Chapitre 6 : Identification de l'effet thermique du plasma</u>	182
1. Mesure de la température du milieu gazeux plasma par Spectroscopie Optique d'Emission (SOE)	183
1.1. La Spectroscopie Optique d'Emission (SOE)	183
1.2. Méthode d'estimation de la température du milieu gazeux par SOE	185
1.3. Mesures expérimentales de la température du gaz plasma	187
2. Problèmes de mesure de température de « surface » liés à la présence du plasma	191
3. Identification de l'apport thermique du plasma	195
3.1. Cas de la décharge d'argon pur sans chauffage additionnel	197
3.2. Cas de la décharge argon/H ₂ sans chauffage additionnel	203
3.2.1. Mesures expérimentales	203
3.2.2. Identification du flux global thermique issu du plasma	204
3.2.3. Identification du flux spécifique au plasma	206
3.3. Cas de la décharge argon/TMS sans chauffage additionnel	209
3.3.1. Mesures expérimentales	209
3.3.2. Identification du flux global pour l'estimation de la température du gaz	210
3.3.3. Distribution spatio-temporelle du flux spécifique au plasma	212
3.4. Validation du modèle avec plasma et chauffage radiatif additionnel	214
3.4.1. Plasma d'argon avec chauffage radiatif : confrontation entre mesures de températures et simulation	215
3.4.2. Plasma Ar/H ₂ avec chauffage radiatif : confrontation entre mesures et calculs	217
4. Conclusion : vers une analyse de la procédure séquentielle de dépôt	220
5. Conclusion sur l'identification de l'effet thermique du plasma	224
<u>Conclusions – Perspectives</u>	225
<u>Références</u>	232

Le choix d'un matériau pour la réalisation d'un objet est très souvent lié à ses propriétés mécaniques, thermiques, optiques... même si on peut aussi faire intervenir d'autres critères comme, par exemple, les critères économiques ou esthétiques. Cependant, parmi les propriétés du matériau, il faut distinguer les propriétés dans la masse, des propriétés superficielles. En effet, on a très souvent besoin de propriétés superficielles particulières qui ne sont pas forcément celles du matériau massif. Il faut donc, dans ce cas, avoir la possibilité d'améliorer les propriétés superficielles. On peut, par exemple, avoir besoin d'améliorer la dureté superficielle du matériau, les qualités de frottement, la résistance à la corrosion,...

Diverses voies technologiques permettent d'atteindre cet objectif. On peut agir sur la surface avec un traitement particulier comme par exemple une trempe (voie thermique) ou un sablage (voie mécanique)... On peut également envisager de revêtir la surface à l'aide d'une couche d'un autre matériau possédant les propriétés requises. C'est à ce type de traitement que nous nous sommes intéressés dans ce travail.

Parmi toutes les possibilités de revêtement de surface, nous nous intéressons spécialement aux traitements par « dépôt chimique en phase gazeuse » (Chemical Vapor Deposition ou CVD). Le principe consiste à mettre en contact la surface du matériau à revêtir (qu'on appelle le substrat) avec un composé du matériau de revêtement sous forme vapeur (appelé précurseur) afin de réaliser la couche superficielle à caractéristiques spécifiques. Diverses formes d'activation chimique permettent la croissance de la couche sur le substrat. On obtient alors toutes les déclinaisons de ce type de traitement. Dans ce travail, nous nous intéressons plus spécifiquement à la PACVD ou « Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition ». Ce type de traitement possède l'avantage de pouvoir réduire notablement l'apport énergétique sous forme thermique direct, il est remplacé par l'activation liée au plasma. L'intérêt de la présence d'un plasma, et particulièrement d'un plasma froid, est la possibilité de réduire les effets thermiques ce qui permet de revêtir des matériaux sensibles à la température comme les alliages métalliques ou les polymères par exemple.

L'Institut de science et de génie des Matériaux et Procédés (IMP, UPR 8521) dispose d'un réacteur permettant l'étude d'un tel procédé de dépôt. Une des difficultés majeures liée à l'utilisation de ce réacteur consiste à produire des échantillons possédant des caractéristiques données parfaitement reproductibles. Divers travaux antérieurs ont montré que certains paramètres d'élaboration sont déterminants pour l'obtention des propriétés recherchées. Il s'agit de la composition chimique du précurseur, du débit de gaz précurseur, des conditions hydrodynamiques, du niveau de pression dans le réacteur, de la température superficielle du

substrat à revêtir, de la nature du plasma. Certains de ces paramètres sont parfaitement contrôlables, il s'agit des grandeurs d'entrée comme la composition chimique, le débit, la pression... D'autres sont beaucoup plus difficiles à contrôler, c'est le cas de la température superficielle. La connaissance et le contrôle du niveau de température et son homogénéité sur le substrat conditionne la qualité du revêtement et doit permettre la reproductibilité du dépôt.

Le problème consiste, donc, à connaître et à contrôler la température superficielle du substrat à la fois en terme de niveau, de répartition spatiale et temporelle. La difficulté essentielle vient du fait qu'il est impossible de mettre en oeuvre une régulation classique pour atteindre ce but. En effet, compte tenu des spécificités du procédé (présence d'un plasma haute fréquence, polarisation basse fréquence des substrats, dépôts) la surface à traiter est difficilement instrumentable et les propriétés de la surface varient au cours du dépôt. Pour résoudre ce problème, il a donc été envisagé de reconstruire l'état thermique de la surface à revêtir à partir d'un modèle thermique prenant en compte les différentes sources de chaleur, afin de pouvoir les contrôler. Pour se donner les moyens de mener à bien cette tâche, nous avons, donc, réuni diverses compétences qui existent à l'IMP. Elles mettent en relation des spécialistes du procédé à travers les concepteurs et utilisateurs du réacteur, des spécialistes de l'instrumentation dans cet environnement particulier et des spécialistes de la modélisation, du traitement des modèles et de l'automatique des procédés pour coordonner toutes les compétences.

Ce document fait la synthèse d'un travail pluridisciplinaire effectué sur le réacteur afin d'en contrôler la température. Il tient évidemment compte des différents allers-retours effectués entre la modélisation, le procédé et l'instrumentation et comporte six chapitres qui peuvent être regroupés en deux grandes parties.

La première partie qui comprend les trois premiers chapitres est destinée à faire le point sur la modélisation, à choisir les méthodes de résolution et à les tester sur un exemple pédagogique. Elle présente également le procédé de PACVD étudié, en insistant sur les particularités du réacteur disponible au laboratoire et propose en conclusion une modélisation du domaine retenu avec un inventaire détaillé des diverses contributions au bilan thermique des échantillons à traiter.

La seconde partie, comprenant les trois chapitres suivants, expose de façon précise le déroulement de la méthode et de son application au procédé. Elle recense les adaptations successives qu'il a fallu opérer pour apporter les réponses pertinentes aux questions qui nous étaient posées. Elle commence par une analyse de sensibilité du modèle par la méthode des

plans d'expériences numériques, puis présente la mise au point de la modélisation thermique dans le cas hors plasma, puis tente d'identifier les effets thermiques spécifiquement liés au plasma.

De manière plus précise, le premier chapitre est consacré à la notion de modèle vue par l'automaticien. Il définit les notions de système et de modèle ainsi que la façon de les comparer notamment en termes d'erreur de sortie. Le problème étant de minimiser cette erreur de sortie, on présente une revue non exhaustive des méthodes d'optimisation susceptibles de s'adapter à notre problème, en mettant l'accent sur la méthode qui sera retenue : la méthode du gradient conjugué. Un dernier paragraphe est consacré à la formulation classique des problèmes direct et inverse rencontrés dans les cas de conduction de la chaleur que nous aurons à traiter, ainsi qu'à une revue de quelques méthodes de régularisation qui peuvent être adaptées à ce problème.

A l'issue de ce premier chapitre, le modèle à traiter est posé et la méthode qui sera choisie pour sa résolution est brièvement exposée. Il s'agit donc dans le second chapitre de développer cette méthode et de l'appliquer à un exemple académique à vocation pédagogique afin d'en illustrer les possibilités. La méthode du gradient conjugué est détaillée pour aboutir à l'organigramme de résolution d'un problème inverse de conditions aux limites.

Le troisième chapitre s'attache à présenter le procédé et la façon de le modéliser. Après quelques généralités sur les techniques de dépôt et les particularités liées aux plasmas, le réacteur Micro Pol #1 disponible à l'IMP est décrit : il utilise l'excitation micro-onde. La procédure de dépôt est ensuite décrite avec ses incidences sur l'acquisition des mesures de température. Enfin le domaine à modéliser est discuté et une modélisation proposée.

Le quatrième chapitre est un chapitre de transition. Son objectif est de tester l'adéquation entre le modèle et le procédé du point de vue de la connaissance de l'incertitude sur les caractéristiques physiques des matériaux intervenant dans le modèle. Pour cela, nous avons recours à une méthode de « plans d'expériences numériques » afin de déterminer l'influence de l'incertitude sur la connaissance des paramètres que le modèle utilise. Cette technique a permis de mettre en évidence que certains paramètres devaient être connus avec plus d'exactitude. Il s'agit de l'émissivité du matériau (sur lequel le dépôt est réalisé) pour laquelle on ne dispose en général que d'une estimation qui ne prend pas en compte l'effet du traitement de surface. Il s'agit ensuite des échanges de chaleur par convection qui participent au bilan thermique surtout si la pression de service n'est pas très faible, et enfin de l'effet thermique du plasma qui est très mal connu. Afin d'atteindre cet objectif, un protocole

expérimental permettant de séparer ces différents effets sur le bilan thermique a été mis au point. Cette procédure d'identification nécessite l'instrumentation du réacteur et l'acquisition de températures « in situ ».

Le cinquième chapitre est consacré à l'identification des paramètres mal connus hors de l'effet plasma, il s'agit de l'émissivité du matériau en fonction de la progression du traitement et du flux thermique convectif consécutif au balayage des surfaces par le débit gazeux du précurseur. Le chapitre débute par quelques généralités sur l'acquisition des mesures de température nécessaires pour l'identification, en insistant sur le choix des thermocouples et sur les difficultés rencontrées sur le réacteur. L'identification est tout d'abord effectuée sous vide secondaire dans le but de limiter les échanges convectifs et exacerber l'effet radiatif. L'émissivité étant estimée, l'identification des échanges thermiques par convection est obtenue à la pression de travail du procédé (vide primaire).

Le dernier chapitre (chapitre 6) a pour but l'estimation des flux de chaleur échangés entre le milieu gazeux plasma et la surface du porte-substrats à partir de mesures expérimentales de température réalisées dans différentes décharges plasma pour se rapprocher par étapes successives des conditions réelles du procédé (plasma d'argon pur, puis Ar/H₂, enfin le plasma de dépôt Ar/TMS). Afin de disposer de valeurs expérimentales, des mesures de température du milieu gazeux ont été effectuées par spectroscopie optique d'émission. Un aperçu de la méthode et des effets attendus est rappelé. Le chapitre se termine par une comparaison critique entre les mesures expérimentales et les résultats du modèle prenant en compte les différentes valeurs identifiées. On conclue sur le fait que l'apport thermique du plasma sur la surface possède deux composantes : la première considère le milieu plasma comme un gaz "chaud". L'autre est plus spécifique à l'interaction plasma/surface; elle est reliée aux réactions de dépôt ainsi qu'au bombardement ionique de la surface, particularité de cette technique de traitement des matériaux.

Chapitre 1 :

De la modélisation à l'identification paramétrique

La modélisation est une description mathématique d'un processus réel dans un but précis : analyser des phénomènes, déterminer des grandeurs, prédire un comportement, conduire un processus, optimiser On peut distinguer deux types de modèles : [1-WALT94, 2-METT99]

- Les modèles dits de connaissance (ou phénoménologiques) qui reposent sur une analyse des phénomènes physiques élémentaires ;
- Les modèles dits « boîtes noires » (ou de représentation) qui sont basés sur une analyse mathématique des résultats expérimentaux indépendamment de toute considération physique.

La structure du modèle mathématique doit être formulée en tenant compte du but fixé par la modélisation, des conditions d'utilisation (plage de fonctionnement, nature des entrées ...), du coût de construction du modèle, des possibilités d'investigation (un modèle complexe s'avère inutile si les données sont insuffisantes pour le construire ...) [1-WALT94].

La structure du modèle retenu fait souvent appel à des grandeurs plus ou moins bien connues qu'il convient d'estimer à partir de données recueillies sur le processus : c'est l'étape d'identification ou d'estimation de paramètres inconnus. Ces deux étapes sont généralement associées à une troisième étape qui vise à tester l'adéquation du modèle avec le processus.

Avant d'entrer plus en détail dans les techniques d'identification, on va définir les notions de systèmes, de modèles (modèles à paramètres répartis, modèles à paramètres localisés, modèles linéaires ou non linéaires), d'erreur de sortie ...

1. Généralités : systèmes et modèles

Un système (ou processus) est une partie de l'univers qui nous entoure dont nous avons décidé d'appréhender le comportement. Il est soumis à l'influence de grandeurs externes appelées « excitations » (ou grandeurs d'entrée). Les effets résultant des excitations sur le

ystème sont appelés les « réponses » (ou grandeurs de sortie), notées $y_s(t)$, *figure I.1*. Si une grandeur d'entrée est susceptible d'être fixée par un ou plusieurs dispositifs de réglage (actionneur) en vue d'agir sur le système, on dit que l'entrée est une grandeur de commande (notée $u(t)$) sinon il s'agit d'une grandeur perturbatrice (notée $b(t)$), *figure I.1*. A une grandeur de sortie peut être associé un dispositif de mesure (capteur) ; en outre des grandeurs du système peuvent être inaccessibles à la mesure (notées $z(t)$) (une grandeur mesurée n'est pas nécessairement une sortie).

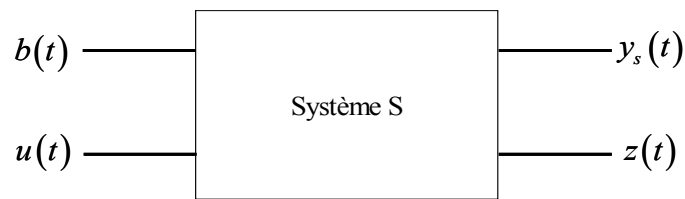


Figure I.1 : Schéma d'un processus et ses composantes.

Les relations causales entre excitations et réponses sont considérées dans un sens très large : fonction, équations différentielles, équations aux dérivées partielles, ... Ces relations sont définies en introduisant un certain nombre de paramètres qui peuvent eux aussi être des fonctions de variables (temps, espace, état du système, ...).

Les relations causales constituent la modélisation du système S et permettent à partir des grandeurs connues $u(t)$ (ou mesurées) de calculer une sortie $y_m(t)$ la plus proche possible des grandeurs de sortie $y_s(t)$ du système, *figure I.2*.

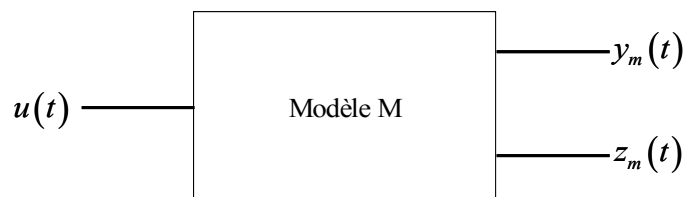


Figure I.2 : Schéma d'un modèle sans grandeur perturbatrice.

Le choix de la structure du modèle est une étape importante dans la modélisation du processus. Une fois le modèle établi, il peut faire intervenir des paramètres caractéristiques au processus étudié. Souvent les paramètres du processus ne sont pas connus ou mal connus, il faut alors estimer leur valeur pour que le modèle et le processus aient le même comportement.

Les paramètres seront estimés au mieux, au sens d'un critère que l'on va préciser par la suite. Lorsqu'un modèle est décrit avec des paramètres, on parle de modèle paramétrique. On distinguera les modèles à paramètres répartis des modèles à paramètres localisés.

1.1 Exemple de modèle à paramètres localisés

Soit l'équation suivante qui décrit l'évolution de l'état X en fonction du temps t :

$$\frac{dX(t)}{dt} = EX(t) + BU(t), t > t_0, X(t_0) = X_0,$$

$$\text{et l'équation de sortie : } Y(t) = CX(t),$$

Avec $X(t) \in \mathbb{R}^n$ le vecteur d'état, $U(t) \in \mathbb{R}^p$, le vecteur d'entrée et $Y(t) \in \mathbb{R}^m$, le vecteur de sortie. $E_{(n \times n)}$, $B_{(n \times p)}$, $C_{(m \times n)}$ sont trois opérateurs matriciels. Le plus souvent le système à modéliser est non linéaire. Une classe importante de modèles est constituée par les systèmes différentiels à paramètres localisés tels que :

$$\frac{dX(t)}{dt} = E[X(t), U(t), t], t > t_0, X(t_0) = X_0$$

$$Y(t) = G[X(t), U(t), t]$$

Si E, G sont indépendants de t , la structure du système est indépendante de t , on dit que le système est stationnaire (ou invariant).

Exemple illustratif [2-METT99] :

Soit le modèle linéaire stationnaire à paramètres localisés suivant : considérons le bilan d'énergie sur un volume fini de matière à l'intérieur duquel on considère une température moyenne et des propriétés thermophysiques constantes, il s'écrit sous la forme :

$$C_i \frac{dT_i}{dt} = \sum_j G_{ij} (T_j - T_i) + U_i, t > 0$$

$$T_i(0) = T_0$$

où T_i est la température, C_i est la capacité thermique, U_i est la source de flux thermique, G_{ij} est la conductance. L'équation d'observation qui relie l'état à la sortie du système peut s'écrire : $Y_i = D_{ij} T_j$

$D_{(m \times n)}$ matrice composée des n capacités et m capteurs. $D_{ij} = 1$ si le capteur est situé dans la capacité j , 0 sinon.

1.2 Exemple de modèle à paramètres répartis : les équations aux dérivées partielles

Dans ce cas, l'état du système est décrit à chaque instant par une fonction définie sur le domaine spatial. La structure du modèle prend la forme d'un système d'équations aux dérivées partielles linéaires ou non (selon, par exemple, que les paramètres soient fonctions des variables de temps, d'espace ou/et de la grandeur d'état).

Exemple illustratif: [2-METT99]

Prenons le cas du problème de transfert de chaleur par conduction dans un domaine ouvert borné régulier de R^3 : $\Omega = \Omega_1 \cup \Omega_2$, de frontière Γ . On suppose pour plus de généralités le domaine occupé pour deux solides en contact, on note Ω_j les sous domaines, Γ_j les frontières extérieures et Γ_{12} l'interface séparant ces sous domaines, *figure I.3*.

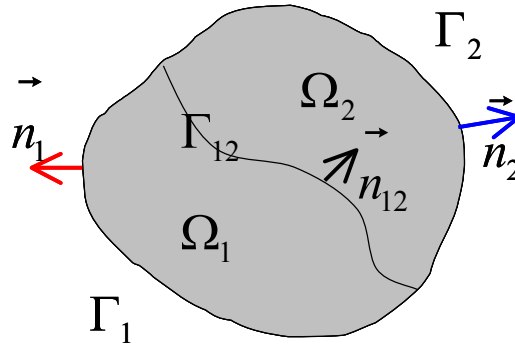


Figure I.3 : *Domaine avec deux solides en contact.*

L'équation de bilan d'énergie s'écrit :

$$C_i \frac{\partial T}{\partial t}(x, t) = \nabla \cdot [\lambda_i \nabla T](x, t) + Q_i(x, t), x \in \Omega_i$$

$$q_{12} = -\lambda_1 \frac{\partial T_1}{\partial n_{12}}(s, t) = \lambda_2 \frac{\partial T_2}{\partial n_{21}}(s, t), s \in \Gamma_{12}$$

$$R.q_{12} = (T^1 - T^2)(s, t), s \in \Gamma_{12}$$

$$\lambda_i \frac{\partial T_i}{\partial n_i}(s, t) + hT(s, t) = g_i(s, t), s \in \Gamma_i, i = 1, 2$$

$$T(x, 0) = T_0(x), x \in \Omega$$

Avec Q_i une source volumique dans Ω_i , g_i une source surfacique sur Γ_i , C_i et λ_i paramètres volumiques dans Ω_i , R_{12} la résistance thermique de contact sur Γ_{12} (paramètre surfacique), h_i est le coefficient de transfert par convection sur Γ_i (paramètre surfaciques), $T_0(x)$ la répartition initiale de la température dans Ω_i .

Le champ de température dans le domaine Ω constitue la variable d'état du système, à chaque instant t , l'état est la fonction $T(.,t) : x \in \Omega \rightarrow T(x,t)$.

La grandeur d'entrée du système est constituée par l'ensemble $U = \{Q_i, g_i\} \quad i=1,2$, les distributions volumiques et surfaciques des sources.

Les paramètres du système sont regroupés dans l'ensemble $P = \{C_i, \lambda_i, R, h_i\} \quad i=1,2$.

Une équation d'observation complète la description du modèle. Supposons m capteurs ponctuels de température situés à l'intérieur du domaine, aux abscisses $x_c^j, j=1, \dots, m$, l'équation d'observation s'écrit : $y_s^j(t) = T(x_c^j, t), j=1, \dots, m$.

2. Erreur de sortie et Critères

Lorsque la structure du modèle est choisie, il s'agit alors de comparer son comportement au comportement du processus. Cette comparaison est réalisée en calculant la différence entre la sortie du système $y_s(t)$ et la sortie du modèle $y_m(t)$ par l'intermédiaire d'un comparateur, *figure I.4*. On appelle cette différence l'erreur de sortie qui s'écrit :

$$e_s(t, p) = y_s(t) - y_m(t, p)$$

où t est la variable temporelle et $p \in P$ les paramètres caractérisant le modèle mathématique.

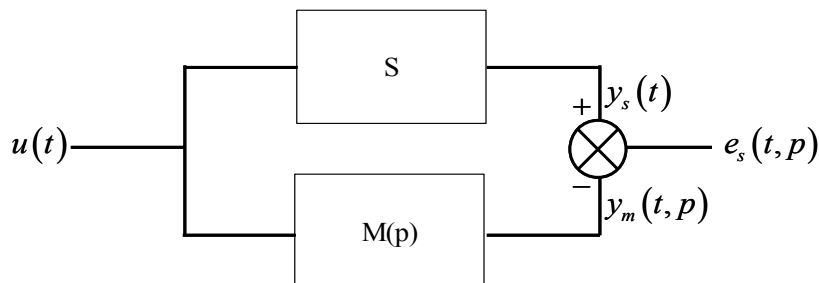


Figure I.4 : Erreur de sortie pour un modèle parallèle

En général, on désire avoir l'erreur de sortie la plus proche possible de zéro. Pour y parvenir un critère (ou fonction de coût) $J(p)$ est établi puis minimisé. Le choix du critère doit prendre en compte le but fixé à la modélisation.

Dans [1-WALT94], plusieurs types de critère sont présentés :

- Les critères quadratiques qui sont les plus utilisés peuvent s'écrire sous la forme matricielle suivante : $J(\bar{p}) = \bar{e}_s^T(\bar{p}) Q \bar{e}_s(\bar{p})$ où Q est une matrice de pondération symétrique définie non négative et où \bar{e}_s est le vecteur erreur de sortie avec \bar{p} le vecteur des paramètres à identifier pour minimiser la fonction de coût $J(\bar{p})$ (\bar{p} est un vecteur correspondant à une discrétisation de la fonction inconnue p). L'estimateur au sens des moindres carrés est donné par : $\hat{\bar{p}} = \arg \min J(\bar{p})$, $\bar{p} \in R^p$ on dit aussi estimateur L_2 (où $\hat{\bar{p}}$ est la « meilleure » solution qui minimise $J(\bar{p})$).

Classiquement la matrice Q est choisie diagonale de telle sorte que le critère s'écrive :

$$J(p) = \frac{1}{N} \sum_j \sum_{t_{ij}} w_{ij} \left[y_{sj}(t_{ij}) - y_{mj}(t_{ij}, \bar{p}) \right]^2 \quad \text{où } N \text{ est le nombre total de données}$$

expérimentales et w_{ij} les coefficients de pondération positifs ou nuls. Le choix des w_{ij} dépend du but de la modélisation, par exemple :

- $w_{ij} = 0$, on élimine une donnée considérée comme non significative,
- $w_{ij} = \left[y_j(t_{ij}) \right]^{-2}$, on améliore la restitution des petites sorties en travaillant sur l'erreur relative,
- $w_{ij} = t_{ij}$, on favorise les données du régime permanent,
- $w_{ij} = 1/t_{ij}$, on favorise les données du régime transitoire.

- L'autre grand type de critère fait intervenir les valeurs absolues :

$$J(\bar{p}) = \frac{1}{N} \sum_j \sum_{t_{ij}} w_{ij} \left| y_{sj}(t_{ij}) - y_{mj}(t_{ij}, \bar{p}) \right|. \quad \text{De tels critères pénalisent moins fortement}$$

les très grandes erreurs. Les estimateurs de ce type (dit des moindres modules) sont très robustes mais la solution estimée peut ne pas être unique et son caractère non différentiable rend inutilisable les techniques d'optimisation reposant sur un développement limité du critère contrairement aux critères quadratiques [3-DODG87].

➤ On peut trouver aussi des critères au sens du maximum de vraisemblance [4-FISH12].

Un estimateur $\hat{\bar{p}}$ au sens du maximum de vraisemblance est défini par le critère :

$$J(\bar{p}) = \pi_y(\bar{y}_s / \bar{p})$$

Si \bar{p} est fixé, $\pi_y(\bar{y}_s / \bar{p})$ serait la densité de probabilité du vecteur aléatoire \bar{y}_s associé à un modèle de paramètres \bar{p} . En pratique, il est plus facile de chercher $\hat{\bar{p}}$ en maximisant la log vraisemblance : $J(\bar{p}) = \ln[\pi_y(\bar{y}_s / \bar{p})]$.

Remarque :

Dans le cas d'un bruit gaussien scalaire à variance connue ou stationnaire sur les observations de la forme : $y_i(t) = y_m(t_i, p^*) + b_i$, $i = 1, \dots, n_t$ où b_i sont des variables aléatoires indépendantes $\mathcal{N}(\mathbf{0}, \sigma_i^2)$ (p^* est la valeur exacte). La densité de probabilité du bruit est de la forme :

$$\pi_{b_i}(b_i) = (2\pi\sigma_i^2)^{-\frac{1}{2}} \exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{b_i}{\sigma_i}\right)^2\right]$$

Ce qui conduit à une densité de probabilité du vecteur aléatoire $\bar{y}_s(t)$.

$$\pi_{y_s}(\bar{y}_s / \bar{p}) = \prod_{i=1}^{n_t} (2\pi\sigma_i^2)^{-\frac{1}{2}} \exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{y_s(t_i) - y_m(t_i, \bar{p})}{\sigma_i}\right)^2\right]$$

En développant, l'estimée de \bar{p} au sens du maximum de vraisemblance $\hat{\bar{p}}(\bar{y}_s)$ on aboutit à un estimateur au sens des moindres carrés pondérés. La méthode du maximum de vraisemblance est à la base d'un grand nombre de techniques d'estimation [1-WALT94].

Nous retiendrons ici, que les critères quadratiques permettent d'envisager leur différentiation, ce qui peut présenter un avantage. En effet, La minimisation du critère $J(\bar{p})$ est réalisée par un algorithme d'optimisation. Celui-ci nécessite souvent de dériver le critère $J(\bar{p})$ à minimiser et ce à chaque itération, d'où l'intérêt de retenir un critère qui soit facilement différentiable.

Nota Bene :

Pour une structure de modèle associée à un processus, il faut se poser la question sur les chances de succès sur l'estimation de \bar{p} . En supposant que le processus et le modèle aient une structure identique, qu'il n'y ait pas de bruit de mesure, que l'entrée appliquée et les instants de mesure soient choisis librement, il est possible de régler les paramètres du modèle de telle sorte qu'il y ait un comportement entrée-sortie identique à celui du processus pour tout temps et toute entrée. Le paramètre \bar{p} est dit identifiable si pour presque tout $\bar{p}^* \in \mathbf{P}$:

$$M(\hat{p}) = M(\bar{p}^*) \Rightarrow \hat{p} = \bar{p}^*$$

où $M(\cdot)$ est le modèle mathématique, \bar{p}^* la valeur exacte du paramètre pour le processus et \hat{p} la meilleure valeur estimée du paramètre. Le paramètre est dit non identifiable si pour presque tout $\bar{p}^* \in \mathbf{P}$, il existe une infinité non dénombrable de valeurs de \hat{p} telles que $M(\hat{p}) = M(\bar{p}^*)$.

3. Méthodes d'optimisation

L'estimation des paramètres \bar{p} d'un modèle de structure donnée passe par la minimisation d'un critère $J(\bar{p})$. Deux situations peuvent être rencontrées :

- celles associées aux modèles phénoménologiques pour lesquels les paramètres ont une signification physique,
- celles liées aux modèles de type boîte noire où les paramètres n'ont qu'un sens mathématique.

Les méthodes de minimisation sont nombreuses et pour plus de détail, le lecteur se référera au livre de Walter & Pronzato [1-WALT94]. Dans la suite, seul le cas des critères quadratiques est étudié.

3.1. La méthode des moindres carrés

On suppose que le critère à minimiser est de la forme $J(\bar{p}) = \bar{e}_s^T(\bar{p})Q\bar{e}_s(\bar{p})$ où $e_s(\bar{p})$ est l'erreur de sortie (par exemple). La matrice de pondération Q est symétrique, définie non négative. Lorsque les bruits de mesure sont du type aléatoire normal de moyenne 0 et d'écart type σ connu, on peut choisir $Q = \sigma^{-1}$ par la méthode du maximum de vraisemblance.

On écrit la relation matricielle entre la sortie du modèle et le paramètre à estimer par : $\bar{y}_m = R\bar{p}$. L'estimateur des moindres carrés minimise le critère : $J(\bar{p}) = \bar{e}_s^T(\bar{p})Q\bar{e}_s(\bar{p})$ où $\bar{e}_s(\bar{p}) = \bar{y}_s - R\bar{p}$ au maximum du critère, sa dérivée première par rapport à \bar{p} s'annule et on a, puisque Q est symétrique :

$$\left. \frac{\partial J}{\partial p} \right|_{p=\hat{p}} = -2R^T Q [\bar{y}_s - R\hat{p}] = 0$$

d'où, dans la mesure où $R^T QR$ est inversible, $\hat{p} = (R^T QR)^{-1} R^T Q \bar{y}_s$.

Le vecteur des paramètres estimés \hat{p} est obtenu analytiquement à partir des mesures. Même si \hat{p} n'est pas le meilleur vecteur estimé de \bar{p} , il peut servir à initialiser une recherche itérative avec un autre critère et/ou un autre modèle convenant mieux au problème de départ. Cette méthode est difficilement utilisable sur le plan numérique pour des problèmes mal conditionnés, dans ce cas là il vaut mieux utiliser une méthode de décomposition en valeurs singulières. Lorsque les modèles sont linéaires on utilise des méthodes d'optimisations de type : moindres carrés récursifs, filtre de Kalman [5-KALM82], régression pseudo-linéaire et multi-linéaire [6-CLAR67] dans le cas contraire des méthodes itératives sont utilisées.

Remarque :

Un modèle est dit linéaire par rapport aux paramètres si sa sortie vérifie le principe de superposition par rapport aux paramètres, c'est à dire si :

$$\forall \lambda, \mu \in \mathbb{R}, \forall t \in \mathbb{R}^+, \bar{y}_m(t, \lambda \bar{p}_1 + \mu \bar{p}_2, \bar{u}) = \lambda \bar{y}_m(t, \bar{p}_1, \bar{u}) + \mu \bar{y}_m(t, \bar{p}_2, \bar{u})$$

En thermique comme dans d'autres domaines des sciences pour l'ingénieur, c'est très rarement le cas.

Les méthodes itératives traitent étape par étape les données disponibles. A chaque itération k de l'algorithme, on cherchera, partant d'un point initial \hat{p}^k , à calculer \hat{p}^{k+1} tel que

$J(\hat{p}^{k+1}) < J(\hat{p}^k)$. La correction du paramètre \hat{p}^k , à chaque itération, est réalisée par la formule suivante : $\hat{p}^{k+1} = \hat{p}^k + \gamma \bar{d}$ où \bar{d} est une direction (vecteur directeur) et γ un pas. Les critères quadratiques sont différentiables ce qui autorise l'utilisation de ses dérivées pour la recherche de l'optimum \hat{p} . Les méthodes itératives sont généralement basées sur le calcul du gradient du critère à minimiser.

3.2. Les méthodes du gradient

La méthode du gradient repose sur un développement de $J(\bar{p})$ limité au premier ordre :

$$J(\hat{p}^{k+1}) = J(\hat{p}^k + \Delta\bar{p}) = J(\hat{p}^k) + \left[\frac{\partial J}{\partial \bar{p}} \Big|_{p=\hat{p}^k} \right]^T \Delta\bar{p} + O\|\Delta\bar{p}\|$$

où $\left(\frac{\partial J}{\partial \bar{p}} \right)$ est le gradient du critère, vecteur colonne noté \bar{g}_k . Pour des déplacements suffisamment petits, la variation ΔJ du critère vérifie à l'itération k :

$$\Delta J = J(\hat{p}^k + \Delta\bar{p}) - J(\hat{p}^k) \approx \bar{g}_k \Delta\bar{p}$$

Comme nous voulons minimiser $J(\bar{p})$, on doit chercher à minimiser $\Delta J(\bar{p})$. Le processus consiste à chercher le $\Delta\bar{p}$ qui minimise ΔJ , puis, lorsqu'il est trouvé, on estime la nouvelle valeur de \bar{p} et on calcule le nouveau critère $J(\bar{p})$ et le processus recommence. A $\|\Delta\bar{p}\|$ fixé, cela revient à choisir $\Delta\bar{p}$ colinéaire au gradient mais de sens opposé, soit :

$$\Delta\bar{p} = -\lambda \bar{g}_k, \text{ avec } \lambda > 0$$

d'où l'algorithme du gradient : $\hat{p}^{k+1} = \hat{p}^k - \lambda \bar{g}_k$. Le choix du pas λ permet d'accélérer ou ralentir la convergence et, au pire provoque la divergence de l'algorithme.

3.3. La méthode de Newton

Elle est basée sur un développement limité de $J(\bar{p})$ au deuxième ordre, soit :

$$J(\hat{p}^{k+1}) = J(\hat{p}^k + \Delta\bar{p}) = J(\hat{p}^k) + \left[\frac{\partial J}{\partial \bar{p}} \Big|_{p=\hat{p}^k} \right]^T \Delta\bar{p} + \frac{1}{2} \Delta\bar{p}^T \left[\frac{\partial^2 J}{\partial \bar{p} \partial \bar{p}} \Big|_{p=\hat{p}^k} \right] \Delta\bar{p} + O\|\Delta\bar{p}\|^3$$

où $\left(\frac{\partial J}{\partial \bar{p}}\right)$ est le gradient du critère et $\left(\frac{\partial^2 J}{\partial \bar{p}^2}\right)$ est le Hessien (matrice symétrique $n_p \times n_p$), noté $H(\hat{p}^k)$.

Posons $\Delta J = J(\hat{p}^{k+1}) - J(\hat{p}^k)$ et cherchons $\Delta \bar{p}$ qui conduit à la décroissance du critère la plus grande. Il vérifie la condition d'optimalité :

$$\left. \frac{\partial \Delta J}{\partial \Delta \bar{p}} \right|_{\Delta \hat{p}} = 0 \approx H(\hat{p}^k) \Delta \bar{p} + \bar{g}_k$$

Ceci suggère le déplacement : $\Delta \bar{p} = -H^{-1}(\hat{p}^k) \bar{g}_k$. Si le Hessien est inversible, l'algorithme de Newton s'écrit : $\hat{p}^{k+1} = \hat{p}^k - H^{-1}(\hat{p}^k) \bar{g}_k$.

L'algorithme de Newton est beaucoup plus lourd en calculs à chaque itération que l'algorithme de la méthode du gradient. La convergence est en général bien plus rapide qu'un algorithme du gradient mais des erreurs de calcul du Hessien ont des répercussions importantes. La méthode converge indifféremment vers n'importe quel point où le critère est stationnaire.

3.4. Les méthodes de Quasi-Newton

Ces méthodes cherchent à combiner les méthodes du gradient et de Newton. Le principe est de générer à chaque itération une matrice H_k qui tende vers l'inverse du Hessien sans inverser la matrice. L'algorithme de Quasi-Newton n'utilise que le gradient du critère à chaque itération. Si le critère est quadratique en p , la convergence est réalisée en $\dim \bar{p}$ itérations contre une seule pour la méthode de Newton. La méthode est sensible aux erreurs de calcul et les gradients doivent être calculés avec soin. La méthode converge vers le minimum (éventuellement local) du critère. Lorsque celle-ci a convergé, la matrice H_k est proche de l'inverse du Hessien, elle fournit alors les informations sur l'incertitude des paramètres [1-WALT94, 2-METT99].

3.5. La méthode du gradient conjugué

Ce type de méthode assimile le critère à une fonction quadratique de p .

$J(\hat{p}^{k+1}) = J(\hat{p}^k) + \bar{g}_k^T \Delta \bar{p} + \frac{1}{2} \Delta \bar{p}^T H(\hat{p}^k) \Delta \bar{p} + O\|\Delta \bar{p}\|$ où $H(\hat{p}^k)$ est supposée symétrique définie positive et $\Delta \bar{p} = \hat{p}^{k+1} - \hat{p}^k$. Si \hat{p}^{k+1} a été obtenu à partir de \hat{p}^k par minimisation unidimensionnelle dans la direction \bar{d}_k , on a :

$$\Delta \bar{p}^k = \lambda_k \bar{d}_k \text{ et } \bar{g}_{k+1}^T \bar{d}_k = 0$$

Si la direction de recherche est donnée par la méthode de Newton, elle vérifie : $\bar{d}_{k+1} = -H^{-1} \bar{g}_{k+1} \Rightarrow \bar{g}_{k+1} = -H \bar{d}_{k+1}$. Les directions de recherche successives doivent satisfaire $\bar{d}_{k+1}^T H(\hat{p}^{k+1}) \bar{d}_k = 0$. On dit qu'elles sont conjuguées par rapport au Hessien.

La méthode du gradient conjugué vise à générer n_p directions de recherche successives conjuguées, les unes par rapport aux autres. Si le Hessien était connu, on aurait :

$$\lambda_k = -\frac{\bar{g}_k^T \bar{d}_k}{\bar{d}_k^T H \bar{d}_k}, \quad \bar{g}_{k+1} = \bar{g}_k + \lambda_k H \bar{d}_k \text{ et } \bar{d}_{k+1} = -\bar{g}_{k+1} + \frac{(\bar{g}_{k+1} - \bar{g}_k)^T \bar{g}_{k+1}}{\bar{g}_k^T \bar{g}_k} \bar{d}_k.$$

Comme le Hessien est inconnu, λ_k est obtenu en cherchant le minimum de :

$$\lambda_k = \arg \min_{\lambda \in \mathbb{R}} J(\hat{p}^k + \lambda \bar{d}_k)$$

L'algorithme du gradient conjugué n'utilise que le gradient du critère à chaque itération. Quand le critère est quadratique en \bar{p} , l'algorithme converge en $\dim \bar{p}$ itérations. La méthode n'exige pas la connaissance ou l'approximation du Hessien ce qui rend plus simple l'algorithme. La méthode du gradient conjugué est utilisée pour minimiser des critères dépendant de plusieurs paramètres en quelques dizaines d'itérations. Mais l'incertitude sur les paramètres est inconnue car on ne connaît pas l'inverse du Hessien.

3.6 Initialisation et Arrêt

Les quatre méthodes précédentes ne sont pas les seules et pour les cas d'optimisation sous contraintes, par exemple, d'autres approches ont été développées. Quelle que soit la démarche adoptée, on doit s'interroger sur l'influence de l'initialisation et de l'arrêt. La quasi-totalité des méthodes exploitent des propriétés locales du critère $J(\bar{p})$. Il est conseillé de lancer les optimisations locales pour d'autres valeurs initiales de \bar{p} dans l'ensemble paramétrique admissible P pour voir si l'on converge toujours vers la même valeur de \bar{p} .

Chaque fois que l'on utilise une technique d'optimisation itérative, il faut décider du seuil à partir duquel on stoppe le processus itératif. Les conditions d'arrêt sont nombreuses,

mais la plus utilisée consiste à stopper le processus itératif lorsque l'erreur de sortie est égale au bruit de mesure, soit $J(\hat{p}^k) \leq \sum_{i=1}^{n_t} \sigma_i^2$ lorsque $y_{si}(t) \sim y_{mi}(t, p^*) + b_i(t)$ alors $\bar{e}_s(t, p^*) \approx b_i(t)$ où $b_i(t)$ est un bruit de mesure normal, de moyenne nulle et d'écart type σ_i , $i = 1, \dots, n_t$.

Les problèmes mettant en œuvre les algorithmes itératifs précédents pour identifier un vecteur paramètre \bar{p} à partir d'informations supplémentaires appartiennent à la catégorie des problèmes inverses (par opposition aux problèmes directs). Les problèmes directs peuvent être résolus lorsque toutes les données (état initial, entrées, paramètres) sont connues. En modélisation des transferts de chaleur au sein de procédés complexes, on a souvent des propriétés thermiques ou des conditions aux limites qui sont inconnues ou mal connues. Les méthodes numériques de minimisation précédentes associées à un modèle mathématique sont souvent utilisées si l'instrumentation est impossible ou problématique.

4. Les Problèmes Inverses de la Conduction de la Chaleur (PICC)

4.1. Formulation du Problème Direct de la Conduction de la Chaleur (PDCC)

Dans ce qui précède, on a parlé des différentes structures de modèle existantes et des méthodes de minimisation permettant de faire correspondre le comportement du modèle au comportement du processus. La structure de modèle la plus utilisée lors de la modélisation des transferts thermiques est la description par un système d'équations aux dérivées partielles (EDP) linéaire ou non. La non linéarité du système d'EDP peut être due au fait que les paramètres (propriétés thermophysiques du matériau, conditions aux limites, ..) sont dépendants de la variable d'état : la température. On peut parfois faire l'hypothèse de la linéarité avec la variable d'état si le comportement du processus varie dans une petite plage de température sans changement de phase du milieu (pas de fusion, pas de liquéfaction).

Généralement, l'état thermique d'un solide est décrit par l'équation d'état de la conduction de la chaleur (pour un milieu immobile solide) dans un domaine borné $\Omega \in R^3$:

$$C(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial t}(x, t) = \nabla(\lambda(\theta) \nabla \theta(x, t)) + S(\theta, x, t), \text{ dans } \Omega \times T, x \in \Omega, t \in T \quad (\text{I.1})$$

où $\theta(x, t)$ est la température au point x dans le solide Ω à l'instant $t \in T = [t_0, t_f]$, $C(\theta)$ est le produit de la densité par la chaleur massique, $\lambda(\theta)$ la conductivité thermique et $S(\theta, x, t)$ une source volumique de chaleur. L'équation d'état de la chaleur est associée à une condition initiale :

$$\theta(x, t_0) = \theta_0(x), \text{ dans } \Omega \text{ à } t = t_0 \quad (\text{I.2})$$

et à des conditions aux limites sur la frontière du domaine Ω notée $\Gamma = \Gamma_1 \cup \Gamma_2$ qui peuvent être de plusieurs types :

$$\theta(x, t) = \theta_{\Gamma_1} \text{ sur } \Gamma_1 \times T \quad (\text{I.3})$$

cette condition est connue sous le nom de condition de Dirichlet, elle traduit une température imposée sur la frontière Γ_1 (techniquement cette condition est peu réaliste).

Une condition aux limites exprimée en flux où l'on distingue différents type d'échange thermiques :

$$-\lambda(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial n_2} = h(\theta)(\theta - \theta_{amb}) + \alpha(\theta)q(x, t) - \varepsilon(\theta)\sigma(\theta^4 - \theta_{amb}^4) + g(x, t) \text{ sur } \Gamma_2 \times T \quad (\text{I.4})$$

où, $h(\theta)$ le coefficient d'échange convectif, θ_{amb} la température du milieu extérieur, $\alpha(\theta)$ le coefficient d'absorption du milieu, $q(x, t)$ un flux thermique incident, $\varepsilon(\theta)$ le coefficient d'émissivité du milieu, σ la constante de Stefan-Boltzmann, $g(x, t)$ une source surfacique de chaleur et n_2 le vecteur normal extérieur à Γ_2 .

On peut compléter le système précédent par une équation d'observation, aux points $x_{c_i} \in \Omega$, $i = 1, \dots, Nc$, Nc le nombre de capteurs :

$$\theta(x = x_{c_i}, t) = \theta_{mes_i}(t) \quad (\text{I.5})$$

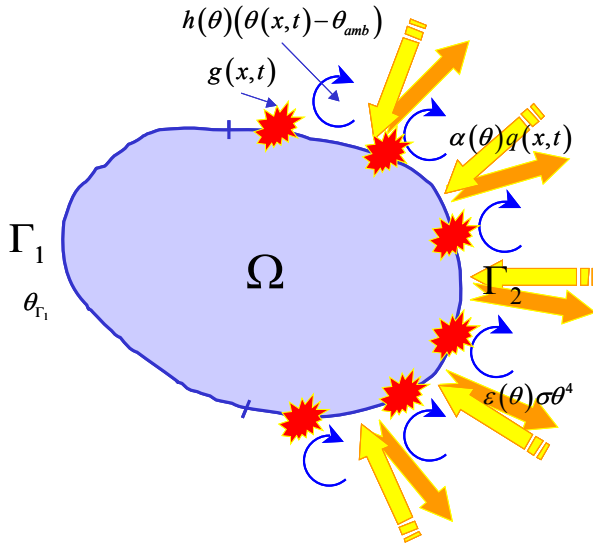


Figure I.5 : Domaine solide avec divers types d'échanges thermiques appliqués sur ses frontières.

La résolution du Problème Direct de la Conduction de la Chaleur (PDCC) consiste à résoudre les équations (I.1)-(I.4) pour trouver le champ de température solution dans le domaine Ω à chaque instant t . Cette résolution est réalisable lorsque tous les paramètres volumiques ou surfaciques du système d'EDP non linéaire (I.1)-(I.4) sont connus. Quand cela n'est pas le cas, on ne peut obtenir une solution réaliste au problème thermique posé. L'équation d'observation (I.5) permet de lever le problème de paramètres inconnus en formulant un Problème Inverse de la Conduction de la Chaleur (PICC) qui consiste à estimer le (ou les) paramètre(s) inconnu(s). Une fois le (ou les) paramètre(s) identifié(s), on le (les) injecte dans le PDCC pour redonner au modèle tout son rôle prédictif sur le champ thermique.

4.2. Formulation du Problème Inverse de la Conduction de la Chaleur (PICC)

Soit $\theta_{mes}(x_{ci}, t_j)$, $i = 1, n_c$, $j = 1, n_t$, des mesures de température réalisées en n_c capteurs disposés dans le domaine Ω en n_t points de l'intervalle de temps $T = [t_0, t_f]$. Soit p le paramètre volumique ou surfacique inconnu à estimer lors de la résolution du PICC.

La première formulation du PICC est :

Trouver la fonction inconnue $p \in P$ qui fait correspondre le champ de température calculé solution du PDCC avec les températures mesurées sur le processus physique :

$$\theta(x_i, t_j; p) = \theta_{mes}(x_{ci}, t_j), \quad i = 1, n_c, \quad j = 1, n_t.$$

Ce problème est un problème d'identification, pour cela il nous faut définir un critère à minimiser pour estimer la fonction inconnue p . Dans les précédents paragraphes, on a présenté les différents types de critères utilisés. Le plus utilisé est la fonctionnelle quadratique (ou fonction de coût). Ce critère quadratique est facilement différentiable ce qui sera utilisé pour la suite de l'étude. Vient alors la seconde formulation du problème inverse de la conduction de la chaleur au sens des moindres carrés :

Trouver la fonction inconnue $p \in P$ qui minimise la fonction de coût suivante :

$$J(\theta, p) = \frac{1}{2} \int_T \int_{\Omega} \sum_{i=1}^{n_c} [\theta(x, t; p) - \theta_{mes}(x, t)]^2 \delta(x - x_i) dt d\Omega \quad (I.6)$$

où $\delta(\cdot)$ est la fonction de Dirac.

Le coefficient $\frac{1}{2}$ est bien évidemment inutile (pour la minimisation) mais simplifie les calculs lors de la différentiation de $J(\cdot)$. De même, on préfère utiliser des intégrales que des sommes. L'espace fonctionnel P de la fonction inconnue est liée à la nature du paramètre thermique à identifier. On rencontrera fréquemment les espaces fonctionnels suivants [7-ALIF94] :

- Si p est une fonction dépendant seulement du temps, l'espace fonctionnel est l'espace des fonctions de carrés sommables sur l'intervalle de temps considéré : $P = L^2(T)$;
- Si p est une fonction définie sur la frontière Γ_i , $i = 1, 2$ du domaine Ω , l'espace des fonctions de carrés sommables sur Γ_i est l'espace fonctionnel de p : $P = L^2(\Gamma_i)$. Si de plus il dépend du temps alors $P = L^2(\Gamma_i \times T)$ est l'espace des fonctions de carrés sommables sur $\Gamma_i \times T$;
- Si, au lieu d'être définie sur la frontière du domaine, elle est définie sur Ω , on a $P = L^2(\Omega)$ l'espace des fonctions de carrés sommables de Ω . Si p dépend, de plus, du temps sur Ω , il vient $P = L^2(\Omega \times T)$ l'espace des fonctions de carrés sommables sur $\Omega \times T$;

- Si P est simplement fonction de la température, on définit un intervalle de température Θ , et $P = L^2(\Theta)$ est l'espace des fonctions de carrés sommables sur Θ .

On trouve généralement ces types d'espaces fonctionnels pour la fonction inconnue à estimer. On peut, à partir de ces espaces de définitions, proposer une classification des PICC en quatre grandes familles : [7-ALIF94]

- Les problèmes inverses qui consistent à retrouver le champ de température initial ou le champ de température à un instant donné dans le domaine Ω [8-ALIF97, 9-MUNI99, 10-SILV94]. On les appelle problèmes inverses rétrogrades de la conduction de la chaleur. On trouve souvent le cas en aéronautique [8-ALIF97] ou pour la détermination de champ de température dans un écoulement [11-GEJA02, 12-BOKA95]
- Les problèmes inverses pour l'estimation/identification de conditions aux limites : il s'agit soit d'estimer un flux de chaleur appliqué sur une surface en fonction du temps et/ou de l'espace [13-HUAN99, 14-HUAN00, 15-LI03, 16-DOUA00] soit d'identifier un paramètre thermique : échange convectif, coefficient radiatif ... [17-ABOU01, 18-LI99].
- Les problèmes inverses pour l'estimation des paramètres caractéristiques du milieu. Ce sont les problèmes d'estimation de propriétés thermophysiques : conductivité thermique et chaleur spécifique [19-JURK97, 20-HUAN95, 21-ARTY93, 22-ARTY84, 23-CHIN00]. On peut aussi classer dans cette catégorie les problèmes d'identification de source de chaleur [17-ABOU01, 24-SU01, 25-WANG02, 26-PARK99, 27-LEFE02, 28-LIU01].
- Les problèmes inverses de design. Dans ces problèmes il est souvent question d'estimer le flux de chaleur à imposer sur une surface du domaine dans le but d'avoir une température désirée sur une autre surface du domaine. Ces types de problèmes sont d'une grande importance dans les procédés métallurgiques où l'on cherche à avoir un front matériau solide / matériau liquide uniforme, à une position précise ... [29-IOLL01, 30-ZABA97, 31-SAMP01, 32-PARK03].

Malgré la formulation au sens des moindres carrés du PICC, la solution recherchée n'est pas unique et stable. Au début du vingtième siècle, Hadamard [33-HADA02] a défini la classe des problèmes bien posés et la classe des problèmes mal posés. Dans le cas général, le

problème inverse écrit sous la forme : $Au = f, u \in U, f \in F$, où u est le vecteur des paramètres inconnus et f sont les mesures, appartenant respectivement aux espaces normés U et F . L'opérateur $A:U \rightarrow F$ est supposé défini dans le domaine $D(A) \subseteq U$ a valeur dans $R(A) \subseteq F$. La résolution du problème $Au = f$ est dit *bien posé* au sens d'Hadamard si et seulement si :

- Quelque soit $f \in R(A) = F$ il existe une solution $u \in U$ (existence),
- La solution est unique dans U (unicité),
- La solution dépend continûment de f (stabilité).

Si l'une de ces conditions n'est pas respectée, le problème $Au = f$ est dit *mal posé*. C'est souvent le cas lorsqu'on réalise une inversion de mesure dans un problème thermique inverse.

Les PICC correspondent à la classe des problèmes mal posés à cause des erreurs de mesures qui empêchent d'avoir une solution unique et qui parasitent la solution. Afin de diminuer la sensibilité de la solution aux erreurs de mesures et aux erreurs numériques, il est nécessaire d'utiliser une technique dite de régularisation. Les techniques de régularisations les plus employées en thermique inverse sont la régularisation de Tikhonov [34-TIKH77], la régularisation par décomposition en valeurs singulières, la méthode de spécification de Beck, les méthodes itératives basées sur le gradient de la fonctionnelle quadratique.

4.3. Quelques différentes méthodes de régularisation

La régularisation consiste à permettre la résolution d'un problème inverse mal posé en diminuant la sensibilité de la solution par rapport aux erreurs de mesure. Différentes techniques de régularisation existent, seules les plus utilisées seront présentées ci après.

4.3.1. La régularisation de Tikhonov

Proposée par Tikhonov [34-TIKH77], elle consiste à ajouter un terme pénalisateur à la fonctionnelle quadratique à minimiser de la manière suivante :

$$J(U; R, \mu) = \|AU - f\|^2 + \mu \|R_n U\|^2 \tag{I.7}$$

pour le système matriciel à résoudre : $AU = f$, A une matrice, U le vecteur champ de température et f les mesures de température. Dans la formule (I.7), μ est le paramètre de régularisation, R_n une matrice de régularisation définie par : $\|R_n U\|^2 = \int_{\Gamma} \partial^n U / \partial s^n d\Gamma$ et n est

l'ordre de la régularisation. s est la variable par rapport à laquelle on détermine la donnée inconnue. La difficulté de cette technique réside dans le choix du paramètre de régularisation qui traduit l'importance que l'on donne à la contrainte $\|R_n U\|^2$ par rapport à $\|AU - f\|^2$. Si ce paramètre est trop grand la solution recherchée sera biaisée et si il est trop petit la solution sera toujours aussi instable. Un choix du paramètre de régularisation μ est proposé par Gejadze et al [11-GEJA02] pour la résolution d'un PICC pour un écoulement fluide. La technique de régularisation de Tikhonov est utilisable en une dimension ou deux dimensions d'espace, pour des systèmes différentiels linéaires ou non.

4.3.2. La régularisation par décomposition en valeurs singulières (SVD)

La décomposition en valeurs singulières consiste à dissocier une matrice $A_{n \times m}$ en trois autres matrices $U_{n \times n}$, $V_{m \times m}$ et $W_{n \times m}$. Les trois nouvelles matrices ont des structures spécifiques : La matrice W est une matrice diagonale contenant les valeurs singulières w_i , U et V sont des matrices orthogonales. On peut facilement déduire l'inverse de la matrice A par la relation suivante :

$$A = U W V^T \Rightarrow A^{-1} = V W^{-1} U^T$$

Lorsqu'on cherche la solution du système matriciel : $AX = f$, la solution X s'écrit :

$$X = A^{-1} f = V W^{-1} U^T f$$

Soit encore : $X = \sum_{i=1}^{\min(n,m)} \frac{\{u_i\}\{f_i\}}{w_i} \{v_i\}$ où $\{u_i\}$ et $\{v_i\}$ vecteurs de la base orthogonale des matrices U et V . On constate que la solution X est dominée par les termes contenant les valeurs de w_i les plus petites lorsque les valeurs du numérateur ne sont pas petites. La technique de régularisation va consister à choisir un ordre de troncature sur les valeurs de la formule d'inversion précédente :

$$X = \sum_{i=1}^{n_i} \frac{\{u_i\}\{f_i\}}{w_i} \{v_i\}$$

où n_i est l'ordre de troncature. C'est dans le choix de ce paramètre que réside la difficulté de cette méthode. De son choix dépend la stabilité de la solution. Cette technique de régularisation par SVD est uniquement valable pour les problèmes linéaires quelle que soit la dimension de l'espace. Lorsqu'on a des mesures de températures qui sont définies sur une

grande plage de température, l'inversion de données expérimentales par la SVD n'est pas possible.

4.3.3. *La méthode de spécification de fonction*

Cette technique a été développée par Beck et al, il y a plus d'une vingtaine d'année pour l'estimation de flux de chaleur pariétal ou de température pariétale [35-BECK85]. Récemment cette technique a été utilisée pour l'estimation simultanée de la puissance et de la position d'une source de chaleur en deux dimensions [27-LEFE02]. La méthode de spécification de fonction cherche à minimiser à chaque pas de temps la fonctionnelle quadratique $J(\theta, p)$ comme suit :

$$J(\theta, p^{k+1}) = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^{n_c} \sum_{j=0}^r (\theta_i^{k+j}(p^{k+1}) - \theta_i^{k+j})^2 + \mu \|R_2 p\|$$

où r est le nombre de pas futur. μ est le coefficient de régularisation spatiale de Tikhonov. La spécification de la fonction p consiste à l'écrire sur la base de fonction (constante par morceau) par rapport au temps, la minimisation de $J(\theta, p^{k+1})$ qui entraîne : $\partial J(\theta, p^{k+1}) / \partial p^{k+1} = 0$. En l'absence de terme de régularisation spatiale, les deux équations

$$\text{précédentes donnent : } \sum_{i=1}^{n_c} \sum_{j=0}^r (\theta_i^{k+j}(p^{k+1}) - \theta_i^{k+j})^2 \frac{\partial \theta_i^{k+j}(p^{k+1})}{\partial p^{k+1}} = 0.$$

La fonction p^{k+1} n'est pas connue, on fait l'approximation linéaire suivante :

$$\theta_i^{k+j}(p^{k+1}) = \theta_i^{k+j}(p^k) + \frac{\partial \theta_i^{k+j}(p^{k+1})}{\partial p^{k+1}} (p^{k+1} - p^k)$$

On remplace l'expression linéarisée de $\theta_i^{k+j}(p^{k+1})$ dans l'équation de minimisation pour obtenir la formule suivante :

$$[S]^T [S] (p^{k+1} - p^k) = B$$

où $[S]$ est la matrice de sensibilité (on trouvera la définition de la matrice de sensibilité dans [2-METT99]). p^{k+1} est obtenu en résolvant ce dernier système matriciel. Les difficultés de cette technique de régularisation réside dans le choix du paramètre r de temps futur qui va influencer sur la stabilité de la solution. La solution sera instable si le paramètre de régularisation est trop petit ou trop grand. Généralement ce paramètre est choisi manuellement après plusieurs tests sur la valeur de r . De plus le terme de régularisation spatiale rajoute une difficulté supplémentaire.

4.3.4. *Les Méthodes de régularisation itérative*

On a présenté quelques unes de ces méthodes dans la première partie de ce chapitre. Le plus souvent ces méthodes sont basées sur le gradient $\nabla J(\theta, p)$ de la fonctionnelle quadratique à minimiser $J(\theta, p)$. Ces méthodes itératives ne nécessitent pas l'ajout d'un terme régularisateur car elles régularisent implicitement la solution. Le seul paramètre de régularisation est le nombre d'itération n_{stop} qu'il faut effectuer avant d'arrêter le processus itératif. Le choix de ce paramètre dépend notamment du bruit de mesure.

La méthode de régularisation itérative qui nous a semblé la plus intéressante est celle du gradient conjugué. Elle est basée sur le calcul du gradient de la fonctionnelle quadratique (critère). Cette méthode a été proposée par Alifanov en 1974 [36-ALIF74], ses fondements mathématiques sont présentés par Alifanov et al [7-ALIF94]. Récemment, elle a été mise en œuvre avec succès dans la thèse de Abou Khache [37-ABOU00] à travers une implantation avec le logiciel aux éléments finis MODULEF. Le problème thermique réel que nous allons traiter fait appel à une plage de température assez grande, il est donc non linéaire, c'est pourquoi nous utiliserons cette méthode itérative. Dans la prochaine partie, la méthode de régularisation itérative du gradient conjugué va être développée dans le cadre d'une application numérique qui nous servira pour résoudre le problème thermique réel présenté au chapitre III.

5. *Conclusions*

Au cours de ce premier chapitre, on a défini brièvement la notion de système avec les entrées et sorties, et la notion de modélisation du système (formulation mathématique du système) sensée reproduire le comportement de la sortie du système. Les différentes représentation du système : « phénoménologique » et « boîte noire » sont utilisées pour modéliser le système. La représentation que l'on utilisera est la formulation phénoménologique (lois de la physique) pour notre étude. Lorsque le modèle associé au système n'a pas le même comportement de sortie pour une même consigne en entrée, on doit alors « recalculer » les paramètres du modèle mathématique. Cette étape d'identification de paramètres nécessite de comparer les deux sorties (système et modèle) et de faire tendre l'écart vers zéro. On appelle cette différence entre la sortie du modèle et du système : erreur de sortie. Lorsque cette erreur de sortie tend vers zéro ou un seuil prédéfini, le modèle est « calé » et son comportement décrit de manière satisfaisante le comportement du système.

Cette étape où l'on doit minimiser l'erreur de sortie nécessite la définition d'un critère (généralement basé sur l'erreur de sortie) et d'une méthode d'optimisation. Le choix de la méthode de minimisation dépend du type du modèle mathématique décrivant le système. Généralement, lorsque le modèle est non linéaire, une méthode itérative est utilisée. Les méthodes itératives sont souvent basées sur le gradient du critère à optimiser. Après cette introduction rapide sur l'identification paramétrique, on a précisé le domaine d'application de l'identification paramétrique : le domaine de l'énergétique.

Dans la seconde partie, on a défini les problèmes inverses de la conduction de la chaleur. Cette dénomination désigne le cas où le modèle thermique et le procédé thermique n'ont pas le même comportement du fait que l'un ou plusieurs paramètres thermiques du modèle sont mal connus. Les méthodes d'optimisation explicitées dans la première partie sont mis en oeuvre pour résoudre et identifier le paramètre mal connu. Le critère utilisé est l'écart entre les mesures calculées par le modèle et les températures mesurées sur le procédé thermique (sortie du système étudié). Pour les problèmes inverses de la conduction de la chaleur, une méthode itérative est souvent employée pour identifier le paramètre mal connu. Une méthode itérative est nécessaire lorsque le problème est mal conditionné et où de petites erreurs de mesures génèrent une infinité de solutions. Les méthodes itératives permettent de stabiliser la solution et d'identifier le paramètre dans un espace de solution défini. La méthode que nous allons employer est la méthode du gradient conjugué.

Le chapitre suivant va servir à mettre en place la méthode du gradient conjugué autour d'une application numérique issue d'une situation académique. Les applications numériques permettront d'illustrer la méthode d'identification ainsi que les problèmes que l'on peut rencontrer.

Chapitre II :

Mise en œuvre de la méthode du gradient conjugué : une application académique

Au cours du chapitre, la méthode de régularisation itérative du gradient conjugué est développée dans un cadre académique afin de faciliter sa mise en œuvre et de mettre en évidence ses potentialités. Le problème inverse considéré consiste à identifier un flux traversant une frontière du domaine considéré Ω . Pour cet exemple, le problème direct (avec tous les paramètres supposés connus) a une solution analytique. Celle-ci est utilisée comme *observation* pour estimer un paramètre que l'on suppose alors inconnu. Les équations mathématiques menant à la résolution du problème inverse par la méthode du gradient conjugué sont explicitées tout au long du chapitre. Différents cas d'étude sont envisagés lors de la résolution du problème inverse : nombre de capteurs, emplacement des capteurs, pas de temps, bruit de mesure, afin d'analyser sur ces exemples le comportement de l'algorithme d'identification. Abordons le cas du problème inverse pour identifier une condition frontière.

1. Énoncé du problème

Soit un domaine Ω avec $\Omega \in \mathbb{R}^2$, $x = (x_1, x_2) \in \Omega$ et $t \in T = [0, t_f]$, $u(x, t)$ est la variable d'état. Le domaine Ω est présenté dans la *figure II.1*.

Le problème direct que doit satisfaire l'état $u(x, t)$ est défini par le système d'équations aux dérivées partielles suivant :

$$\frac{\partial u}{\partial t} - \Delta u = x_1^2 + x_2^2 - 4t \quad \text{dans } \Omega \times T, \quad (2.1)$$

avec la condition initiale :

$$u(x,0) = 0, \text{ dans } \Omega \text{ à } t=0 \quad (2.2)$$

et les conditions aux limites :

$$u = (x_1^2 + x_2^2)t \text{ sur } \Gamma_1 \times T \quad (2.3)$$

$$-\frac{\partial u}{\partial n_2} = t \text{ sur } \Gamma_2 \times T \quad (2.4)$$

$$-\frac{\partial u}{\partial n_3} = -2t \text{ sur } \Gamma_3 \times T \quad (2.5)$$

où le vecteur n_i est le vecteur normal extérieur à Γ_i .

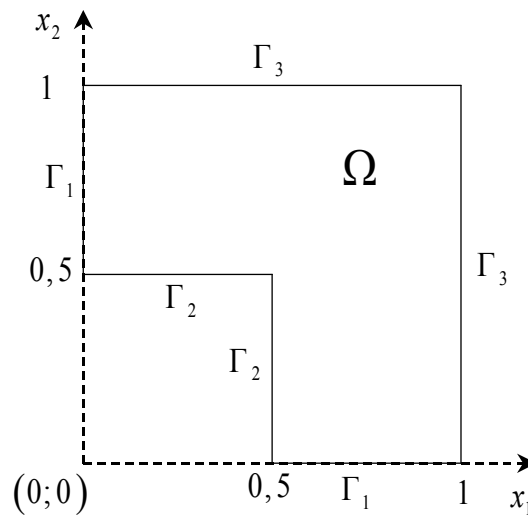


Figure II.1 : Domaine Ω

On connaît la solution exacte vérifiant le système d'équations aux dérivées partielles précédentes : $u_{ex}(x,t) = (x_1^2 + x_2^2)t$ dans $\Omega \times T$.

Les équations (2.1)-(2.5) définissent le problème direct P_{dir} . Pour le résoudre numériquement, la méthode des éléments finis (discrétisation spatiale) et la méthode des différences finies (discrétisation temporelle) sont utilisées. Ainsi l'état $u(x,t)$ solution des équations (2.1)-(2.5) est calculée à chaque instant $t \in T$ et en tout point $x \in \Omega$. Le problème direct est bien posé : on connaît chacun des termes composant les équations aux dérivées partielles, on peut trouver une solution numérique stable. La discrétisation spatiale utilisée pour résoudre le problème direct est montrée sur la *figure II.2*. Le maillage est constitué de 384 triangles utilisant une interpolation polynomiale d'ordre 1. La discrétisation du domaine a conduit à 686 inconnus ou nœuds composant le maillage triangulaire.

L'intervalle de temps retenu pour le problème direct est $T = [0, 1]$ avec un pas de temps de $\Delta t = 0,01s$. Le pas d'espace est $\Delta x_1 \approx \Delta x_2 \approx 0,05$. Différents essais préalables ont montré que ces pas de discrétisation étaient suffisants pour obtenir des résultats numériques corrects. La solution calculée $u(x, t)$ est comparée avec la solution exacte en cinq points intérieurs au domaine, les coordonnées de ces points sont répertoriées dans le tableau suivant :

Point	x_1	x_2
1	0,0866	0,7499
2	0,7408	0,4016
3	0,77839	0,78126
4	0,5216	0,53538
5	0,96337	0,94326

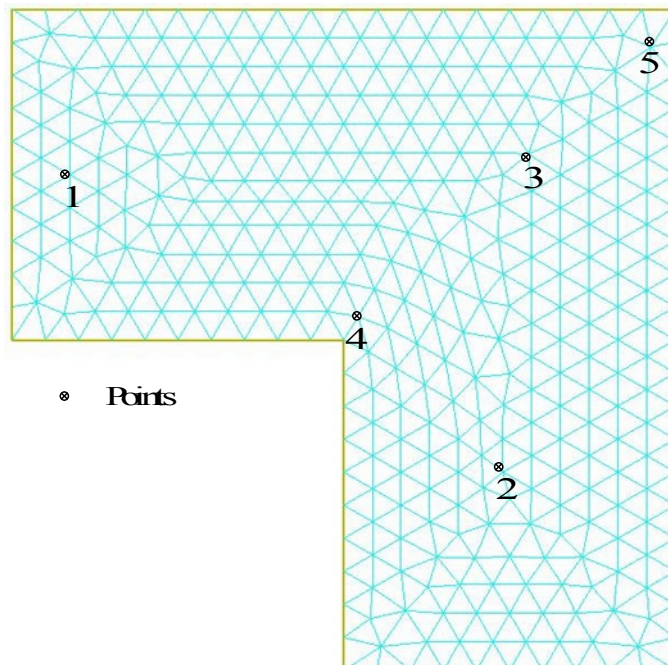


Figure II.2 : Triangulation du domaine Ω

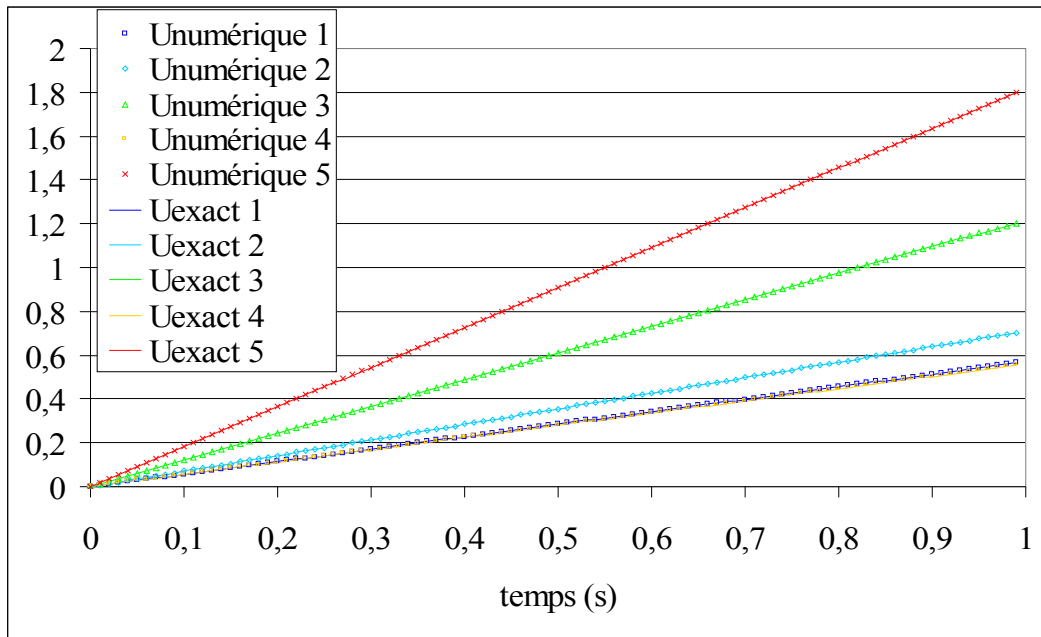


Figure II.3 : Comparaison entre la solution numérique et la solution exacte.

La solution calculée est comparée avec la solution analytique et les évolutions sont présentées sur la *figure II.3* précédente.

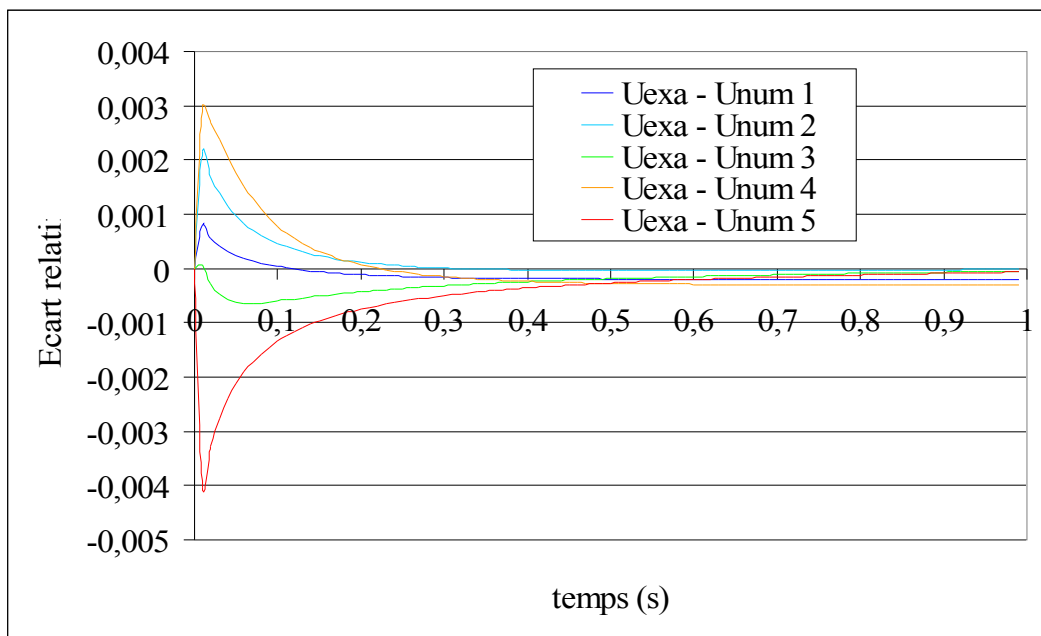


Figure II.4 : Ecart relatif entre la solution calculée et la solution analytique.

Les écarts relatifs, *figure II.4*, montrent que l'écart entre la solution calculée et analytique est faible (inférieur à 0,5%). Ces écarts sont dus aux erreurs d'intégration

numérique faites lors du choix de l'interpolation polynomiale et aux pas de discrétisation. La solution calculée au temps final est présentée *figure II.5*.

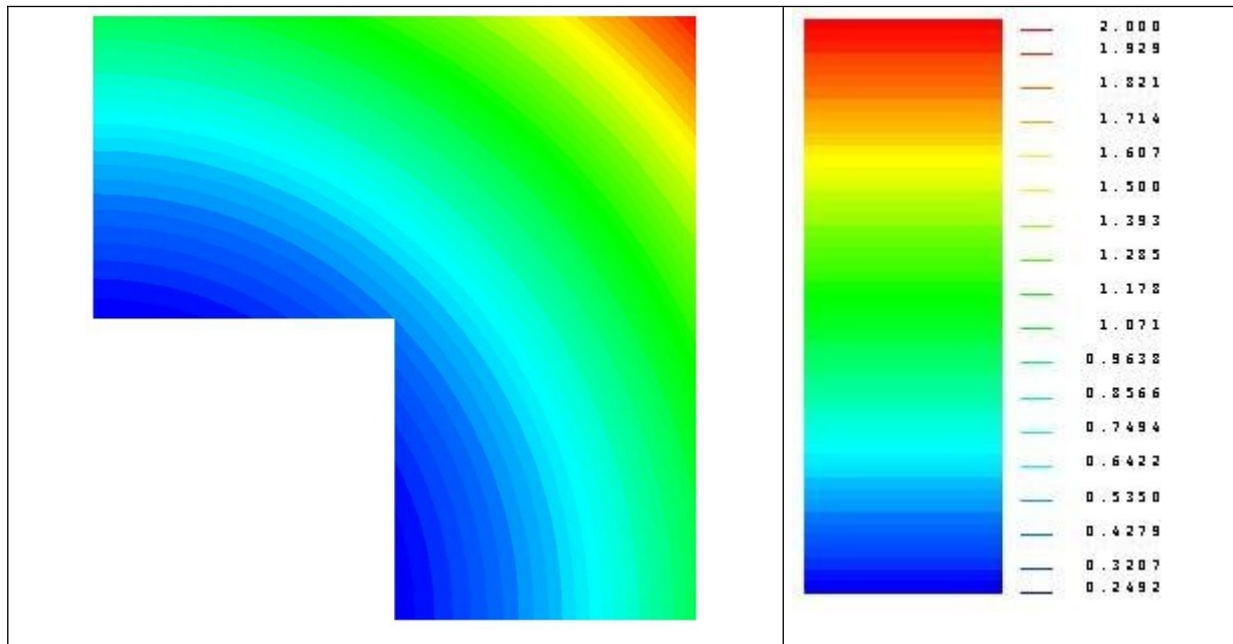


Figure II.5 : Champ $u(x,t)$ solution du problème direct à l'instant final.

Supposons désormais que l'un (ou plusieurs) terme des équations (2.1)-(2.5) ne soit pas connu. Considérons par exemple que la condition aux limites sur la frontière Γ_3 soit inconnue. A partir de données supplémentaires (obtenues par des observations en certains points du domaine) le problème inverse peut être résolu. Il est alors nécessaire de définir un critère que l'on doit minimiser afin de se rapprocher de la solution du problème d'identification. Un critère classique consiste à minimiser l'écart quadratique entre le champ $u(x,t)$ calculé numériquement et le champ $\widehat{u}_{mes}(t)$ mesuré en divers points du domaine d'étude au cours du temps. Soit p le paramètre inconnu qu'il faut estimer, le critère quadratique à minimiser s'écrit :

$$J(u, p) = \frac{1}{2} \int_T \sum_{i=1}^{N_c} (u(x, t, p) - \widehat{u}_{mes}(t))^2 dt$$

où N_c est le nombre de points d'observation. Pour cela une méthode de minimisation est nécessaire. Les méthodes employées sont variées [38-MINO83] mais celle que nous avons retenue est la méthode itérative du gradient conjugué qui s'emploie efficacement à la résolution de ce type de problème inverse [39-JARN91, 40-ALIF95]. La méthode du gradient conjugué est décrite dans ce qui va suivre.

2. Mise en œuvre de la méthode du gradient conjugué (MGC)

La méthode du gradient conjugué a été introduite au cours du premier chapitre comme algorithme d'optimisation. Pour les fondements mathématiques de la méthode du gradient conjugué, on peut se référer au livre de Ciarlet [41-CIAR90]. Avant de débiter la résolution du problème inverse par la méthode itérative du GC, on définira la notion de gradient de la fonctionnelle $J(u, p)$.

2.1. Gradient d'une fonction [38-MINO83, 41-CIAR90]

Pour exprimer le gradient de la fonctionnelle quadratique, il faut que celle ci soit G-différentiable (au sens de Gâteaux) en $p \in P$. Soit P un espace vectoriel et soit $J(u, p)$ la fonctionnelle sur P , on dit que $J(u, p)$ admet une dérivée directionnelle (ou différentielle au sens de Gâteaux) en $p \in P$ dans la direction $\delta p \in P$, si :

$$\lim_{\varepsilon \rightarrow 0} \frac{J(u, p + \varepsilon \delta p) - J(u, p)}{\varepsilon} = \delta J(u, p, \delta p). \text{ Si } \forall \delta p \in P, \delta J(u, p, \delta p) \text{ existe, alors}$$

$J(u, p)$ est dite différentiable au sens de Gâteaux en $p \in P$.

Si $J(u, p)$ est différentiable en $p \in P$ et si $\delta J(u, p, \delta p)$ est une forme linéaire de δp , alors il existe un élément $\nabla J(u, p) \in P$ tel que :

$$\forall \delta p \in P : \delta J(u, p, \delta p) = \langle \nabla J(u, p, \delta p), \delta p \rangle$$

où $\nabla J(u, p)$ est appelé gradient de la fonctionnelle quadratique $J(u, p)$ en P . $\langle \cdot, \cdot \rangle$ est le produit scalaire dans l'espace de Hilbert P .

Dans la suite de l'étude la fonction inconnue p est considérée continue linéaire par morceaux de sorte que la fonction inconnue est définie par la donnée du vecteur : \bar{p} . Dans ce cas, le gradient de la fonctionnelle quadratique s'écrit :

$\bar{p} = [p_1, p_2, p_3, p_4, \dots, p_{n_p}]$, $p \in R^{n_p}$, $J(u, \bar{p}) = J(u, p_1, p_2, \dots, p_{n_p}) \in R$, différentiable au sens ordinaire, alors :

$$\nabla J(u, \bar{p}) = \left(\frac{\partial J}{\partial p_1}, \frac{\partial J}{\partial p_2}, \dots, \frac{\partial J}{\partial p_{n_p}} \right) \in R^{n_p}$$

et $\delta J(u, \bar{p})$ est égal au produit scalaire de $\nabla J(u, p)$ par δp .

2.2. Principe de la Méthode du gradient conjugué

La méthode itérative consiste à approcher le nouvel itéré \bar{p}^{n+1} à partir de l'itéré précédent \bar{p}^n avec n le nombre d'itération selon la formule suivante :

$$\bar{p}^{n+1} = \bar{p}^n - \gamma^{n+1} \bar{d}^{n+1} \quad (2.6)$$

où, dans la méthode du gradient conjugué, ($\gamma^{n+1} > 0$) est la profondeur de descente, \bar{d}^{n+1} la direction de descente. La direction de descente doit être construite de telle manière que les directions de descente successives soient conjuguées entre elles. Pour ce faire, on peut comme dans [38-MINO83] considérer :

$$\bar{d}^{n+1} = \nabla J(u, \bar{p}^n) + \beta^n \bar{d}^n \text{ où } \beta^n = \frac{\|\nabla J(u, \bar{p}^n)\|^2}{\|\nabla J(u, \bar{p}^{n+1})\|^2} \text{ et } \beta^0 = 0.$$

La profondeur de descente est définie à chaque itération par :

$$\gamma^{n+1} = \underset{\gamma \geq 0}{\text{Arg min}} \left\{ J(\bar{p}^n - \gamma \bar{d}^{n+1}) \right\}.$$

La processus itératif du gradient conjugué consiste à :

1. Initialement, à l'itération $n = 0$, choisir un vecteur initial \bar{p}^0 ;
2. Calculer le gradient de la fonctionnelle $J(u, \bar{p}^n)$ et sachant que $\bar{d}^0 = \nabla J(u, \bar{p}^0)$ calculer $\bar{d}^{n+1} = \nabla J(u, \bar{p}^n) + \beta^n \bar{d}^n$, $n \geq 0$ avec β^n calculé comme précédemment ;
3. Rechercher la profondeur de descente γ^{n+1} vérifiant $J(\bar{p}^n - \gamma^{n+1} \bar{d}^{n+1}) = \min_{\gamma \geq 0} \left\{ J(\bar{p}^n - \gamma \bar{d}^{n+1}) \right\}$;
4. Calculer la nouvelle valeur du vecteur \bar{p} à l'itération $n+1$: $\bar{p}^{n+1} = \bar{p}^n - \gamma^{n+1} \bar{d}^{n+1}$
5. Calculer la valeur de la fonctionnelle quadratique : si $J(u, \bar{p}^{n+1}) \leq J_{stop}$ le processus itératif s'arrête sinon on continue et on retourne en 2.

Remarques :

- Le choix du critère d'arrêt J_{stop} sera discuté dans un prochain paragraphe.

- Nous allons voir par la suite que le calcul du gradient de la fonctionnelle à minimiser est effectué en introduisant un problème Lagrangien associé à la fonctionnelle quadratique à optimiser [38-MINO83]. Ce développement va établir un second système d'EDP du même type que celui du problème direct.
- Pour le calcul de la profondeur de descente, on formule le problème de sensibilité qui conduit à un troisième système d'EDP du même type que les deux systèmes d'EDP précédents.
- La mise en œuvre de la MGC pour résoudre le problème inverse revient à résoudre successivement le problème direct (pour évaluer la fonction $u(x,t)$ et ainsi calculer le critère $J(\cdot)$), le problème adjoint (pour le calcul du gradient de la fonctionnelle : $\nabla J(u, \bar{p}^n)$) et le problème de sensibilité pour estimer la profondeur de descente γ^n . La résolution successive de ces trois problèmes correspond à une itération de l'algorithme de minimisation. Ce problème ne nécessite pas la mise à en place de nouveaux outils de résolution numériques pour chacun des problèmes car tous trois sont paraboliques et défini sur le même domaine comme nous allons le voir en développant tout d'abord le problème de Sensibilité puis le problème Adjoint.

2.3. Le problème de sensibilité

On va développer le problème de sensibilité dans le cas du système d'EDP exposé en début de chapitre (voir équations (2.1)-(2.5)) et dans le cadre de l'estimation de la condition de flux inconnue sur la frontière Γ_3 . Soit P le flux inconnu à identifier sur la frontière Γ_3 . Une variation du paramètre inconnu P (ou de la fonction inconnue) : δp va induire une variation $\delta u(x,t)$ de la fonction $u(x,t)$.

Soit δu la variation de la fonction u résultant d'une variation $\varepsilon \delta p$ du paramètre P :

$$\delta u = \lim_{\varepsilon \rightarrow 0} \frac{u(x,t; p + \varepsilon \delta p) - u(x,t; p)}{\varepsilon} \quad (2.7)$$

On appellera δu la fonction de sensibilité. Elle correspond à la sensibilité du champ u aux variations δp des paramètres inconnus. Pour alléger l'écriture, on notera : $u^+ = u(x,t; p + \varepsilon \delta p)$ et $u = u(x,t; p)$.

La construction des équations de sensibilités consiste à écrire le système vérifié par l'état perturbé u^+ auquel on va soustraire le système vérifié par l'état non perturbé u . Le système d'EDP vérifié par u^+ s'écrit :

$$\frac{\partial u^+}{\partial t} - \Delta u^+ = x_1^2 + x_2^2 - 4t, \text{ dans } \Omega \times T \quad (2.8)$$

$$u^+(x, 0) = 0, \text{ dans } \Omega \text{ à } t=0 \quad (2.9)$$

$$u^+ = (x_1^2 + x_2^2)t \text{ sur } \Gamma_1 \times T \quad (2.10)$$

$$-\frac{\partial u^+}{\partial n_2} = t \text{ sur } \Gamma_2 \times T \quad (2.11)$$

$$-\frac{\partial u^+}{\partial n_3} = p + \varepsilon \delta p \text{ sur } \Gamma_3 \times T \quad (2.12)$$

On retranche le système d'EDP (2.1)-(2.5) au système que l'on vient d'écrire (2.8)-(2.12) et en simplifiant le système obtenu (on fait tendre ε vers zéro), on obtient un nouveau système d'équations aux dérivées partielles :

Les équations de sensibilité

$$\frac{\partial}{\partial t} \delta u - \Delta(\delta u) = 0, \text{ dans } \Omega \times T \quad (2.13)$$

$$\delta u(x, 0) = 0, \text{ dans } \Omega \text{ à } t=0s \quad (2.14)$$

$$\delta u = 0 \text{ sur } \Gamma_1 \times T \quad (2.15)$$

$$-\frac{\partial \delta u}{\partial n_2} = 0 \text{ sur } \Gamma_2 \times T \quad (2.16)$$

$$-\frac{\partial \delta u}{\partial n_3} = \delta p \text{ sur } \Gamma_3 \times T \quad (2.17)$$

La solution du système d'équations (2.13)-(2.17) est le champ de sensibilité δu qui correspond à une variation du paramètre inconnu P .

Expression de la profondeur de descente

Pour quelle raison établit-on les équations de sensibilité ? La fonction de sensibilité intervient dans le calcul de la profondeur de descente comme on va le montrer par la suite.

Pour estimer le pas du gradient (la profondeur de descente) la fonction $g(\gamma) = J(u, \bar{p} - \gamma \bar{d})$.

En remplaçant dans l'expression de la fonction de coût (ou critère quadratique), on obtient :

$$J(u, \bar{p} - \gamma \bar{d}) = \frac{1}{2} \int_T \sum_{i=1}^{N_c} \left(u(x^i, t; \bar{p} - \gamma \bar{d}) - \widehat{u}_{mes}(t) \right)^2 dt$$

ou $x^i = (x_1^i, x_2^i)$ est la position du point d'observation i . En linéarisant le terme :

$$u(x^i, t; \bar{p} - \gamma \bar{d}) = u(x^i, t; \bar{p}) - \gamma \frac{\partial u(x^i, t; \bar{p})}{\partial p} \bar{d}$$

et en considérant comme variation: $\delta \bar{p} = \bar{d}$, il vient :

$$\begin{aligned} u(x^i, t; \bar{p} - \gamma \bar{d}) &= u(x^i, t; \bar{p}) - \gamma \frac{\partial u(x^i, t; \bar{p})}{\partial p} \delta \bar{p} \\ u(x^i, t; \bar{p} - \gamma \bar{d}) &= u(x^i, t; \bar{p}) - \gamma \delta u(x^i, t; \bar{p}) \end{aligned}$$

En remplaçant ce terme dans la fonction de coût et en développant, on obtient :

$$\begin{aligned} J(u, \bar{p} - \gamma \bar{d}) &= \frac{1}{2} \int_T \sum_{i=1}^{N_c} \left(u(x^i, t; \bar{p}) - \widehat{u}_{mes}(t) \right)^2 dt \\ &\quad - \gamma \int_T \sum_{i=1}^{n_c} \left(u(x^i, t; \bar{p}) - \widehat{u}_{mes}(t) \right) \delta u(x^i, t; \bar{p}) dt + \frac{\gamma^2}{2} \int_T \sum_{i=1}^{n_c} \left(\delta u(x^i, t; \bar{p}) \right)^2 dt \end{aligned}$$

La valeur γ qui minimise cette expression vérifie : $\frac{\partial J(\bar{p} - \gamma \bar{d})}{\partial \gamma} = 0$. De cette condition, on

obtient l'expression de la profondeur de descente du gradient conjugué :

$$\gamma = \frac{\int_T \sum_{i=1}^{N_c} \left(u(x^i, t; \bar{p}) - \widehat{u}_{mes}(t) \right) \delta u(x^i, t; \bar{p}) dt}{\int_T \sum_{i=1}^{N_c} \left(\delta u(x^i, t; \bar{p}) \right)^2 dt}$$

Le calcul de la profondeur de descente nécessite donc de connaître la fonction $u(x, t)$ calculée dans le problème direct, la mesure $\widehat{u}_{mes}(t)$ et la fonction de sensibilité $\delta u(x, t)$ en chaque capteur (pour une variation correspondant à la direction de descente). Cette dernière est obtenue après calcul du gradient issu de la résolution du problème adjoint.

A présent, le calcul du gradient de la fonction de coût est abordé. On va voir comment, à partir de la formulation Lagrangienne du problème de minimisation de la fonction de coût, on obtient l'expression du gradient.

2.4. Formulation Lagrangienne du problème d'optimisation

Le but de ce paragraphe est d'obtenir l'expression du gradient de la fonction de coût. Pour cela, on doit établir le Lagrangien associé au problème de la minimisation de la fonction de coût. Les principales étapes qui vont nous mener au gradient de la fonction de coût sont présentées.

On désignera par $L(u, \psi, p)$ le Lagrangien associé au problème de la minimisation de la fonction de coût $J(u, p)$ avec pour contrainte : l'équation d'état que vérifie $u(x, t)$ (en supposant que les conditions aux limites et la condition initiale soient vérifiées).

$$L(u, \psi, p) = J(u, p) + \iint_{T \times \Omega} \left(\frac{\partial u}{\partial t} - \Delta u - x^2 - y^2 + 4t \right) \psi(x, t) dt d\Omega \quad (2.18)$$

où $\psi(x, t)$ est le multiplicateur de Lagrange (ou fonction adjointe) avec $x \in \Omega$ et $t \in T$. Le choix de la contrainte peut être différent, on aurait pu utiliser une condition aux limites, on trouvera d'autre choix dans le livre de Alifanov et al [7-ALIF94].

Lorsque la fonction $u(x, t)$ est solution du problème direct P_{dir} , le Lagrangien devient alors :

$$L(u, \psi, p) = J(u, p)$$

et sa différentielle s'exprime de la manière suivante :

$$\delta L(u, \psi, p) = \delta J(u, p)$$

On cherche $\psi(x, t)$ tel que la différentielle du Lagrangien se mette sous la forme :

$$\delta L(u, \psi, p) = \langle \nabla J(u, p), \delta p \rangle \quad (2.19)$$

Ce qui permet d'exprimer le gradient à partir de la différentielle du Lagrangien. A $\psi(x, t)$ fixé, la différentielle s'écrit :

$$\delta L(u, \psi, p) = \frac{\partial L}{\partial u} \delta u + \frac{\partial L}{\partial p} \delta p$$

On va choisir la fonction de Lagrange pour que l'équation suivante (dite équation adjointe) soit satisfaite :

$$\frac{\partial L}{\partial u} \delta u = 0 \quad \forall \delta u \quad (2.20)$$

Les équations Adjointes sont issues de cette dernière équation. Pour les expliciter, on doit développer la différentielle du Lagrangien à partir de sa définition, à $\psi(x, t)$ fixé :

$$\delta L(u, \psi, p) = \lim_{\varepsilon \rightarrow 0} \left(\frac{\delta L(u + \varepsilon \delta u, \psi, p) - \delta L(u, \psi, p)}{\varepsilon} + \frac{\delta L(u, \psi, p + \varepsilon \delta p) - \delta L(u, \psi, p)}{\varepsilon} \right)$$

où $\delta L(u, p, \psi)$ est la variation qui résulte d'une variation $\varepsilon \delta u$ et d'une variation $\varepsilon \delta p$ de la fonction inconnue P .

On applique cette définition à l'équation de Lagrange (2.18), il vient :

$$\begin{aligned} \delta L(u, \psi, p) = & \int_T \int_{\Omega} \sum_{i=1}^{N_c} (u(x_i, t; p) - \widehat{u}_{mes}(t)) \xi(x - x^i) \delta u(x^i, t; p) dt + \\ & \int_T \int_{\Omega} \left(\frac{\partial \delta u}{\partial t} - \Delta \delta u \right) \psi dt d\Omega \end{aligned} \quad (2.21)$$

où $\xi(x - x^i)$ est la fonction de Dirac au point d'observation positionné en $x = x^i$.

Deux termes doivent être explicités : $A = \int_T \int_{\Omega} \frac{\partial \delta u}{\partial t} \psi dt d\Omega$ et $B = \int_T \int_{\Omega} \Delta \delta u \psi dt d\Omega$

En intégrant par partie, les termes A et B prennent les nouvelles expressions :

$$A = \int_{\Omega} [\psi \delta u]_{t=t_0}^{t=t_f} d\Omega - \int_T \int_{\Omega} \frac{\partial \psi}{\partial t} \delta u dt d\Omega$$

et

$$B = \sum_{i=1}^3 \left(\int_T \int_{\Gamma_i} \frac{\partial \delta u}{\partial n_i} \psi dt d\Gamma_i - \int_T \int_{\Gamma_i} \frac{\partial \psi}{\partial n_i} \delta u dt d\Gamma_i \right) + \int_T \int_{\Omega} \Delta \psi \delta u dt d\Omega$$

Si u vérifie le système d'EDP décrivant le problème direct et δu vérifie le système d'EDP décrivant le problème de sensibilité, l'expression développée de B s'écrit :

$$\begin{aligned} B = & \int_T \int_{\Gamma_1} \frac{\partial \delta u}{\partial n_1} \psi_{\Gamma_1} dt d\Gamma_1 - \int_T \int_{\Gamma_3} \psi \delta p dt d\Gamma_3 - \int_T \int_{\Gamma_1} \frac{\partial \psi}{\partial n_1} \delta u_{\Gamma_1} dt d\Gamma_1 - \int_T \int_{\Gamma_2} \frac{\partial \psi}{\partial n_2} \delta u dt d\Gamma_2 \\ & - \int_T \int_{\Gamma_3} \frac{\partial \psi}{\partial n_3} \delta u dt d\Gamma_3 + \int_T \int_{\Omega} \Delta \psi \delta u dt d\Omega \end{aligned}$$

On remplace les termes A et B développés ci-dessus dans la différentielle du Lagrangien (2.21), on obtient :

$$\begin{aligned} \delta L = & \int_T \int_{\Omega} \left(-\frac{\partial \psi}{\partial t} - \Delta \psi + E(x, t; p) \right) \delta u dt d\Omega - \int_T \int_{\Gamma_1} \frac{\partial \delta u}{\partial n_1} \psi_{\Gamma_1} dt d\Gamma_1 + \int_T \int_{\Gamma_2} \frac{\partial \psi}{\partial n_2} \delta u dt d\Gamma_2 \\ & + \int_T \int_{\Gamma_3} \left[\frac{\partial \psi}{\partial n_3} \delta u + \psi \delta p \right] dt d\Gamma_3 + \int_{\Omega} [\psi \delta u]^{t=t_f} d\Omega \end{aligned}$$

où la fonction écart : $E(x, t; p)$ représente l'écart entre les observations et les valeurs

calculées en chaque capteur : $E(x, t; p) = \sum_{i=1}^{N_c} \left(u(x^i, t; p) - \widehat{u}_{mes}(t) \right) \xi(x - x^i)$

Les équations adjointes sont déduites de l'équation dite adjointe (2.20), on obtient le système d'EDP suivant :

Les équations du problème adjoint :

$$\frac{\partial \psi}{\partial t} + \Delta \psi = E(x, t; p) \text{ dans } \Omega \times T \quad (2.22)$$

$$\psi(x, t_f) = 0 \text{ dans } \Omega \quad (2.23)$$

$$\psi = 0 \text{ sur } \Gamma_1 \times T \quad (2.24)$$

$$\frac{\partial \psi}{\partial n_2} = 0 \text{ sur } \Gamma_2 \times T \quad (2.25)$$

$$\frac{\partial \psi}{\partial n_3} = 0 \text{ sur } \Gamma_3 \times T \quad (2.26)$$

Les équations adjointes sont liées aux équations du problème direct par l'intermédiaire de la fonction écart $E(x, t; p)$. Le système est lui aussi linéaire comme pour le problème de sensibilité. A présent, l'expression du gradient peut être déterminée considérant (2.19) et (2.20), on a :

$$\delta L(u, \psi, p) = \frac{\partial L}{\partial p} \delta p = \langle \nabla J(u, p), \delta p \rangle$$

avec ψ solution des équations adjointes et u solution des équations du problème direct.

Remarque :

On note dans les équations adjointes que l'on a pas de condition initiale mais une condition finale : $\psi(x, t_f) = 0$ dans Ω . On élimine ce problème à l'aide d'un changement de variable sur le temps en posant $t' = t_f - t$. Les équations adjointes deviennent alors :

$$\frac{\partial \psi}{\partial t'} - \Delta \psi = -E(x, t'; p) \text{ dans } \Omega \times T' \quad (2.27)$$

$$\psi(x, t'_0) = 0 \text{ dans } \Omega \quad (2.28)$$

$$\psi = 0 \text{ sur } \Gamma_1 \times T' \quad (2.29)$$

$$-\frac{\partial \psi}{\partial n_2} = 0 \text{ sur } \Gamma_2 \times T' \quad (2.30)$$

$$-\frac{\partial \psi}{\partial n_3} = 0 \text{ sur } \Gamma_3 \times T' \quad (2.31)$$

Ce qui permet par la même de retrouver une équation parabolique.

Expression du gradient

D'après la relation entre la différentielle de la fonction de coût et la différentielle du Lagrangien : $\delta J = \delta L$, la différentielle de la fonction de coût s'écrit :

$$\delta J = \int \int_{T \Gamma_3} \psi \delta p(t) dt d\Gamma_3$$

$$\delta J = \langle \nabla J, \delta p \rangle_p$$

La fonction inconnue p est définie sur la surface Γ_3 , on considère l'espace fonctionnel $P = L_2(\Gamma_3 \times T)$ et l'expression du gradient est $\nabla J(p_{\Gamma_3}) = \int \int_{T \Gamma_3} \psi dt d\Gamma_3$.

2.5. L'algorithme de résolution

Les principales étapes conduisant à la résolution du problème inverse et permettant d'identifier la fonction inconnue sont les suivantes :

1. Prendre une valeur initiale pour le paramètre à identifier : \bar{p}^0 (\bar{p}^0 peut être une valeur estimée à partir de connaissances expérimentales). Initialiser le paramètre d'itération : $n = 0$;
2. Résoudre le problème direct défini par les équations : (2.1)-(2.5). Estimer l'évolution de la fonction $u(x, t)$ en chacun des N_c capteurs $u(x^i, t; p^n)$, puis calculer la fonction de coût : $J(u(x^i, t; \bar{p}^n), p^n)$, si $J(u(x^i, t; \bar{p}^n), \bar{p}^n) < J_{stop}$ FIN du problème inverse. Calculer la fonction erreur : $E(x, t; \bar{p}^n)$;
3. Résoudre le problème adjoint établi par les équations : (2.27)-(2.31). Calculer le gradient : $\nabla J(u, \bar{p}^n)$ puis calculer le coefficient β_n selon la formule :

$\beta_n = \frac{\|\nabla J(u, \bar{p}^n)\|^2}{\|\nabla J(u, \bar{p}^{n-1})\|^2}$, avec $\beta_0 = 0$. Calculer la direction de descente conjuguée : $\bar{d}^n = \nabla J(u, \bar{p}^n) + \beta_n \bar{d}^{n-1}$. Faire $\delta \bar{p}^n = \bar{d}^n$;

4. Résoudre le problème de sensibilité, équations : (2.13)-(2.17) afin d'obtenir l'évolution de la fonction de sensibilité en chaque capteurs : $\delta u(x^i, t; \bar{p}^n)$, $i = 1, \dots, N_c$. Calculer alors la profondeur de descente γ_n suivant la formule établie :

$$\gamma_n = \frac{\int_T \sum_{i=1}^{n_c} (u(x^i, t; \bar{p}^n) - \widehat{u}_{mes}(t)) \delta u(x^i, t; \bar{p}^n) dt}{\int_T \sum_{i=1}^{n_c} (\delta u(x^i, t; \bar{p}^n))^2 dt}$$

5. Calculer le nouvel itéré p^{n+1} : $p^{n+1} = p^n - \gamma_n d_n$ et aller en 2.

Ces étapes mettent en jeu la résolution successive (et itérative) de trois problèmes paraboliques : le problème direct, le problème adjoint et enfin le problème de sensibilité. L'arrêt de l'algorithme du gradient conjugué ne se fait que si la fonction de coût atteint une valeur seuil prédéfinie J_{seil} . Dans le paragraphe suivant, on va expliquer la manière dont on évalue la valeur d'arrêt.

2.6. Critère d'arrêt du Problème Inverse

Le problème inverse est naturellement instable et des diverses sources d'erreur peuvent être répertoriées : bruit sur les observations, approximation de fonctions continues par des fonctions discrètes, erreurs de calcul numériques, erreurs dans la modélisation, etc ... La régularisation atténue l'amplification de ces erreurs sur la solution.

La solution, à chaque itération, est calculée à partir de la solution précédente et d'un terme correcteur. Cette méthode permet de surveiller la stabilité de la solution. Dès l'apparition des premières instabilités sur la solution le processus doit être stoppé car celles-ci ne font que s'aggraver avec le nombre d'itération augmentant. Il faut déterminer la valeur minimum que peut atteindre l'algorithme pour le stopper avant que le phénomène oscillatoire ne prenne place.

Les mesures étant entachées d'erreurs, le calcul numérique engendrant aussi des erreurs d'arrondis, l'approximation de la fonction inconnue par une fonction linéaire par morceaux n'étant pas exacte ... il faut évaluer la valeur de ces erreurs pour estimer une valeur minimum de la fonction de coût. La régularisation itérative consiste à arrêter l'algorithme itératif à l'itération n^s tel que $J(u, p^s) = J_{seuil}$ où J_{seuil} est le critère qui prend en compte toutes ces erreurs.

L'erreur qui prédomine sur les autres est bien souvent l'erreur de mesure (lorsque la structure de modèle n'est pas remise en cause et que les outils numériques sont bien adaptés aux situations étudiées). Généralement, le bruit de mesure est supposée obéir à une loi normale, de moyenne nulle et d'écart type $\sigma(t)$. Comme on a vu au premier chapitre, si l'on peut mettre le signal mesuré sous la forme suivante : $\widehat{u}^i(t) = u^i(t) + \sigma^i(t)$ en chaque capteur $i = 1, Nc$. En remplaçant cette forme dans la fonction de coût : $\int_T \sum_{i=1}^{Nc} (u(x^i, t; \bar{p}^n) - u^i(t) - \sigma^i(t))^2 dt$ lorsque on a la meilleure solution \bar{p}^* vérifiant que $u(x^i, t; \bar{p}^n) = u^i(t)$ alors il reste un résidu qui est le critère seuil au dessous duquel les phénomènes oscillatoires vont apparaître. L'expression du critère seuil est la suivante :

$$J_{seuil} = \int_T \sum_{i=1}^{Nc} (\sigma^i(t))^2 dt$$

Dans la suite du chapitre nous allons appliquer la méthode de régularisation du gradient conjugué à l'identification du flux appliqué à la frontière Γ_3 . Cette application numérique montrera la mise en œuvre programme de résolution d'un problème inverse par la méthode du gradient conjugué. On analysera aussi l'influence du nombre de capteurs, du bruit de mesure ...

3. Résultats numériques

Avant tout essai d'identification de paramètre, on doit se poser la question sur la faisabilité de la méthode : est ce que les données recueillis peuvent permettre l'identification ? est ce que le paramètre peut être estimé plus ou moins précisément ? ... On peut répondre en partie à ces questions en réalisant une étude préliminaire dite analyse de sensibilité. L'analyse

de sensibilité consiste à reprendre le système d'équations de sensibilité écrites précédemment dans ce chapitre et à observer l'évolution de la fonction de sensibilité pour une valeur donnée de la variation du paramètre inconnu p . Cette analyse de sensibilité renseigne sur la capacité des capteurs à retranscrire une petite variation du paramètre inconnu et à vérifier si l'emplacement choisi pour recueillir l'information est adéquate. Avant de commencer l'identification du flux imposé sur la frontière Γ_3 , *figure II.1*, du problème défini en début de chapitre, on va vérifier que l'emplacement des points de mesure permet d'envisager l'identification dans des bonnes conditions.

3.1. *Le problème de sensibilité et placement optimal de capteurs*

On rappelle que le système d'équations aux dérivées partielles linéaires constituant le problème de sensibilité P_{sens} est donné par les équations (2.13)-(2.17). On propose d'observer la réponse δu consécutive à une variation de 1% de la condition aux limites imposée sur Γ_3 . L'évolution de la fonction de sensibilité δu est reportée sur la *figure II.6*.

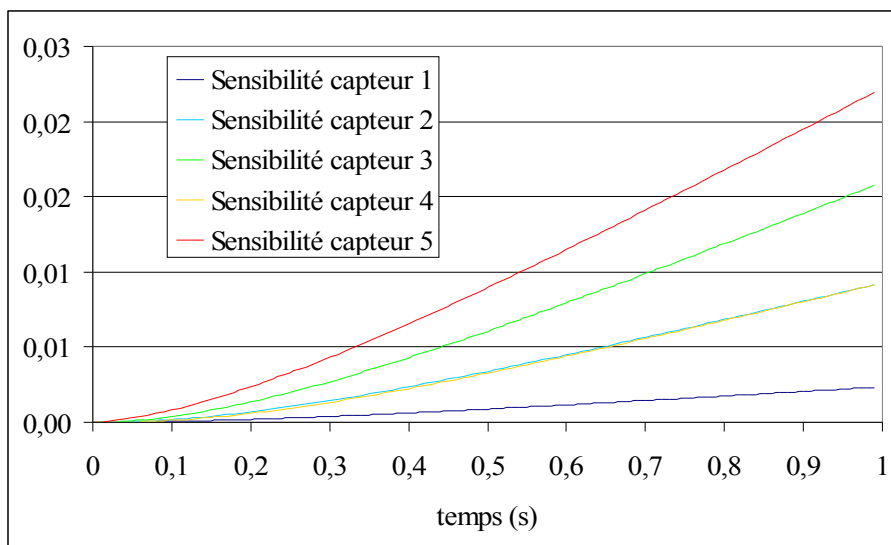


Figure II.6 : Evolution de la sensibilité en cinq points de mesure pour une variation du flux sur Γ_3 de 1%.

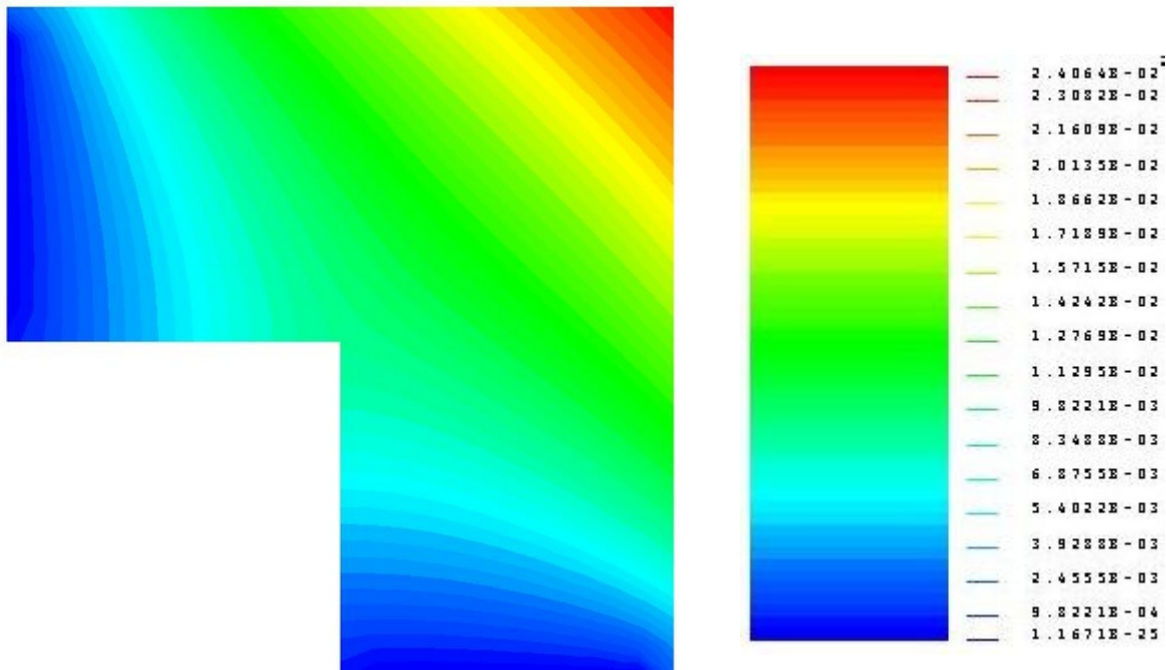


Figure II.7 : Répartition à l'instant final de la fonction de sensibilité dans le domaine Ω .

A partir des *figure II.6 et II.7*, on constate que la zone la plus favorable pour le placement de capteur est celle située dans le coin supérieur droit du domaine Ω . Dans cette zone (colorée en rouge) on relève les plus forte variations δu consécutivement à une variation δp du paramètre inconnu p . On constate (sans surprise) que les meilleurs emplacements pour les capteurs se situent sur la frontière où s'applique le flux qu'il faut identifier. Les zones en bleu sont celles où l'on doit éviter de disposer des capteurs. Pour l'identification du flux sur Γ_3 , nous avons retenu plusieurs emplacement de capteurs, leur effet sur la fonction recherchée est étudiée.

On voit d'après l'évolution de la fonction de sensibilité qu'une variation de 1% est significative par rapport aux valeurs obtenues pour $u(x,t)$ en résolvant le problème direct. Cela signifie que le paramètre inconnu joue un rôle important dans le problème direct et que le problème de son identification prend tout son sens car une faible variation de celui ci est observable.

Comme il a été dit précédemment, on cherche la fonction inconnue p sous forme discrète. On suppose que le flux inconnu dépend du temps et la fonction p est discrétisée sur l'intervalle de temps $T = [0;1]$. Comme le pas de temps de calcul est $\Delta t = 0,01s$, on peut chercher (*arbitrairement*) à estimer la fonction inconnue p à chaque pas soit 100 inconnues à identifier. On découpe l'intervalle de temps en sous intervalles sur lesquels la fonction

inconnue est linéaire par morceaux et on écrit que : $p(t) = \sum_{i=1}^{N_t=100} p_i \zeta_i(t)$ où $\zeta_i(t)$ est une fonction continue par morceaux définie de la manière suivante : $\zeta_i(t_j)$ est égal à 1 si $i = j$, nul si $i \neq j$. La fonction inconnue p à identifier revient à identifier un vecteur inconnu $\bar{p} \in \mathbb{R}^{100}$ avec $\bar{p} = [p_1, p_2, \dots, p_{100}]$. Le problème inverse s'écrit alors :

Trouver $\bar{p} \in \mathbb{R}^{100}$ tel que \bar{p} minimise la fonctionnelle quadratique :

$$J(u, \bar{p}) = \frac{1}{2} \int_T \sum_{i=1}^{N_c} \left(u(x^i, t, p) - \widehat{u}_{mes}(t) \right)^2 dt.$$

A chaque itération du problème inverse, on estime un nouveau vecteur \bar{p} . Lorsque le critère aura atteint la valeur seuil, le vecteur \bar{p} sera identifié. On peut à présent présenter l'identification du flux sur la frontière Γ_3 en utilisant les données exactes en divers points du domaine comme *pseudo-mesures* (observations) pour le problème inverse.

L'expression du gradient, lorsque le paramètre recherché est un vecteur s'écrit :

$$\nabla J(u, \bar{p}) = \left(\frac{\partial J(u, \bar{p})}{\partial p_i} \right), \quad i = 1, \dots, N_t.$$

Lorsque nous avons établi le problème adjoint, on a déduit l'expression du gradient de la fonctionnelle, qui si on la rapproche à l'expression suivante nous donne la formule :

$$\nabla J(\bar{p}) = \left(\frac{\partial J(u, \bar{p})}{\partial p_i} \right) = - \int_T \int_{\Gamma_3} \psi(x, t; \bar{p}) dt d\Gamma_3$$

en tenant compte de l'expression paramétrique de la fonction inconnue, il en découle :

$$\nabla J_i(\bar{p}) = \left(\frac{\partial J(u, \bar{p})}{\partial \bar{p}_i} \right) = - \sum_{i=1}^{N_t} \int_T \int_{\Gamma_3} \psi(x, t; \bar{p}) \zeta_i(t) dt d\Gamma_3.$$

3.2 Effet de la valeur d'initialisation du flux

On résout le problème inverse pour deux valeurs initiales du flux inconnu : premier cas $p_i^0 = 0$ pour $i = 1, \dots, 100$ second cas $p_i^0 = -4$. Le nombre de capteur utilisé est de un seul, il est situé aux coordonnées : $x = 0,7783$ et $y = 0,7812$ qui est localisée à un emplacement assez favorable du domaine Ω . Le pas de temps est de $\Delta t = 0,01s$.

Le critère initial calculé avec la valeur d'initialisation est de $J(\bar{p}^0 = 0) = 66,869$ et pour la seconde valeur d'initialisation est de $J(\bar{p}^0 = -4) = 679,04$. Les courbes suivantes, *figure II.8*, présentent l'évolution des deux critères en fonction du nombre d'itérations, le flux identifié dans les deux cas et les écarts relatifs pour les deux cas (le résidu représente l'écart entre la solution exacte et la solution calculée au capteur).

Pour les deux cas, le critère décroît très rapidement dans les premières itérations du problème inverse puis la décroissance devient plus lente au delà de l'itération $n = 25$, *figure II.8*. Pour cette valeur de l'itération les deux critères ont pratiquement la même valeur, comprise entre $5.10^{-3} \leq J \leq 7.10^{-3}$.

En ce qui concerne le flux identifié, il est pratiquement le même dans les deux cas excepté pour la valeur du flux en fin de temps $t \sim 1s$ où l'algorithme d'identification ne réussit pas, quelque soit la valeur initiale, à estimer la valeur du flux à ce temps là. L'explication à ce phénomène est dû à la condition faite sur la fonction adjointe à l'instant final. La fonction adjointe doit s'annuler à l'instant final ce qui entraîne de très faibles valeurs pour la fonction adjointe en fin de calcul donc comme celle ci intervient dans le calcul du gradient et donc le calcul du nouvel itéré... l'estimation du flux pour les instants finaux est malaisé.

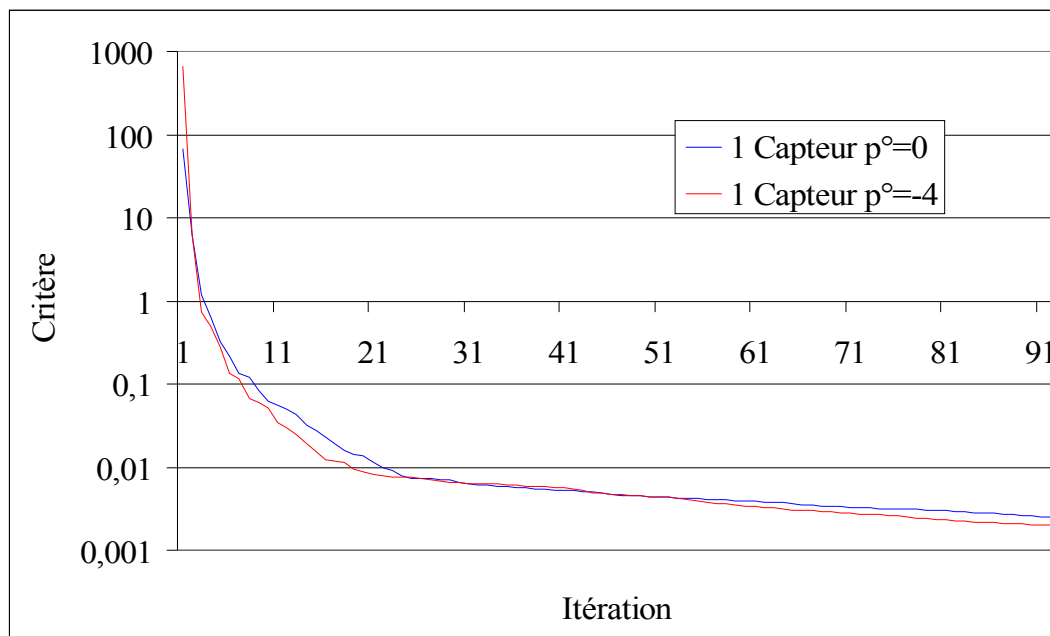


Figure II.8 : Evolution du critère en fonction du nombre d'itération du problème inverse pour deux valeurs d'initialisation de la fonction à identifier.

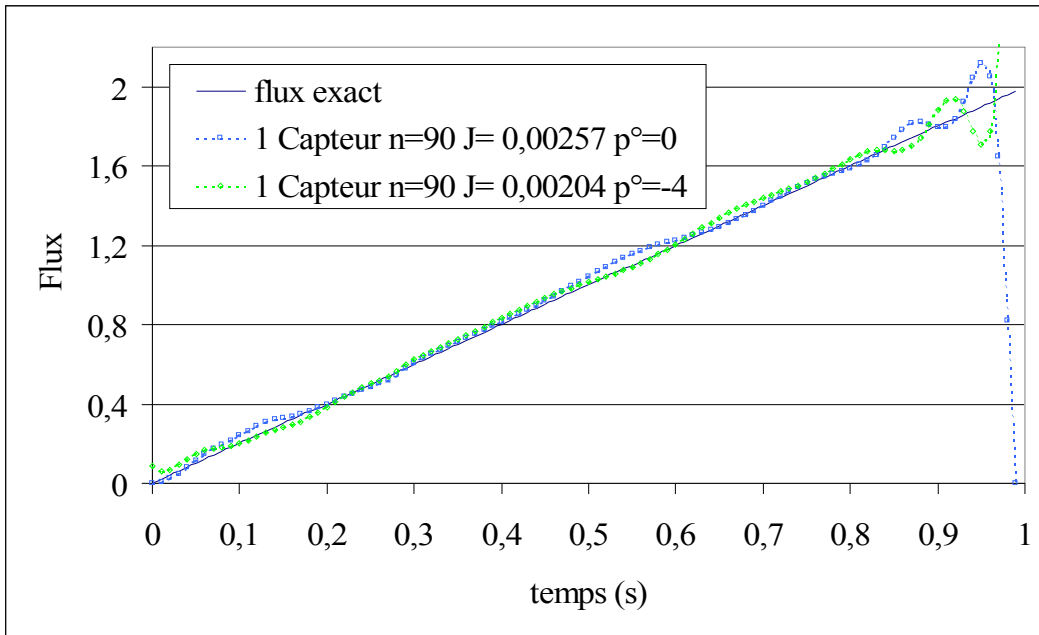


Figure II.9 : Flux identifié pour deux valeurs d'initialisation du problème.

La différence entre la fonction calculée $u(x,t)$ pour la valeur des flux identifiés et la donnée numérique exacte au point de mesure est présentée sur la *figure II.10*. La valeur du résidu est du même ordre quelque soit la valeur de l'initialisation. On remarque qu'au temps court la fonction inconnue étant proche de zéro, les écarts relatifs ont tendance à être plus grand. En fin de simulation, au temps long, on identifie plus difficilement le flux.

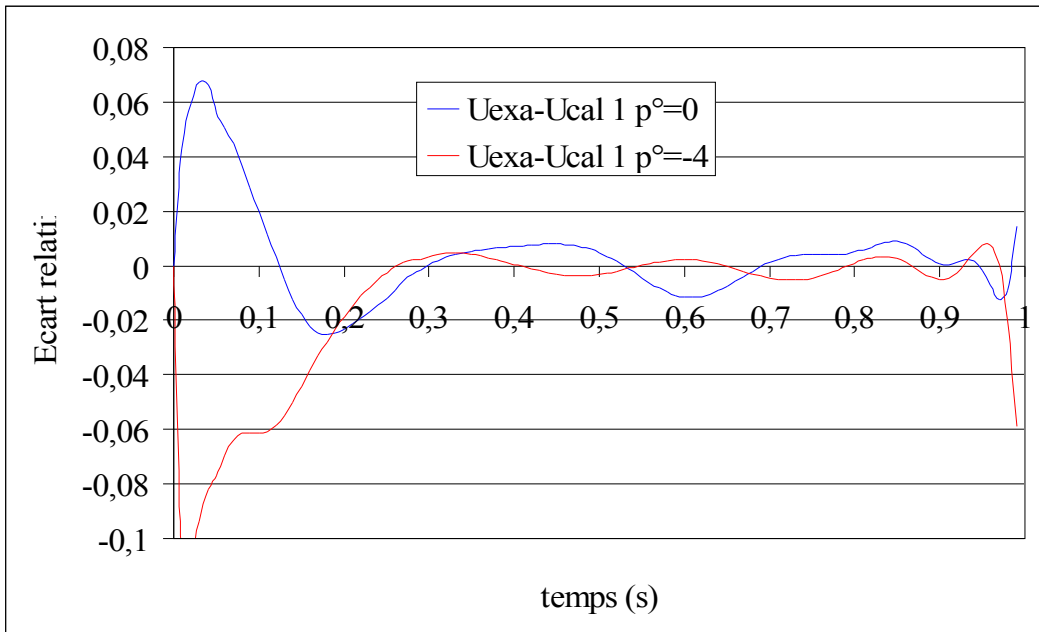


Figure II.10 : Evolution des résidus pour les deux valeurs d'initialisation du problème inverse.

Quelque soit la valeur d'initialisation, on parvient à peu près à la même solution pour le flux appliqué sur la frontière Γ_3 . Il est important de noter que pour ce problème d'identification où la fonction recherchée a été surparamétrée (on aurait pu chercher un seul paramètre : la pente de la droite), l'algorithme de minimisation basée sur la méthode de régularisation itérative du gradient conjugué a donné des excellents résultats. Etudions l'influence du nombre de capteurs sur l'estimation du flux.

3.3. Effet du nombre de capteurs sur l'identification du flux

L'emplacement des capteurs est présenté sur la *figure II.11*. Quatre emplacements et nombre de capteurs différent a été étudié : le cas avec un seul capteur (le n°3 en noir est utilisé), le cas avec trois capteurs (les capteurs noirs 1, 2 et 3) et cinq capteurs (capteurs noirs de 1 à 5). Ces différentes configuration correspondent à des capteurs situés à l'intérieur du domaine d'étude. Le dernier cas est constitué de cinq capteurs (capteurs rouges) qui sont placés sur la frontière Γ_3 du domaine.

La valeur d'initialisation du flux est zéro pour chaque cas d'étude. Le pas de temps reste inchangé ainsi que la discrétisation temporelle du flux à identifier.

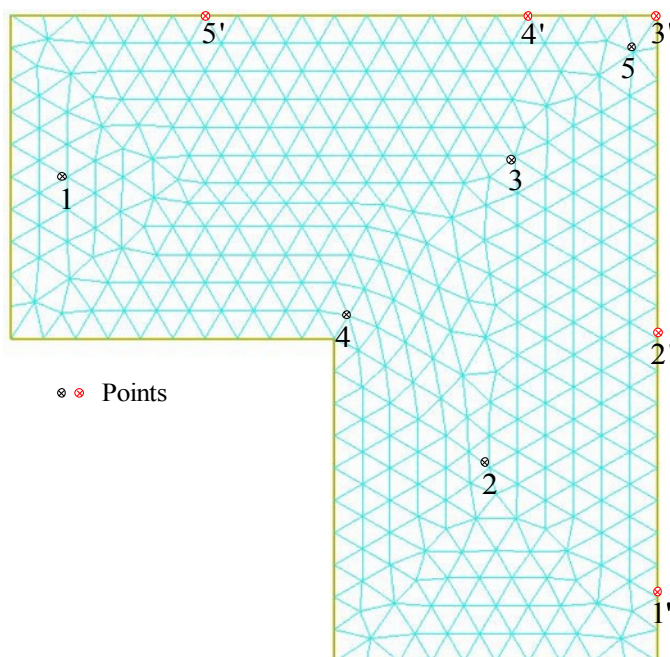


Figure II.11 : Emplacement des capteurs sur le domaine. Les capteurs marqués en noir sont placés dans le domaine tandis que les capteurs colorés en rouge sont disposés sur la frontière Γ_3 .

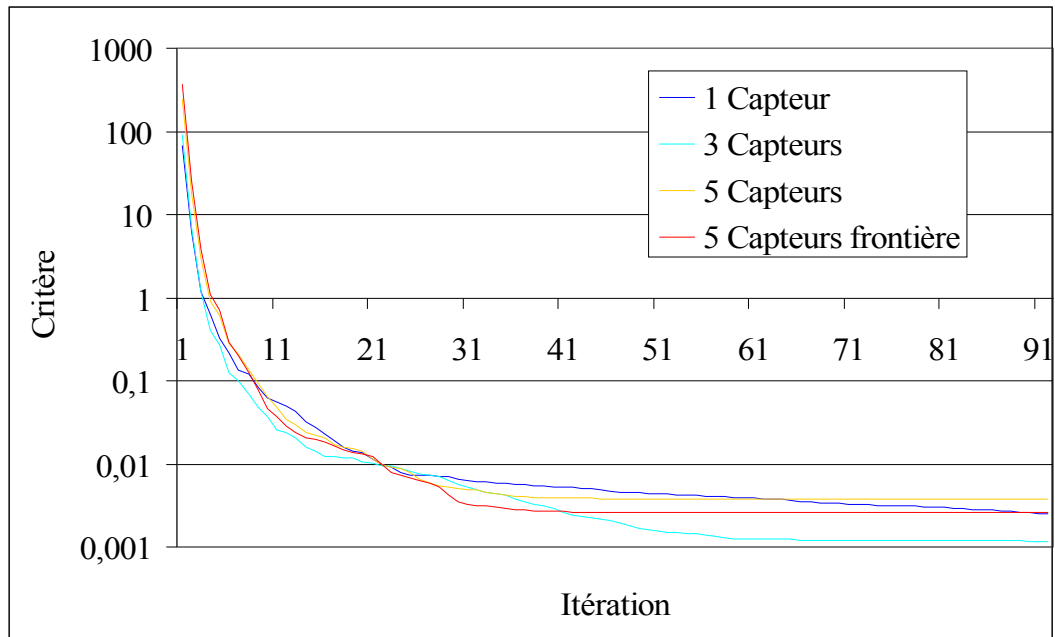


Figure II.12 : Evolution de la fonction de coût pour divers placements et nombre de capteurs.

L'évolution des critères en fonction du nombre d'itération (voir *figure II.12*) dans chacun des cas est comparable. Ils décroissent très rapidement de la valeur initiale du critère jusqu'à une valeur du critère proche de $1E-2$ obtenu pour $n \sim 25$ itérations puis la décroissance est plus lente.

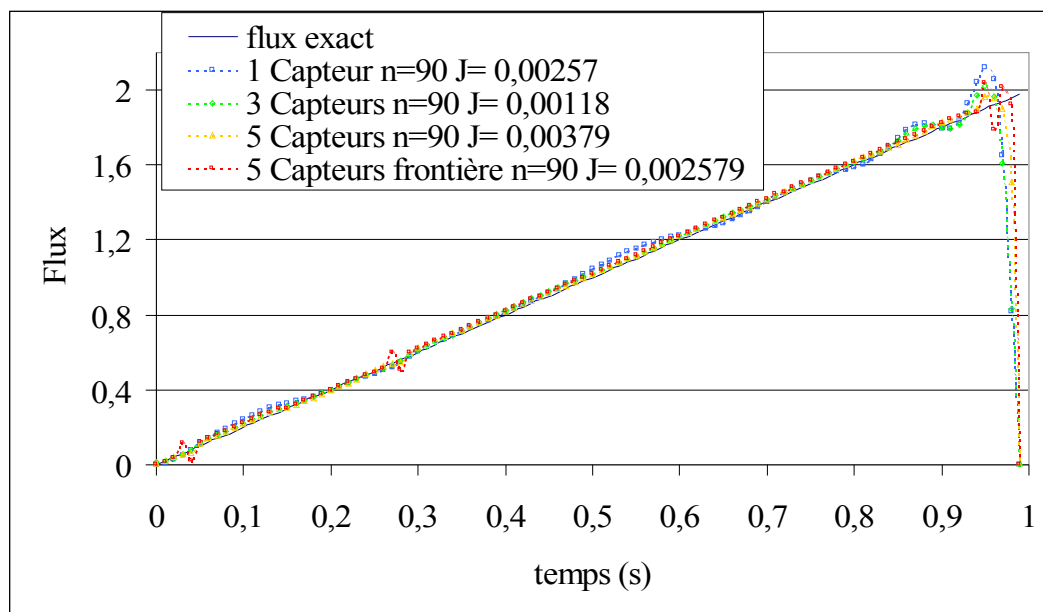


Figure II.13 : Flux identifié pour divers placements et nombre de capteurs.

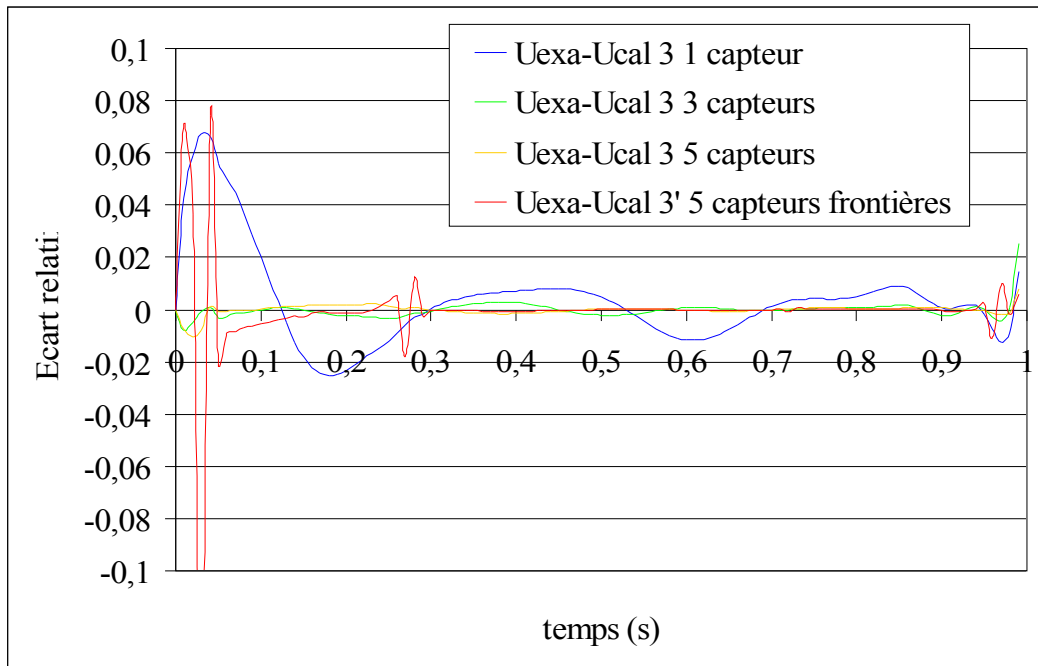


Figure II.14 : Evolution du résidu au même capteur.

Le flux identifié est très proche de la valeur exacte sauf pour les temps finaux $t \sim 1s$ où l'identification est difficile, *figure II.13*. L'évolution des écarts relatifs montre que globalement on obtient une meilleure précision entre les valeurs calculées et les valeurs exactes lorsque le nombre de capteur est élevé, *figure II.14*. Pour la suite de l'étude, on conserve les cinq thermocouples disposés dans le milieu Ω et non ceux disposés sur la frontière Γ_3 . Nous allons voir maintenant l'effet du pas de temps sur la précision des résultats.

3.4. Effet du pas de temps sur l'identification du flux

Le pas de temps utilisé lors des résolutions des problèmes inverses précédents était de $\Delta t = 0,01s$, on va donc envisager de résoudre le problème inverse avec un pas de temps plus grand : $\Delta t = 0,05s$. Le nombre de capteurs est de cinq, les capteurs sont disposés dans le domaine, *figure II.11*. La valeur d'initialisation du flux est choisie égale à zéro.

L'évolution du critère montre que dans le cas d'un pas de temps plus grand, le critère atteint une valeur seuil de l'ordre de $J_{\Delta t=0,05s} \sim 0,5$ pour des valeurs d'itérations supérieures à $n = 5$. On voit nettement la différence avec l'évolution du critère pour le problème inverse résolu avec un pas de temps plus petit, *figure II.15*.

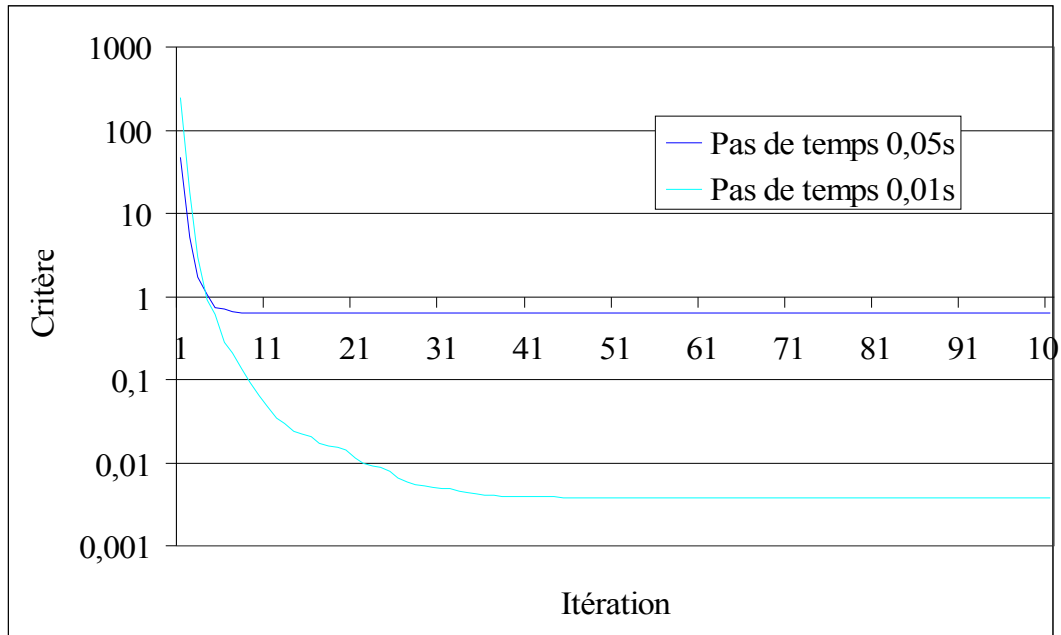


Figure II.15 : Evolution du critère pour deux pas de temps différents pour la résolution du problème inverse.

Le flux identifié est bien mieux estimé lorsqu'on a un pas de temps très petit surtout concernant les temps finaux de la résolution du problème inverse, *figure II.16*. Dans le cas du pas de temps de $0,05s$, l'estimation du flux est correcte jusqu'au temps $t \leq 0,7s$ tandis qu'elle est correcte pour le pas de temps de $0,01s$ jusqu'au temps $t \leq 0,95s$.

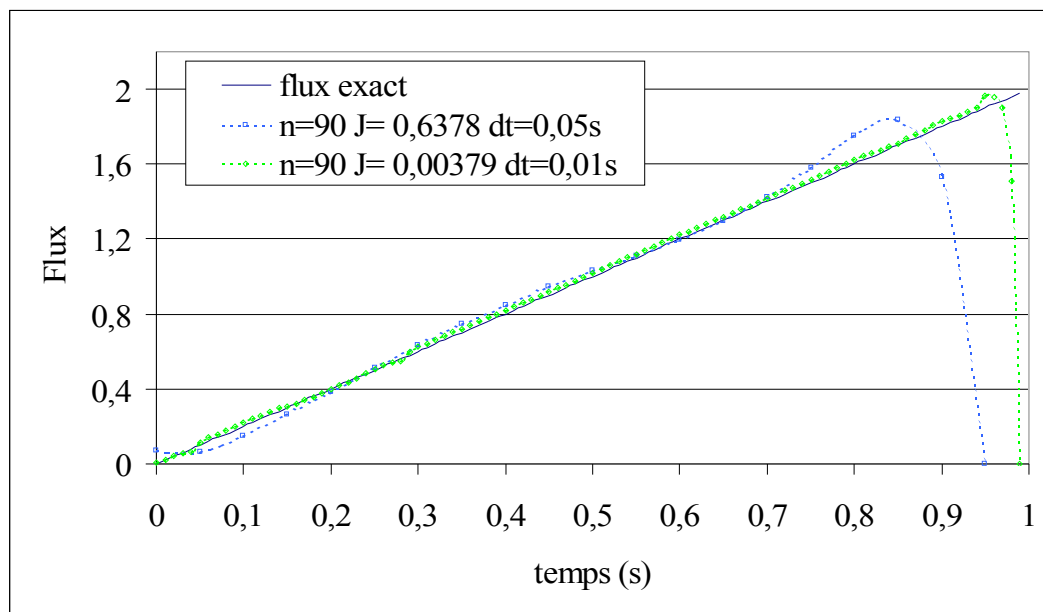


Figure II.16 : Flux identifié pour deux pas de temps différents pour la résolution du problème inverse.

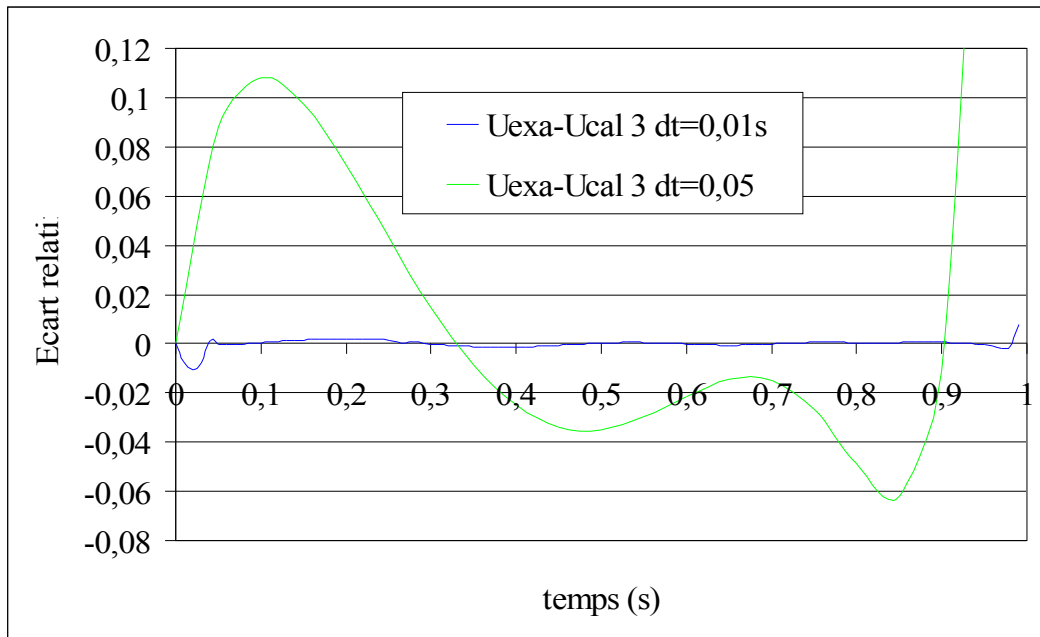


Figure II.17 : Evolution du résidu au capteur 3 pour deux pas de temps différents pour la résolution du problème inverse.

Les résidus montrent clairement que l'identification réalisée avec un pas de temps élevé nuit à la précision de la valeur calculée par rapport à la valeur exacte et empêche une identification pertinente du flux inconnu, *figure II.17*. La connaissance d'un bon pas de temps est nécessaire afin de posséder des temps de calcul, pour la résolution du problème inverse, raisonnables.

L'effet du bruit de mesure sur l'identification du flux inconnu est étudié dans le paragraphe suivant. En effet, en conditions expérimentales, il est usuel que les données additionnelles soient bruitées par des erreurs dues aux capteurs, au système d'acquisition ...

3.5. Effet du bruit de mesure sur l'identification du flux

On va artificiellement bruite les pseudo-mesures (issues des données exactes) par un bruit gaussien suivant une loi normale à moyenne nulle. On prend deux valeurs d'écart type : $\sigma^1 = \pm 0,01$ et $\sigma^2 = \pm 0,1$. Les données bruitées sont présentées sur les *figures II.18 et II.19* suivantes pour les valeurs respectives du bruit de mesure avec σ^1 et σ^2 .

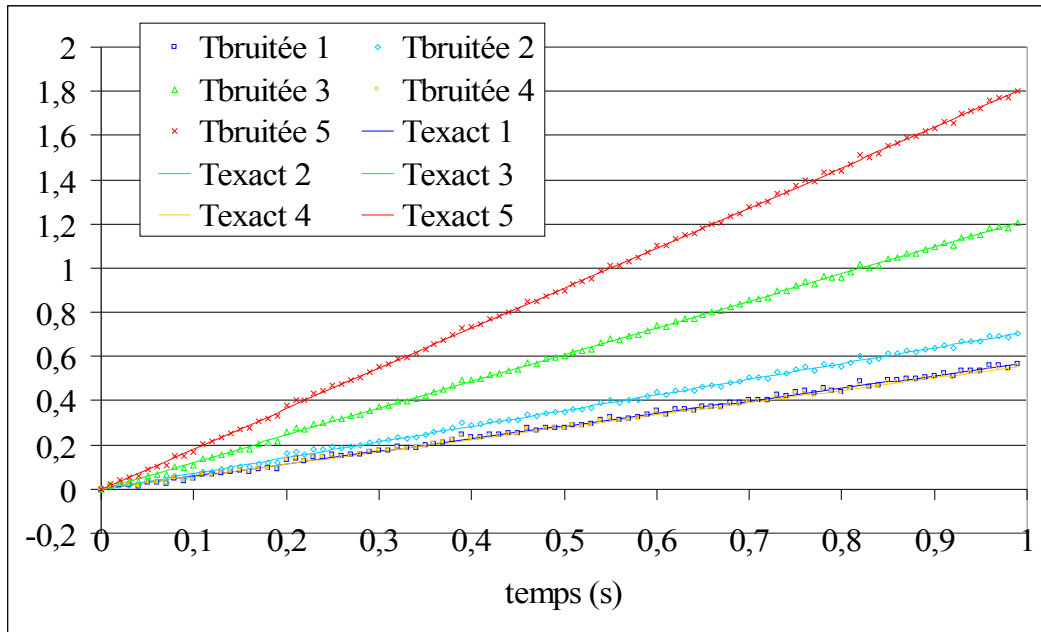


Figure II.18 : Valeurs exactes bruitées avec un bruit gaussien constant d'écart type $\sigma^1 = \pm 0,01$

Pour un écart type de l'ordre de $\pm 0,1$, les données bruitées sont présentées sur la figure suivante :

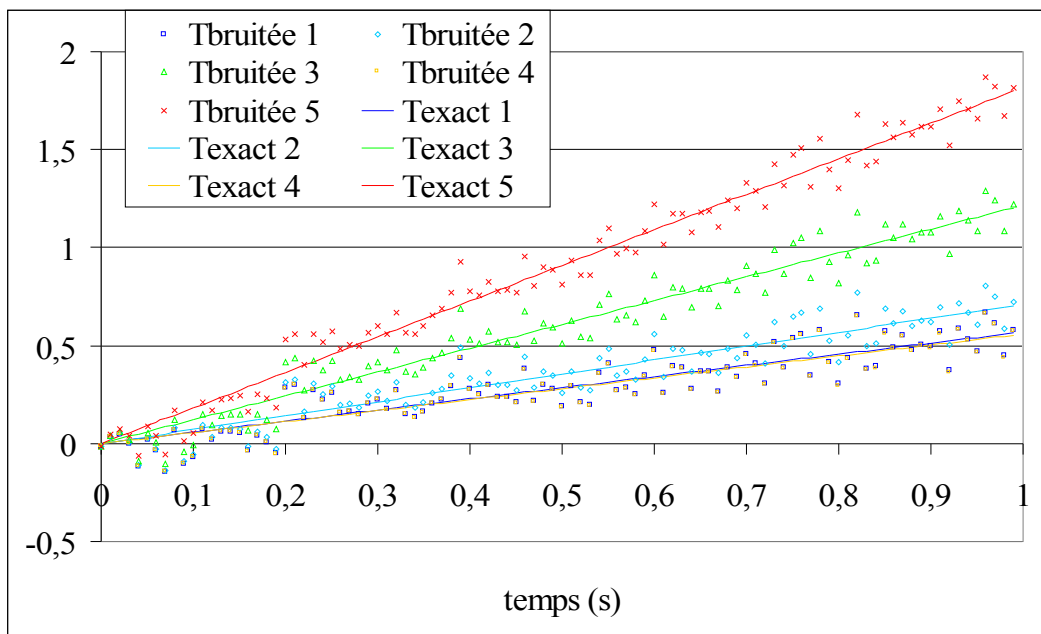


Figure II.19 : Valeurs exactes bruitées avec un bruit gaussien constant d'écart type $\sigma^2 = \pm 0,1$

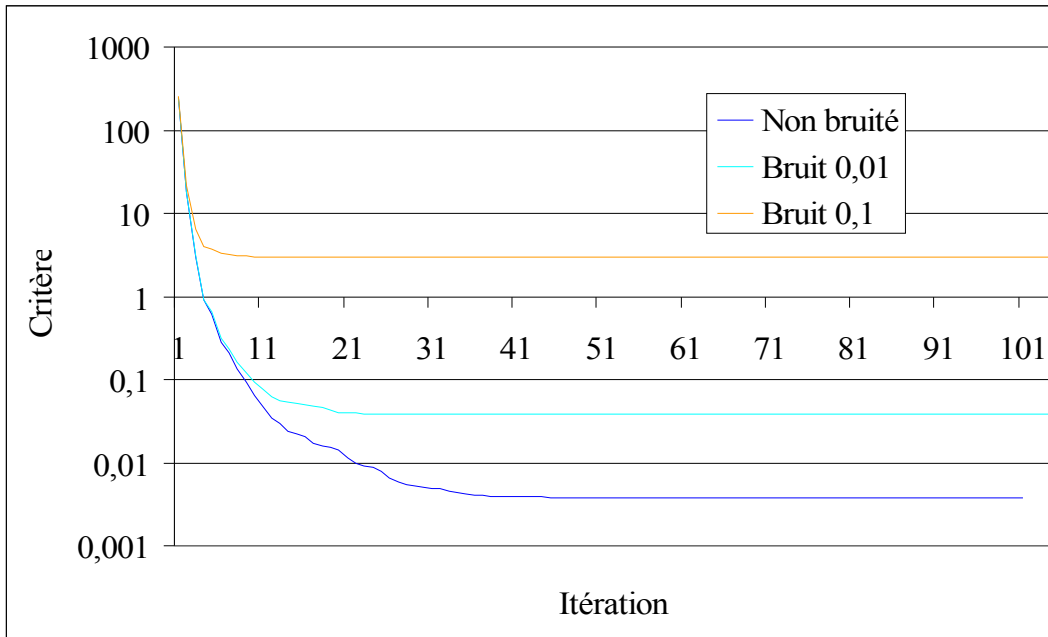


Figure II.20 : Evolution des critères pour la résolution du problème inverse avec des mesures bruitées.

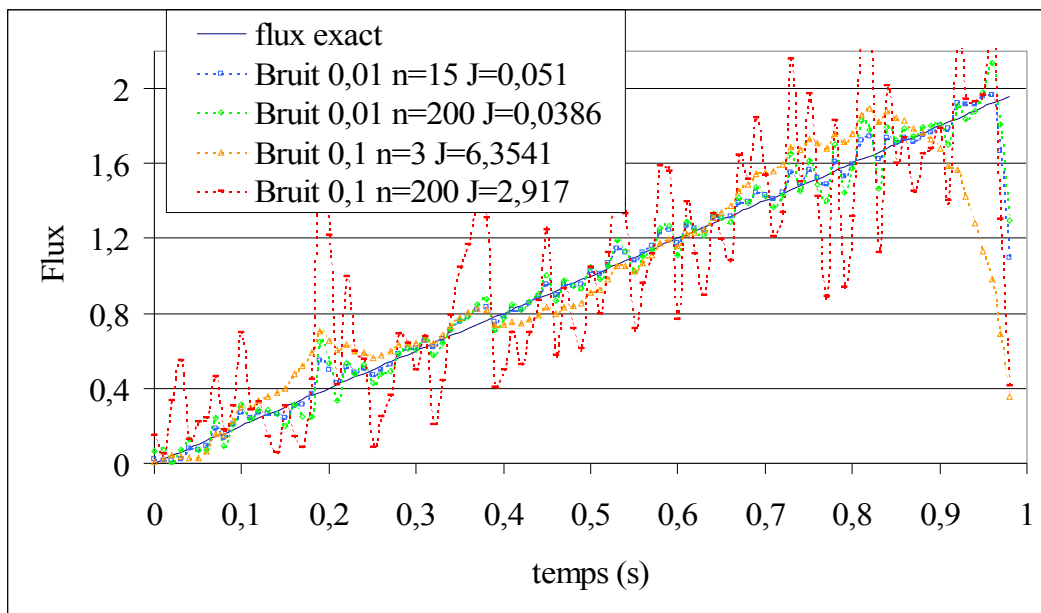


Figure II.21 : Flux identifié avec des données bruitées pour le problème inverse.

Nous connaissons le comportement du bruit et l'écart type pour les deux cas, on peut dès lors calculer le critère seuil en dessous duquel la solution n'aura plus aucuns sens puisqu'elle entrera dans la zone de bruit de mesure. Le critère seuil est calculé à partir de la formule suivante : $J_{Seuil} = N_c \times N_t \times \sigma$ avec N_c le nombre de capteur, N_t le nombre de pas de

temps et σ l'écart type du bruit de mesure. On obtient les valeurs seuils de $J_s(\sigma^1) = 5 \times 100 \times (0,01)^2 = 0,05$ et de $J_s(\sigma^2) = 5 \times 100 \times (0,1)^2 = 5$ pour les deux écarts types. Sur la *figure II.20*, on voit que les deux critères atteignent un plateau pour des valeurs de 0,038 et 2,91 pour les bruits de mesure d'écart type $\sigma^1 = \pm 0,01$ et $\sigma^2 = \pm 0,1$ respectivement. Le critère seuil pour l'écart type σ^1 est atteint à la 15^{ième} itération du problème inverse contre la 3^{ième} itération dans le cas de l'écart type σ^2 .

On constate bien que si on laisse itérer le problème inverse après l'obtention de la valeur seuil que la solution estimée se dégrade jusqu'à ne plus avoir de ressemblance avec la solution exacte : sous ce seuil, l'algorithme cherche à donner du sens à du bruit de mesure, *figure II.21*. Il s'agit là d'un fort intérêt de la régularisation itérative par la méthode du gradient conjugué qui fournit a priori un seuil à partir duquel moment la meilleure solution peut être obtenue (en supposant que l'on connaît le bruit sur les mesures).

4. Conclusions

Un cas très fréquent en méthode inverse a été abordé : l'estimation de conditions aux frontières. Nous avons étudié le cas où la condition aux limites était dépendante du temps mais elle peut être aussi bien dépendante de la fonction d'état du système étudié mais aussi des variables d'espace. On a vu que le nombre de capteurs ainsi que leur position influent sur l'identification du flux et que la résolution du problème de sensibilité permettait de disposer d'informations (éventuellement utilisable à chaque itération de l'algorithme de minimisation). Enfin, la méthode de régularisation itérative par la méthode du gradient conjugué est un outil efficace pour l'identification lorsqu'on a des données additionnelles bruitées. Elle permet de parvenir à une solution stable qui est le plus proche possible de la solution exacte compte tenu du bruit de mesure. Il est important aussi de signaler que la surparamétrisation des paramètres (éventuellement des fonctions) à identifier n'est pas handicapante pour cette méthode, de même qu'un nombre relativement important d'inconnus.

Cette méthode de minimisation sera mise en œuvre dans les prochains chapitres pour l'identification des transferts thermiques dans un réacteur d'élaboration de couches minces dont l'évolution thermique est décrite par un système d'EDP non-linéaire dans une géométrie 3D.

Chapitre 3 :

Le procédé de dépôt chimique en phase gazeuse assisté plasma : Principe et Modélisation mathématique

1. Introduction

Les chapitres 1 et 2 montrent l'importance du choix d'un modèle lorsqu'on veut décrire de façon pertinente un procédé, les méthodes faisant appel à des équations aux dérivées partielles (EDP) étant adaptées aux problèmes dynamiques dépendant du temps. Tout modèle devant être validé, on doit confronter les résultats de simulation à des mesures expérimentales représentatives du procédé qu'on décrit numériquement. Les méthodes inverses couplées à ces mesures expérimentales permettent la validation des modèles. Elles sont appliquées au cas concret d'un procédé de dépôt en phase gazeuse assistée par plasma.

L'élaboration de nouveaux matériaux aux propriétés mécaniques ou électroniques performantes selon leur application future n'a cessé de susciter de l'intérêt depuis une cinquantaine d'années. On peut citer par exemple : les premiers procédés qui utilisent les traitements de surface par électrolyse pour protéger la surface de matériaux contre la corrosion en le recouvrant d'une mince couche de zinc ou les procédés de projection thermique pour la protection contre l'usure et le frottement ou améliorer la dureté d'un matériau pour une l'industrie minière, aéronautique, automobile ... Mais d'autres procédés existent : le Dépôt Chimique en phase Vapeur (CVD) qui permet de revêtir des matériaux métalliques de couches minces pour leur conférer des propriétés spécifiques nécessaires à leur emploi (mécanique, électronique, ...). Un procédé dérive de la CVD : le Dépôt Chimique en phase Vapeur Assisté Plasma dans lequel l'énergie d'activation des réactions chimiques est réalisée par l'action d'un champ électromagnétique. Ce procédé est utilisé à l'Institut de science et de génie des Matériaux et Procédés pour élaborer des couches minces de Carbure de Silicium Amorphes Hydrogénées sur différents substrats et leur conférer de nouvelles

propriétés mécaniques (dureté, élasticité, faible coefficient de frottement, ...) [42-BOHE98, 43-JIAN99, 44-AUDI98].

Au cours de la première partie de ce chapitre, l'intérêt des films de Carbone de silicium est discuté; le principe et le procédé permettant l'élaboration de tels revêtements sont ensuite présentés. Les paramètres clés du procédé sont explicités brièvement ainsi que leurs effets sur le procédé (vitesse de dépôt, structure du film, composition chimique, temps de séjour des espèces, densité électronique, bombardement ionique, pression, température du substrat à revêtir ...). La plupart de ces paramètres sont plus ou moins bien contrôlés par l'intermédiaire de jauges (débitmètre, capteur de pression, distance injecteur – substrat ...); d'autres sont estimés grossièrement (température du substrat). Or la température du substrat est un des paramètres clés du procédé : son influence joue sur la réactivité de la surface vis à vis des espèces chimiques constituant le dépôt, la structure du dépôt, la composition chimique ... Le contrôle de la température de la surface de substrat est difficile à obtenir, car l'utilisation d'outils de mesures intrusives ou non intrusives est impossible (interactions avec le milieu gazeux, problèmes radiatifs, croissance de la couche mince en surface,...).

La seconde partie du chapitre est consacrée à la méthode retenue pour traiter le problème thermique par l'établissement d'un modèle mathématique et à la résolution numérique.

2. Le procédé de Dépôt chimique par voie gazeuse assisté plasma

2.1. Les revêtements de carbure de silicium

Les traitements de surface des matériaux (métalliques ou non) n'ont cessé de prendre de l'importance au cours des dernières décennies. Les applications industrielles sont variées : secteur aéronautique, secteur électronique, secteur optique, automobile, revêtements alimentaires ... Le traitement de surface a pour but de modifier les propriétés surfaciques d'un matériau, soit en modifiant par effet thermique ou autre la surface, soit en déposant une mince couche d'un autre matériau, sans modifier les propriétés intrinsèques du matériau revêtu (substrat).

Nous nous intéressons ici essentiellement à la seconde catégorie de procédés qui consistent à modifier les caractéristiques superficielles d'un substrat par dépôt d'une couche d'un second matériau sensé changer les propriétés superficielles du substrat, et particulièrement aux procédés de dépôts chimiques en phase vapeur (CVD Chemical Vapor Deposition). Ces procédés consistent à balayer la surface à revêtir par des gaz précurseurs du dépôt recherché, ces derniers étant dilués ou non dans un gaz vecteur, et à activer les réactions chimiques de dépôts au voisinage de la surface du substrat. Les réactions chimiques sont activées par apport d'énergie sous forme thermique ou par l'intermédiaire d'un plasma.

Le procédé étudié au laboratoire est un procédé de dépôt chimique en phase vapeur assisté plasma (PACVD Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition) pour l'élaboration de dépôts de Carbure de Silicium Amorphe Hydrogéné (a-SiC:H).

Du fait de remarquables propriétés physiques et chimiques, les matériaux à base de carbure de silicium sous forme de films minces trouvent sont utilisés dans des secteurs industriels tels que l'électronique de puissance, mais aussi l'aéronautique ou l'automobile car ils confèrent aux surfaces revêtues une bonne résistance aux agressions de nature thermo-mécanique et chimique (fortes dureté et élasticité, faibles coefficients de frottement, résistance à la corrosion à haute température par exemple).

L'intérêt, porté à l'Institut de science et génie des Matériaux et Procédés (IMP), pour les revêtements de carbure de silicium est dû à ses propriétés mécaniques attractives [42-BOHE98, 45-SCOR98, 46-ANDR97, 47-ANGE98] :

- Dureté élevée ($8 \text{ GPa} \leq H \leq 23 \text{ GPa}$, elle traduit la résistance du matériau à la pénétrabilité d'un autre corps, la dureté des aciers est de l'ordre de 2 à 4 GPa),
- Un module d'Young compris entre 80 GPa et 180 GPa (le module d'Young ou module d'élasticité indique la résistance du matériau à la déformation sous l'action d'une force ; pour l'acier le module d'Young est de l'ordre de $190 - 210 \text{ GPa}$),
- Un faible coefficient de frottement vis à vis d'un antagoniste acier (μ inférieur à 0,15 sous air sec). Par comparaison, une lubrification permet de faire passer le coefficient de frottement acier/acier de 0.6 en air sec à 0.3-0.4 environ.
- Pour les films considérés, l'amélioration des propriétés mécaniques est obtenue pour des rapports de composition chimique Silicium sur Carbone situés dans le domaine $[0.4 - 0.8]$ et des taux d'hydrogène dans le matériau de l'ordre de 20 % atomique.

Les procédés classiques permettant l'élaboration de films de carbure de silicium sont de deux types :

- la technique du Dépôt Physique en phase Vapeur (PVD) [48-COST00] où des couches de carbure de silicium d'une dureté de 40GPa sont obtenus à partir d'un précurseur solide (les espèces constitutives du film de Carbure de Silicium proviennent dans ce cas d'un matériau solide vaporisé par apport thermique ou par pulvérisation plasma).
- les procédés de Dépôts Chimique en phase Vapeur (CVD : énergie thermique) et CVD Assistée par Plasma (PACVD : énergie apportée par un plasma) étudiés à l'IMP, quant à eux permettent d'élaborer des dépôts d'une dureté allant jusqu'à 30GPa à partir de la décomposition de précurseurs d'origine gazeuse utilisés pour créer et apporter les espèces constitutives du film vers la surface à revêtir. La PACVD se différencie de la CVD "thermique" par le fait que l'apport d'énergie nécessaire aux réactions chimiques est issu d'un champ électromagnétique couplé à la phase gazeuse.

Le paragraphe suivant présente un bref rappel du principe du Dépôt Chimique en phase Vapeur (CVD).

2.2. Le dépôt chimique en phase vapeur (Chemical Vapor Deposition)

Le dépôt chimique en phase vapeur est né dans les années 20 pour l'élaboration de matériaux purs et n'a cessé de se développer depuis pour élaborer des matériaux performants en couches épaisses ou films minces : les couches épaisses étant destinées à des applications mécaniques (outils de coupe, revêtements anti-usure ou anti-corrosion), les couches minces concernant plus particulièrement l'industrie de la micro-électronique [44-AUDI98].

Le principe utilisé en CVD pour revêtir la surface d'un matériau est schématisé sur la *figure III.1*. Il peut être décrit par les étapes suivantes [49-DEPE01]:

1. Un flux de matière gazeuse constitué de gaz nommés précurseurs, dilués ou non dans un gaz vecteur, est injecté dans un réacteur où est positionné le matériau à revêtir. Les gaz précurseurs contenant les espèces constitutives du revêtement sont transportés au voisinage du substrat par transport convectif.

2. Sous l'effet d'un apport d'énergie thermique, le mélange gazeux est décomposé en espèces réactives suivant des réactions homogènes dans la phase gazeuse.
3. Les espèces réactives sont ensuite transportées au contact de la surface du substrat à revêtir par diffusion (gradient de concentration) et thermodiffusion (gradient de température).
4. Des réactions hétérogènes ont alors lieu en surface : adsorption (dissociative ou non) des espèces réactives sur la surface du substrat ; diffusion des molécules adsorbées en surface jusqu'aux sites de croissance ; nucléation–croissance de la couche par incorporation des atomes du dépôt au cours de réactions chimiques en surface ; désorption des produits au cours des réactions chimiques ; diffusion d'espèces dans le substrat.
5. Transfert des produits de réaction du substrat vers la sortie du réacteur.

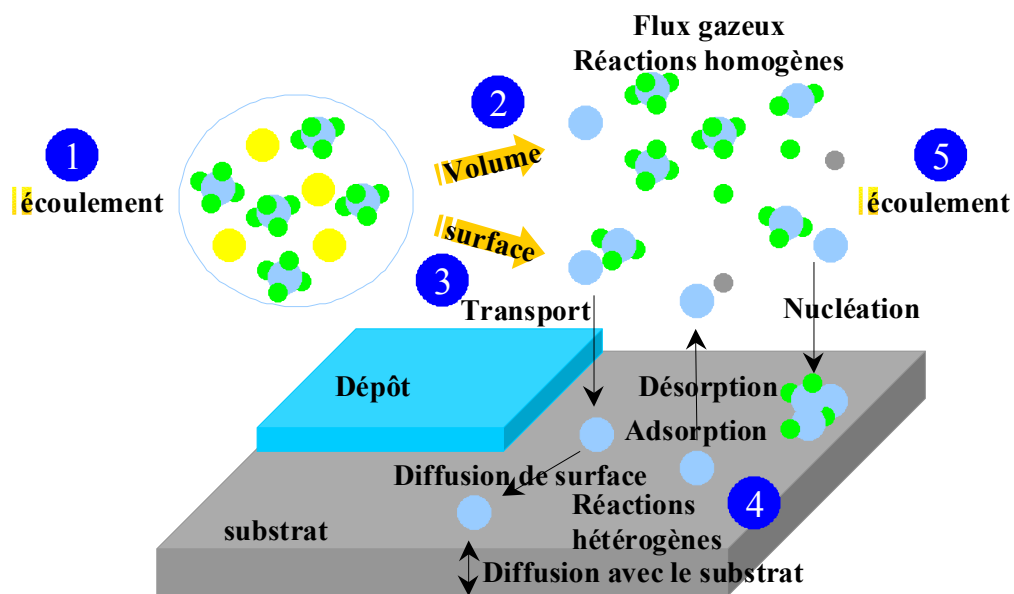


Figure III.1 : Phénomènes entrant en jeu en CVD

La CVD "thermique" utilise des températures d'élaboration élevées ($T \geq 1000 K$), ce qui limite la nature des substrats à revêtir (basses températures nécessaires pour revêtir des matériaux polymères par exemple). Afin de compenser la diminution d'énergie thermique liée à la baisse de température de fonctionnement, on peut avoir recours à une source d'énergie complémentaire, l'une de ces techniques utilise une énergie électromagnétique : la méthode est appelée CVD Assistée Plasma (PACVD : plasma assisted CVD ou PECVD : plasma enhanced CVD).

2.3. *Le Dépôt Chimique en phase gazeuse Assisté par Plasma*

2.3.1. *Le milieu plasma, plasmas froids*

Le terme de plasma désigne un état dilué de la matière, analogue à un gaz, mais constitué de particules chargées, électrons et ions positifs majoritairement, en proportion tel que le milieu soit macroscopiquement neutre. Alors que par définition, la phase plasma correspond à l'ionisation totale d'un gaz [50-RICA, 52-DELA94], par abus de langage, on appelle aussi plasmas des gaz partiellement ionisés.

On distingue deux familles de plasmas à partir de la différence entre la température du gaz (T_g) et celle du gaz d'électrons (T_e). La figure suivante (*figure III.2*) permet de situer ces deux classes de plasmas. Bien que n'étant applicable qu'au cas des plasmas d'arc, elle illustre l'évolution de ces deux températures en fonction de la pression de décharge :

- Les plasmas à l'équilibre thermodynamique, travaillant à des pressions souvent proches de l'atmosphère, sont caractérisés par l'égalité entre la température du gaz d'électrons et celle des particules lourdes. La plupart du temps, cette égalité ou quasi-égalité est observée dans le cas de plasmas chauds ($T \# 10^6$ K) ou les plasmas dits thermiques ($T_e \# 10000 - 15000$ K et $T_g \# 5000-10000$) couramment utilisés pour la réalisation de dépôts par projection de matériaux pulvérulants de type céramique (films épais barrières thermiques pour l'aéronautique).
- Les plasmas hors équilibre thermodynamique sont généralement obtenus à faible pression ($P < 100$ Torr). Ils sont caractérisés par un écart important entre T_e et T_g . Fonction de la pression, cet écart peut permettre, dans la mesure où la densité d'électrons (donc d'ions) est toujours très faible devant la celle des neutres (taux d'ionisation $< 10^{-3}$), l'obtention de décharges autorisant le traitement de surface sensible à la température. Ainsi, pour les procédés travaillant à des pressions proches du Torr, comme les procédés PACVD courant, le gaz présente une température classiquement inférieure à 500-1000 K ce qui permet la réalisation de dépôts sur alliages métalliques. Pour les plasmas à plus basses pressions, comme les décharges micro-ondes à résonance électronique cyclotron (ECR : superposition d'un champ magnétique au champ électrique) travaillant dans le domaine $10^{-5}-10^{-4}$ Torr, il est

possible de traiter des matériaux polymères à une température proche de l'ambiante. Pour ces deux derniers cas on parle de plasmas "froids".

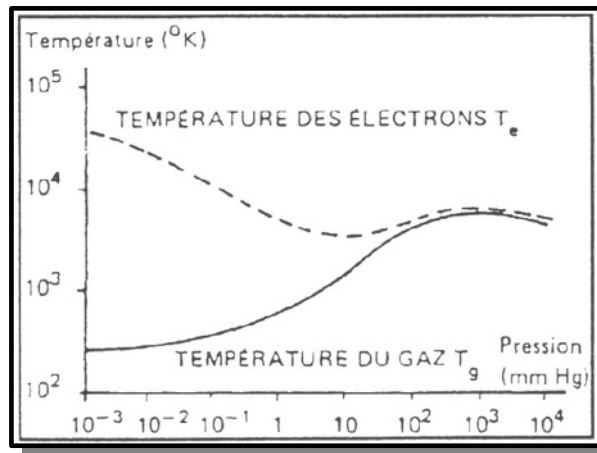


Figure III.2 : Température électronique et température du milieu gazeux en plasma de décharge.

2.3.2. Génération d'un plasma froid

Un des premiers plasmas étudiés a été la décharge luminescente à courant continu (DC). Approfondie depuis le début du vingtième siècle, elle sert de modèle de compréhension des autres type de décharges. Une décharge électrique consiste à faire passer un courant dans un tube à atmosphère gazeuse raréfié. Le champ électrique fournit l'énergie nécessaire à l'entretien d'électrons qui par collisions dans le gaz peuvent ioniser, dissocier et exciter les atomes et/ou molécules composant le milieu gazeux. Une part de la désexcitation des espèces entraîne l'émission de lumière caractéristique des plasmas. Le champ électrique est appliqué entre deux électrodes : la cathode (potentiel négatif) et l'anode (potentiel positif ou nul). Les distributions axiales du champ électrique (E) et du potentiel (V) sont reportées sur la *figure III.3*.

Une décharge D.C est caractérisée par différentes zones lumineuses. Près de la cathode, se trouvent la gaine cathodique (forte chute de potentiel) et la lueur cathodique. A l'opposé, près de l'anode se trouvent la gaine anodique et la colonne positive. Cette dernière est le siège d'un champ électrique (E) quasi-constant, avec égalité des charges positives et négatives : le plasma y est électriquement neutre [50-RICA].

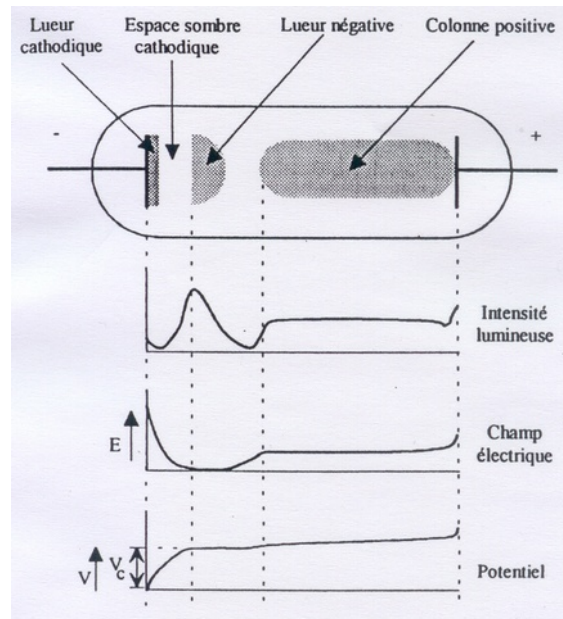


Figure III.3 : Différentes régions de la décharge lumineuse.

La lueur négative est une zone inhomogène qui fournit les ions accélérés vers la cathode pour entretenir la décharge par émission d'électrons secondaires issus de cette électrode. Ce type de décharge peut être utilisé en PACVD mais il voit son application limitée à la réalisation de films conducteurs. En effet lorsqu'un dépôt isolant électrique croît sur les électrodes le plasma s'éteint naturellement par arrêt d'écoulement des charges.

Les procédés CVD assistés plasma utilisent plus couramment des décharges générées par l'application d'un champ électrique alternatif au milieu gazeux car elles permettent l'élaboration de couches minces sur tous types de substrats, isolants comme conducteurs électriques. Le fonctionnement de ces décharges dépend de la fréquence d'excitation f du générateur électrique comparée aux fréquences caractéristiques du plasma f_{pe}, f_{pi} . Ces fréquences caractérisent la réponse oscillatoire des particules chargées (électrons et ions respectivement) à une perturbation électrostatique (champ alternatif) et dépendent en particulier de leur densité et de leur masse. On distingue deux types de décharges :

- Les décharges de type diode Basse Fréquence (BF) et Radio Fréquence (RF). Dans le cas des décharges BF, la fréquence d'excitation f est inférieure aux fréquences caractéristiques du plasma : on a $f < f_{pi} < f_{pe}$ avec $50 < f < 500$ KHz. Dans ce cas les ions et les électrons peuvent suivre les oscillations du champ électrique. Les ions

ont tendance à disparaître à chaque alternance sur l'une ou l'autre électrode. L'émission électronique secondaire des électrodes sous l'impact des ions est un des mécanismes importants d'entretien de la décharge. Pour ce type de plasma la densité électronique est de l'ordre de 10^9 cm^{-3} . En décharge radiofréquence, classiquement 13,56 MHz ou 27,12 MHz, la densité électronique du plasma est de l'ordre de 10^{10} cm^{-3} . On se trouve dans les conditions où $f_{pi} < f < f_{pe}$. Les électrons oscillent à la fréquence d'excitation f tandis que les ions sont « gelés ». Les électrodes reçoivent un flux d'ions constant dans le temps dont l'énergie maximale est proportionnelle à la chute de tension dans la gaine. Dans le cas des décharges BF et RF l'énergie moyenne des électrons est de l'ordre de quelques électronvolts : $E_e \# 2-5 \text{ eV}$. La création du plasma est réalisée de différentes manières suivant que les électrodes sont disposées à l'intérieur ou à l'extérieur de la décharge ou que le couplage est inductif ou capacitif, *figure III.4* [50-RICA].

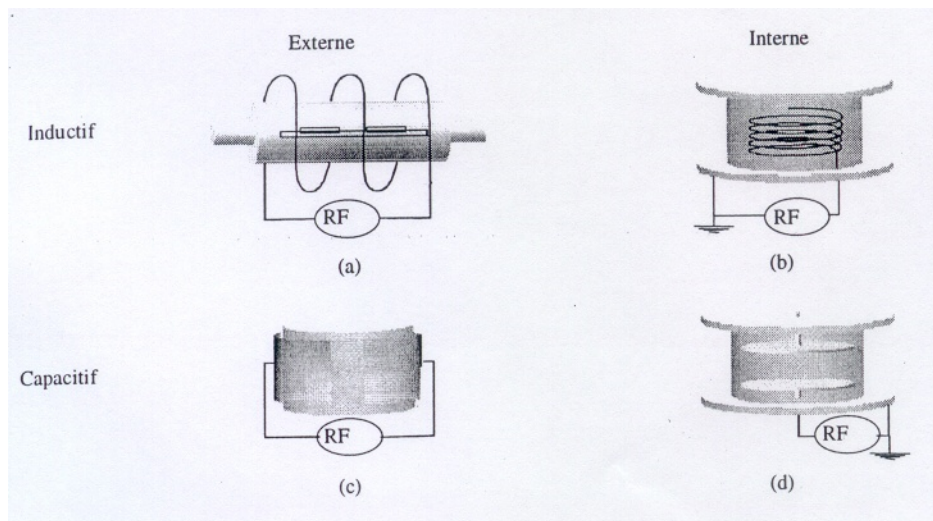


Figure III.4 : Différents modes de couplage des décharges RF.

- Les décharges haute fréquence (Micro-Ondes : M-O). Les décharges micro-ondes sont caractérisées par une fréquence d'excitation supérieure aux fréquences caractéristiques du milieu plasma : $f_{pi} < f_{pe} < f$. Par conséquent, les distributions spatiales et l'abondance des espèces ne sont gouvernées que par les processus de création et de perte : impact électronique, diffusion ambipolaire (mouvement collectif des ions et des électrons, conséquence de leur force d'interactions), recombinaisons aux parois. Pour une même densité de puissance, la densité

électronique est supérieure à celle des décharges RF ($> 10^{11} \text{ cm}^{-3}$) et compense la diminution de l'énergie moyenne des électrons ($E_e \# 1-2 \text{ eV}$). Les densités d'ions et de neutres réactifs supérieures à celles des décharges BF-RF font que ces plasmas sont très utilisés car ils permettent à priori de plus fortes vitesses de dépôt. Les dispositifs les plus utilisés sont les décharges micro-onde à onde propagatrice : ces décharges présentent une grande extension spatiale comparée à la longueur d'onde ($\lambda = 12.5 \text{ cm}$ à 2.45 GHz); elles sont entretenues par le champ électrique de l'onde qui se propage le long du plasma d'où le nom de décharges à onde propagatrice. Il existe deux grands type de structure de couplage onde-plasma : la première est la structure guide. Le long de la colonne de plasma elle permet la propagation de l'onde électromagnétique et le développement d'une décharge sur de longues distances. La seconde, plus utilisée, correspond aux décharges créées par onde de surface. Dans ce cas, l'applicateur de l'énergie micro-onde n'est situé qu'autour d'une faible partie du tube. Le plasma confiné dans un tube diélectrique qui l'entoure (le plus souvent en silice) constituent alors la structure propagatrice de l'onde de surface qui ne peut exister en l'absence de plasma. Les deux modes de couplages les plus employés sont le surfatron, utilisé pour créer des plasmas sous quelques centaines de MHz à faible puissance (inférieure à 400W), et le surfaguide (guide d'onde rectangulaire) utilisé pour les fortes puissances (quelques kW) à aux fréquences de $2,45\text{GHz}$ ou 915 MHz (figure III.5).

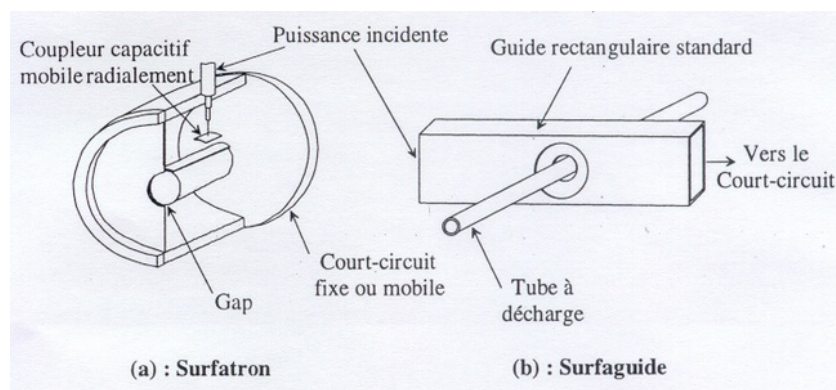


Figure III.5 : modes de couplage micro-onde

Ces types de décharges fonctionnent sans qu'il soit nécessaire d'assurer un contact électrique direct entre le gaz et des électrodes. Le couplage de puissance obtenu est excellent ($> 90\%$) et les taux de dissociation et d'ionisation sont très importants

(taux de dissociation des précurseurs injectés classiquement >10%). Ce type de plasma est caractérisé par une variation longitudinale et radiale de la densité électronique et donc par une inhomogénéité relative de création des espèces actives proche des parois du diélectrique et fonction de son diamètre.

Ce type de couplage permet d'opérer suivant deux régimes : le régime de décharge et le régime de post-décharge. *En régime de décharge* le substrat à recouvrir par un dépôt est immergé dans la décharge qui, dans ce cas, peut assurer la fonction de création d'espèces et la fonction de chauffage de la surface à revêtir; *en régime de post-décharge* le substrat est localisé en dehors de la décharge : les espèces créées dans le plasma sont véhiculées par le flux gazeux jusqu'au substrat; il y a découplage des fonctions précédentes. De plus en régime de décharge, une polarisation additionnelle du substrat peut être superposée: elle permet de gérer indépendamment le flux et l'énergie des ions; on obtient ainsi un procédé hybride dit triode.

Le procédé développé à l'Institut de science et génie des Matériaux et Procédés est basé sur le principe de décharge micro-onde en couplage de type surfaguide. Cette configuration est étudiée pour les raisons suivantes :

- Il est possible de générer des décharges stables d'une pression de 10^{-2} torr à 100 torr avec une efficacité de transfert d'énergie élevée,
- L'absence d'électrode interne limite les source de pollution dans le matériau élaboré,
- Les densités électroniques et par conséquent ioniques sont élevées, de l'ordre de 10^{11} à 10^{13} cm^{-3} , du fait de la fréquence d'excitation élevée, ce qui entraîne de forts taux de dissociation des précurseurs injectés et donc de fortes vitesses de dépôts,
- En régime de décharge micro-onde pure, la faible différence de potentiel entre le plasma et le porte échantillon ($\Delta V < 50 \text{ Volts}$) entraîne une énergie des espèces chargées faible (de l'ordre ou inférieure à 50 eV pour les ions monochargés ($E = q \cdot \Delta V$)), ainsi le bombardement ionique modifie peu la structure des couches déposées. La croissance des films est donc essentiellement due aux espèces neutres du plasma.
- Une polarisation additionnelle de la surface indépendante est possible.

Le réacteur micro-onde, développé à l'IMP et utilisé pour l'élaboration de revêtements de carbure de silicium, est décrit plus précisément au paragraphe 2.4. Finalement, sur la base

des caractéristiques propres aux décharges, le principe du dépôt chimique par voie gazeuse assistée par plasma peut être décrit, il reprend les grands principes de la CVD classique.

2.3.3. Principe du Dépôt Chimique en phase gazeuse Assisté Plasma (PACVD)

La CVD Assistée Plasma est plus complexe que la CVD « thermique » car elle met en jeu des espèces réactives excitées, neutres et chargées (électrons, ions). Le principe de base de cette dernière est conservé, l'apport énergétique étant réalisé par un champ électromagnétique décomposant le mélange gazeux, gaz précurseurs du dépôt et gaz vecteur (ou gaz plasmagène), en une grande variété d'espèces chimiques. Le schéma suivant résume son principe.

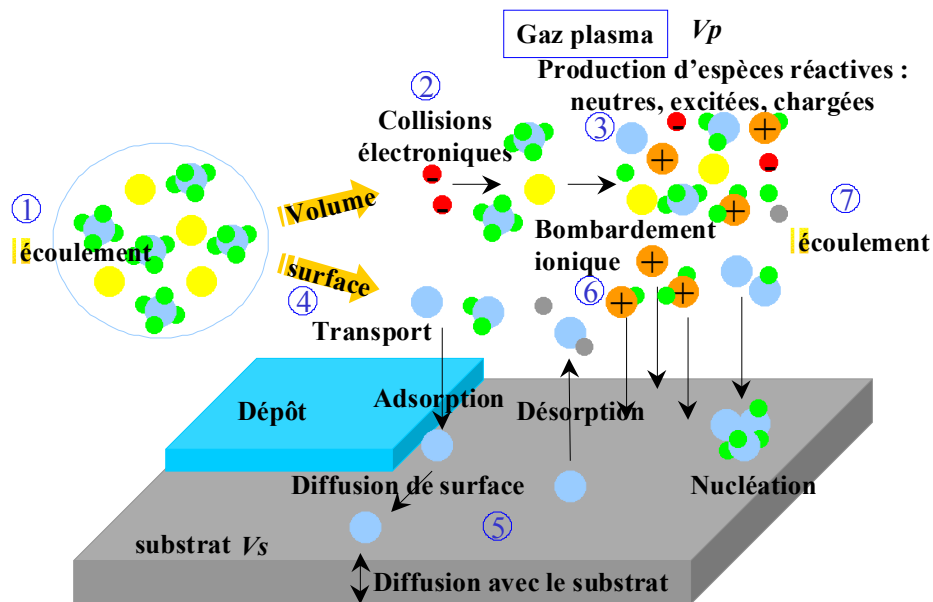


Figure III.6 : Principe de la CVD Assisté Plasma

1. Un flux de matière gazeuse (gaz précurseur / gaz vecteur) est injecté dans un réacteur où se trouve le substrat à revêtir. Le mélange gazeux est transporté au voisinage du substrat par convection.
2. Le mélange gazeux est soumis à un champ électromagnétique, les électrons libres sont accélérés par celui-ci. Les ions sont moins affectés par le champ en raison de leur masse importante. Les électrons perdent peu d'énergie dans les collisions élastiques avec les atomes ou molécules du fait d'une différence de masse importante. Tant que l'énergie des électrons n'atteint pas le seuil nécessaire pour exciter ou ioniser un atome de gaz, les pertes d'énergies par collisions inélastiques

sont faibles. En conséquence, les électrons libres acquièrent rapidement de l'énergie cinétique dans le champ.

3. Lorsque l'énergie atteinte est suffisante, des réactions d'excitation et d'ionisation ont lieu. Elles entraînent la génération d'électrons à leur tour accélérés par le champ. Ce processus entretient le plasma. Les collisions inélastiques entre les électrons et les molécules gazeuses produisent des espèces réactives comme des neutres, atomes ou molécules excités, des radicaux moléculaires, des ions ainsi que d'autres électrons. Dans cette situation, l'énergie importante des électrons au sein du plasma est utilisée pour créer ou activer des espèces réactives, au cours de réactions dites primaires et secondaires, en affectant la température du gaz ($T_g < 1000$ K).
4. Les espèces réactives sont transportées au contact de la surface du substrat à revêtir par diffusion de masse et diffusion thermique.
5. Des réactions hétérogènes en surface prennent place : adsorption des espèces réactives ; diffusion des molécules adsorbées en surface jusqu'aux sites de croissance ; nucléation/croissance de la couche ; désorption des produits ; diffusion d'espèces dans le substrat.
6. Du fait de la répartition du champ électrique proche de la surface du substrat (chute de potentiel : voir § 2.3.2.), celle-ci est soumise à un bombardement ionique permanent influençant les phénomènes de surface décrits précédemment.
7. Finalement, les produits de réaction sont entraînés sous pompage vers la sortie du réacteur par transfert de masse.

Ainsi, par comparaison avec la CVD classique, la force motrice en PACVD est la collision inélastique d'électrons énergétiques (impacts électroniques) avec le milieu gazeux provoquant des transferts de matière et d'énergie et création de neutres (radicaux, atomes), d'ions et/ou d'espèces excitées de haute réactivité. Une partie de l'énergie cinétique est transformée en énergie interne. Des processus dits primaires (ionisation, excitation, dissociation et attachement d'électrons) sont suivis de processus secondaires tels que les phénomènes de collisions réactives, transferts de charges et/ou d'énergie, d'excitation/désexcitation, émissions de photons (*figure III.7*). De plus, les espèces chargées créées dans le milieu peuvent être accélérées par le champ électrique et bombarder la surface du film en croissance. Suivant leur niveau d'énergie, elles induisent des phénomènes propres au procédé (gravure, implantation, création de défauts structuraux, amorphisation, pulvérisation, accroissement de la diffusion et réduction des limitations cinétiques).

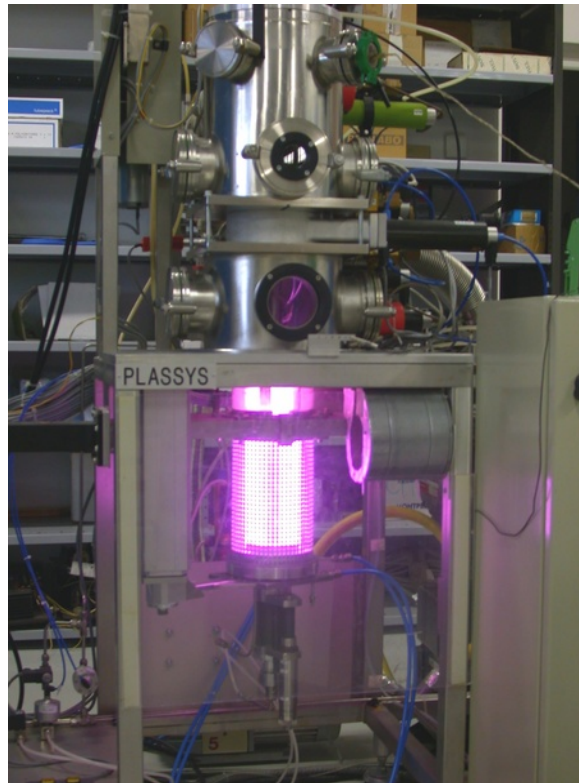


Figure III.7 : *luminescence d'un plasma d'argon*

En résumé, en PACVD, « réactivité » et « énergie » sont les deux caractères qui gèrent la croissance d'un dépôt à travers sa nucléation, sa composition, sa microstructure et donc ses propriétés caractéristiques.

Le réacteur micro-onde, développé au sein du laboratoire, utilisé pour l'élaboration de revêtements de carbure de silicium est présenté dans le paragraphe suivant.

2.4. Le Réacteur PACVD Micro-onde (Micro PoL #1)

2.4.1. Le dispositif

2.4.1.1. L'enceinte

Le réacteur se compose de deux sous ensembles : le sas de chargement des échantillons (I) et l'enceinte de traitement (II). Ils sont séparés l'un de l'autre par une vanne électropneumatique tiroir (1) de diamètre 100 mm qui permet d'isoler les deux sous-ensembles. Une canne de transfert motorisée (2) qui permet de faire passer les échantillons de la zone de chargement vers la zone de traitement.

La zone de traitement est constituée d'un tube en silice (3) qui traverse le surfaguide (4), et d'une zone de création de la décharge micro-onde (5). Il débouche sur une chambre supérieure (6) qui permet d'envisager l'extension du plasma ou de réaliser des films en mode radiofréquence ou en couplage micro-onde/radio fréquence.

L'ensemble du dispositif est traversé par la canne de transfert motorisée (1) qui permet ainsi de faire varier la distance entre l'injecteur de précurseur et le porte échantillon (5). Le porte échantillon est chauffé, sur sa face arrière, par une résistance chauffante dont la température, qui peut atteindre $\sim 1000\text{ K}$, est régulée.

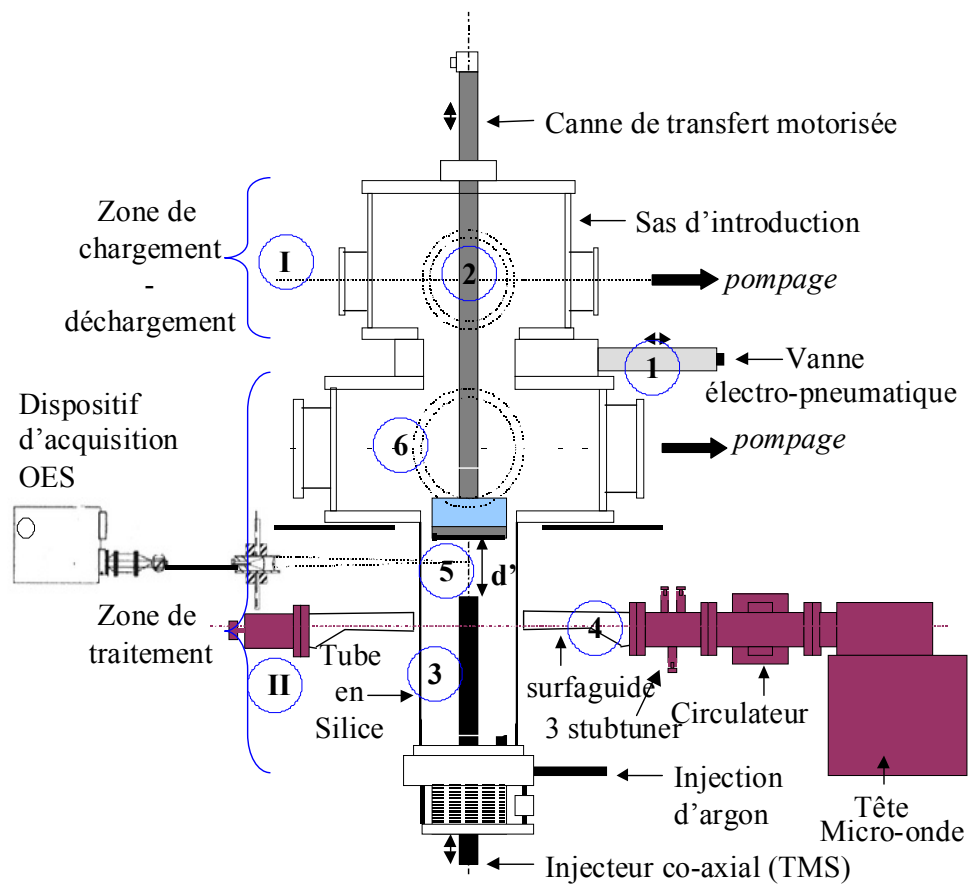


Figure III.8 : réacteur plasma pour le dépôt de couches minces

2.4.1.2. Flux et mesures de pression

Le système de pompage est double. Il est constitué par un groupe « Roots » (Edwards 250 m^3/h nominaux) qui permet de travailler sous flux en vide primaire lors du dépôt ou de prévider le réacteur avant le passage en vide secondaire. Un groupe turbo-moléculaire hybride (Edwards EXT250H (250 l/s) et pompe primaire Edwards de 5 m^3/h nominaux) assure un vide secondaire limite à $6,5 \cdot 10^{-5}\text{ Pa}$ afin de limiter la contamination du réacteur avant dépôt. Il

permet de plus de travailler sous faible flux de gaz à des pressions inférieures à $0,1 \text{ torr}$. Ces deux groupes sont raccordés à la fois au sas et à l'enceinte par l'intermédiaire de vannes électropneumatiques.

La pression totale dans le réacteur est réglée lors du dépôt par une vanne de laminage motorisée couplée à une jauge de pression à capacitance (Edwards 4 décades : 10^{-3} -10 torr). Hors élaboration la pression résiduelle quant à elle est mesurée par une jauge Penning pour le sas d'introduction et un couple Pirani/Penning pour la partie basse du réacteur.

Un banc de 5 débitmètres massiques ASM associé à son panneau de contrôle assurent l'injection des gaz (mélange argon / tétraméthylsilane (TMS = $\text{Si}(\text{CH}_3)_4$) par exemple pour l'élaboration des films ou argon / H_2 / N_2 / CH_4 pour d'autres études).

2.4.1.3. Sources plasma

Le dispositif permet l'utilisation de deux sources de plasmas différentes :

- un générateur basse fréquence RFPP ($\nu_{\text{BF}} = 50\text{-}460 \text{ KHz}$, 0-500 Watt) associé à un adaptateur d'impédance pour le couplage capacitif sur le porte-échantillon

- une ligne micro-onde alimentant le plasma étudié constituée de : un générateur micro-onde SAIREM ($\nu = 2.45 \text{ GHz}$, 0-1600 Watt), une antenne refroidie à l'air, un circulateur permettant l'absorption de la puissance réfléchi par le plasma via un circuit d'eau, un tuner (3 stubs) ainsi qu'un tiroir en fin de ligne permettant l'accord de la cavité micro-onde, le surfaguide d'ouverture de diamètre 120 mm pour le couplage de l'onde au gaz en écoulement dans le tube de silice qui le traverse.

Ces deux lignes d'alimentation peuvent être utilisées de façon indépendante ou couplées. Le couplage de l'activation micro-onde avec la polarisation BF des substrats par radiofréquence permet d'agir sur :

- Le flux d'ions incident à la surface des couches en croissance grâce à la puissance micro-onde imposée,
- L'énergie des ions bombardant la surface par la polarisation du substrat grâce au générateur basse fréquence,
- La chimie des particules neutres par l'écoulement du plasma micro-onde (distance injecteur/substrat, dilution...), la vitesse du gaz ou la distance au substrat contrôlant le temps de séjour (donc de réaction globale) des espèces actives.

Une étude précédente a montré l'intérêt du couplage des deux plasmas sur l'efficacité de décapage des substrats et du réacteur avant dépôt [52-MAIL00]. La phase de décapage qui précède toute phase de dépôt est réalisée à l'aide d'un plasma d'argon. Celle-ci doit limiter les impuretés lors de l'élaboration des films (en particulier l'oxygène) par activation du gaz résiduel et désorption des parois du réacteur et des substrats.

2.4.1.4. Chauffage de la surface des substrats

Afin de découpler au maximum les différents paramètres du procédé un dispositif de chauffage indépendant des échantillons est fixé à l'extrémité de la canne de transfert supportant les substrats. Il permet de chauffer les échantillons jusqu'à environ 800 °C. Ainsi, afin de pouvoir jouer sur les réactions de surface lors de l'élaboration des films minces, un apport d'énergie additionnel est obtenu par rayonnement d'une résistance chauffante (élément chauffant Thermocoax) sur la face arrière du substrat. Cette résistance chauffante est reliée à un régulateur PID (Eurotherm 2216). Elle est insérée au fond d'une pièce en céramique (©Stumatite - Société STUMAT), fixée en face arrière sur l'extrémité de la canne de transfert, *figures III.8*. La *figure III.10* montre les différents éléments constitutifs du porte échantillons. Le régulateur PID est couplé à un thermocouple placé dans la cavité située entre la céramique et le porte-substrats, *figure III.9*.

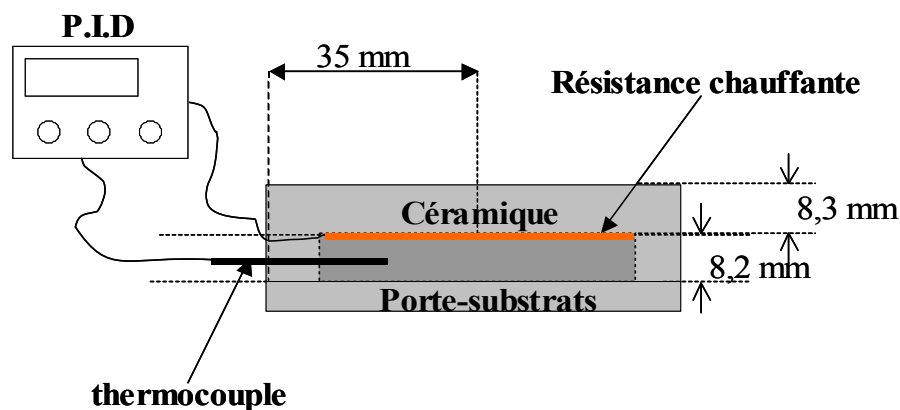


Figure III.9 : ensemble céramique, porte-substrats et résistance chauffante.

Le choix de la position du thermocouple de contrôle, sans contact avec le substrat, est dictée par la technologie inhérente au procédé. En effet, le réacteur nécessite pour certains types de couches l'utilisation de la polarisation basse fréquence (50-460 KHz) qui pourrait engendrer, sans une isolation "conséquence et parasite" de l'extrémité du thermocouple, des

perturbations importantes sur les mesures de température. Ainsi, la valeur de température mesurée est une valeur approchée de celle du substrat et non une valeur de la température de surface du substrat, donnée pourtant fondamentale pour la maîtrise du procédé.

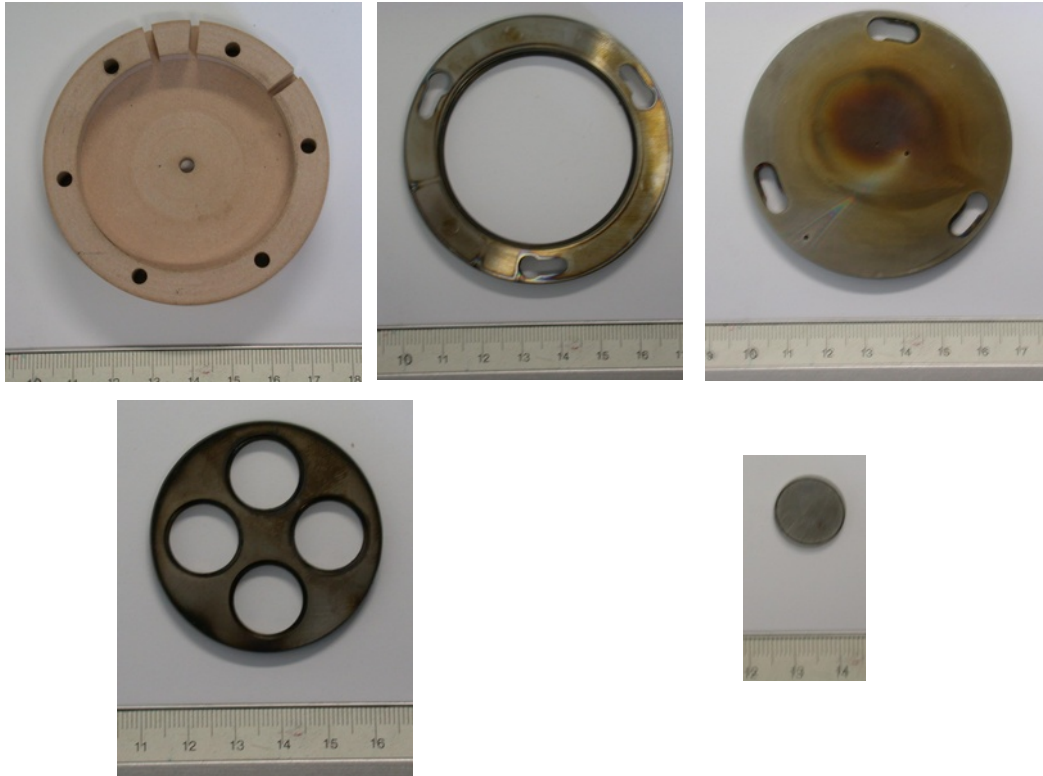


Figure III.10 : *céramique (en haut, à gauche), couronne (en haut, au milieu), porte-substrats école (en haut, à droite), porte-substrats (en bas, à gauche) et substrat (en bas, à droite).*

2.4.1.5. Diagnostic du procédé

Réacteur d'étude et d'élaboration, Micro-PoL #1 est équipé de différents moyens de diagnostic permettant d'accéder à des informations locales du procédé. Ainsi le réacteur dispose actuellement de la spectroscopie d'émission optique, de mesures électriques (tension courant BF), de spectrométrie de masse.

Plus particulièrement, la spectroscopie d'émission optique (SEO) consiste à identifier des espèces excitées présentes dans une phase gazeuse (ici un plasma) à partir de la lumière émise par ce milieu [53-ANDR98, 54-THOM01]. Ce diagnostic du plasma est indispensable pour maîtriser le procédé: il permet d'accéder à différentes informations telles que la nature et parfois la concentration de certaines espèces présentes dans la décharge ou l'énergie de ces espèces. Ainsi, il est possible à partir de l'analyse de certaines raies d'émission d'estimer la

température du milieu gazeux. Les bases de la spectroscopie optique d'émission ainsi que la méthode de détermination de la température du gaz sont détaillée dans la partie expérimentale du chapitre 6.

Afin de réduire au maximum les effets parasites de l'ambiance lumineuse extérieure sur le spectre d'émission du plasma à étudier, l'environnement du réacteur est maintenu dans l'obscurité. Pour bien localiser et définir la zone étudiée, nous disposons d'une tête de focalisation constituée d'un système afocal à deux lentilles ($F1 = 19 \text{ mm}$, $F2 = 75 \text{ mm}$). L'image est ainsi agrandie d'un facteur 3,9. Le positionnement de la tache focale est assuré grâce à une platine micrométrique (x, z) qui supporte la tête de focalisation (*figure III.8*). Le signal d'émission dans l'image – source est ensuite acheminé par l'intermédiaire d'une fibre optique d'une longueur de 20 m et de diamètre 200 μm . Il est focalisée sur la fente d'entrée d'un monochromateur Jobin Yvon U1000 de 2 mètres de focale moyennant un deuxième montage afocal (lentilles de focale 100 mm et 400 mm). La fente d'entrée est réglée à une ouverture de 50 μm pour toutes les acquisitions. Le monochromateur comprend deux réseaux plans holographiques de surface 110*110 mm comportant chacun 1800 traits. La lumière dispersée en longueur d'onde est ensuite reçue par une caméra CCD puis stockée et traitée sur PC grâce au logiciel d'analyse et de pilotage du dispositif Spectramax. Pour étalonnage, avec ce dispositif la raie spectrale émise par une lampe à vapeur d'argon émettant à 637 nm présente une largeur à mi-hauteur de 0.011 nm.

2.4.2. Description de la procédure standard de dépôt

Pour des raisons liées à l'analyse, les dépôts sont réalisés actuellement sur des substrats de diamètre 16 mm et d'épaisseur 2 mm (acier de construction 38CD4, alliage de titane ou silicium). Les échantillons sont polis au micron et nettoyés à l'alcool éthylique. Les échantillons sont ensuite positionnés sur le porte-substrats dans le réacteur, le vide est réalisé à l'aide du groupe « Roots » pour le vide primaire, puis le second groupe pour atteindre le vide limite du réacteur (vide secondaire).

Après introduction des échantillons à traiter, la procédure retenue pour l'élaboration d'un revêtement de carbure de silicium est la suivante :

- Mise en marche du groupe de pompage roots/pompe primaire,
- Injection de l'argon dans l'enceinte et réglage de la pression de travail désirée,
- Réglage de la consigne de la température de chauffage et de la distance entre le porte-échantillon et l'injecteur de précurseur,

- Allumage du plasma pour le nettoyage de l'enceinte (désorption d'impureté...),
- Au bout de 10 mn, mise en route du chauffage du porte-substrats,
- A 30 mn du début de la phase de nettoyage : injection d'azote pour pré-nituration de la surface (gestion de l'adhérence du dépôt : durée 20 mn), coupure de l'azote et introduction du gaz précurseur (TMS à hauteur de 10% dans le mélange argon/TMS), ou introduction du précurseur directement pour dépôt,
- Après le dépôt d'une durée de 15 min, arrêt de l'injection du gaz précurseur, du générateur et du chauffage,
- Refroidissement du porte-substrats sous flux d'argon à la pression de travail, jusqu'à la température ambiante,
- Mise à l'air du réacteur pour extraction des échantillons.

2.4.3. Paramètres influents du procédé

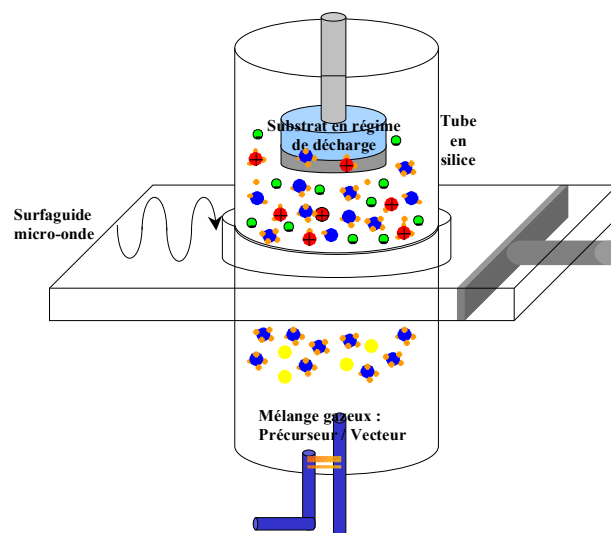


Figure III.11: représentation du fonctionnement du procédé PACVD.

La figure III.11 présente schématiquement le fonctionnement du procédé PACVD. Le mélange gazeux est injecté dans la partie basse du tube de silice traversant le surfaguide permettant d'entretenir le plasma. Le plasma remplit totalement le tube. Dans la partie haute, le porte-échantillon (ensemble céramique/porte-substrats) est placé à l'extrémité de la canne de transfert motorisée. L'écoulement gazeux est assuré par le groupe de pompage en aval du tube de silice.

Dans ce procédé, la qualité des dépôts, c'est-à-dire leur microstructure (composition, nature et taux de liaisons chimiques) et les propriétés qui en découlent, dépend de nombreux facteurs expérimentaux [55-AMEP02] :

- **Distance injecteur/substrat (d)** : elle permet de faire varier le temps d'écoulement entre l'injection de précurseur et la couche en croissance (temps de séjour). Dans notre cas elle est fixée à 8 cm.
- **Position de l'injecteur de précurseur par rapport au surfaguide** : la sortie de l'injecteur est positionnée au ras du haut du surfaguide. Ainsi le précurseur ne traverse pas la zone dite « chaude » de création du plasma (forts n_e , T_e). Il s'écoule dans l'axe d'un plasma considéré comme homogène (n_e , T_e) (n_e densité électronique, T_e température électronique).
- **Pourcentage de TMS injecté dans le gaz** : le taux de TMS est en grande partie lié à vitesse de dépôt mais aussi, au même titre que la distance injecteur/substrat d , à la nature des espèces majoritaires présentes dans la décharge. Ainsi le domaine de variation du taux de TMS est fixé à 10% de la pression totale. Au dessus de 1%, on limite une contamination trop importante des couches par l'oxygène résiduel issu du réacteur (parois du tube en silice, vide limite); pour des valeurs supérieures à 10%, des vitesses de dépôt trop élevées peuvent être obtenues, favorisant ainsi l'apparition de fissurations néfastes à la qualité des couches.
- **Pression totale** : elle joue sur le libre parcours moyen des espèces gazeuses (distance entre deux collisions) ou leur fréquence de collision. Une collision pouvant engendrer une réaction chimique, la pression joue donc sur les nature et concentration des espèces dans le milieu plasma [42-BOHE98]. D'autre part, à puissance plasma injectée constante, une valeur élevée de la pression peut engendrer une inhomogénéité de la décharge et donc des films (composition, épaisseur). Ainsi, pour toutes les expériences elle est fixée à la valeur basse de 0.1 Torr.
- **Débits** : ils ont un rôle sur le temps de séjour dans l'écoulement. Les élaborateurs des films préfèrent étudier l'effet de la distance injecteur/substrat à vitesse d'écoulement fixée. Le rapport entre les débits de précurseur et d'argon de mélange est fixé : ce rapport affecte la répartition des gaz dans l'écoulement [42-BOHE98]. Le débit total est donc fixé à 6.8 NI/h ; ainsi à température ambiante et

0.1 Torr, plasma éteint, une vitesse d'écoulement moyenne de 2 m/s est obtenue dans le réacteur.

- **Puissance plasma** : une puissance élevée ($P = 1100$ Watt) favorise l'homogénéité de la décharge [56-WANG99] De plus, une polarisation radiofréquence du substrat permet de modifier l'énergie des ions bombardant la surface du substrat et donc la structure du dépôt.
- **Température superficielle d'élaboration** : elle conditionne la construction de la couche. Liée au chauffage « naturel » du substrat par le plasma, la limite basse de régulation de T_s est 380°C . La limite haute d'élaboration actuelle (580°C) est quant à elle due à la nature des échantillons à revêtir (acier). Des dépôts réalisés à des températures d'élaboration différentes ont montré de meilleures propriétés (adhérence du film, meilleure dureté et module d'Young, faible coefficient de frottement, ...) pour des températures élevées [48-SCOR98, 50-THOM01].

Les six premiers paramètres sont incontestablement des paramètres influents de la qualité des dépôts, ils sont quantifiables et ajustables à loisir. La température du substrat conditionne sa réactivité superficielle vis-à-vis des espèces présentes dans le plasma. De plus, son homogénéité spatiale influence l'uniformité du dépôt. Une connaissance fine des champs de températures superficielles est donc essentielle pour assurer la qualité, la maîtrise et la reproductibilité des dépôts. Par ailleurs, il faut noter que la connaissance des températures superficielles est une donnée d'entrée nécessaire pour les logiciels de modélisation de croissance de couche (à échelle atomique). Dans ce procédé ce paramètre n'est pas directement mesurable puisque la surface du substrat n'est pas accessible par un capteur classique (thermocouple,...), ni par moyen optique puisque l'état de surface évolue au cours du dépôt et que le voisinage du milieu plasma risque de perturber l'acquisition des mesures.

2.5. Quel outil pour la mesure de température du substrat ?

Différentes méthodes permettant d'accéder à la température superficielle du substrat sont envisageables :

- On peut tenter de l'estimer par rapprochement avec la température du milieu gazeux proche de la surface en considérant un équilibre thermique, ce qui est une approximation grossière. En revanche, cette mesure de la température du milieu

gazeux est une donnée importante de validation de modèles d'échange thermique entre gaz plasma et surface du substrat. En effet, la température du milieu gazeux peut être obtenue à partir de la détermination de la température rotationnelle de certaines espèces excitées, et est considérée classiquement comme identique à celle du gaz dans le plasma (T_g : cf. § 2.3.). C'est le cas de l'hydrogène, molécule émissive du plasma de dépôt Argon/TMS [57-ANDR97].

- L'acquisition directe de la température (par un capteur thermique) n'est pas possible lorsqu'on élabore le dépôt de carbure de silicium. La croissance de la couche se ferait sur le capteur, modifiant la mesure et perturbant ou polluant la croissance du dépôt sur le substrat par désorption de matière du capteur.
- La pyrométrie infra-rouge est un autre outil possible. En revanche, elle nécessite une très bonne connaissance des propriétés radiatives de la surface et du milieu plasma (émission, absorption, transmittivité, réflexion) qui peut éventuellement absorber une partie du rayonnement mesuré. De plus la croissance de la couche mince modifie l'émissivité de la surface ce qui rend cette mesure difficile. Cette variation d'émissivité a été utilisée comme contrôle de la couche mince en croissance en la reliant à la composition du dépôt [58-BARR].
- Rappelons qu'un thermocouple est disposé sans contact à l'arrière du porte-substrats, dans l'espace confiné de la céramique, *figure III.9*, pour permettre la régulation de la résistance chauffante. Ce thermocouple ne peut en aucun cas servir à déterminer la température superficielle du porte-substrats.

Dans la suite de l'étude, la méthode retenue pour estimer les champs de températures dans le substrat, est l'établissement d'un modèle mathématique prenant en compte tous les transferts thermiques au sein du réacteur agissant sur l'ensemble céramique / porte-substrats. L'analyse des données fondamentales du modèle, et sa validation expérimentale au travers de méthodes inverses sont décrites dans les chapitres suivants (Chapitres 5 et 6).

3. *Modélisation thermique*

Nous avons signalé dans le paragraphe précédent que la maîtrise de la température superficielle du substrat à revêtir était essentielle pour la reproductibilité et la qualité des dépôts à élaborer. Il s'agit en effet de maintenir un niveau de température optimal ainsi

qu'une bonne homogénéité de cette température sur toute l'étendue de la surface à revêtir. Il est évident que l'évolution de la structure de la surface rend difficile le contrôle de température par des moyens d'acquisition classiques. Nous allons donc reconstituer l'état thermique de la surface à partir d'un modèle permettant de relier les températures superficielles avec les principaux paramètres. Dans ce chapitre nous présentons le modèle avec les raisons qui nous ont conduit à son établissement.

3.1 Les échanges thermiques

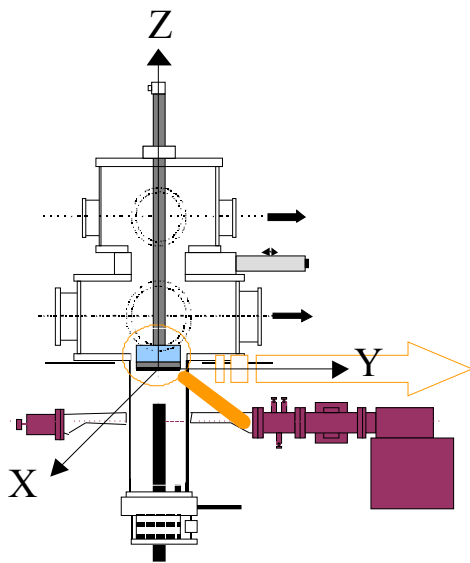


Figure III.12 : Réacteur et domaine d'étude.

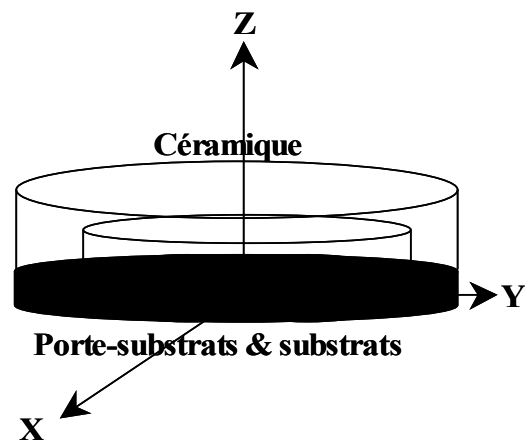


Figure III.13: Domaine d'étude : céramique, porte-substrats et substrats cylindriques

En se référant aux figures III.12 et 13 on constate que le substrat (3) à revêtir est inclus dans un porte-substrats (2) métallique spécifique adapté à la forme des échantillons. Le porte-substrats est lui-même solidaire d'une céramique (1) par l'intermédiaire d'une couronne métallique (4). La céramique supporte sur sa face inférieure un élément chauffant (figure III.13, objet 1) dont le rôle est de porter le substrat à la température voulue. Elle est refroidie sur sa face supérieure par un système de refroidissement par fluide. L'ensemble de ces éléments est situé au bout de la canne permettant de contrôler la distance du substrat par rapport à la buse d'injection de gaz. Le gaz réactif et le gaz vecteur sont injectés dans le tube en silice, figure III.12, perpendiculairement à l'ensemble céramique, couronne, porte-substrats et substrats. L'enceinte en acier de forme cylindrique qui comporte de nombreux appendices

(brides annexes et de visualisation) permet l'accès à l'intérieur du réacteur (partie supérieure du réacteur, *figure III.12*).

A la vue de cette description schématique, dans le réacteur, les échanges thermiques se feront par conduction dans chacun des milieux homogènes, par convection dans le milieu fluide et par rayonnement entre parois. Il reste à prendre en compte l'effet thermique spécifique au plasma.

3.2 *Le domaine*

L'objectif du modèle est de disposer d'un outil fiable et prédictif utilisant des temps de calculs raisonnables. Il s'agit donc d'écrire un modèle réaliste, bon compromis entre un modèle très complexe, mais difficilement utilisable, et un modèle simple mais aux possibilités d'extrapolations réduites. Ce compromis passe par une définition pratique du domaine. Il serait nécessaire de décrire l'ensemble du réacteur depuis les parois supposées froides, ce qui conduirait à un modèle diphasique solides-gaz en milieu plasma, d'écriture complexe, difficile d'utilisation car faisant appel à un grand nombre de grandeurs inconnues donc quasiment impossible à résoudre dans cette géométrie complexe [59-DUCA98.].

Nous avons donc décidé de ne prendre en compte que la partie solide composée des substrats, du porte-substrats et de la céramique afin de réduire le domaine d'étude, limiter les calculs et les incertitudes liées à la méconnaissance des phénomènes réels mis en jeu. Les paramètres méconnus seront modélisés suivant des lois classiques puis identifiés. Enfin, une procédure d'étude sera définie afin de séparer les effets thermiques de chaque contribution au bilan thermique.

3.3 *Le modèle thermique*

Désignons par Ω^i (*figure III.14*) le sous-domaine i constitutif du domaine d'étude :

- Ω^1 est le sous-domaine constitué de la céramique (®Stumatite) qui porte la résistance,
- Ω^2 est le sous-domaine correspondant à la couronne en acier,
- Ω^3 est le sous-domaine constitué du porte-substrats spécifique en acier destiné à recevoir les échantillons,
- Ω^4 est constitué des différents substrats qui prennent place dans le porte-substrats.

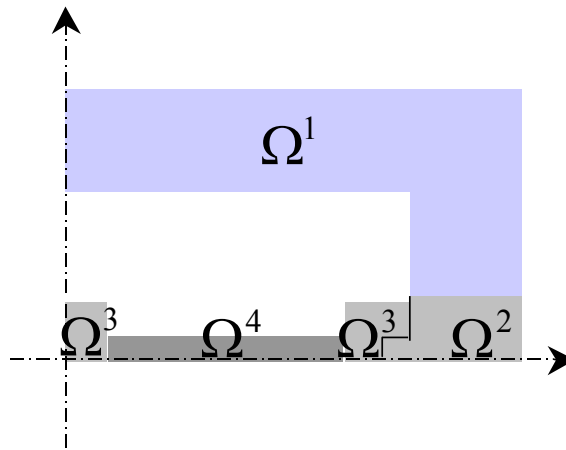


Figure III.14 : *Domaine d'étude : la céramique, la couronne, le porte-substrats et le substrat*

Les dimensions caractéristiques de ces éléments sont données dans le tableau suivant :

élément	Diamètre	Diamètre	Hauteur	Hauteur	Domaine
	externe	interne	externe	interne	
	(mm)	(mm)	(mm)	(mm)	
Céramique	70	53	16,5	8,2	Ω^1
Couronne	70	53	4,7	3,5	Ω^2
Porte-substrats	52	48	4	2,5	Ω^3
Substrat (disque)	16		2		Ω^4

Le domaine global d'étude est donc représenté par $\Omega = \Omega^1 \cup \Omega^2 \cup \Omega^3 \cup \Omega^4$. Un point de l'espace est noté $x = (x, y, z)$, $x \in X$ où X est un espace vectoriel de \mathbb{R}^3 , l'intervalle temporel d'étude est noté $t \in T = (0, t_f)$. On notera θ la température $\theta(x, t)$ au point (x, y, z) à l'instant t .

L'équation d'état qui décrit le champ des températures dans le domaine Ω est l'équation de transfert de la chaleur en milieu solide, indéformable, conducteur et sans production interne de chaleur pour les quatre milieux solides (d'indice $i = 1, 4$):

$$C^i(\theta) \frac{\partial \theta(x, t)}{\partial t} - \operatorname{div}(\lambda^i(\theta) \operatorname{grad}(\theta(x, t))) = 0 \text{ dans } \Omega^i \times T$$

où $C^i(\theta) = \rho^i(\theta)C_p^i(\theta)$ avec $\rho^i(\theta)$ la densité volumique et $C_p^i(\theta)$ la chaleur spécifique du milieu i avec $i = 1, 4$.

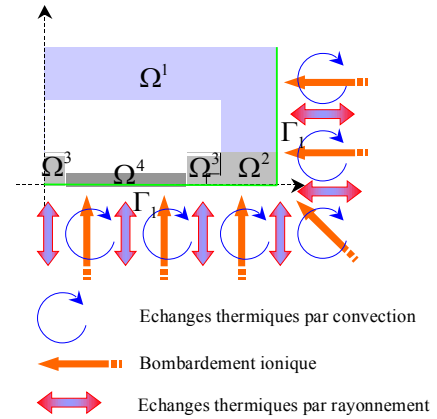
Avec la condition initiale

$$\theta(x, t = 0) = \theta_0 \text{ dans } \Omega$$

si on suppose la température uniforme dans tout le domaine à l'instant initial.

Nous désignerons par Γ_j les frontières entre les différentes parties des sous-domaines ou avec le milieu extérieur :

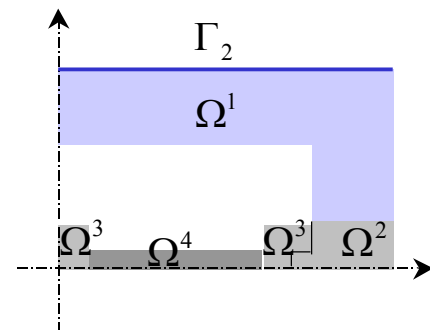
- Γ_1 est la frontière du domaine global Ω en contact avec le milieu plasma extérieur, elle est donc constituée des faces inférieures des substrats, de la faces inférieure du porte-substrats, des faces inférieure et latérale de la couronne et de la face latérale de la céramique. Cette frontière subit donc des échanges thermiques de types convectif et radiatif avec le milieu fluide extérieur à la température θ_{gaz} , de plus nous supposons qu'il existe un



apport ou un puits de chaleur φ_{ion} dû aux réactions chimiques des espèces du milieu gazeux avec la surface des solides (bombardement de la surface par des particules ioniques par exemple qui est une des caractéristiques du procédé). La condition aux limites correspondante s'écrit donc :

$$-\lambda^i(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial n} = h(\theta)(\theta - \theta_{gaz}) + \varepsilon^i(\theta) \sigma (\theta^4 - \theta_{gaz}^4) + \varphi_{ion} \quad \text{sur } \Gamma_1^i \times T \quad i = 1, 4$$

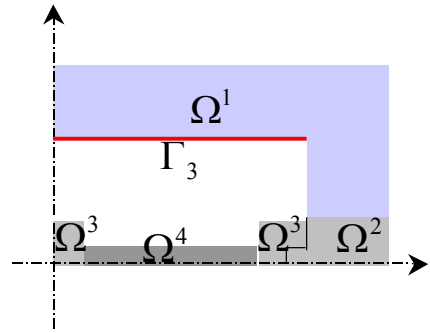
- Γ_2^1 est la frontière supérieure de la céramique. Elle est refroidie par une circulation d'eau à température constante θ_f . La condition à la limite correspondante s'exprime donc par une condition de type Dirichlet supposée uniforme et constante dans le temps sur la frontière :



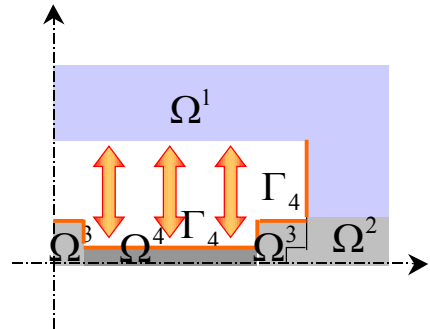
$$\theta = \theta_f \quad \text{sur } \Gamma_2^1 \times T$$

- Γ_3^1 est la frontière inférieure, interne de la céramique. Elle est en contact avec la résistance électrique ayant la forme d'un disque. Nous supposons une loi de commande linéaire permettant en deux minutes d'atteindre le palier de température θ_c qui demeure ensuite constant. La condition à la limite s'exprime donc par une condition de Dirichlet supposée uniforme sur la surface :

$$\theta = \begin{cases} \frac{(\theta_c - \theta_0)}{120}t + \theta_0 & \text{sur } \Gamma_3^1 \times (0 \leq t \leq 120) \\ \theta_c & \text{sur } \Gamma_3^1 \times (120 \leq t \leq T_f) \end{cases}$$



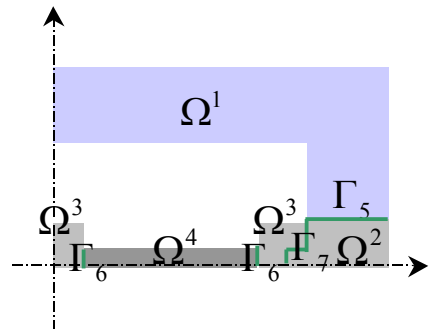
- Γ_4^i représente les frontières de la cavité interne entre la céramique, le porte-substrats et les substrats. On suppose que dans cette cavité fermée les transferts radiatifs sont prépondérants et qu'il est possible de négliger tout transfert thermique lié à un mouvement de fluide dans la cavité. Une condition de type Neumann non homogène, est réalisée par



le rayonnement thermique de la résistance chauffante à la température θ_c sur les parois de l'espace confiné (espace compris entre la céramique, le porte-substrats, la couronne et le substrat). Elle s'exprime par la condition aux limites :

$$-\lambda^i(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial n} = \varepsilon^i(\theta) \sigma (\theta^4 - \theta_c^4) \quad \text{sur } \Gamma_4^i \times T$$

Γ_5 , Γ_6 , Γ_7 représentent les contacts entre les parties solides constitutives du domaine d'étude global Ω : contact céramique / couronne, contact porte-substrats / et couronne contact substrat / porte-substrats. Ces contacts solides sont très imparfaits : on les modélise par des résistances thermiques de contact liées à la fine lame de gaz



entre les solides. Les conditions aux limites correspondantes sont donc les suivantes :

- Une résistance thermique de contact R_{thc}^{12} entre la céramique (indice 1) et la couronne (indice 2) :

$$-\lambda^2(\theta) \frac{\partial \theta^2}{\partial n} = \frac{1}{R_{thc}^{12}(\theta)} (\theta^2 - \theta^1) \quad \text{sur } \Gamma_5 \times T$$

- Une résistance thermique de contact R_{thc}^{43} entre les substrats (indice 4) et le porte-substrats (indice 3) :

$$-\lambda^2(\theta) \frac{\partial \theta^2}{\partial n} = \frac{1}{R_{thc}^{32}(\theta)} (\theta^4 - \theta^3) \quad \text{sur } \Gamma_6 \times T$$

- Une résistance thermique de contact R_{thc}^{32} entre la couronne (indice 2) et le porte-substrats (indice 3) :

$$-\lambda^2(\theta) \frac{\partial \theta^2}{\partial n} = \frac{1}{R_{thc}^{12}(\theta)} (\theta_2 - \theta_1) \quad \text{sur } \Gamma_7 \times T$$

Remarquons que les paramètres thermophysiques des milieux et le coefficient d'échange convectif ne dépendent pas de la position, mais qu'ils dépendent de la température $\theta(x,t)$. Le système d'équations aux dérivées partielles (EDP) non linéaires - établit le comportement du domaine (céramique, couronne, porte-substrats et substrat) dans le temps.

3.4 Remarques sur l'écriture du modèle

3.4.1. Transferts thermiques par convection forcée

Malgré la faible pression d'élaboration ($P = 0.1$ torr), un terme d'échange thermique par convection est considéré entre le milieu gazeux et l'ensemble céramique, couronne, porte-substrats et substrat. Le calcul du nombre sans dimension de Knudsen permet de justifier ce choix. La valeur du nombre de Knudsen estimée se place à la limite du domaine des milieux continus et du domaine du milieu transitoire.

Le nombre de Knudsen est calculé à partir de la relation suivante : $Kn = \bar{l} / L$ où : \bar{l} est le libre parcours moyen entre deux collisions moléculaire et L une longueur caractéristique du système étudié [60-PERE93]. Classiquement les différents régimes sont répertoriés de la manière suivante :

$Kn \leq 0,1$	$0,1 \leq Kn \leq 10$	$Kn \geq 10$
Milieu continu	milieu transitoire	milieu moléculaire

Caractéristiques du milieu selon la valeur du nombre de Knudsen

Le gaz considéré est l'argon. Le libre parcours moyen de l'argon pour une pression de $0,1 \text{ torr}$ à la température de $298K$ est évalué à partir de la formule suivante :

$$\bar{l} = k_B \theta / (\sqrt{2} \pi \sigma^2 p)$$

où $k_B = 1.38.10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$ est la constante de Boltzmann, θ la température du gaz en kelvin, σ la section efficace égale à la distance séparant le centre de deux atomes ou molécules en contact dans le cas de l'hypothèse d'atomes ou de molécules sphériques (la taille moyenne du rayon d'une molécule étant $R_{\text{molécule}} \sim 1.10^{-10} \text{ m}$), p la pression. Cette formule est établie à partir de l'hypothèse de collisions élastiques et de molécules se déplaçant en ligne droite (théorie cinétique des gaz). Le diamètre du tube en silice est choisi comme dimension caractéristique $L = 0,1 \text{ m}$. Le nombre de Knudsen estimé pour l'argon est de l'ordre de $Kn = 7.10^{-2}$ pour un libre parcours de $\bar{l} \sim 0.007 \text{ m}$ à $298K$. Le fluide peut donc être considéré comme un milieu continu.

Les échanges thermiques par convection sont supposés dus à l'injection du mélange gazeux à un débit de $6,8 \text{ Nl.h}^{-1}$ sous une pression de $0,1 \text{ torr}$, soit environ 2 m.s^{-1} à la distance de 8 cm du substrat : il s'agit de convection forcée.

3.4.2. Estimation des résistances thermiques de contact

Lorsque deux solides sont en contact, du fait de la rugosité de leur surface de contact et de leurs défauts de planéité, le contact réel ne s'effectue pas sur toute la surface apparente, mais seulement en certaines zones de surface petites devant la surface apparente [61-BOUT98]. En général pour les métaux seul 1% de la surface réelle est en contact [62-BARD72]. L'estimation de la résistance thermique de contact est faite en supposant qu'une mince lame de gaz est placée entre les deux milieux solides. La résistance thermique de contact prend en compte les divers transferts thermiques ayant lieu dans cette lame de gaz : conduction dans le gaz et rayonnement. On ne prend en compte ici que la conduction de la chaleur dans la lame de gaz. La formule utilisée pour le calcul de la résistance thermique de contact est : $R_{thc} = e / \lambda_{ar}$ où e est l'épaisseur supposée de lame d'air. Dans le cas de l'estimation de la résistance thermique de contact entre la céramique et la couronne, à $300K$, pour une épaisseur de la lame de gaz $e \approx 1.10^{-4} \text{ m}$ (entre les deux matériaux) et une conductivité de l'argon $\lambda_{argon} = 0.0177 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, on obtient la valeur suivante :

$R_{thc} \leq 0.0056 \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$. La dépendance de la conductivité d'un gaz parfait en fonction de la

température est donnée par la relation : $\lambda_{GP} = \frac{C_{vm}}{\sigma} \left(\frac{R\theta}{M} \right)^{\frac{1}{2}}$ où M est la masse molaire du gaz,

C_{vm} est la capacité thermique massique à volume constant, σ la section efficace de diffusion, R la constante des gaz parfait et θ la température en kelvin [60-PERE93].

3.5 *Résolution numérique simplifiée : porte-substrats « école » sans terme plasma*

Pour les premiers calculs nous considérons un porte-substrats "école" plongé dans le milieu gazeux plasma éteint. Usiné dans le même acier que le cas réel de dépôt, le porte-substrats est constitué d'un cylindre de 70 mm de diamètre et 5 mm d'épaisseur, *figure III.10 en haut à droite*. On simplifie donc le système d'équations aux dérivées partielles non linéaires -, le travail consistant ici à valider le modèle, dans les conditions opératoires réelles du procédé, les valeurs du coefficient d'échange par convection, du coefficient d'émissivité, de la résistance thermique de contact et du terme de flux spécifique au plasma étant mal connus ou inconnus. Dans ce cas d'un porte-substrats plein on s'affranchit des résistances thermiques de contact substrats/porte-substrats et couronne. En revanche, une modélisation tridimensionnelle est tout de même utilisée, l'objectif final de l'étude étant la modélisation thermique tridimensionnelle du porte-substrats réel.

Le système d'équations aux dérivées partielles non linéaires est maintenant limité à deux domaines différents. Le système noté S_{dir} d'EDP - s'écrit pour $i = 1, 2$, avec i indice des deux milieux ($i = 1$ pour la céramique et 2 pour le porte-substrats « école »). Les conditions aux limites et la nouvelle géométrie sont présentées *figure III.15*.

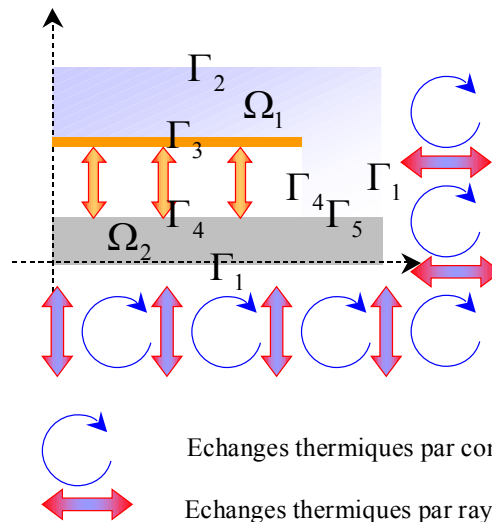


Figure III.15 : *Domaine d'étude dans le cas des hypothèses : porte-substrats « plein », plasma éteint.*

La résolution de ce problème direct nécessite la connaissance de tous les paramètres thermophysiques des différents éléments mis en jeu dans le modèle. Les valeurs des propriétés thermiques du porte-substrats « école » en acier dépendent de la température : les données sur l'acier 304 L qui le constitue sont connues avec une incertitude de 5% d'après la littérature [63-HAND94], tandis que les propriétés thermiques de la céramique (®Stumatite) sont supposées constantes quelle que soit la température en l'absence d'informations du fournisseur. Ces données sont présentés dans le *tableau III.1*.

	Stumatite	acier 304 L
ρ_i Masse volumique ($kg.m^{-3}$)	2500	$-0,346\theta + 7957$
c_i Chaleur spécifique ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)	853,8	$443,6 + 0,14\theta \quad \theta \leq 583,3$ $391,1 + 0,23\theta \quad 583,3 \leq \theta \leq 773,3$ $275,1 + 0,38\theta \quad \theta \geq 773,3$
λ_i Conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	2,67	$0,0143\theta + 11,1$
ε_i Emissivité	0,85	0,2

Tableau III.1: *Propriétés thermiques des milieux solides*

Le coefficient d'échange convectif est quant à lui estimé à partir de corrélations empiriques en convection forcée interne [64-TAIN] (*figure III.16*).

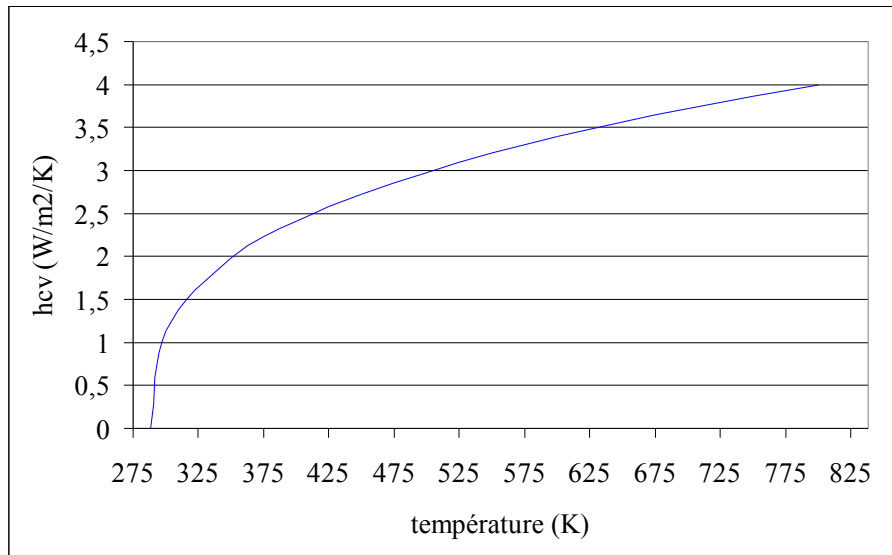


Figure III.16 : coefficient d'échange convectif à partir de [14]

La méthode numérique de résolution du système d'EDP du problème thermique direct fait appel à une discrétisation spatiale basée sur la méthode des éléments finis [65-BERN88].

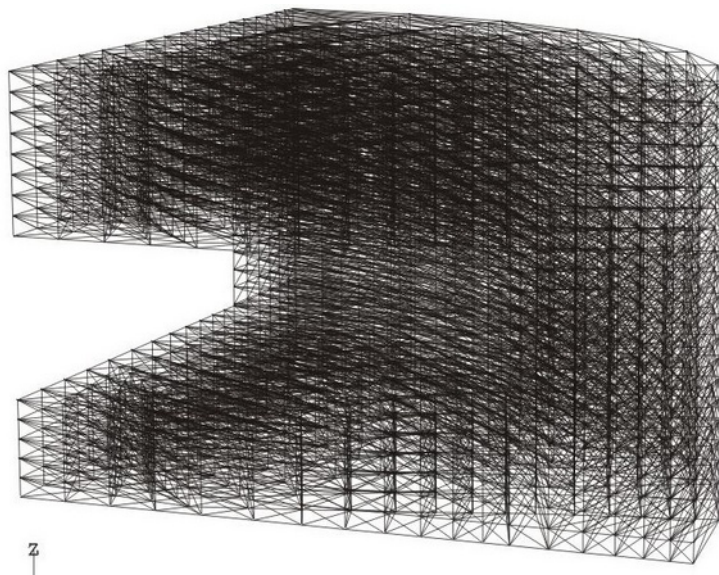


Figure III.17 : Maillage du domaine.

Le maillage utilisé pour la résolution numérique du problème est montré *figure III.17*. Seule une portion du domaine est considérée dans le but de diminuer le temps de calcul. Ce dernier est constitué de 4258 nœuds et 19530 éléments finis tétraédriques. L'interpolation polynomiale utilisée est d'ordre un. Le pas de temps est de 15 s pour une durée totale de simulation de 3600 s. Près de 45 mn sont nécessaires au calcul par une station fonctionnant à 99% de la puissance de son processeur (500 MHz).

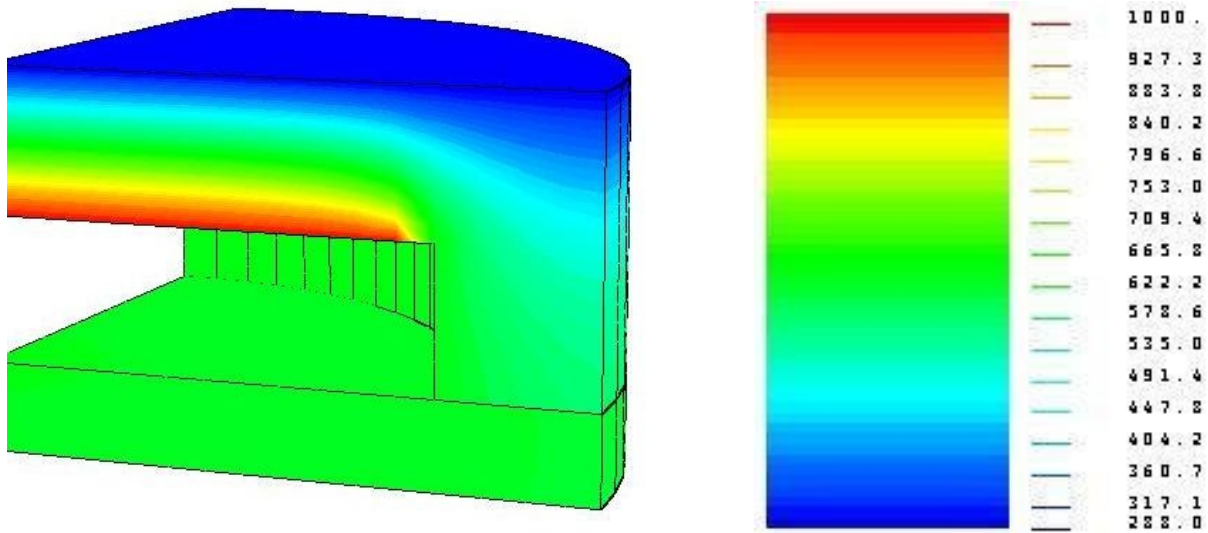


Figure III.18 : Champ de température final dans le domaine (gauche) et légende (droite).

La figures III.18 présente la répartition de la température en couleurs thermiques du domaine étudié à l'instant final (3600 s). En rouge, on distingue la frontière du domaine où la résistance chauffante est située, la zone bleu permettant de visualiser le refroidissement de la face supérieure de la céramique. celle-ci est soumise à un fort gradient de température entre ces deux frontières ($\Delta T \approx 700$ K). En outre, les isothermes sont discontinues au niveau du contact entre céramique et porte-substrats; elles sont représentatives présence de la résistance thermique de contact.

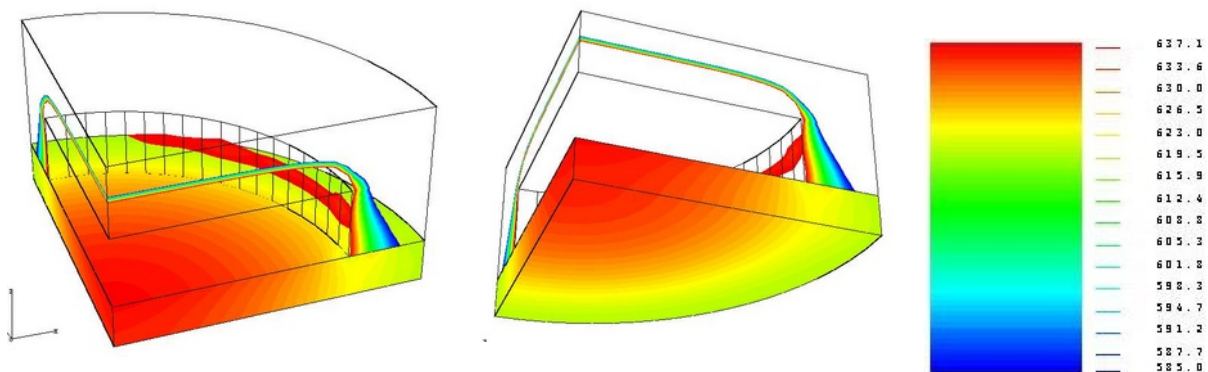


Figure III.19 : Champ de température final du porte-substrats, vue de dessus (gauche), vue de dessous (milieu) et légende (droite).

Au niveau du porte-substrats (figure III.19), la température est plus élevée au centre. On constate que dans la zone de contact thermique imparfait avec la céramique, la température

chute de près de 30 K (zone verte/jaune localisée sur la périphérie) alors que le gradient en surface est peu élevé du centre jusqu'à 25 mm de rayon (hors contact).

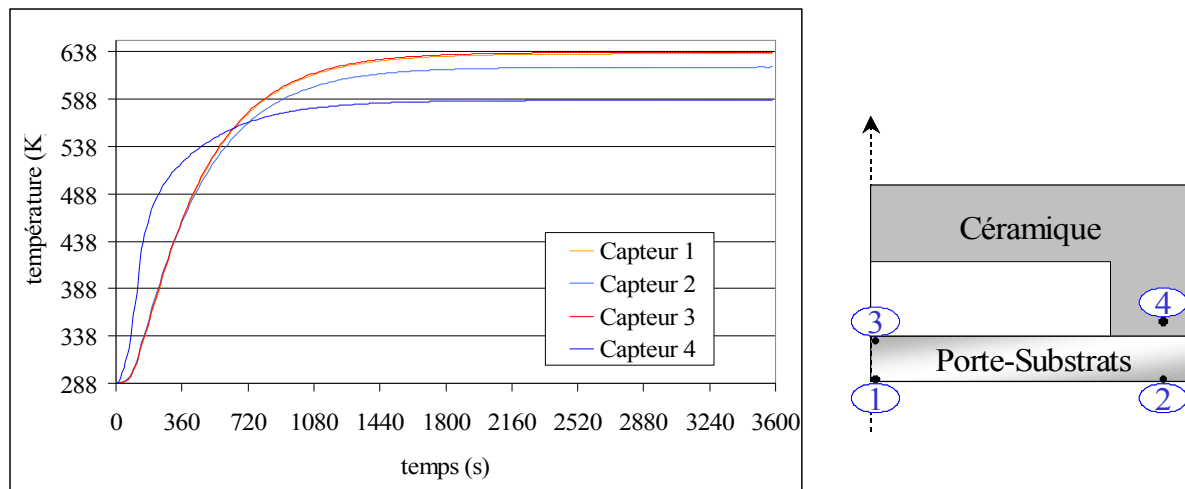


Figure III.20: exemple d'évolution de la température sur 4 nœuds du maillage.

La figure III.20 montre l'évolution de la température en fonction du temps pour quatre nœuds du maillage. L'emplacement de ces points a été, dans ce cas, choisi afin de connaître les gradient longitudinaux et transversaux et la température finale. La température aux nœuds de mesure atteint 95% de la température finale en près de 20 mn pour le porte-substrats (capteurs 1-2-3) et près de 15 mn pour le capteur situé dans la céramique (capteur 4). Les capteurs 1, 2, 3 et 4 atteignent respectivement la valeur finale de 635,7K, 621,7K, 637,3K et 586,7K. Un écart inférieure à 2K est observé dans l'épaisseur ($e \sim 5mm$) et de l'ordre de 24K entre le centre et rebord ($d_{13} \sim 30mm$).

3.6 Validité du modèle thermique : comparaison entre la résolution numérique et les mesures expérimentales

Toujours dans le cas porte-substrats éteint / plasma éteint, des mesures expérimentales de température ont été réalisées pour comparaison avec les résultats numériques. Notons que pour toutes les mesures expérimentales, les contraintes techniques liées aux dimensions réduites du système de chauffage ont rendu difficile l'accessibilité des différentes zones de mesures (faibles diamètres et longueurs importantes de perçage pour les thermocouples

(forêts de diamètre 1mm, longueur de perçage 20 mm, durcissement de l'acier après plusieurs chauffes à près de 700 K).

La figure III.21 montre une de ces mesures expérimentales pour le cas de 4 thermocouples insérés dans le dispositif comme indiqué sur la figure. Ces évolutions temporelles correspondent à une accumulation de plusieurs mesures réalisées dans les mêmes conditions expérimentales : pression de travail 0.1 torr, puissance de l'élément chauffant fixée à 60% de la puissance maximum (imposée par le boîtier PID hors mode régulation), écoulement d'argon pur à 6.8 NI/h.

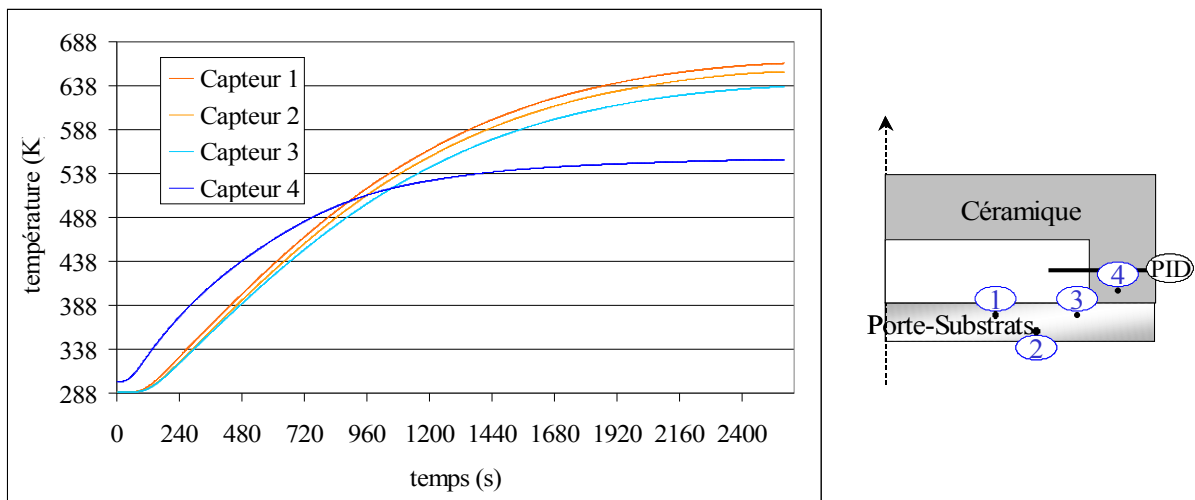


Figure III.21 : Mesures de température expérimentales et emplacements choisis des thermocouple

On constate un grand écart de température, à l'instant final, entre le capteur 4 (situé dans la céramique) et les 3 capteurs positionnés dans le porte-substrats (environ $80 - 100\text{ K}$ d'écart). Les températures finales, respectivement des capteurs 1, 2 et 3, sont de 663 K , 653 K et 636 K , la température finale du capteur 4 étant elle de 553 K . Lors des dix premières minutes, la température de la céramique est plus élevée que la température du porte-substrats. De plus, la durée de montée en température (zone dynamique) du capteur positionné dans la céramique est d'environ 25 mn alors qu'elle est de l'ordre de 33 mn pour les capteurs situés dans le porte-substrats.

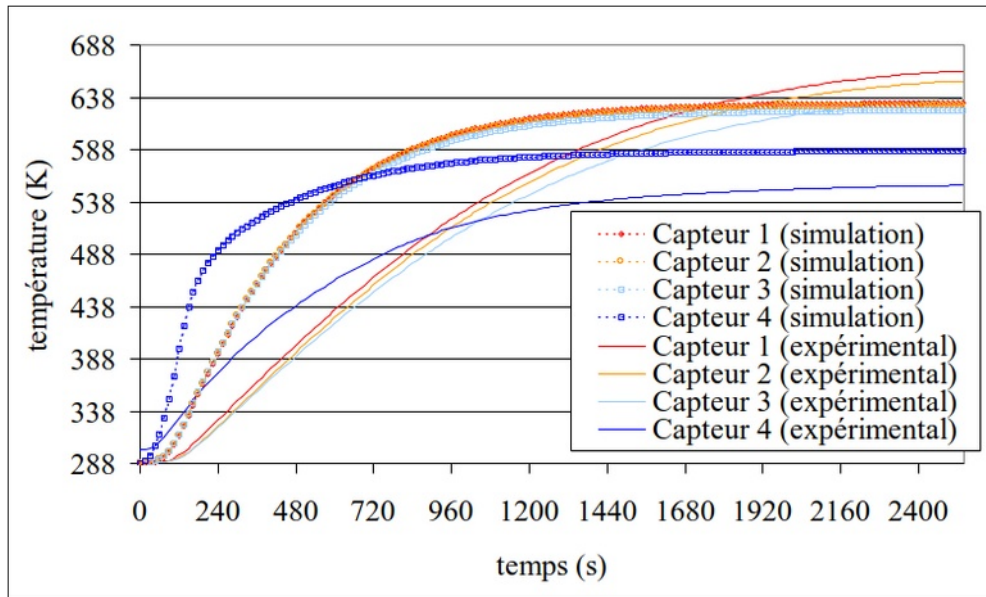


Figure III.22 : Comparaison entre les mesures expérimentales et les mesures calculées numériquement.

Finalement, la *figure III.22* montre la comparaison entre les mesures expérimentales (capteurs expérimentaux : *figure III.21*) et les mesures calculées (points de simulation). On peut faire trois constats sur cette première comparaison :

- On observe, que ce soit en simulation ou sur les mesures expérimentales, un écart important sur la dynamique thermique des deux domaines (céramique / porte-substrats).
- L'écart entre simulation et expérience sur la température finale (régime quasi-stationnaire) est de l'ordre de $20K$ pour les capteurs du porte-substrats et de $30K$ pour la céramique; les températures simulées dans le porte-substrats étant sous estimées tandis qu'elles sont surestimées dans la céramique.
- En revanche la répartition thermique au sein du porte-substrats est conservée (centre plus chaud que la périphérie) bien que l'écart de température entre le centre et le bord soit de l'ordre de $40K$ pour les mesures expérimentales et de $25K$ pour les mesures simulées. De la même façon, on observe aussi une température plus élevée dans la céramique en début de simulation ainsi que dans l'expérience.

Le comportement thermique de l'ensemble porte-substrats/céramique est donc similaire dans les deux cas (simulation et expérience). La structure du modèle ne semble donc pas

erronée. Dans le but de caler au mieux modèle et expérience, une étude des paramètres utilisés dans la simulation doit être faite afin de limiter, d'une part, la sous-estimation du champ de température, et d'autre part, le problème de dynamique thermique.

4. Conclusion

Ce chapitre est consacré au procédé sur lequel ont été menées les études. Après avoir décrit brièvement la PACVD et les particularités inhérentes au plasma froid que cette technique de dépôt de couches minces utilise, on insiste sur la nécessité de décrire l'état thermique de la surface; c'est en effet un des paramètres fondamentaux d'élaboration. Compte tenu de la difficulté d'accéder directement à la température de surface, du fait de la présence du plasma de décharge, cette description passe par la mise en place d'un modèle thermique. Le modèle choisi fait appel à différentes hypothèses et choix tels la réduction du domaine d'étude composé uniquement des substrats, porte-substrats et de la céramique d'isolation du procédé. La méthode numérique de résolution du système d'EDP du problème thermique dit direct fait appel à une discrétisation spatiale basée sur la méthode des éléments finis.

Lorsque les paramètres d'entrée du modèle thermique sont connus précisément, la résolution du système d'équations aux dérivées partielles non linéaires est représentative de l'évolution du système réel lorsqu'il est soumis aux mêmes conditions thermiques. La solution est unique et à chaque instant t elle décrit l'état thermique du domaine. Lorsqu'un ou plusieurs paramètres d'entrée du modèle sont inconnus ou que l'incertitude sur leur valeur est grande, il devient impossible de prédire l'état thermique du domaine considéré et ce quel que soit l'instant t . De plus, dans le cas considéré, certaines hypothèses d'uniformité de la température de chauffe et de refroidissement sur les frontières de la céramique sont restrictives. On doit donc évaluer l'effet de l'incertitude de ces paramètres sur les résultats de simulation par comparaison avec les données expérimentales. Une analyse de sensibilité du modèle thermique peut permettre d'estimer ces effets et de comprendre la raison des différences observées entre mesures expérimentales et calculs.

Une analyse classique consisterait à étudier un à un l'effet de chaque paramètres d'entrée sur les réponses du modèle thermique (température finale, écart de température en surface et en profondeur, temps de stabilisation à 95% de la valeur de la température finale par exemple). Une telle analyse serait longue du fait du nombre élevé de paramètres utilisés pour le modèle. Les méthodes de planification d'expériences sont moins coûteuse en temps de calcul.

Le chapitre suivant (chapitre 4) montre l'utilisation de la planification d'expériences pour évaluer l'influence de l'incertitude des paramètres utilisés sur les réponses du modèle thermique. Une telle analyse permet d'étudier la validité du modèle (convergence vers une solution réaliste...) et donc ses hypothèses de bases. La planification d'expériences numériques s'avère être une méthode d'analyse de sensibilité performante pour débroussailler efficacement un modèle mathématique possédant un grand nombre de paramètres.

Compte tenu du grand nombre de paramètres pris en compte dans le modèle thermique et de la complexité du procédé due à présence de la décharge plasma, cette méthode est appliquée au cas simplifié porte-substrats éteint / plasma éteint. Elle permet de montrer l'importance de la connaissance de paramètres fondamentaux tels que le coefficient d'émissivité du porte-échantillons, intervenant dans les échanges radiatifs, et le coefficient d'échange convectif. Une démarche expérimentale visant à séparer les deux effets (mesures sous conditions radiatives puis radiatives/convectives) couplée à une méthode inverse de résolution (méthode du gradient conjugué décrite au chapitre 2), permet d'identifier les coefficients h et ε du modèle thermique : elle fait l'objet du chapitre 5. Finalement, l'identification indépendante de ces deux termes d'échange thermique permet d'étudier le cas réel du procédé avec plasma. Compte tenu des spécificités liées à la décharge, il est traité dans le dernier chapitre (chapitre 6).

Chapitre 4 :

Analyse de sensibilité du modèle

Les premiers plans d'expériences ont été principalement utilisés en agronomie dans les années trente. Après la seconde guerre mondiale, ils ont connu un essor dans divers domaines : chimie, industrie métallurgique, industrie agro-alimentaire ... La planification d'expériences a été appliquée dans l'industrie afin d'organiser au mieux l'étude de procédés complexes pour lesquels les modèles de connaissance faisaient défaut. Réduction de la charge expérimentale, choix raisonné des essais à effectuer, prise en compte des erreurs de mesures et de dérives font partie des aspects les plus importants de cette méthode. Plus récemment, l'application des plans d'expériences au domaine de la simulation numérique est une alternative à une analyse classique de sensibilité lorsqu'il y a de nombreux paramètres à étudier. Au cours de ce chapitre, la planification d'expériences numériques (puisqu'elle est appliquée à l'analyse d'un modèle mathématique et non d'un procédé) est développée pour analyser l'influence de l'incertitude des paramètres du modèle thermique sur le comportement thermique du porte-substrats « école » et de la céramique.

1. Planification d'expériences : application et méthode

1.1. Pourquoi utiliser un plan d'expériences ?

Tout d'abord utilisés dans l'agriculture pour améliorer le rendement des récoltes (et donc des exploitations agricoles), les plans d'expériences se sont, après la seconde guerre mondiale, développés dans l'industrie. Les enjeux économiques industriels ont trouvé dans les plans d'expériences, une méthode « astucieuse », basée sur une analyse statistique rigoureuse des résultats et une organisation des expériences où les paramètres du processus à étudier sont traités de manière à limiter les nuisances dues aux erreurs de mesures ainsi que le nombre d'expériences à effectuer [66-BOX87].

Les plans d'expériences sont généralement appliqués sur des processus impliquant un nombre élevé de paramètres opératoires rendant difficile la compréhension et l'analyse des relations entrées-sorties. L'approche classique (car intuitive) qui consiste à étudier l'effet de chacun des paramètres indépendamment les uns des autres a pour conséquence de masquer les interactions. En outre, l'effet des erreurs de mesures, dont on se sert pour estimer l'influence des facteurs, est optimisé (minimal) par la mise en œuvre d'un plan d'expériences. Un attrait supplémentaire est la possibilité de relier par un modèle mathématique simple (souvent polynomial) les paramètres d'entrée aux sorties. La modélisation est en général plus facile à utiliser mais elle n'est a priori valable que pour le domaine expérimental dans lequel est construit le plan d'expériences. Les champs d'application sont diversifiés, ils peuvent être aussi bien utilisés pour optimiser la géométrie de poutres métalliques par rapport à des essais de traction, de flexion ou de torsion [67-TRYL00] ou bien pour estimer la durée de vie de pièces d'un procédé dans l'industrie du plastique [68-DOWE98].

Pour les procédés chimiques d'élaboration de matériaux, une compréhension globale des phénomènes est difficile car elle met en jeu des phénomènes à des échelles différentes : microscopique et macroscopique. Dans ce cadre, différents travaux peuvent être cités :

- Dans [69-LEE99] le mécanisme de gravure ionique de matériaux sous plasma à forte densité ionique est modélisé en fonction de la densité ionique et du potentiel plasma.
- En synthèse de matériaux, la vitesse de croissance de couches minces, la composition ou les propriétés de la couche mince font généralement partie des sorties du procédé que l'on veut contrôler. L'établissement de relations simples et fiables entre les paramètres expérimentaux et les caractéristiques du matériau produit a été réalisé à l'aide de plans d'expériences pour la situation présentée dans [70-BUCH97].

Lorsque le procédé physique est remplacé par un outil numérique permettant de relier entrées et sorties par des relations faisant intervenir des paramètres, on peut envisager une planification d'expériences numériques. En effet, l'analyse des modèles mathématiques complexes où interviennent de nombreux paramètres est souvent difficile. Une étude de sensibilité classique consiste à étudier l'effet d'un paramètre sur la réponse du modèle. Lorsque ce dernier possède de nombreux paramètres, une étude de sensibilité complète est *gourmande* en temps de calcul, en programmation, en analyse ... Planifier une étude du

modèle mathématique peut conduire à diminuer le nombre de simulations à réaliser tout en délivrant des informations exploitables. Les modèles étant résolus numériquement, certains auteurs désignent cette approche par plan d'expériences numériques (PEN) ou plan numériques (PN). Les applications en simulation étant relativement récente, on trouve encore assez peu de littérature à ce sujet. Dans [71-BAIL01], un modèle validé par des résultats expérimentaux est étudié par la méthode des PEN pour observer et appréhender l'évolution de la cicatrisation d'une fracture osseuse selon la valeur de certains paramètres (ce type d'étude n'étant pas réalisable *in vivo*). Récemment, les PEN ont été mis en œuvre afin de comparer plusieurs modèles de transferts radiatifs intervenant dans la photosynthèse des plantes afin de vérifier leur comportement pour différents jeux de paramètres et ainsi de valider un modèle [72-BACO02]. Dans [73-NOOR03], un modèle de prédiction de propagation de maladie infectieuse chez les animaux a pu être validé sans avoir recours à des expérimentations trop coûteuses en temps (étude portant sur des décennies). Dans le domaine de l'optimisation de procédés, on peut citer les travaux de [74-LIU02] portant sur le formage de tôle en acier. Dans cette situation, un logiciel aux éléments finis a été utilisé pour prédire le comportement du système et prévenir le phénomène de fissuration et de craquement de la tôle. Dans certains cas, la compréhension de phénomènes complexes par la modélisation peut être secondée par la planification d'expériences afin de mettre en évidence l'interactions de deux paramètres ou plus [75-SPUZ97, 73-NOOR03] suite à quoi la proposition d'un modèle plus simple ou de type boîte noire peut être faite.

L'analyse de sensibilité d'un modèle mathématique par rapport aux paramètres le constituant, est très importante. Son but est d'évaluer l'influence des paramètres du modèle sur l'ensemble des réponses (sorties) de ce modèle. Ceci est essentiel afin de prédire le comportement du système réel modélisé ou d'invalider le modèle pour certaine variation des paramètres. Les plans d'expériences se révèlent être une alternative à une analyse classique de sensibilité. Très proche du cadre de notre étude, on peut se référer à [76-AUTR99] où un modèle thermique est étudié afin d'estimer le ou les paramètres dont la plage d'incertitude invalide les résultats de simulation pour un procédé de traitement de surface par voie solaire. Ainsi, l'expérimentateur sait sur quel paramètre porter son attention afin de disposer d'un modèle thermique fiable.

Dans ce chapitre, la méthode des plans d'expériences numériques est utilisée pour évaluer l'effet de l'incertitude sur la valeur des paramètres constituant le modèle thermique.

Le nombre de paramètres à étudier étant élevé et leur incertitude assez peu connue, on a cherché à déterminer sur quels paramètres il faut faire porter les efforts d'identification afin d'espérer décrire au mieux les évolutions de température du porte-substrats « école ». La méthodologie des plans d'expériences est brièvement expliquée dans le paragraphe suivant. Il permet de présenter le plan d'expérience numérique utilisé pour étudier le modèle thermique par rapport à l'incertitude des paramètres le constituant.

1.2. *La planification d'expériences : principe et méthode*

Quand on étudie un procédé expérimental, plusieurs interrogations surviennent : quels facteurs (paramètres) ont une influence significative sur les sorties ? Que vaut cette influence ? Y a-t-il des interactions entre paramètres ? Lorsque l'influence de chaque paramètre est quantifiée, existe-t-il une modélisation entre les réponses et les facteurs ? Lorsque cette modélisation est établie, quelles sont les configurations optimales (comment régler les facteurs) ?

Pour répondre à ses questions, il est nécessaire de disposer de données et donc de réaliser plusieurs expériences. Ces expériences fournissent des réponses que l'on obtient avec une certaine erreur (bruit de mesure, procédé non idéalement reproductible, perturbations, ...). A partir de ces données plus ou moins faussées, on déduit quels facteurs sont influents, l'existence d'interactions non négligeables, un modèle, ... Il convient d'établir une planification d'expériences qui soit optimale, c'est-à-dire que les informations déduites des résultats des expériences soient les moins possibles entachées d'erreur.

L'exemple le plus cité dans la littérature *pédagogique* des plans d'expériences est la détermination du poids de trois objets en quatre pesées avec une balance Roberval, la quatrième pesée permettant d'estimer la tare de la balance [77-SADO91]. La procédure naturelle consiste à évaluer la tare puis de peser un à un les objets, l'erreur commise à chaque mesure se répercutant lors du calcul de chacun des poids. Le plan optimal consiste au cours des quatre pesées à alterner les objets sur l'un et l'autre plateau de la balance, en ajoutant des masses pour rétablir l'équilibre. L'erreur sur chacune des mesures est bien évidemment la même que précédemment, mais lors du calcul des poids des chacun des objets l'incertitude est divisée par quatre par rapport à la démarche naturelle. On montre aussi que c'est l'incertitude

minimale que l'on peut obtenir dans cette situation et on parle de plan optimal. Mathématiquement le plan optimal se traduit par une matrice X possédant N lignes, chaque ligne correspondant à une expérience à réaliser, et k colonnes pour les k paramètres dont on veut étudier les effets. Pour les plans où tous les facteurs varient entre deux niveaux, la matrice est remplie de chiffres $+1$ et -1 traduisant une valeur haute et basse (respectivement) du paramètre à étudier. La valeur 0 est attribuée à la valeur de référence du paramètre. La matrice est dite optimale si elle vérifie le critère d'Hadamard qui est le suivant : pour atteindre en N expériences la variance (et donc l'incertitude) minimale, la matrice X associée au plan d'expériences doit vérifier la relation : $X^T X = NI_N$ où X^T est la transposée de la matrice X et I_N la matrice unité de dimension N .

Les plans d'expériences les plus simples à manipuler sont les plans factoriels à deux niveaux. Deux niveaux, $+1$ et -1 sont affectés au paramètre (ou facteur) dont on veut connaître l'influence. Les deux niveaux, $+1$ et -1 , sont déterminés autour d'une valeur de référence de niveau 0 . Les valeurs $+1$ et -1 déterminent les bornes du domaine d'étude du plan d'expériences. Les conditions opératoires de chaque essai sont décrites dans la « matrice des essais » ou matrice d'expériences (qui est une matrice optimale au sens d'Hadamard).

Par exemple, l'étude de 2 facteurs (A et B) à deux niveaux conduit à une matrice d'essais d'ordre $2^2 = 4$ lignes et 3 colonnes pour les facteurs. Les effets de chaque facteur sont calculés en affectant la valeur $+1$ ou -1 à la réponse obtenue lors de chaque essai, la somme obtenue est divisée par le nombre d'expériences, l'effet moyen d'un facteur sur la réponse est ainsi établi. Les interactions entre facteurs sont établies en calculant l'effet moyen du facteur A pour le niveau -1 du facteur B , puis pour le niveau $+1$ du facteur B . Si l'effet moyen est le même dans les deux cas alors il n'y a pas d'interaction entre A et B . La colonne des interactions entre facteurs est obtenue en multipliant ligne par ligne les colonnes des deux facteurs. La réponse moyenne est calculée en ajoutant la colonne I remplie de $+1$ et en affectant cette valeur à la réponse, ligne par ligne, puis en divisant par le nombre d'essais, la réponse moyenne est obtenue. La matrice d'essais est alors complète et optimale. Ainsi à partir de 4 essais, on a pu obtenir 4 données (mesures) dont on a déduit 4 informations (effet de A , effet de B , interaction AB et moyenne).

	A	B	$A.B$	$I (Moyenne)$	Y
Essai 1	-1	-1	+1	+1	Y_1
Essai 2	+1	-1	-1	+1	Y_2
Essai 3	-1	+1	-1	+1	Y_3
Essai 4	+1	+1	+1	+1	Y_4

En généralisant à k facteurs, la matrice des essais comporte 2^k lignes et colonnes où les colonnes permettent de calculer les effets de chaque facteur, les interactions multiples entre chaque facteur et la réponse moyenne. Dans les plans factoriels complets à deux niveaux, le nombre d'expériences à réaliser est de 2^k . Ainsi, le nombre d'expériences croît exponentiellement avec le nombre de facteurs. Il est essentiel de ne retenir que les facteurs qui sont susceptibles d'avoir un rôle et d'avoir une bonne connaissance du processus à analyser peut s'avérer indispensable.

Afin de diminuer le nombre d'expériences, on considère que les interactions entre 3 facteurs sont rarement observées et entre plus de 3 facteurs sont physiquement peu réalistes. Ainsi, pour une étude où 5 facteurs (à deux niveaux) seraient susceptibles d'être influents, le plan complet amènerait à effectuer $2^5 = 32$ essais dont on déduirait 32 informations :

- les 5 effets de A, B, C, D et E ,
- les 10 interactions entre 2 facteurs,
- les 10 interactions entre 3 facteurs,
- les 5 interactions entre 4 facteurs,
- l'interaction entre les 5 facteurs,
- la moyenne des 32 essais.

Physiquement, on peut s'attendre à ce que les 16 interactions d'ordre élevés soient faibles ou nulles. Sur la base de cette information *a priori*, pourquoi surdéterminer le système ? Ainsi il suffit de n'effectuer que 16 expériences soient la moitié du plan complet (on parle alors de plan fractionnaire). Comment choisir le demi plan à réaliser tout en conservant une démarche optimale ? En conservant l'exemple des 5 facteurs, pour construire le plan $2^{5-1} = 16$, la démarche consistant à considérer le plan complet optimal 2^4 pour les facteurs A, B, C, D et à attribuer à la colonne d'interaction la plus élevée ($ABCD$) le facteur E . On dit que le facteur E et l'interaction $ABCD$ sont confondus ou « aliasés ». Cette relation

est essentielle pour déterminer par la suite, les alias qui en découlent avec les autres colonnes de la matrice. Ainsi si $E = ABCD$, on a aussi $I = ABCDE$ qui s'appelle le générateur d'alias et permet facilement d'écrire toutes les autres combinaisons : $A = BCDE$, $AB = CDE$, ... jusqu'à avoir 2 effets sur chacune des 16 colonnes. Après analyse des réponses, on vérifie que les interactions négligées pouvaient bien l'être en se référant à la physique de l'étude. Si ce n'est pas le cas on peut construire un plan factoriel fractionnaire complémentaire afin de séparer les effets aliasés.

On peut considérer plusieurs générateurs d'alias. Ainsi un plan factoriel complet à deux niveaux, où 8 facteurs doivent être étudiés, donnant lieu à $2^8 = 256$ essais peut être réduit à $2^{8-3} = 2^5 = 32$ essais en prenant 3 générateurs d'alias. Dans ce cas, on aurait 8 effets aliasés dans chacune des colonnes.

La méthode des plans d'expériences numérique est appliquée dans ce qui suit au modèle mathématique établi dans le chapitre précédent en milieu gazeux sans plasma. Une analyse de sensibilité classique conduirait à un nombre d'essais trop important. Le plan d'expériences numériques qui permet d'obtenir des informations exploitables en un nombre relativement faible de simulations est décrit dans le paragraphe suivant.

2. La planification d'expériences numériques appliquée à l'analyse du modèle thermique

2.1. Choix du plan d'expériences numériques

Le modèle thermique établi au chapitre précédent est rappelé afin de déterminer les paramètres (facteurs) dont l'incertitude peut s'avérer rédhibitoire pour la validité du modèle thermique. Le choix des facteurs susceptibles d'influer sur les réponses retenues est la première étape avant l'établissement du plan d'expériences. Le nombre de facteurs conditionne la forme du plan d'expériences : plan factoriel complet (nombre de facteurs peu élevé) ou plan factoriel fractionnaire (nombre de facteurs élevé). Le système d'équations aux dérivées partielles non linéaire régissant l'évolution thermique dans le domaine d'étude (voir *figure III.15* pour la description des domaines et des frontières) est le suivant, dans le cas du porte-substrats école et sans milieu plasma :

$$\rho C^i(\theta) \frac{\partial \theta(x,t)}{\partial t} - \operatorname{div}(\lambda^i(\theta) \vec{\operatorname{grad}}(\theta(x,t))) = 0 \text{ dans } \Omega^i \times T$$

$$\theta(x,t=0) = \theta_0 \text{ dans } \Omega$$

$$\lambda^i(\theta) \frac{\partial \theta(x,t)}{\partial n} + h(\theta)\theta(x,t) = h(\theta)\theta_{\text{gaz}} - \varepsilon^i(\theta)\sigma(\theta(x,t)^4 - \theta_{\text{gaz}}^4) \text{ sur } \Gamma_1^i \times T$$

$$\theta(x,t) = \theta_f = \text{cste sur } \Gamma_2 \times T$$

$$\theta(x,t) = \begin{cases} \frac{(\theta_c - \theta_0)}{120}t + \theta_0 = \text{cste} & \text{sur } \Gamma_3 \times (0 \leq t \leq 120) \\ \theta_c = \text{cste} & \text{sur } \Gamma_3 \times (120 \leq t \leq T_f) \end{cases}$$

$$\lambda^i(\theta) \frac{\partial \theta(x,t)}{\partial n} = -\varepsilon^i(\theta)\sigma(\theta(x,t)^4 - \theta_c^4) \text{ sur } \Gamma_4^i \times T$$

$$\lambda(\theta) \frac{\partial \theta(x,t)}{\partial n} + \frac{1}{R_{\text{thc}}(\theta)}\theta(x,t)^2 = \frac{1}{R_{\text{thc}}(\theta)}\theta^1 \text{ sur } \Gamma_5 \times T$$

Les quatorze paramètres suivants : ρ_{ac} , C_{pac} , ρ_{st} , C_{pst} , λ_{ac} , λ_{st} , θ_0 , θ_{gaz} , h , ε_{ac} , ε_{st} , θ_f , θ_c , R_{thc} sont dénombrés dans le modèle thermique. Un plan factoriel complet comporterait $2^{14} = 16384$ essais. De toute évidence, une réduction à un nombre raisonnable d'essais s'impose. Il est nécessaire de définir les réponses (sorties) du modèle thermique qui nous intéressent. Le modèle thermique a été établi afin de reconstruire l'état thermique du domaine d'étude à n'importe quel instant t . La connaissance de la température finale (à l'état stationnaire), c'est-à-dire, juste avant la phase de déposition est fondamentale car il s'agit d'un paramètre clé du procédé de dépôt qui conditionne les propriétés mécaniques au travers de la composition chimique des couches minces de carbure de silicium. De plus, la valeur finale de la température peut être utilisée comme donnée d'entrée dans des logiciels de simulations de croissance de couche minces. Une seconde sortie qui doit être soigneusement évaluée est l'uniformité de la température en surface qui assure une composition chimique et des propriétés d'usage de la couche mince uniformes. De même, le gradient de température dans l'épaisseur est pris en compte. La dynamique du système est aussi une réponse à observer, il est souhaitable en effet de connaître à partir de quel instant la phase de dépôt peut être initiée (pour optimiser le temps de fonctionnement du réacteur). La réponse observée est le temps de réponse nécessaire pour atteindre 95% de la température finale. A partir de ces quatre réponses (température finale, gradient de température en surface, gradient de

température en profondeur, temps de stabilisation à 95%), une étude préliminaire de chacun des facteurs est faite.

Une remarque est à faire sur deux facteurs : la masse volumique ρ et la chaleur spécifique C_p de chacun des domaines : substrat (Acier) et céramique (Stumatite). Ces deux facteurs interviennent dans l'équation d'état de la conduction de la chaleur sous forme de produit de l'un par l'autre et le produit des deux ρC_p est considéré comme un seul facteur. On passe ainsi de quatorze facteurs à douze facteurs. Suite à cette remarque, nous pouvons entreprendre le classement des douze facteurs dans ce qui suit.

- ρC_{pac} ✓ Le facteur intervient, dans le modèle thermique, au niveau de la dérivée temporelle de la température. L'établissement du régime établi dépend de ce facteur. De plus, ce facteur étant un paramètre thermique de l'acier cela fait de lui un paramètre important.
- ρC_{pst} ✓ L'évolution thermique de la céramique pouvant influencer la dynamique du porte-substrats à cause de l'incertitude sur le contact thermique entre les deux domaines.
- λ_{ac} ✓ La conductivité de l'acier, elle caractérise le matériau à transmettre la chaleur et à réagir à une variation de chaleur. Ce facteur est un paramètre thermique clé du porte-substrats, c'est un facteur à prendre en compte.
- λ_{st} ✓ La conductivité de la céramique doit être prise en compte à cause de l'incertitude du contact thermique entre le porte-substrats et la céramique.
- θ_0 ✗ La température initiale dans les deux milieux. Elle est connue avec une bonne incertitude (éventuellement mesurée), de plus son effet sur le champ thermique est supposée faible car elle influence peu la dynamique, et pas du tout la température finale. Pour ces différentes raisons, C'est un facteur dont l'incertitude est supposée négligeable.
- h ✓ Il intervient dans les échanges par convection et doit être retenu.
- ε_{ac} ✓ Le coefficient d'émissivité de l'acier, il intervient dans tous les surfaces d'échanges du porte-substrats (dont celle en regard de la résistance chauffante). La température dans le porte substrat dépend de ce paramètre. Une valeur imprécise peut conduire à un champ de température totalement différent.
- ε_{st} ✓ Le coefficient d'émissivité de la céramique, du fait de la méconnaissance du

contact entre la céramique et le porte-substrats, on doit considérer ce paramètre. Son influence est méconnue sachant que l'incertitude sur sa valeur est importante.

- θ_{gaz} ✘ La température du milieu ambiant, c'est à dire la température de l'argon qui constitue le milieu ambiant. Elle est supposée être uniforme et invariable au cours du processus. Elle intervient dans les échanges convectifs (h) et les échanges radiatifs (ε_{ac} , ε_{st}). C'est un paramètre dont l'influence est liée à celle de h et de ε_{ac} , ε_{st} . Son incertitude ne fait pas l'objet d'une étude évaluation
- θ_f ✘ La température de l'eau circulant dans la canne de transfert permettant de refroidir la face arrière de la céramique. Sa méconnaissance est supposée n'avoir qu'une faible influence sur la température du porte-substrats. La forte température imposée sur la face interne de la céramique est présumée *inhiber* la température froide. L'effet le plus important est l'action chauffante.
- θ_c ✔ La température de chauffe, paramètre clé dans l'évolution thermique des deux domaines.
- R_{thc} ✔ La résistance thermique de contact entre le porte-substrats et la céramique, sa valeur est connue avec une forte incertitude, son action joue sur la dynamique et l'équilibre thermique entre les deux milieux solides.

Seulement 9 facteurs sont retenus. Il faudrait réaliser $2^9 = 512$ simulations ce qui n'est pas concevable. Une des caractéristiques des plans d'expériences est de considérer comme négligeables les interactions entre trois facteurs ou plus. Cette hypothèse est basée sur la physique des procédés étudiés. Pour cette étude, un plan d'expériences fractionnaire 2^{9-4} est proposé.

Avant de commencer le plan d'expériences numériques, un niveau de référence, par rapport auquel sont définis les niveaux haut et bas de chaque facteur doit être défini. Le niveau de référence est établi à partir de la simulation réalisée à la fin du chapitre précédent. Le tableau suivant reporte les valeurs des paramètres du modèle utilisées pour résoudre numériquement le système d'EDP non linéaire (S) caractérisant l'ensemble céramique et porte substrat.

Les données de référence de l'acier utilisées au niveau du porte-substrats école sont reportées dans le tableau suivant. L'incertitude sur la connaissance de la conductivité thermique, de la masse volumique et de la chaleur spécifique est d'environ $\pm 5\%$ d'après la littérature. Les niveaux haut et bas sont définis à partir de cette incertitude de $\pm 5\%$. Le coefficient d'émissivité de l'acier dépend du traitement de la surface de l'acier. Les hypothèses radiatives faites pour les échanges par rayonnement sont « grossières » : coefficient d'émissivité constant (quelle que soit la longueur d'onde, la direction spatiale et la température), pas de prise en compte des réflexions multiples des parois du réacteur sur l'acier. L'incertitude supposée sur le coefficient d'émissivité est estimée à $\pm 20\%$ pour tenir compte des approximations faites.

	k_{ac} $W.m^{-1}.K^{-1}$	ρC_{pac} $J.m^{-3}.K^{-1}$	ε_{ac}
Niveau 0	$443,6 + 0,14\theta$	$273K < \theta \leq 583,3K$	
	$0,0143\theta + 10,9$	$391,1 + 0,23\theta$	$583,3K < \theta \leq 773,3K$
		$275,1 + 0,38\theta$	$\theta > 773,3K$
Incertitude	$\pm 5\%$	$\pm 5\%$	$\pm 20\%$

Les paramètres thermophysiques de la céramique ont été fournis par le fabricant. Ils n'ont pu être vérifiés et une incertitude importante de $\pm 20\%$ est donc choisie. Même si le matériau dont est fait la céramique réfractaire, le fort choc thermique auquel elle est soumise par la présence de la résistance chauffante électrique peut modifier ses propriétés thermophysiques d'où le choix de cette marge d'incertitude plus importante que celle de l'acier.

	k_{st} $W.m^{-1}.K$	ρC_{pst} $J.m^{-3}.K^{-1}$	ε_{st}
Niveau 0	2,67	$2,1.10^6$	0,8
Incertitude	$\pm 20\%$	$\pm 20\%$	$\pm 20\%$

Les trois derniers paramètres du modèle thermique ne sont pas caractéristiques des domaines étudiés mais modélisent des échanges ; θ_C , h , R_{thc} sont connus avec des incertitudes très différentes. La température de la résistance chauffante est connue avec une précision de $\pm 5\%$, les fabricants assurent une bonne homogénéité de sa température ainsi

qu'une température proche de $1000K$ pour 60% de sa puissance d'alimentation. Le coefficient d'échange convectif et la résistance thermique de contact étant seulement estimés, nous avons choisi une incertitude de $\pm 50\%$ sur leur estimation sachant que l'amplitude de la plage d'incertitude reste alors raisonnable (voir tableau ci-dessous). Pour la résistance thermique de contact, la valeur a été estimée pour une « épaisseur de contact » de $0,1\text{ mm}$ entre la céramique et le porte-substrats, valeur classique du fait de la précision d'usinage de telles pièces.

	θ_c K	h $W.m^{-2}.K$	R_{thc} $W^{-1}.m^2.K$
Niveau 0	1000K	$0,5 * (\theta - 288)^{\frac{1}{3}}$	0,0056
Incertitude	$\pm 5\%$	$\pm 50\%$	$\pm 50\%$

Les réponses observées ont été présentées précédemment, lors de la sélection des facteurs. La température finale du porte-substrats, la dynamique du système et les gradients en surface et dans l'épaisseur sont les réponses étudiées. Le choix des points de mesure (nœud du maillage dont on relève l'évolution de la température au cours du temps) dépend des réponses observées.

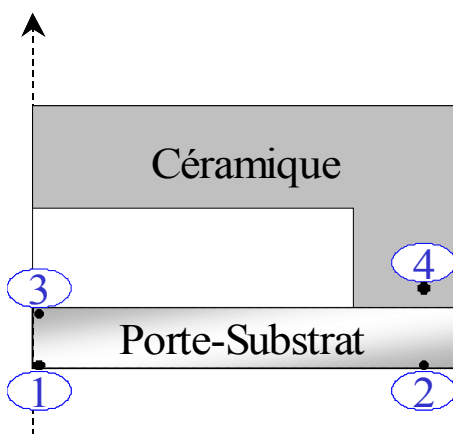


Figure IV.1 : Emplacement des points de mesure pour le plan d'expérience numérique.

Pour estimer le gradient en surface, deux points de mesure ont été pris : un au centre de la surface à déposer (C1) et un sur le bord de la même surface (C2). Pour évaluer le gradient dans l'épaisseur, un autre point est disposé sur la face soumise au rayonnement de la résistance chauffante (C3). Un autre point est placé dans la céramique, près de la surface en contact avec le porte-substrats, afin d'observer le saut de température entre la céramique et le

porte-substrats (C4). L'emplacement des points de mesure et l'évolution de la température pour le niveau de référence (niveau 0) sont reportés sur la figure IV.1 suivante.

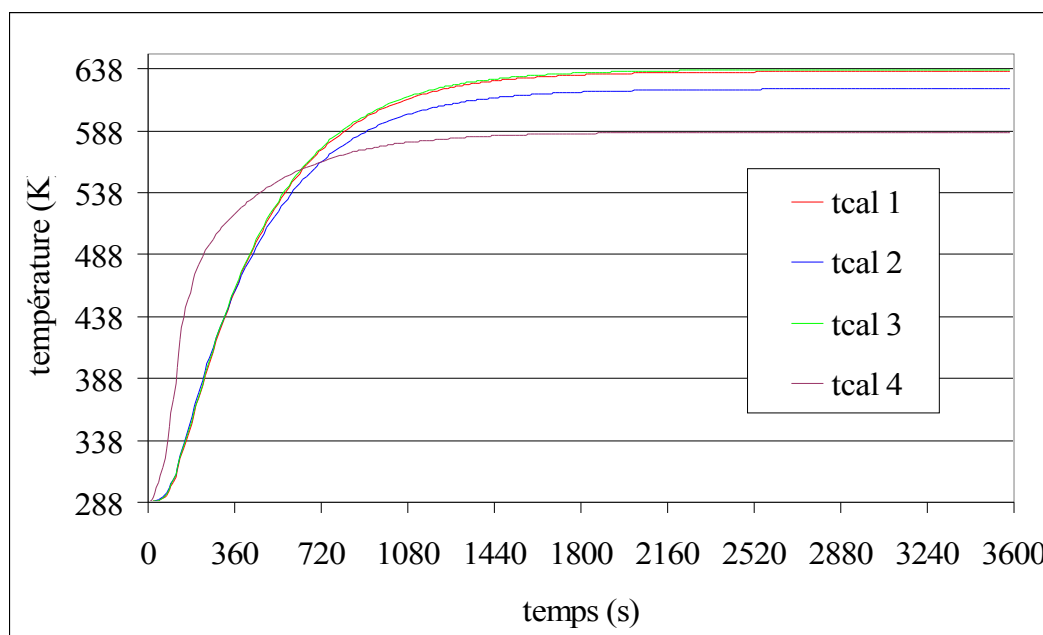


Figure IV.2 : Evolution de la température aux quatre points de mesure pour la simulation de référence.

Les valeurs pour la température finale et la dynamique aux quatre capteurs sont présentées dans le tableau suivant. La différence de température entre le centre et la périphérie du porte-substrats est d'environ $14K$ tandis que dans l'épaisseur, cet écart est inférieur à $2K$ (vu au chapitre III). L'équilibre thermique (temps de stabilisation à 95%) est obtenu au bout de $20min$ pour les trois points de mesure dans le porte-substrats, environ $15mn$ pour le point dans la céramique.

	C_1	C_2	C_3	C_4
$\theta_{finale} \quad (K)$	635,7	621,7	637,3	586,7
$t_{95\% \text{ de } \theta_{finale}} \quad (s)$	1170	1155	1170	885

Les gradients en surface et dans l'épaisseur sont calculés dans le tableau suivant. Les gradients de température sont estimés en faisant le rapport de l'écart de température sur la distance séparant les deux capteurs considérés. Le gradient dans l'épaisseur est plus faible que le gradient surfacique.

	$\frac{\Delta\theta_{3-1}}{0,005}$	$\frac{\Delta\theta_{1-2}}{0,035}$
Gradient (K/m)	311	468,2

2.2. Résultats du plan d'expériences numériques

Le premier tableau expose les effets moyens de l'incertitude de chaque facteur sur la température finale aux quatre points de mesure (les valeurs écrites en gras sont les effets les plus importants en chaque points). Trois facteurs ont une incertitude qui influe fortement sur la température finale : la plus influente est l'incertitude sur la température de la résistance chauffante dont l'effet moyen est d'environ $41K$ pour le porte-substrats ce qui signifie que lorsque la température de chauffe varie de $\pm 5\%$, la méconnaissance de la température au centre du porte-substrats est de $\pm 40 K$.

	C_1	C_2	C_3	C_4
θ_C	41,7	40	42	30,2
λ_{ac}	0	0,5	-0	-0
$\rho C p_{ac}$	-0	-0	-0	-0
ε_{ac}	16,1	14,2	16,4	1,7
λ_{st}	-4,5	-4,9	-4,5	-12,1
$\rho C p_{st}$	-0,9	-0,9	-0,9	0
ε_{st}	3,5	3,7	3,5	11,3
h	-18,8	-18,9	-18,7	-3,4
R_{thc}	8,2	9	8,2	-2,7

Tableau IV.1 : Effet de l'incertitude des paramètres sur la température finale.

Deux facteurs ont une incertitude dont l'effet moyen est relativement important, il s'agit de l'émissivité de l'acier ε_{ac} et du coefficient d'échange convectif h . Comme pour la température de la résistance électrique chauffante, les incertitudes ont plus d'influence sur la

température du porte-substrats que sur celle de la céramique. Les incertitudes sur la conductivité thermique et l'émissivité de la céramique ont un effet moyen assez faibles. La conductivité de la céramique lorsqu'elle augmente de 20% (passant de $2,67 W / m / K$ à une conductivité de $3,2 W / m / K$) fait décroître la température au sein du porte-substrats de près de $4,5K$. A contrario, un accroissement de l'émissivité de la céramique tend vers une légère augmentation de la température au sein des deux milieux (cette augmentation étant plus importante pour la céramique). On peut juger ainsi qu'une variation de ces propriétés dans leur plage d'incertitude peut modifier très légèrement (de quelques degrés) la température du porte-substrats. Un accroissement de la résistance thermique de contact (qui se traduirait par une plus grande distance entre la céramique et le porte-substrats) provoque une élévation de la température du porte-substrats de près de $8K$. En dégradant le contact entre la céramique et le porte-substrats on empêche les transferts de chaleur et donc le refroidissement du porte-substrats par la céramique qui a une température plus faible. Enfin, l'incertitude des 3 facteurs : λ_{ac} , ρCp_{ac} et ρCp_{st} a un effet moyen inférieur à $1K$.

	C_1	C_2	C_3	C_4
θ_c	-59	-59	-60	-30,9
λ_{ac}	2,1	2,8	1,8	0,9
ρCp_{ac}	39,6	40,3	40	18,4
ε_{ac}	-93,4	-92,1	-94,3	-28,4
λ_{st}	-8,4	-9	-8,1	-46,5
ρCp_{st}	-2,1	-2,8	-2,5	10,9
ε_{st}	-9,6	-9,6	-9,3	-25,9
h	-30,9	-29,6	-30	-30,9
R_{thc}	104,6	107,8	104,3	-84

Tableau IV.2 : Effet de l'incertitude des paramètres sur le temps de stabilisation.

La seconde réponse retenue est le temps de stabilisation, *tableau IV.2*. Le critère étudié est le temps mis par la température en chaque points de mesure pour atteindre 95% de la valeur de la température finale. Les incertitudes de trois facteurs ont un effet important : θ_c ,

ε_{ac} et R_{thc} . Deux autres facteurs présentent une incertitude qui a un léger effet : ρCp_{ac} et h . Parmi ces 5 facteurs, trois d'entre eux, θ_c , ε_{ac} et h font décroître le temps de stabilisation lorsqu'ils passent au niveau supérieur tandis que les deux derniers, ρCp_{ac} et R_{thc} font accroître le temps de stabilisation. Les deux facteurs dont l'incertitude est la plus influente sont l'émissivité de l'acier ε_{ac} et la résistance thermique de contact avec un effet moyen respectif de l'ordre de $-90s$ et $+105s$ pour le porte-substrats. L'effet moyen de l'incertitude sur la température de l'élément chauffant est de $+60s$ pour le porte-substrats, ainsi lorsque la température de l'élément chauffant augmente de 5% , le porte-substrats met près d'une minute de plus pour atteindre le temps de stabilisation. Les quatre facteurs restant, λ_{ac} , λ_{st} , ρCp_{st} et ε_{st} ont des effets moyens inférieurs à $\pm 10s$.

Les deux dernières réponses du plan d'expériences numériques concernent le gradient thermique en surface et dans l'épaisseur du porte-substrats, *tableau IV.3*.

	$\frac{\Delta\theta_{2-1}}{0,005}$	$\frac{\Delta\theta_{1-3}}{0,035}$
θ_c	51,2	58,3
λ_{ac}	-15,4	-19,6
ρCp_{ac}	0	-1,7
ε_{ac}	54	64,7
λ_{st}	0,48	11,25
ρCp_{st}	0	0,75
ε_{st}	-0,29	-7,21
h	18,44	2,92
R_{thc}	-0,91	-26,15

Tableau IV.3 : *Effet de l'incertitude des paramètres sur les gradients de température.*

Deux facteurs se distinguent, la température de la résistance chauffante θ_c et le coefficient d'émissivité de l'acier ε_{ac} . Tous deux font accroître la température lorsqu'il passent du niveau 0 au niveau +1. Les incertitudes de ces deux facteurs ont des effets

moyens comparables. Entre les deux niveaux -1 et $+1$ la conductivité thermique de l'acier à un effet contraire, bien moins important que les deux premiers, mais elle fait diminuer les gradients thermiques en surface et dans l'épaisseur du porte-substrats. Le dernier facteur qui a un effet notable sur le porte-substrats est le coefficient d'échange convectif qui accroître le gradient thermique en surface.

2.3. Conclusions du plan d'expériences numériques

Les paramètres du modèle thermique dont l'incertitude est influente sur les réponses retenues, sont la température de la résistance chauffante, le coefficient d'émissivité de l'acier, le coefficient d'échange convectif et la résistance thermique de contact (pour son effet sur la dynamique du porte-substrats). Les deux premiers influent de manière importante sur toutes les réponses retenues pour le plan d'expériences numériques. La résistance thermique de contact affecte peu la température finale mais elle intervient sur la dynamique du porte-échantillons. Le coefficient d'échange convectif affecte toutes les réponses sans être le plus important mais suffisant pour provoquer des changements notables sur l'uniformité du champ de température du porte-substrats.

La température de la résistance chauffante est un paramètre de contrôle du procédé et ses effets sur la température et la dynamique thermique sont importants. Cette entrée peut être maîtrisée en réglant le régulateur PID qui régit le fonctionnement de la résistance chauffante et en mesurant la température de l'élément chauffant.

Le coefficient d'émissivité du porte-échantillons en acier est un paramètre qui n'est pas directement contrôlable à partir d'un instrument, l'influence de son incertitude sur le modèle est presque aussi importante que la température de chauffe. Le coefficient d'émissivité de l'acier nécessite d'être connue plus précisément, par conséquent une identification de ce paramètre est envisagée.

Le coefficient d'échange convectif, quant à lui, présente lui aussi une incertitude dont les effets moyens ne sont pas négligeables sur l'évolution et la répartition de la température

dans le porte-substrats. Certes, les effets moyens sont moins importants que les deux premiers facteurs cités mais par il doit être mieux connu pour disposer d'un modèle thermique précis.

L'incertitude sur la résistance thermique a l'effet le plus important sur la dynamique du porte-substrats (suivi du coefficient d'émissivité du porte-échantillons) en comparaison avec les autres facteurs. Les valeurs basse et haute ont été prise pour une distance céramique / porte-substrats de $0,05mm$ et $0,15mm$ ce qui correspond avec la conception utilisée pour la réalisation du système. On peut noter que, pour le porte-échantillons, le seul effet de l'incertitude de la résistance thermique de contact réside dans la dynamique (son influence sur la température est faible). Tout ceci permet *de se passer du domaine céramique pour la modélisation thermique du port- substrats.*

Ce plan d'expériences numériques fait finalement ressortir 4 paramètres essentiels : un paramètre contrôlable, la température de la résistance chauffante, deux paramètres, le coefficient d'émissivité et le coefficient d'échange convectif qu'il faudra estimer et enfin la résistance thermique de contact. Peut on donc à partir du plan d'expériences numériques expliquer les différences observées entre les mesures de température expérimentale et les mesures de températures calculées en résolvant le modèle thermique avec des paramètres plus ou moins bien estimés ?

2.4. Comparaison entre les données expérimentales et les températures simulées

A la fin du chapitre III, les données expérimentales ont été comparées aux données simulées à partir du modèle mathématique. Il semble que la dynamique était mal estimée. De même, la température finale simulée dans le porte-substrats était différente de celle mesurée ce qui peut être expliqué par une mauvaise connaissance du coefficient d'émissivité de l'acier et du coefficient d'échange convectif. Le plan d'expériences numériques a permis d'évaluer l'effet de l'incertitude sur la valeur des paramètres du modèle mais ces incertitudes n'expliquent pas à elles seules, la différence de dynamique entre les données expérimentales et les données simulées.

La *figure IV.3* et les *tableaux IV.4 et IV.5* comparent les données expérimentales aux données simulées. Les mesures expérimentales ont été réalisées lors de la campagne de

Décembre 2002 – Janvier 2003. L'écart de température entre le centre et le rebord de la surface est à peu près le même dans les deux cas.

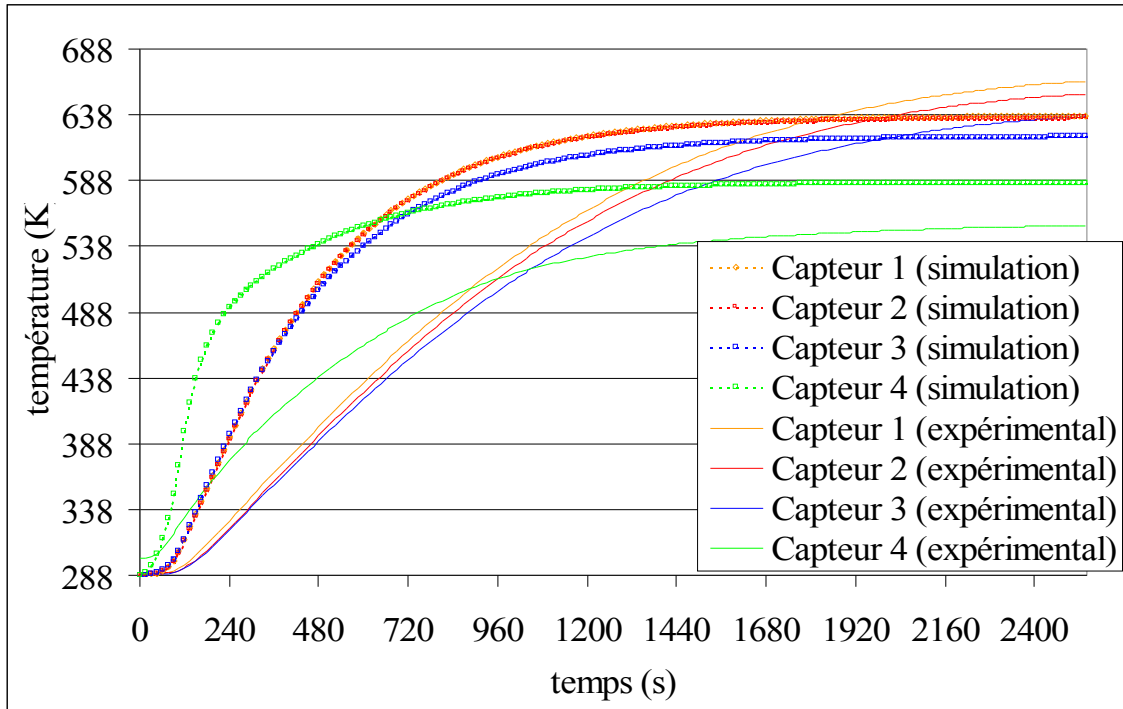


Figure IV.3 : Comparaison entre les mesures expérimentales de la campagne de juin 2001 et les mesures simulées solution du modèle thermique.

On peut remarquer que la température calculée au capteur 4 dans la céramique est supérieure à celle mesurée expérimentalement, mais son évolution dans le temps est trop rapide par rapport à la réalité. Si on compare les températures finales mesurées expérimentalement avec celles calculées ainsi que la dynamique thermique de l'ensemble des capteurs, on constate que les températures finales sont proches mais que la dynamique des mesures calculées accuse une avance de plusieurs centaines de seconde.

Tableau IV.4 : temps de stabilisation à 95% de la valeur finale pour les températures simulées aux 4 capteurs

	C_1	C_2	C_3	C_4
$\theta_{finale} \quad (K)$	635,7	621,7	637,3	586,7
$t_{95\% \text{ de } \theta_{finale}} \quad (s)$	1170	1155	1170	885

Tableau IV.5 : Températures mesurées sachant que l'on n'a pas atteint l'équilibre.

	C_1	C_2	C_3	C_4
θ_{finale} (K)	653,9K	636,8K	663,6K	553,9K
$t_{95\% \text{ de } \theta_{finale}}$ (s)	>1990s	>1990s	>1985s	>1500s

Si la structure du modèle mathématique n'est pas remise en cause, il est raisonnable de considérer que les conditions aux limites sont responsables de cette mauvaise évaluation de la dynamique. Les conditions aux limites les plus mal connues sont celles imposées sur la céramique, sur les températures imposées pour le chauffage et le refroidissement. Lors de la campagne de mesure de température de déc. 2002 – Janv. 2003, nous avons pu relever la température au sein de la céramique et nous l'avons comparée avec les température calculées. Les figures suivantes, IV.5 et IV.6 montrent les deux comportements thermiques : expérimental et simulé.

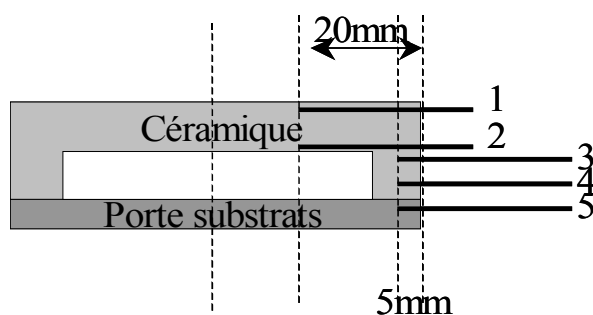


Figure IV.4 : Emplacement des thermocouples dans la céramique et le porte-substrats.

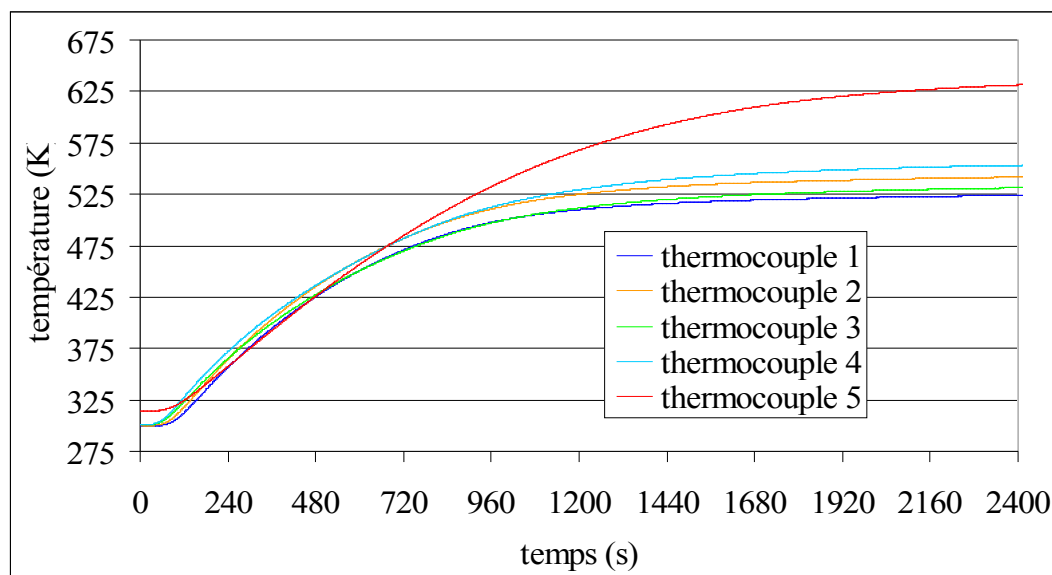


Figure IV.5 : Mesures expérimentales aux thermocouples.

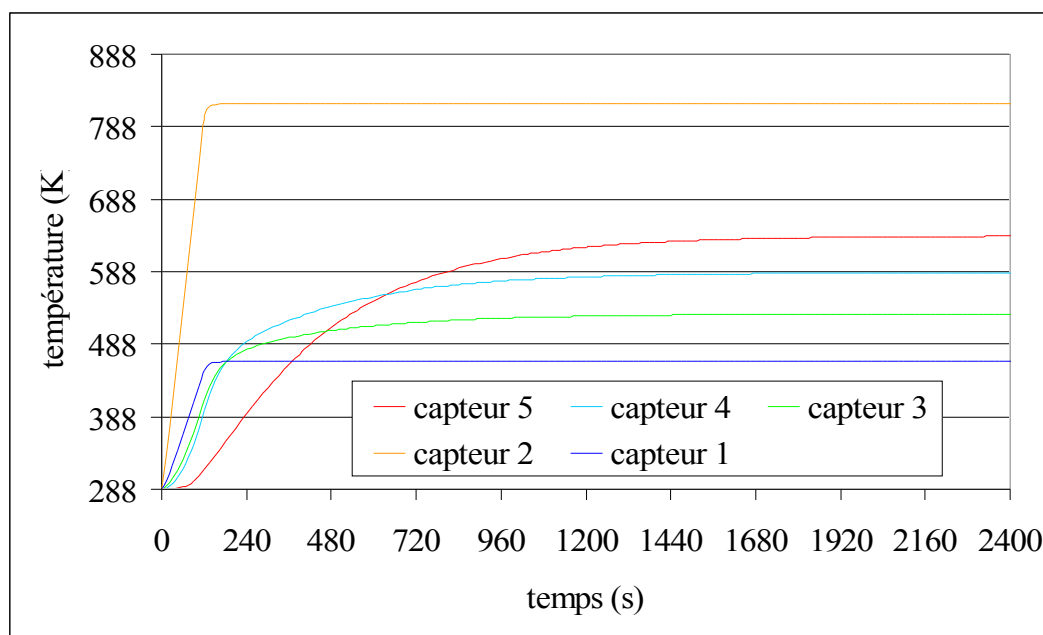


Figure IV.6 : Températures simulées aux capteurs.

Le problème de dynamique est dû à une mauvaise modélisation des échanges thermiques dans la céramique : il s'agissait ici des conditions aux limites de type Dirichlet imposées sur la céramique pour le chauffage et le refroidissement. Lors du plan d'expériences numériques, on a pu s'apercevoir que l'influence sur l'incertitude de la valeur de la résistance thermique de contact était très faible. Donc nous avons envisagé de modéliser thermiquement le porte-échantillons sans considérer le domaine céramique.

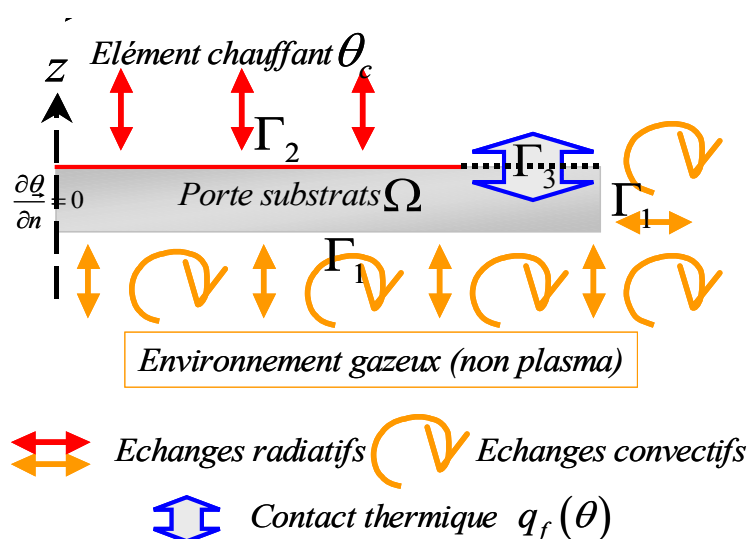


Figure IV.7 : Nouveau domaine d'étude.

L'estimation des flux dus au chauffage et au refroidissement de la céramique est une étape inutile compte tenu des objectifs de l'expérimentateur qui est la connaissance de la température du substrat lors du dépôt. Ainsi, une modélisation du porte-substrats seul avec une estimation de la chaleur transmise par contact avec la céramique a été mise en place. Le modèle que nous considérerons dans le reste de cette étude, ne prend en considération que le porte-substrats et les conditions qui s'appliquent à ses frontières.

Le système d'équations aux dérivées partielles non linéaires S devient donc :

$$\begin{aligned} \rho C(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial t} - \nabla(\lambda(\theta) \nabla \theta) &= 0 \quad \text{dans } \Omega \times T \\ -\lambda(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial n_1} &= h(\theta)(\theta - \theta_{amb}) + \varepsilon \sigma (\theta^4 - \theta_{amb}^4) \quad \text{sur } \Gamma_1 \times T \\ -\lambda(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial n_2} &= \varepsilon \sigma (\theta^4 - \theta_{chaud}^4) \quad \text{sur } \Gamma_2 \times T \\ -\lambda(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial n_3} &= q_{froid}(\theta) \quad \text{sur } \Gamma_3 \times T \\ \theta &= \theta_{ini} \quad \text{dans } \Omega \text{ à } t = 0 \end{aligned}$$

où Ω désigne le domaine porte-substrats et $q_{froid}(\theta)$ les transferts de chaleur échangés entre le porte-échantillons et la céramique, on a posé $q_{froid}(\theta) = 5(\theta - \tilde{\theta}_{ceramique})$ où $\tilde{\theta}_{ceramique}$ est une température moyenne de la céramique (obtenue à partir des mesures). Les résultats simulés, issus de la modélisation en considérant le domaine géométrique restreint au porte-substrats, sont présentés sur la figure IV.8.

On constate que les dynamiques sont plus proches, l'écart entre simulation et expérimentation pouvant s'expliquer par la méconnaissance des coefficients d'émissivité de l'acier du porte-substrat et d'échange convectif. Avant de les identifier (par méthode inverse), la sensibilité du champ de température par rapport aux deux paramètres est étudiée.

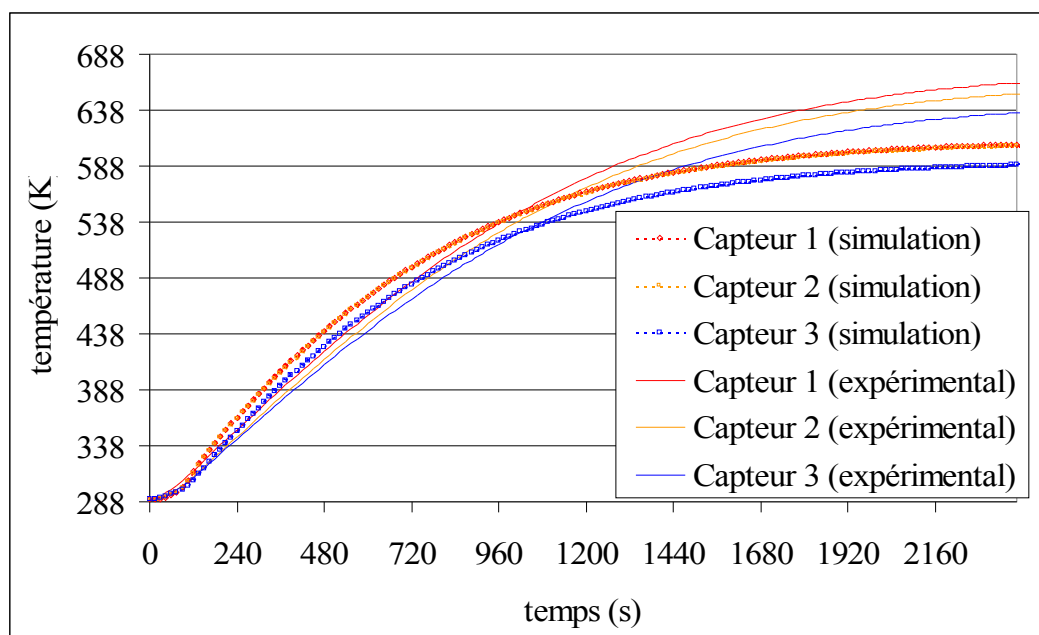


Figure IV.8 : Comparaison entre les mesures expérimentales et les mesures calculées à partir du modèle restreint au porte-substrats.

3. Analyse de sensibilité relative aux facteurs influents

Le système des équations de sensibilité est obtenu en suivant la démarche exposée au chapitre II (paragraphe 2.3). Soit $Z = (\varepsilon, h(\theta))$. Soit Z le paramètre à identifier intervenant dans le modèle thermique S , soit S^+ le système d'équations résultant de la variation δZ de Z . La variation résultante du champ de température est notée $\delta\theta$ et définie par la relation suivante :

$$\delta\theta = \lim_{\eta \rightarrow 0} \left(\frac{S^+(\theta, Z + \delta Z) - S(\theta, Z)}{\eta} \right).$$

Le système S^+ s'écrit de la manière suivante (on supprime l'indice désignant le porte-substrats puisqu'on ne considère plus que ce domaine) :

$$\rho C(\theta^+) \frac{\partial \theta^+}{\partial t} - \text{div}(\lambda(\theta^+) \vec{\text{grad}}(\theta^+)) = 0 \text{ dans } \Omega \times T \quad (\text{IV.1})$$

$$\theta^+(x, t = 0) = \theta_0 \text{ dans } \Omega \quad (\text{IV.2})$$

$$-\lambda(\theta^+) \frac{\partial \theta^+}{\partial n_1} = (h(\theta^+) + \eta \delta h(\theta^+)) (\theta^+ - \theta_{gaz}^+) + (\varepsilon + \eta \delta \varepsilon) \sigma (\theta^{+4} - \theta_{gaz}^4) \quad \text{sur } \Gamma_1 \times T \quad (\text{IV.3})$$

$$-\lambda(\theta^+) \frac{\partial \theta^+}{\partial n_4} = (\varepsilon + \eta \delta \varepsilon) \sigma (\theta^{+4} - \theta_e^4) \quad \text{sur } \Gamma_4 \times T \quad (\text{IV.4})$$

$$-\lambda(\theta^+) \frac{\partial \theta^+}{\partial n_5} = q_{froid}(\theta^+) \quad \text{sur } \Gamma_5 \times T \quad (\text{IV.5})$$

En soustrayant le système non varié au système varié et en simplifiant, on obtient le nouveau système S' satisfait par $\delta\theta$:

$$\frac{\partial(\rho C(\theta) \delta\theta)}{\partial t} - \text{divgrad}(\lambda(\theta) \delta\theta) = 0 \quad \text{dans } \Omega \times T \quad (\text{IV.6})$$

$$\delta\theta(x, 0) = 0 \quad \text{dans } \Omega \quad (\text{IV.7})$$

$$\begin{aligned} -\frac{\partial(\lambda(\theta) \delta\theta)}{\partial n_1} = & \left[\frac{\partial h(\theta)}{\partial \theta} (\theta - \theta_{gaz}^+) + h(\theta) + 4\varepsilon \sigma \theta^3 \right] \delta\theta + \dots \\ & \dots + (\theta - \theta_{gaz}^+) \delta h(\theta) + \sigma (\theta^4 - \theta_{gaz}^4) \delta \varepsilon \quad \text{sur } \Gamma_1 \times T \end{aligned} \quad (\text{IV.8})$$

$$-\frac{\partial(\lambda(\theta) \delta\theta)}{\partial n_4} = 4\varepsilon \sigma \theta^3 \delta\theta + \sigma (\theta^4 - \theta_e^4) \delta \varepsilon \quad \text{sur } \Gamma_4 \times T \quad (\text{IV.9})$$

$$-\frac{\partial(\lambda(\theta) \delta\theta)}{\partial n_5} = \frac{\partial q_{froid}(\theta)}{\partial \theta} \quad \text{sur } \Gamma_5 \times T \quad (\text{IV.10})$$

Pour connaître la sensibilité du champ de température à la variation de l'un des paramètres $(\varepsilon, h(\theta))$, on ne prend en compte qu'un paramètre et on annule la variation du paramètre restant. Par exemple, pour estimer la sensibilité du champ de température à une variation $\delta\varepsilon$ de l'émissivité du porte-échantillons, on pose $\delta h(\theta) = 0$ et on résout le système d'équations S' : (IV.6)-(IV.10). La résolution du système S' fait intervenir la solution du problème direct $\theta(x, t)$ à travers les termes $C(\theta)$, $\lambda(\theta)$ et des échanges convectifs et radiatifs dans les équations de sensibilité. L'étude de la sensibilité du champ de température par rapport à chacun des paramètres va fournir des informations sur la faisabilité de l'identification et aider au positionnement des thermocouples.

3.1. Problème de sensibilité relatif au coefficient d'émissivité du porte-substrats

On considère les équations de sensibilité relative à une variation du paramètre ε (dans ce cas on a $\delta h = 0$). On choisit arbitrairement une variation égale à 5% de la valeur de l'émissivité du porte-substrats, soit $\delta\varepsilon = 0,05\varepsilon$, puis on résout le système S' .

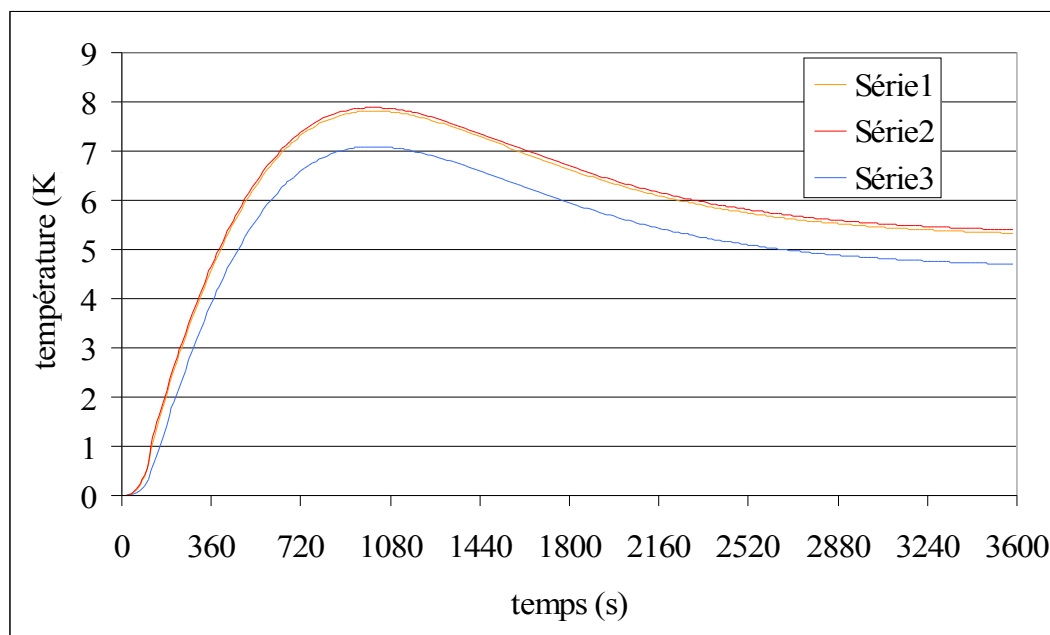


Figure IV.9: Evolution de la fonction de sensibilité en 3 points du porte-substrats pour une variation de +5% du coefficient d'émissivité.

La figure IV.9 présente l'évolution de la fonction de sensibilité au cours du temps pour 3 points. L'emplacement des points est celui utilisé lors du plan d'expériences numériques, il s'agit de deux points au centre du porte-substrats (l'un sur la face supérieure, face chauffée, et l'autre sur la face inférieure) et d'un point placé sur le bord (sur la face inférieure). C'est ce point qui est le moins sensible des trois à une variation de l'émissivité. La variation au point 3 est inférieure de $1K$ aux deux autres capteurs. La variation du champ de température à l'instant final est d'environ $6K$ pour un accroissement de 5% de l'émissivité. On constate un pic de la variation de la température vers $1000s$ de près de $8K$. Entre $1000s$ et $3600s$, la variation du champ de température est supérieure à $5K$, cette variation de température est significative et permet une bonne identification du coefficient d'émissivité du porte-substrats en présence de bruit de mesure sur les données expérimentales.

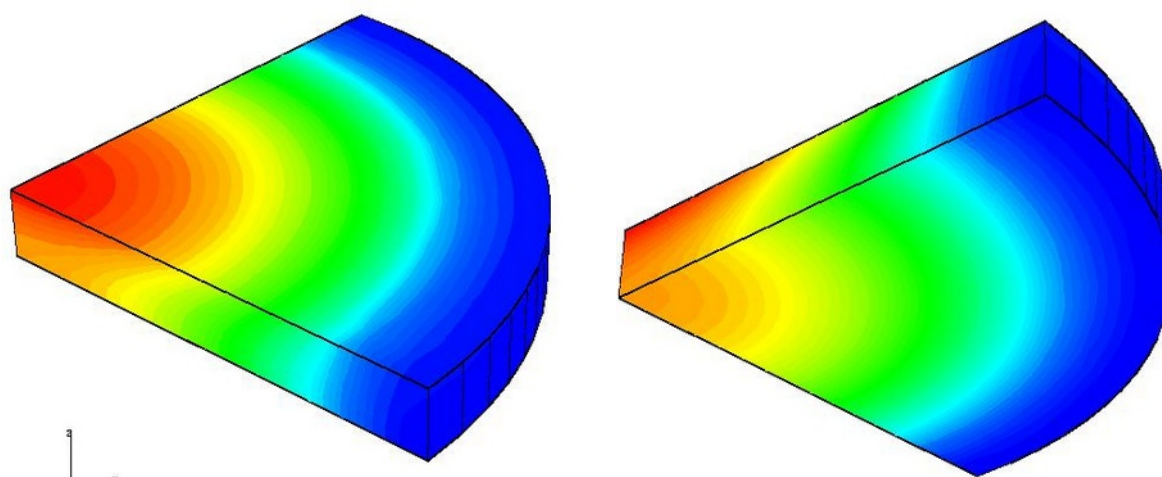


Figure IV.10.a : Face supérieure du porte-substrats à l'instant final de la simulation. Figure IV.10.b : Face inférieure du porte-substrats à l'instant final de la simulation.

Les figures IV.10.a et b, représente la distribution spatiale de fonction de sensibilité du porte substrat à l'instant final. L'écart entre le centre et le rebord est inférieur à $1K$ (constaté sur la figure IV.9). L'élévation de température dans le porte substrat est pratiquement homogène pour une variation de $0,01$ du coefficient d'émissivité. On note que le centre du porte substrat est le meilleur emplacement pour placer un thermocouple car le plus sensible à la variation de l'émissivité.

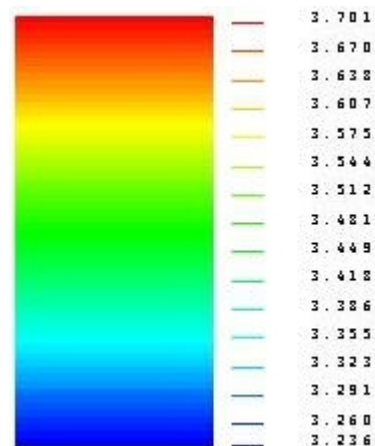


Figure IV.10.c :Echelle de valeur de la fonction de sensibilité.

3.2. Problème de sensibilité relatif au coefficient d'échange convectif

Dans ce cas, on considère une variation δh égale à 5% de $h(\theta)$. La résolution du problème S' fournit l'évolution de la fonction de sensibilité pour la variation du coefficient d'échange convectif de 5% .

On remarque que la fonction de sensibilité évolue au cours du temps pour se stabiliser à une valeur $-1,5K$ à la fin de la simulation. Quel que soit le point considéré, la variation de la température résultante dans le porte-substrats est la même. Une variation de l'échange

convectif de près de 5% modifie légèrement la température du porte-échantillons. L'identification de ce paramètre sera donc plus difficile.

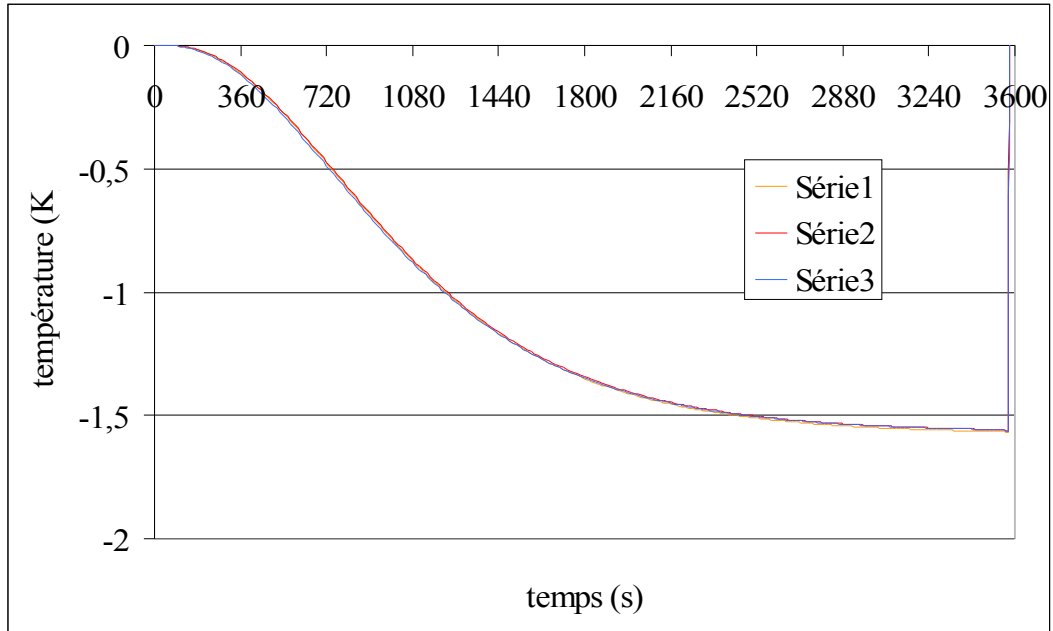


Figure IV.11 : Evolution de la fonction de sensibilité en 3 points du porte substrat pour une variation de 5% du coefficient d'échange convectif.

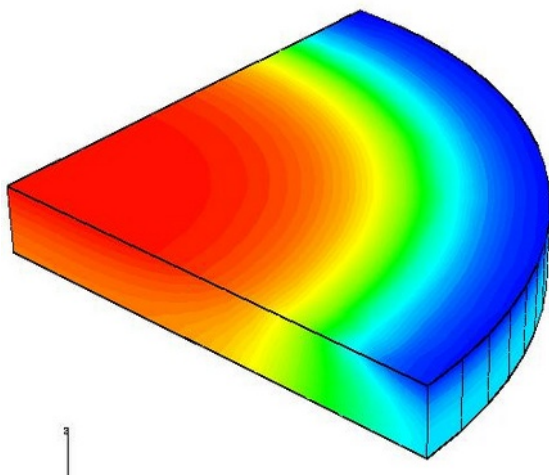


Figure IV.12.a : Face inférieure du porte substrat à l'instant final

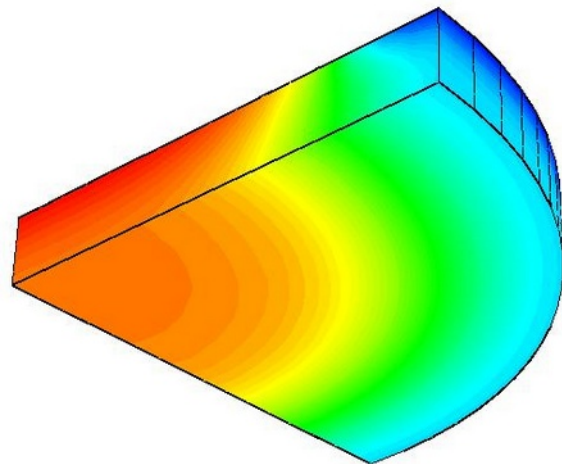


Figure IV.12.b : Face supérieure du porte substrat à l'instant final

Les figures IV.12.a et b présentent la répartition spatiale de la fonction de sensibilité dans le porte-substrats à l'instant final (3600s). On constate que la diminution de température est homogène (écart inférieur à un degré) dans le porte-échantillons. On distingue que cette variation est plus importante au centre que sur sa frontière en contact avec la céramique. Que quel que soit l'endroit du porte-substrats, le positionnement des capteurs influe assez peu sur la *richesse* des mesures effectuées.

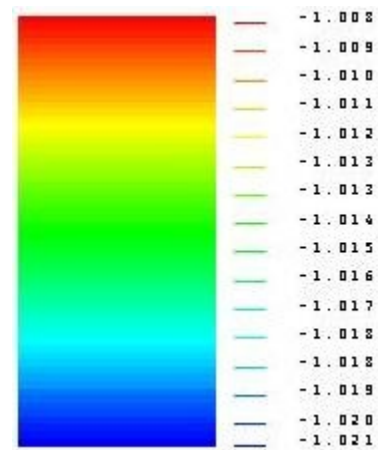


Figure IV.12.c: Echelle des valeurs pour la fonction de sensibilité.

3.3. Conclusion

L'identification du coefficient d'émissivité de l'acier semble donc réalisable alors que celle du coefficient d'échange convectif sera plus délicate à obtenir. Une méthodologie expérimentale devra donc être développée afin de l'identifier le plus précisément possible.

En ce qui concerne l'emplacement des capteurs, il est assez peu important car tout le domaine d'étude est sensible à chacun des facteurs dans les mêmes proportions (une variation de l'un se répercute partout sur le domaine avec le même ordre de grandeur). Cette information permet d'identifier les deux paramètres quel que soit l'emplacement des capteurs de température.

Nous venons d'analyser le modèle mathématique développé au chapitre III pour aboutir à une géométrie plus simple (sans le domaine céramique). Il est nécessaire d'identifier deux paramètres : le coefficient d'émissivité et le coefficient d'échange convectif : cette identification fait l'objet du chapitre suivant. Nous avons réalisé cette étude pour un porte-substrats « simple » qui n'est pas le porte-substrats réellement utilisé dans le procédé de dépôt chimique par voie gazeuse assisté plasma. Compte tenu de sa symétrie une modélisation 3D n'est a priori pas nécessaire. Rappelons que le but ultime, pour l'élaborateur, est la connaissance de la répartition de température de surface sur des échantillons de forme variées pendant le procédé de dépôt, la simulation en 3 dimensions est donc nécessaire. C'est

pourquoi, dans ce qui suit, nous allons étudier le cas du porte substrat réel : substrat, porte-substrats et la couronne de support. Pour cette étude on considérera que la couronne et le porte-échantillons sont solidaires.

4. Analyse du porte-substrats expérimental

4.1. Le modèle thermique

Le domaine considéré est décrit sur la *figure IV.13*. L'ensemble porte-échantillons - couronne est représenté par le domaine Ω_1 . Le substrat correspond au domaine Ω_2 dont l'épaisseur réelle n'est pas la même que le porte-substrats (son épaisseur est de $2mm$ contre $5mm$ pour le porte-échantillons).

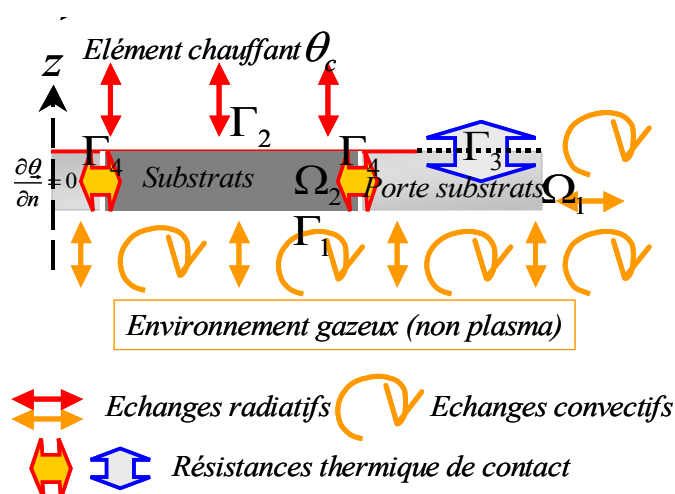


Figure IV.13 : Domaine porte-substrats quasi réel et échanges thermiques.

Le modèle thermique associé à ces échanges thermiques est donc le suivant. On pose $\Omega = \Omega_1 \cup \Omega_2$, l'indice i désigne le porte-substrats si il vaut 1, le substrat si il vaut 2 :

$$C(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial t} - \nabla(\lambda(\theta) \nabla \theta) = 0 \quad \text{dans } \Omega \times T \quad (\text{IV.11})$$

$$-\lambda^i(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial n_1} = h(\theta)(\theta - \theta_{amb}) + \varepsilon^i \sigma (\theta^4 - \theta_{amb}^4) \quad \text{sur } \Gamma_1^i \times T \quad (\text{IV.12})$$

$$-\lambda^i(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial n_2} = \varepsilon^i \sigma (\theta^4 - \theta_{chaud}^4) \quad \text{sur } \Gamma_2^i \times T \quad (\text{IV.13})$$

$$-\lambda^1(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial n_3} = q_{froid}(\theta) \quad \text{sur } \Gamma_3^1 \times T \quad (\text{IV.14})$$

$$-\lambda^i(\theta) \frac{\partial \theta^i}{\partial n_i} = \frac{1}{R_{ij}} (\theta^i - \theta^j) \quad \text{sur } \Gamma_4 \times T, \quad i, j = 1, 2, \quad i \neq j \quad (\text{IV.15})$$

$$\theta = \theta_{ini} \quad \text{dans } \Omega \quad \text{à } t = 0s \quad (\text{IV.16})$$

La différence essentielle avec le modèle thermique représentant le porte-substrats plein est la présence d'une résistance thermique de contact entre le substrat et le porte-substrats. La distance moyenne entre les deux domaines est évaluée à environ $\sim 0,0035mm$. La résistance thermique de contact est calculée de la même manière que nous avons calculé la résistance thermique entre le porte-substrats et la céramique, la formule utilisée est la suivante :

$$R_{12} = \frac{e_{12}}{\lambda_{gaz}(\theta)} \quad \text{où } e_{12} \text{ est l'écart entre les deux domaines et } \lambda_{gaz}(\theta) \text{ est la conductivité}$$

thermique du gaz dans l'enceinte.

Le comportement thermique du porte-substrats « réel » est reporté sur la *figure IV.14*. On a relevé la température en huit positions du domaine composé par le substrat et le porte-substrats.

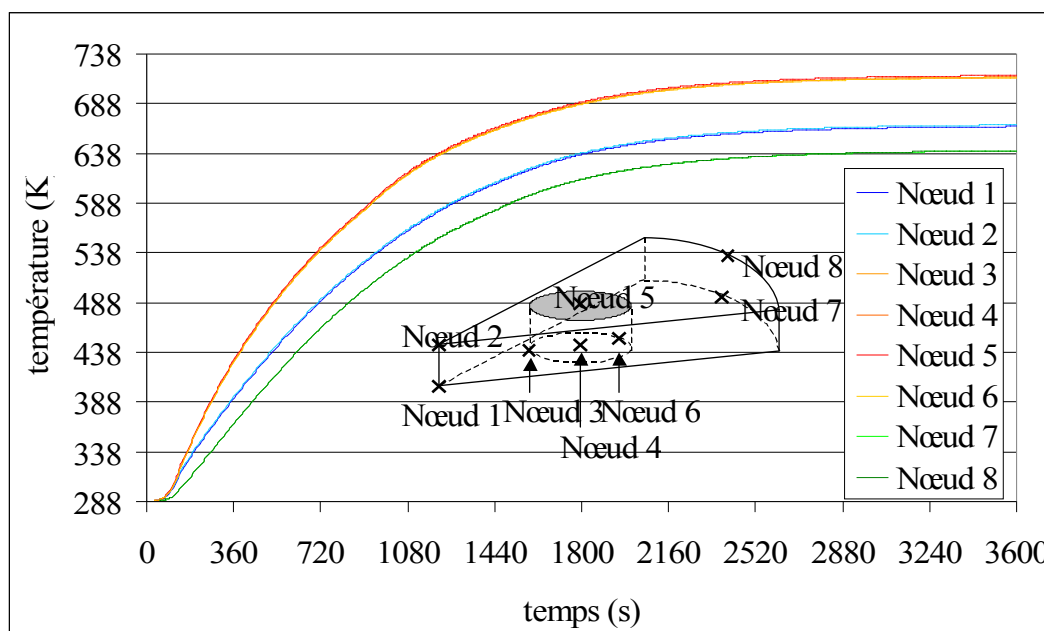


Figure IV.14 : Evolution thermique du porte-substrats quasi réel sans plasma après résolution numérique du problème direct.

On remarque que la température du substrat est supérieure à celle du porte-substrats du début de la simulation jusqu'à la fin de la simulation. La température du substrat est uniforme et d'environ $715K$ à l'instant final tandis que la température du porte-échantillons varie de $665K$ au centre jusqu'à $640K$ sur le rebord. L'écart de température en surface non chauffée du substrat est inférieure à $1K$ tandis que la différence de température entre la face supérieure et inférieure du substrat est de $1,5K$. La température est quasiment uniforme en surface et dans le substrat.

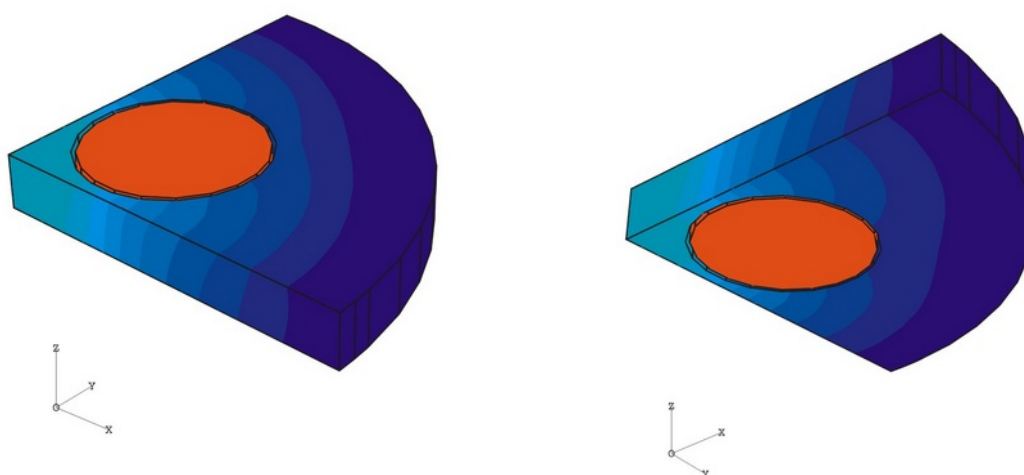
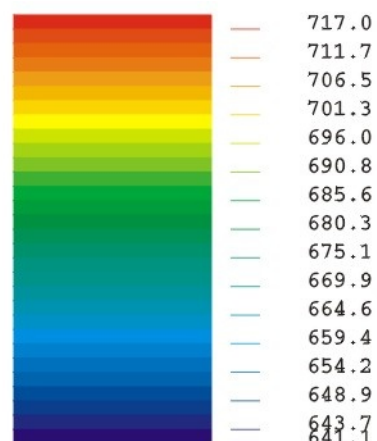
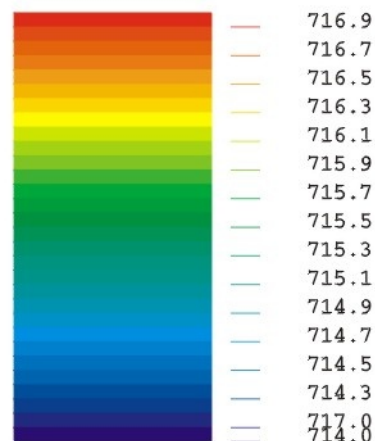


Figure IV.15.a : Isothermes à l'instant final pour la face supérieure (face soumise au flux radiatif). Figure IV.15.b : Isothermes à l'instant final pour la face inférieure du porte-échantillons.

Les figures IV.15.a et IV.15.b présentent la répartition de température dans le porte-substrats et le substrat à l'instant final. Le substrat est porté à la température de $715K$ tandis que le porte-substrats voit sa température évoluer de $665K$ (bleu clair) en son centre à $640K$ sur le bord (couleur bleu foncé).



Les deux figures suivantes, reportent la répartition thermique du substrat, la couleur rouge est l'isotherme de valeur $716,9K$ (face supérieure soumise au flux radiatif) et l'isotherme bleu clair (face inférieure) correspond à la valeur de $714,7K$. On peut constater que le centre de la face inférieure est plus chaud que le bord du substrat. Le maximum de température sur la face supérieure et la face inférieure n'est pas exactement localisé au centre du substrat mais légèrement décalé vers le centre du porte-substrats. Ce comportement était attendu, le centre du porte-échantillons est plus chaud et les pertes par contact thermique sont plus faibles à ce niveau.



Echelle des isothermes au sein du substrat.

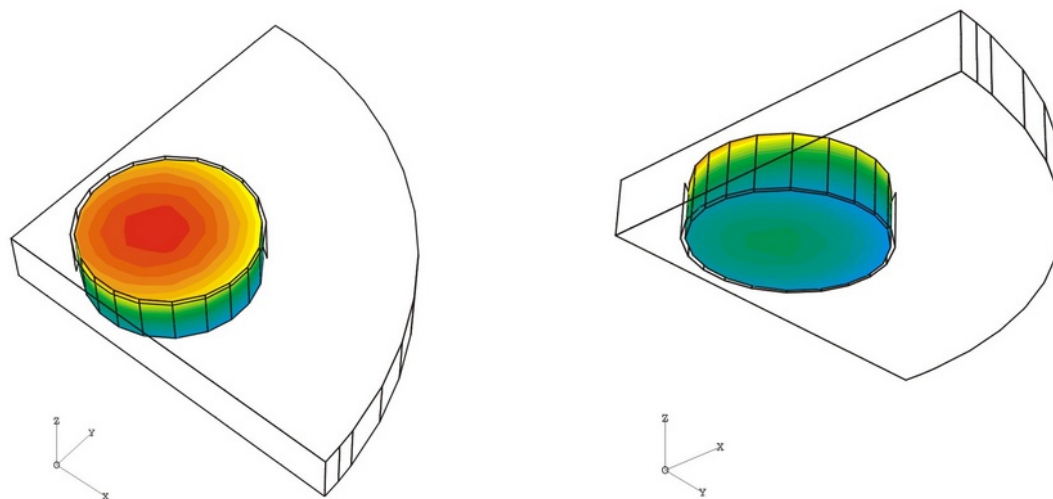


Figure IV.16.a : *Isothermes à l'instant final sur la face supérieure du substrat.*

Figure IV.16.b : *Isothermes à l'instant final sur la face inférieure du substrat.*

Nous avons pu voir, au cours du plan d'expériences numériques précédent, que la précision du modèle thermique dépendait du coefficient d'émissivité de l'acier et du coefficient d'échange convectif. Pour calibrer le modèle thermique appliqué au porte-substrats réel, il faudra procéder à l'identification de ces deux coefficients. Afin de vérifier la possibilité de l'identification de ces deux paramètres, nous allons réaliser une nouvelle analyse de sensibilité pour chacun des paramètres.

4.2. Analyse de sensibilité pour le coefficient d'émissivité

Les équations de sensibilité relative à une petite variation du coefficient d'émissivité sont les suivantes, la démarche utilisée pour les obtenir est la même que celle réalisée pour le porte-substrats « école ».

$$\frac{\partial(C(\theta)\delta\theta)}{\partial t} - \Delta(\lambda(\theta)\delta\theta) = 0 \quad \text{dans } \Omega \times T \quad (\text{IV.17})$$

$$-\frac{\partial(\lambda^i(\theta)\delta\theta)}{\partial n_1} = \left[h + \frac{\partial h}{\partial \theta}(\theta - \theta_{amb}) + 4\varepsilon^i \sigma \theta^3 \right] \delta\theta + \sigma(\theta^4 - \theta_{amb}^4) \delta\varepsilon \quad \text{sur } \Gamma_1^i \times T \quad (\text{IV.18})$$

$$-\frac{\partial(\lambda^i(\theta)\delta\theta)}{\partial n_2} = \left[4\varepsilon^i \sigma \theta^3 \right] \delta\theta + \sigma(\theta^4 - \theta_{chaud}^4) \delta\varepsilon^i \quad \text{sur } \Gamma_2^i \times T \quad (\text{IV.19})$$

$$-\frac{\partial(\lambda^1(\theta)\delta\theta)}{\partial n_3} = \frac{\partial q_{froid}(\theta)}{\partial \theta} \delta\theta \quad \text{sur } \Gamma_3^1 \times T \quad (\text{IV.20})$$

$$-\frac{\partial(\lambda^i(\theta)\delta\theta^i)}{\partial n_i} = \frac{1}{R_{ij}} (\delta\theta^i - \delta\theta^j) \quad \text{sur } \Gamma_4 \times T, \quad i, j = 1, 2, \quad i \neq j \quad (\text{IV.21})$$

$$\delta\theta = 0 \quad \text{dans } \Omega \text{ à } t = 0s \quad (\text{IV.22})$$

La résolution des équations aux dérivées partielles nécessite de connaître le champ de température calculé lors de la résolution du modèle thermique. Prenons une variation du coefficient d'émissivité de $\delta\varepsilon = 0,01$. L'évolution de la fonction de sensibilité $\delta\theta$ nous renseigne sur l'effet engendré sur le champ de température pour une augmentation du coefficient d'émissivité de $0,01$. L'évolution de la fonction de sensibilité est présentée sur la *figure IV.17*. Comme dans le cas du porte-substrats « école », la fonction de sensibilité présente un maximum pour le temps $t \sim 450s$ avec une variation du champ de température de près de $4,5K$, puis la fonction de sensibilité décroît jusqu'à une valeur stationnaire de $1K$ pour le substrat et une valeur allant de $1K$ au centre du porte-substrats jusqu'à $0,5K$ sur le bord. Dans ce cas la variation du coefficient d'émissivité engendre une variation du champ de température qui est importante dans l'intervalle de temps $300s - 1200s$. Pendant cet intervalle de temps l'identification du coefficient d'émissivité se fera plus facilement que dans le reste de l'intervalle de temps. Il correspond à l'intervalle de température $350K - 650K$. L'identification de l'émissivité paraît plus délicate dans cette configuration, de plus, le centre

du porte-échantillons est plus sensible que son bord ce qui signifie qu'il faudra, si on le peut, disposer les capteurs thermiques à cet endroit pour bénéficier de données thermiques expérimentales exploitables.

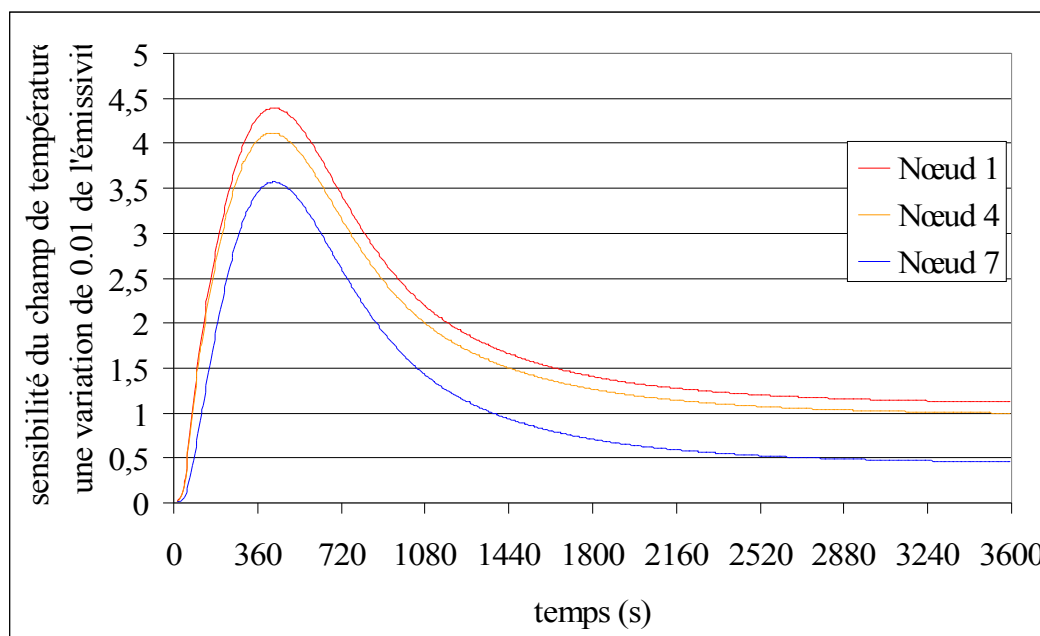
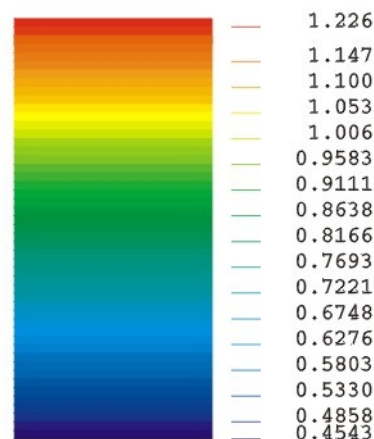


Figure IV.17 : Evolution de la fonction de sensibilité au cours du temps pour une petite variation du coefficient d'émissivité.

La répartition finale de la fonction de sensibilité est reportée sur les figures IV.18.a et IV.18.b suivantes. Les zones de couleur rouge représente les lignes d'isosensibilité de $1K$ tandis que la zone de couleur bleu foncé correspond à une ligne d'isosensibilité de $0,5K$. On remarque que le centre du porte-substrats est plus sensible thermiquement à une variation du coefficient d'émissivité. L'identification du coefficient d'émissivité de l'acier s'avère plus délicate dans ce cas surtout pour les températures élevées.



Echelle de valeur de la fonction de sensibilité

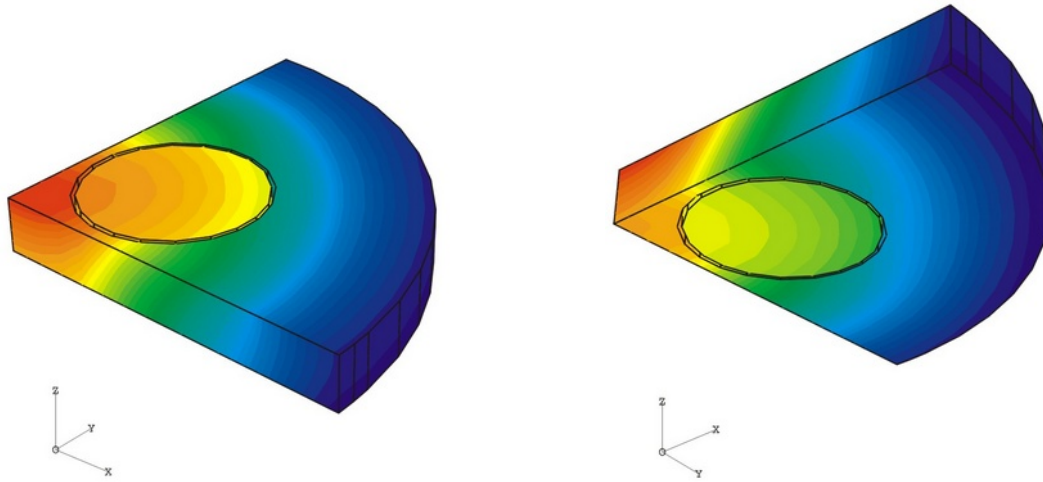


Figure IV.18.a : Répartition finale de la fonction de sensibilité sur la face supérieure. Figure IV.18.b : Répartition finale de la fonction de sensibilité sur la face inférieure.

4.3. Analyse de sensibilité pour le coefficient d'échange convectif

Les équations de sensibilités relatives au coefficient d'échange convectif sont pratiquement les mêmes que celles du problème précédent, elles s'écrivent comme suit :

$$\frac{\partial(C(\theta)\delta\theta)}{\partial t} - \Delta(\lambda(\theta)\delta\theta) = 0 \quad \text{dans } \Omega \times T \quad (\text{IV.23})$$

$$-\frac{\partial(\lambda^i(\theta)\delta\theta)}{\partial n_1} = \left[h + \frac{\partial h}{\partial \theta}(\theta - \theta_{amb}) + 4\varepsilon^i \sigma \theta^3 \right] \delta\theta + (\theta - \theta_{amb}) \delta h \quad \text{sur } \Gamma_1^i \times T \quad (\text{IV.24})$$

$$-\frac{\partial(\lambda^i(\theta)\delta\theta)}{\partial n_2} = [4\varepsilon^i \sigma \theta^3] \delta\theta \quad \text{sur } \Gamma_2^i \times T \quad (\text{IV.25})$$

$$-\frac{\partial(\lambda^1(\theta)\delta\theta)}{\partial n_3} = \frac{\partial q_{froid}(\theta)}{\partial \theta} \delta\theta \quad \text{sur } \Gamma_3^1 \times T \quad (\text{IV.26})$$

$$-\frac{\partial(\lambda^i(\theta)\delta\theta^i)}{\partial n_i} = \frac{1}{R_{ij}} (\delta\theta^i - \delta\theta^j) \quad \text{sur } \Gamma_4 \times T, \quad i, j = 1, 2, \quad i \neq j \quad (\text{IV.27})$$

$$\delta\theta = 0 \quad \text{dans } \Omega \text{ à } t = 0s \quad (\text{IV.28})$$

On choisit de résoudre ce système d'équations aux dérivées partielles pour une variation du coefficient d'échange convectif égale à $\delta h = 0,01$. Les figures suivantes reportent

l'évolution de la fonction de sensibilité en 3 points placés sur le domaine et la répartition finale de la fonction de sensibilité.

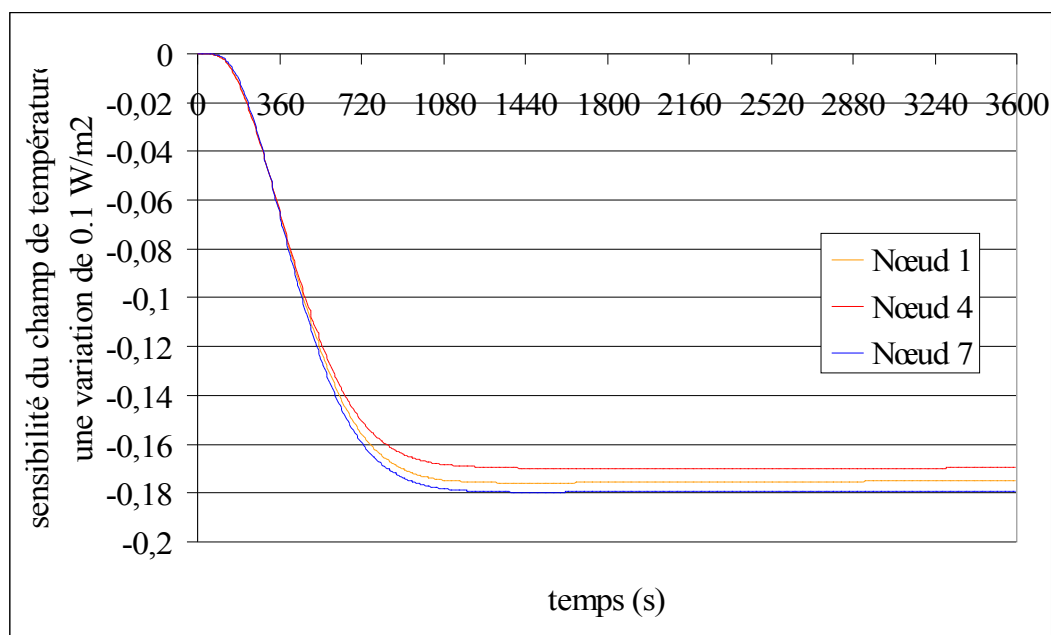


Figure IV.19 : Evolution de la fonction de sensibilité pour une petite variation du coefficient d'échange convectif pour le cas du porte-substrats quasi réel.

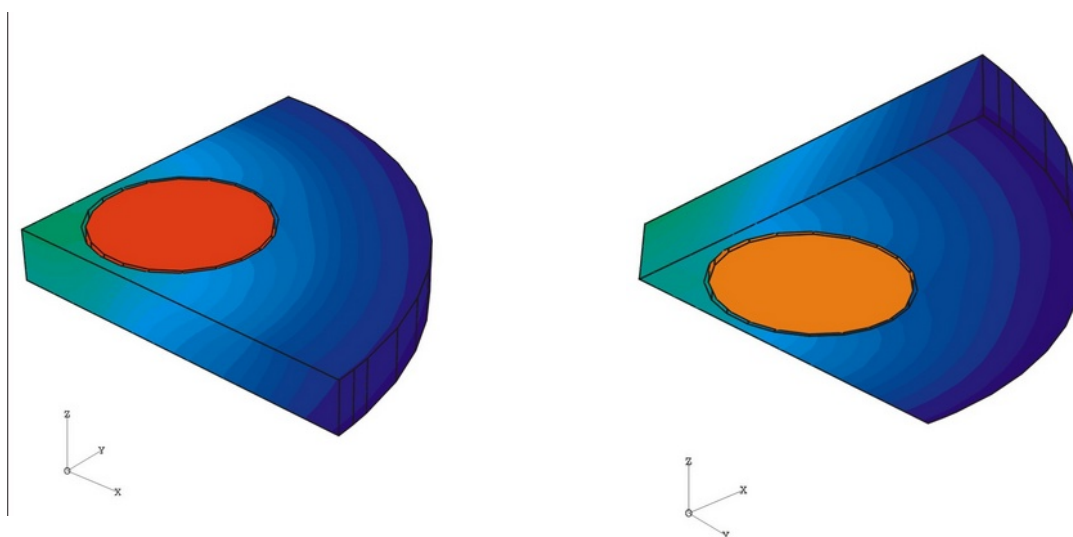


Figure IV.20.a : Répartition finale de la fonction de sensibilité sur la face supérieure. Figure IV.20.b : Répartition finale de la fonction de sensibilité sur la face inférieure.

La variation du champ de température (consécutif à une petite variation du coefficient d'échange convectif) se traduit par une faible baisse de la température dans les deux milieux qui n'excède pas $-0,18K$. Cette variation de température est faible et rend difficile

l'identification du coefficient d'échange convectif. La variation du champ de température au temps final est montrée *figures IV.20.a et IV.20.b*.

Nous venons d'étudier brièvement le modèle thermique établi pour le porte-substrats réel et les analyses de sensibilité par rapport aux coefficients d'émissivité et d'échange convectif montrent qu'il sera délicat d'identifier le coefficient d'échange convectif et que le coefficient d'émissivité sera difficilement identifiable pour des températures supérieures à $650K$.

5. Conclusions

Au cours de ce chapitre, nous avons étudié le modèle établi au chapitre III par la méthode des plans d'expériences numériques. Nous avons quantifié l'effet de l'incertitude des paramètres sur la confiance que l'on peut accorder aux les résultats de simulation.

L'erreur commise sur la valeur des paramètres n'explique pas la différence de dynamique entre les mesures expérimentales et les simulations. Par contre le plan d'expériences permet de montrer qu'il faut connaître plus précisément la valeur du coefficient d'émissivité de l'acier et le coefficient d'échange convectif pour bénéficier d'un modèle fiable.

En comparant les mesures expérimentales aux simulations, on s'aperçoit que les conditions aux limites imposées sur la céramique doivent être discutées. De plus, d'après le plan d'expériences, la résistance thermique de contact agit faiblement sur la température du porte-substrats alors qu'elle agit sur la dynamique. On propose donc de ne considérer qu'un modèle s'appliquant au porte-échantillons. La résolution numérique de ce modèle simplifié montre que la dynamique simulée est plus en accord avec la dynamique expérimentale. Suite à cela nous avons approfondi l'influence des deux paramètres à identifier par une analyse de sensibilité classique ce qui permet d'étudier l'évolution de la sensibilité de la température par rapport à ces paramètres mais aussi le meilleur emplacement pour les capteurs thermiques. Le coefficient d'émissivité semble être le paramètre le plus facile à estimer.

Finalement ce chapitre aborde le cas du porte-substrats réel afin de se familiariser avec le modèle et d'évaluer la possibilité d'identifier les deux paramètres que sont le coefficient d'émissivité et le coefficient d'échange convectif. L'identification proprement de ces derniers est abordée dans le prochain chapitre.

Chapitre 5 :

Identification des paramètres expérimentaux :

Coefficient d'émissivité et coefficient d'échange convectif

Au cours du chapitre IV, on a constaté que la méconnaissance du type de conditions aux limites à appliquer sur la céramique conduisait à ce que les deux matériaux parvenaient à un équilibre thermique plus rapidement que ce qu'on a pu voir expérimentalement. De plus, la résistance thermique de contact entre la céramique et le porte-substrats « école » montre que les échanges thermiques entre ces deux milieux sont faibles. C'est pourquoi, pour optimiser les temps de calculs, on va adapté le domaine d'étude en s'affranchissant de la céramique. On n'étudie plus que le porte-substrats « école ». A partir du plan d'expérience numérique, on a conclu que le coefficient d'émissivité du porte-échantillons était un élément clé dans l'échauffement de ce dernier (après la température de l'élément chauffant que l'on suppose connu assez précisément). De même, la bonne connaissance du coefficient d'échange convectif ne joue que sur la précision de la température du porte-substrats car son effet est plus faible. Après avoir réalisé une analyse de sensibilité par rapport aux conditions aux limites, on a pu estimer que quelle que soit la position du capteur, une identification du coefficient d'échange convectif et du coefficient d'émissivité du porte-substrats est réalisable. L'identification du coefficient d'échange convectif est plus délicate car la variation qu'il entraîne sur le champ de température pour de petites perturbations est faible.

Dans ce chapitre, on va traiter l'identification du coefficient d'émissivité du porte-substrats et du coefficient d'échange convectif en l'absence du milieu plasma. Le bilan énergétique du plasma sera traité dans le chapitre suivant (Chapitre 6) afin de séparer les effets et de faciliter ainsi la procédure d'identification. La première étape va permettre

d'identifier le coefficient d'émissivité de l'acier car ce paramètre est essentiel, pour cela on va faire fonctionner le réacteur sous vide secondaire de façon à éliminer l'influence des effets convectifs. Puis, l'émissivité étant connue, nous procéderons à l'identification du coefficient d'échange convectif.

1. Mesures expérimentales de température

1.1. Le capteur utilisé pour l'acquisition de données et erreur de mesure

L'identification des paramètres va se faire par comparaison entre les températures mesurées en certains points du domaine et les températures calculées en ces mêmes points. Les températures calculées sont issues de la résolution numérique du modèle thermique établi pour le porte-substrats « école » (voir chapitre III, paragraphe 3). L'acquisition de données thermiques expérimentales est essentielle à la résolution du problème inverse. A cause des contraintes matérielles et expérimentales, notre choix s'est porté sur des capteurs thermiques par contact : le thermocouple.

L'annexe V détaille le principe de fonctionnement des thermocouples ainsi que les difficultés inhérentes à la mesure. Compte tenu de la plage de mesure des températures que nous devons aborder, la *figure V.1* montre que les thermocouples de type K (chromel/alumel) sont les mieux adaptés.

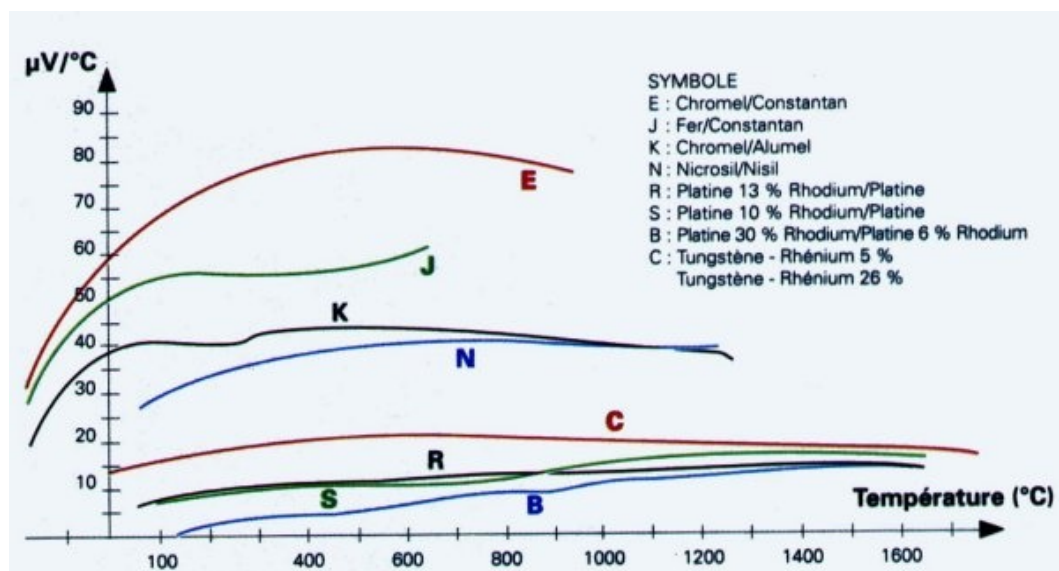


Figure V.1 : Coefficient de sensibilité des différents couples de thermocouples en fonction de la température.

Notons que l'acquisition des températures est faite par le logiciel d'acquisition LABVIEW selon l'approche polynomiale suivante :

$$T = a_0 + a_1u + a_2u^2 + a_3u^3 + \dots + a_nu^n$$

Avec: T la température, u la tension mesurée par le thermocouple, a_i les coefficients liés au type de thermocouple utilisé et n l'ordre maximum du polynôme. Si on accroît n , la précision sur la mesure de la température augmente. Par exemple, avec $n = 9$ la précision est d'environ 1°C . Cette précision dépend du type de thermocouple utilisé. Ainsi pour un thermocouple K de classe II : jusqu'à 330°C la précision est de $\pm 2,5^\circ\text{C}$, et au delà de 330°C elle est de $\pm 0,75\%$ de la température mesurée.

Tableau V.1 : *Table des différents coefficients en fonction du type de thermocouple et de la plage de mesure (données de National Instrument).*

	Type E	Type J	Type K	Type R	Type S	Type T
	Nickel 10% Chrome (+) et Constantan (-)	Fer (+) et Constantan (-)	Nickel 20% Chrome (+) et Nickel 5% Al/Mg/Si (-)	Platine 13% Rhodium (+) et Platine (-)	Platine 10% Rhodium (+) et Platine (-)	Cuivre (+) et Constantan (-)
	-100 °C à 1000 °C ± 0.5 °C au 9 ^e ordre	0 °C à 760 °C ± 0.1 °C au 5 ^e ordre	0 °C à 1370 °C ± 0.7 °C au 8 ^e ordre	0 °C à 1000 °C ± 0.5 °C au 8 ^e ordre	0 °C à 1750 °C ± 1 °C au 9 ^e ordre	-160 °C à 400 °C ± 0.5 °C au 7 ^e ordre
a0	0.104967248	-0.048868252	0.226584602	0.263632917	0.927763167	0.100860910
a1	17189.45282	19873.14503	24152.10900	179075.491	169526.5150	25727.94369
a2	-282639.0850	-218614.5353	67233.4248	-48840341.37	-31568363.94	-767345.8295
a3	12695339.5	11569199.78	2210340.682	1.90002E +10	8990730663	78025595.81
a4	-448703084.6	-264917531.4	-860963914.9	-4.82704E +12	-1.63565E +12	-9247486589
a5	1.10866E +10	2018441314	4.83506E +10	7.62091E +14	1.88027E +14	6.97688E +11
a6	-1.76807E +11		-1.18452E +12	-7.20026E +16	-1.37241E +16	-2.66192E +13
a7	1.71842E +12		1.38690E +13	3.71496E +18	6.17501E +17	3.94078E +14
a8	-9.19278E +12		-6.33708E +13	-8.03104E +19	-1.56105E +19	
a9	2.06132E +13				1.69535E +20	

1.2. Méthodologie expérimentale pour l'identification

L'identification simultanée de deux paramètres est difficile, nous avons donc choisi de séparer les différentes contributions au bilan thermique du porte-substrats. Muni d'un système de pompage secondaire, le réacteur PACVD permet d'atteindre des pressions de l'ordre de $\sim 1.10^{-6}$ torr, on a donc décidé de travailler sous une pression de « quasi vide » pour s'affranchir des échanges convectifs (plus d'écoulement gazeux). Les seuls transferts thermiques avec l'extérieur du domaine sont, dans ce cas, de type radiatif uniquement. Ainsi l'identification du coefficient d'émissivité du porte-substrats plein peut être faite avec une certaine précision (relative à la précision des mesures expérimentales). Le coefficient d'émissivité ainsi estimé, l'identification du coefficient d'échange convectif sera entreprise.

1.3. Mesures de température sur l'élément chauffant

Nous avons montré au chapitre 4 que la température de l'élément chauffant était un paramètre prépondérant, nous avons donc vérifié dans un premier temps que le fonctionnement de l'élément chauffant était fiable.

Les figures V.2 montrent le positionnement des thermocouples pour cette mesure de température ainsi que les données expérimentales acquises :

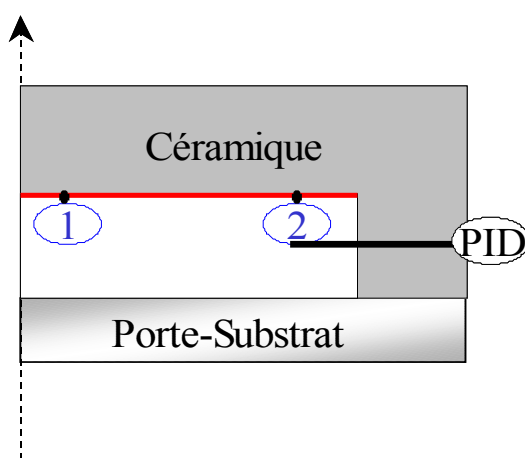


Figure V.2 : Schéma de l'élément chauffant et de l'emplacement des thermocouples

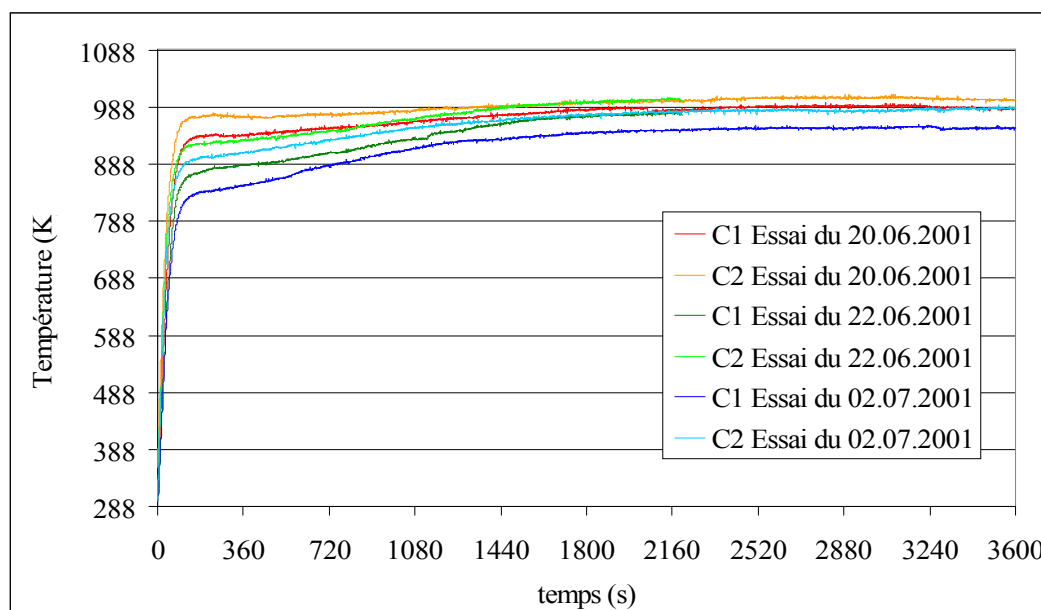


Figure V.3 : Evolution de la température de l'élément chauffant.

Plusieurs campagnes de mesures ont été réalisées. Les premières mesures expérimentales ont été faites avec des thermocouples de type K élaborés manuellement (soudure sur le porte-substrats plein et l'élément chauffant) afin de connaître le comportement thermique du porte-substrat et de vérifier en même temps l'homogénéité de la température de l'élément chauffant.

Trois essais sont donnés sur la *figure V.II*. On constate que la température n'est pas exactement homogène entre le centre de l'élément chauffant et sa bordure. L'élément chauffant est un disque fait à partir d'un enroulement d'un fil qui libère de la chaleur par effet Joules. Le premier thermocouple (C1) est disposé à environ 10 mm de son centre et le second thermocouple (C2) est disposé à 20 mm du centre. Le rayon de l'élément chauffant est d'environ 26 mm.

Les conditions expérimentales pour les essais du 20.06.01 et du 22.06.01 sont : chauffage radiatif (boîtier PID étant réglé à 60% de la puissance maximum), sous une pression de 8.10^{-6} torr (pas d'écoulement de gaz autour du domaine céramique / porte-substrats). L'essai du 02.07.01 a été réalisé sous la même puissance de chauffage mais sous une pression de 1.10^{-1} torr (avec écoulement de gaz argon).

La différence de températures entre le centre et la bordure de l'élément chauffant est de l'ordre de 20–30 K, on a pratiquement l'homogénéité de la température en surface. On voit nettement que la température de l'élément chauffant est de 1000 K en régime permanent. Pour les mesures réalisées à la pression de 1.10^{-1} torr sont légèrement inférieures à celles réalisées à pression de « quasi-vide » (8.10^{-6} torr). La baisse de la température est de l'ordre de 20 K en chaque capteurs.

On peut donc considérer que le comportement de l'élément chauffant est connu et qu'il est à peu près conforme aux descriptions du fournisseur. Toutes les mesures relevées sur l'élément chauffant ne sont pas reportées dans ce paragraphe, mais le même comportement a été observé au cours des mesures faites lors de la campagne de juin – juillet 2001. Les autres mesures de température sur l'élément chauffant sont proposées en annexes. Nous pouvons

présenter les mesures de température prises sur le porte-échantillons plein lorsque celui-ci a été chauffé par rayonnement.

1.4. Mesures de température sur le porte-substrats et la céramique

Un certain nombre de problèmes technologiques ont été rencontrés lors de la prise de températures sur le porte-échantillons et la céramique. Il s'agit en fait de faire l'acquisition de mesures de températures à des température pour des valeurs variant entre la température ambiante et une température d'environ 1000K à l'aide de thermocouples de type K. Les premiers essais ont montrés que les thermocouples doivent être protégées du rayonnement direct sous peine de surestimer les températures réelles. Après divers essais, il a été décidé d'acquérir la température au sein du domaine même. La difficulté à alors résidé dans le perçage du porte-substrats en acier (soumis à plusieurs échauffements) avec des forêts de 1mm de diamètre et d'une profondeur maximum de 20mm. La disposition des thermocouples est reportée sur la *figure V.4* ci-dessous.

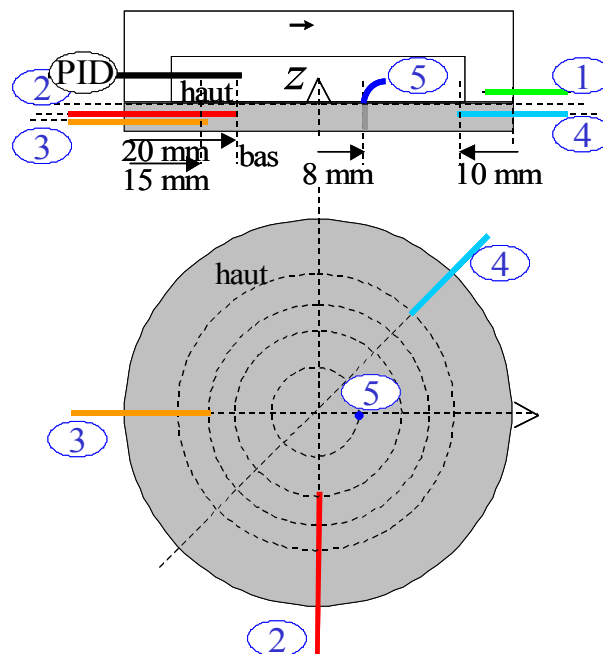


Figure V.4 : Emplacement des thermocouples dans le porte-substrats et la céramique.

Les photographies suivantes illustrent le montage des thermocouples munis de leur protection (gaine en alumine). On notera la disposition « en ressort » de tous les

thermocouples permettant d'assurer le déplacement de la canne de transferts supportant le porte-échantillons, *figure V.6.*

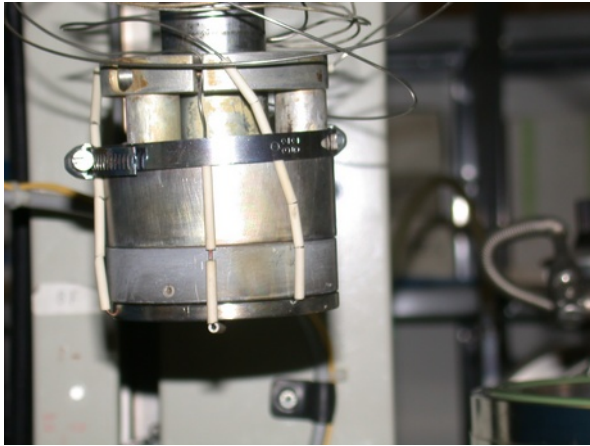
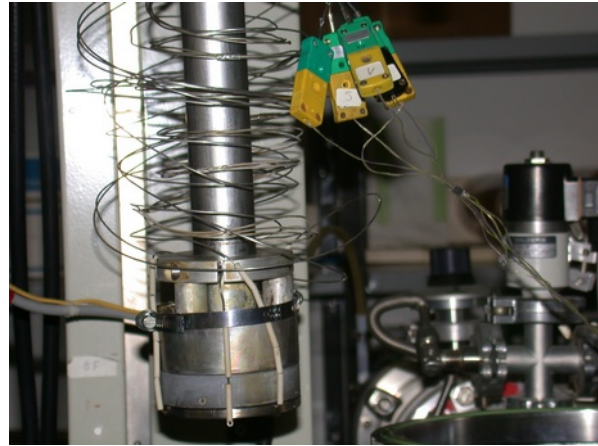


Figure V.5 : *Photographie de la tête de polarisation, de la céramique et du porte-substrats (du haut vers le bas respectivement). On distingue trois thermocouples muni de leur gaine en alumine.*



Figures V.6 : *Photographie du montage des thermocouples en « ressort » pour permettre le déplacement de la canne de transfert.*

1.5. Conclusions

Au cours de cette première partie dédiée à la mise en place des mesures de température sur le procédé PACVD, on a évoqué les difficultés d'acquisition et la démarche entreprise pour permettre une identification pertinente. Il est tout d'abord nécessaire de réaliser des mesures de température hors milieu plasma et sous vide secondaire afin d'estimer le coefficient d'émissivité du porte-substrats. Ce paramètre intervient dans les principaux échanges thermiques du porte-échantillons, il doit bénéficier d'une estimation la plus précise possible.

Des précautions concernant l'acquisition des mesures étant prises, nous pouvons maintenant envisager l'identification du coefficient d'émissivité puis du coefficient d'échange convectif.

2. Etude du comportement thermique hors milieu plasma

La méthode retenue pour identifier le coefficient d'émissivité du porte-substrats et le coefficient d'échange convectif est le développement d'un problème thermique inverse de

conditions aux frontières. En effet tous les paramètres à identifier s'appliquent à la frontière du porte-substrats. La méthode utilisée pour résoudre le problème inverse est celle développée au cours du chapitre II. Rappelons que la résolution du problème thermique direct a été testée au cours du troisième chapitre et que le développement complet de la méthode du gradient conjugué a été réalisée au cours du second chapitre.

2.1. Le problème inverse de conditions aux limites

2.1.1. Le problème direct de la thermique

Le problème thermique que l'on va traiter est celui défini au cours du chapitre IV (pour lequel la céramique n'est prise en compte que par un flux à la frontière avec le porte substrats). On rappelle brièvement, dans ce qui suit, le système d'équations aux dérivées partielles non linéaires régissant le chauffage du porte-échantillons par l'élément chauffant. Les échanges thermiques sont présentés schématiquement sur la figure V.7.

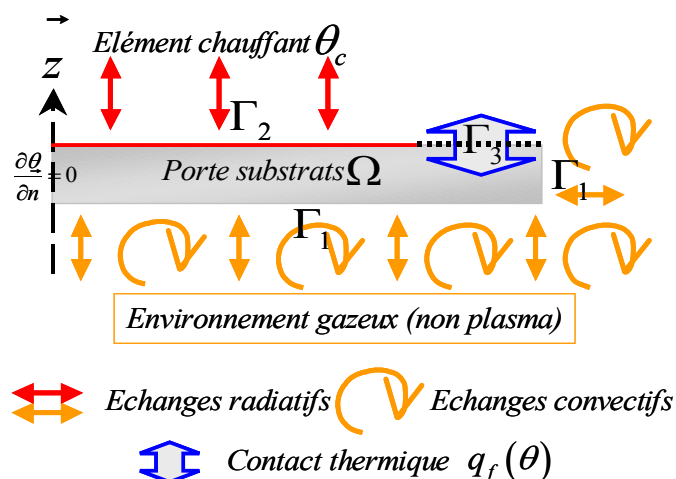


Figure V.7 : Echanges thermiques appliqués au porte-substrats soumis au chauffage radiatif de l'élément chauffant.

Le système découlant de cette représentation schématique est le suivant. On pose $\theta = \theta(x, t)$ où $x \in \Omega \in \mathbb{R}^3$ et $t \in T = [0, t_f]$. Les propriétés thermophysiques du porte-substrats en acier inox correspondent aux paramètres : $\lambda(\theta)$, $C(\theta) = \rho(\theta)C_p(\theta)$ et $\varepsilon(\theta)$, tous non linéaires en fonction de la température.

La première équation traduit l'équation d'état décrivant la conduction de la chaleur dans le porte-échantillons, pour un milieu immobile, opaque et sans source interne de chaleur :

$$C(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial t} - \nabla(\lambda(\theta) \nabla \theta) = 0 \quad \text{dans } \Omega \times T \quad (\text{V.1})$$

La seconde équation traduit les échanges thermiques par convection et rayonnement sur la frontière inférieure et latérale du porte-substrats :

$$-\lambda(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial n_1} = h(\theta)(\theta - \theta_{amb}) + \varepsilon(\theta) \sigma(\theta^4 - \theta_{amb}^4) \quad \text{sur } \Gamma_1 \times T \quad (\text{V.2})$$

Le chauffage du porte-échantillons est réalisé par rayonnement sur la face supérieure, la cavité est supposée trop petite pour qu'il y ait de la convection, de plus la pression es très faible :

$$-\lambda(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial n_2} = \varepsilon(\theta) \sigma(\theta^4 - \theta_{chaud}^4) \quad \text{sur } \Gamma_2 \times T \quad (\text{V.3})$$

La condition de contact avec la céramique est la suivante :

$$-\lambda(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial n_3} = q_{froid}(\theta) \quad \text{sur } \Gamma_3 \times T \quad (\text{V.4})$$

La condition initiale donnant la température du porte-substrats à l'instant initial est défini comme suit :

$$\theta = \theta_{ini} \quad \text{dans } \Omega \text{ à } t = 0s \quad (\text{V.5})$$

Le système d'équations aux dérivées partielles non linéaires (V.1)-(V.5) est appelé problème thermique direct noté P_{dir} . En ce qui concerne la résolution du problème inverse, on utilise une méthode de régularisation itérative dans le but d'obtenir une solution stable. Nous avons vu, au cours du chapitre II, que la méthode de régularisation retenue, pour résoudre le problème inverse de la thermique, est celle méthode du gradient conjugué. Cette technique de régularisation fait appel à deux nouveaux problèmes paraboliques : le problème de sensibilité et le problème adjoint. La méthode générale pour obtenir les deux problèmes supplémentaires a été détaillée au chapitre II, on rappellera donc simplement les équations de sensibilité et les équations adjointes dans ce qui va suivre.

2.1.2. Les équations de sensibilité

Dans cette partie du chapitre, on se propose d'identifier le coefficient d'émissivité du porte-substrats puis le coefficient d'échange convectif. Pour chaque paramètre, on doit établir les équations de sensibilité relatives à l'identification du coefficient d'émissivité et relatives à l'identification du coefficient d'échange convectif.

Le premier cas concerne la sensibilité du champ de température suite à une petite variation du coefficient d'émissivité sur les frontières Γ_1 et Γ_2 du porte-substrats, voir *figure V.7*. Dans ce cas, on n'a pas d'échanges thermiques par convection, puisqu'on s'est mis expérimentalement en condition de vide secondaire. On obtient donc les équations de sensibilité suivantes :

$$\frac{\partial(C(\theta)\delta\theta)}{\partial t} - \Delta(\lambda(\theta)\delta\theta) = 0 \quad \text{dans } \Omega \times T \quad (\text{V.6})$$

$$-\frac{\partial(\lambda(\underline{\theta})\delta\theta)}{\partial n_1} = \left[4\varepsilon(\theta)\sigma\theta^3 + \frac{\partial\varepsilon(\theta)}{\partial\theta}\sigma(\theta^4 - \theta_{amb}^4) \right] \delta\theta + \sigma(\theta^4 - \theta_{amb}^4)\delta\varepsilon \quad \text{sur } \Gamma_1 \times T \quad (\text{V.7})$$

$$-\frac{\partial(\lambda(\underline{\theta})\delta\theta)}{\partial n_2} = \left[4\varepsilon(\theta)\sigma\theta^3 + \frac{\partial\varepsilon(\theta)}{\partial\theta}\sigma(\theta^4 - \theta_{chaud}^4) \right] \delta\theta + \sigma(\theta^4 - \theta_{chaud}^4)\delta\varepsilon \quad \text{sur } \Gamma_2 \times T \quad (\text{V.8})$$

$$-\frac{\partial(\lambda(\underline{\theta})\delta\theta)}{\partial n_3} = \frac{\partial q_{froid}(\theta)}{\partial\theta}\delta\theta \quad \text{sur } \Gamma_3 \times T \quad (\text{V.9})$$

$$\delta\theta = 0 \quad \text{dans } \Omega \text{ à } t = 0s \quad (\text{V.10})$$

Le système d'équations aux dérivées partielles (V.6)-(V.10) forment le problème de sensibilité relatif au coefficient d'émissivité que l'on note : P_{sens}^e .

Remarque : $\delta\theta$ est la fonction de sensibilité, elle représente la variation du champ de température suite à une variation du coefficient d'émissivité.

Le problème de sensibilité relatif au coefficient d'échange convectif est établi à partir des équations du problème direct en supposant maintenant le coefficient d'émissivité connu. Le système d'équations du problème de sensibilité pour le coefficient d'échange convectif

P_{sens}^h s'écrit :

$$\frac{\partial(C(\theta)\delta\theta)}{\partial t} - \Delta(\lambda(\theta)\delta\theta) = 0 \quad \text{dans } \Omega \times T \quad (\text{V.11})$$

$$-\frac{\partial(\lambda(\underline{\theta})\delta\theta)}{\partial n_1} = \left[h(\theta) + \frac{\partial h(\theta)}{\partial\theta}(\theta - \theta_{amb}) + 4\varepsilon(\theta)\sigma\theta^3 + \frac{\partial\varepsilon(\theta)}{\partial\theta}\sigma(\theta^4 - \theta_{amb}^4) \right] \delta\theta \dots$$

$$\dots + (\theta - \theta_{amb})\delta h \quad \text{sur } \Gamma_1 \times T \quad (\text{V.12})$$

$$-\frac{\partial(\lambda(\underline{\theta})\delta\theta)}{\partial n_2} = \left[4\varepsilon(\theta)\sigma\theta^3 + \frac{\partial\varepsilon(\theta)}{\partial\theta}\sigma(\theta^4 - \theta_{chaud}^4) \right] \delta\theta \quad \text{sur } \Gamma_2 \times T \quad (\text{V.13})$$

$$-\frac{\partial(\lambda(\underline{\theta})\delta\theta)}{\partial n_3} = \frac{\partial q_{froid}(\theta)}{\partial \theta} \delta\theta \quad \text{sur } \Gamma_3 \times T \quad (\text{V.14})$$

$$\delta\theta = 0 \quad \text{dans } \Omega \text{ à } t = 0s \quad (\text{V.15})$$

Le problème de sensibilité respectif au coefficient d'échange convectif P_{sens}^h est défini par les équations (V.11)-(V.15).

On a présenté brièvement les équations de sensibilité, il reste à écrire les équations du problème adjoint.

2.1.3. Les équations adjointes

Quelque soit le paramètre à identifier, les équations adjointes sont pratiquement les mêmes pour l'identification du coefficient d'émissivité et du coefficient d'échange convectif. En fait les équations adjointes relatives à l'identification du coefficient d'émissivité ne comportent pas les termes en $h(\theta)$. Les équations adjointes sont obtenues à partir de la méthode exposée au chapitre II. Les équations adjointes sont :

$$-\frac{\partial(C(\theta)\psi)}{\partial t} - \Delta(\lambda(\theta)\psi) = -E(x,t) \quad \text{dans } \Omega \times T \quad (\text{V.16})$$

$$-\frac{\partial(\lambda(\underline{\theta})\psi)}{\partial n_1} = \left[h(\theta) + \frac{\partial h}{\partial \theta}(\theta - \theta_{amb}) + 4\varepsilon(\theta)\sigma\theta^3 + \frac{\partial \varepsilon}{\partial \theta}\sigma(\theta^4 - \theta_{amb}^4) \right] \psi \quad \text{sur } \Gamma_1 \times T \quad (\text{V.17})$$

$$-\frac{\partial(\lambda(\underline{\theta})\psi)}{\partial n_2} = \left[4\varepsilon(\theta)\sigma\theta^3 + \frac{\partial \varepsilon}{\partial \theta}\sigma(\theta^4 - \theta_{chaud}^4) \right] \psi \quad \text{sur } \Gamma_2 \times T \quad (\text{V.18})$$

$$-\frac{\partial(\lambda(\underline{\theta})\psi)}{\partial n_3} = \frac{\partial q_{froid}(\theta)}{\partial \theta} \psi \quad \text{sur } \Gamma_3 \times T \quad (\text{V.19})$$

$$\psi = 0 \quad \text{dans } \Omega \text{ à } t = t_f \quad (\text{V.20})$$

Le problème adjoint P_{adj} est défini par le système d'équations aux dérivées précédent (V.16)-(V.20).

Remarque : ψ est la fonction de Lagrange ou fonction adjointe, $E(x,t)$ est la fonction erreur

qui est définie par l'expression suivante : $E(x,t) = \iint_{T \Omega} \sum_{i=1}^{N_c} (\theta(x,t) - \hat{\theta}_{mes}(t)) \delta(x - x_i) dt d\Omega$.

2.1.4. Expression du gradient et discrétisation de la fonction à identifier

L'obtention de l'expression du gradient a été explicitée au chapitre II. Pour le problème inverse relatif au coefficient d'émissivité $\varepsilon(\theta)$, elle est donc la suivante :

$$J'(\varepsilon) = - \int \int_{T \Gamma_i} \sigma (\theta(x,t)^4 - \theta_{\Gamma_i}^4) \psi(x,t) d\Gamma_i dt, \quad i = 1, 2$$

Si on est sur Γ_1 , $\theta_{\Gamma_1} = \theta_{amb}$ sinon si on est sur Γ_2 , $\theta_{\Gamma_2} = \theta_{chaud}$.

Pour l'identification du coefficient d'échange convectif $h(\theta)$, elle est :

$$J'(h) = - \int \int_{T \Gamma_1} (\theta(x,t) - \theta_{amb}) \psi(x,t) d\Gamma_1 dt$$

Les paramètres recherchés dépendent de la température du porte-substrats. Généralement on ne connaît pas la forme de la fonction recherchée, on a donc choisi ici de discrétiser cette dernière sur la base de fonctions chapeaux, *figure V.8*. Nous aurions pu utiliser une autre modélisation ou discrétisation de la fonction inconnue sur la base d'une connaissance a priori de la forme de la fonction.

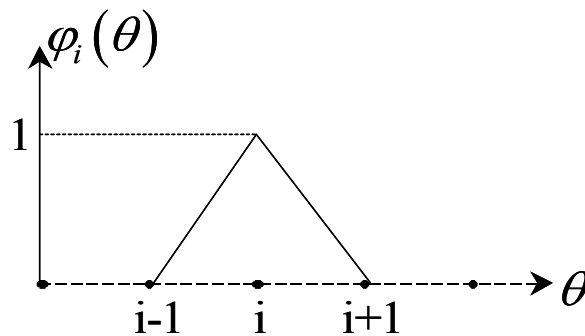


Figure V.8 : Fonctions chapeaux

Prenons le cas du coefficient d'émissivité, son développement de sur la base de fonctions chapeaux s'écrit :

$$\varepsilon(\theta) = \sum_{l=1}^{N_\theta} \varepsilon_l \varphi_l(\theta)$$

de même pour le coefficient d'échange convectif : $h(\theta) = \sum_{l=1}^{N_\theta} h_l \varphi_l(\theta)$.

N_θ est le nombre de paramètres qui doit permettre d'approcher la fonction recherchée. Finalement le coefficient d'émissivité à identifier revient à chercher un vecteur $\bar{\varepsilon} = [\varepsilon_1, \varepsilon_2, \dots, \varepsilon_{N_\theta}]$, $\bar{\varepsilon} \in R^{N_\theta}$. Lorsque le coefficient d'émissivité (ou le coefficient d'échange convectif) est discrétisé sur l'intervalle de température, la variation $\delta\varepsilon$ (ou δh) est donnée par :

$$\delta\varepsilon(\theta) = \sum_{l=1}^{N_\theta} \delta\varepsilon_l \varphi_l(\theta) \text{ ou } \delta h(\theta) = \sum_{l=1}^{N_\theta} \delta h_l \varphi_l(\theta)$$

D'après les expressions du gradient pour le coefficient d'émissivité (ou le coefficient d'échange convectif), il vient :

$$\delta J(\varepsilon) = \int_T \int_\Gamma J'(\varepsilon) \delta\varepsilon d\Gamma dt = \sum_{l=1}^{N_\theta} \int_T \int_\Gamma J'(\varepsilon) \varphi_l(\theta) d\Gamma dt$$

Alors l'expression discrétisé du gradient devient :

$$J'_l(\varepsilon) = - \int_T \int_{\Gamma_i} \sigma(\theta(x,t)^4 - \theta_{\Gamma_i}^4) \psi(x,t) \varphi_l(\theta) d\Gamma_i dt, \quad l=1, N_\theta, \quad i=1, 2$$

$$\text{ou } J'_l(h) = - \int_T \int_{\Gamma_i} (\theta(x,t) - \theta_{amb}) \psi(x,t) \varphi_l(\theta) d\Gamma_i dt, \quad l=1, N_\theta$$

2.1.5. Algorithme du gradient conjugué

Dans ce qui suit, la fonction inconnue est notée $Z = \varepsilon(\theta), h(\theta)$. L'algorithme de résolution est le suivant :

1. Initialisation du problème direct avec \bar{z}^0 .
2. Résolution du problème direct puis calcul du critère $J(\theta, \bar{z}^n)$, si celui-ci est inférieur au critère d'arrêt, le programme est stoppé. Sinon on calcule l'écart entre les mesures calculées et les mesures expérimentales.
3. Résolution du problème adjoint : on calcule le gradient de la fonctionnelle $J'(\theta, \bar{z}^n)$.
4. Calcul de la direction de descente \bar{d}^n pour la résolution du problème de sensibilité.
5. Résolution du problème de sensibilité : estimation de la profondeur de descente γ_n .

6. Correction de la fonction recherchée et nouvelle itération du problème inverse, retour en 2.

La figure V.9 suivante résume l'algorithme du gradient conjugué pour la résolution d'un problème inverse en thermique.

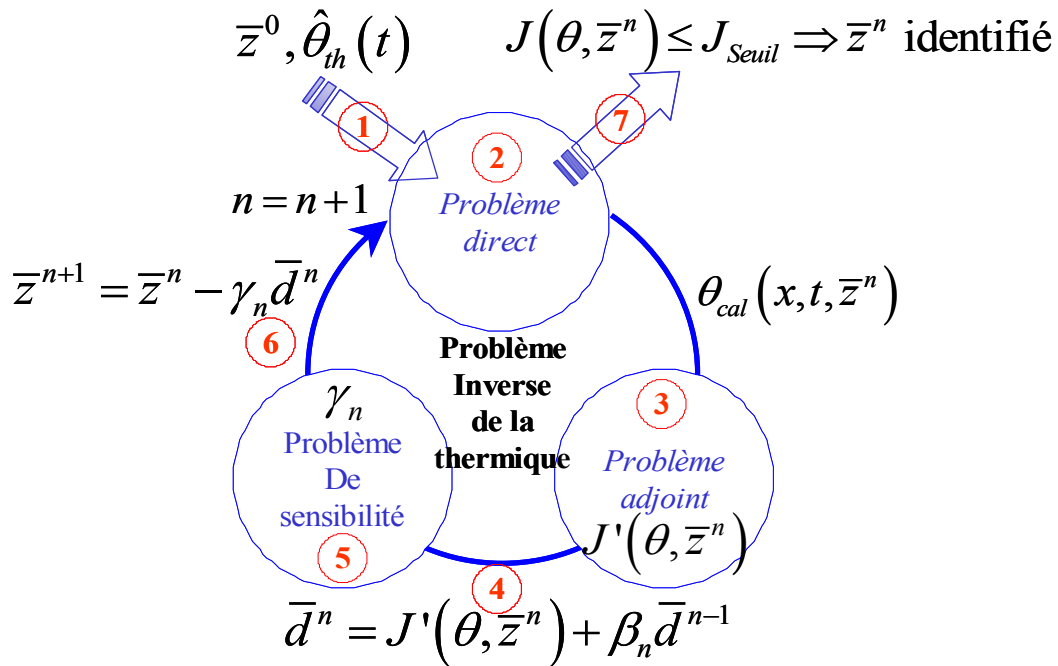


Figure V.9 : Principe de l'algorithme du gradient conjugué.

Le critère d'arrêt est estimé en sommant les carrés des écarts entre les valeurs calculées et les valeurs mesurées à chaque instant.

2.2. Etude du chauffage sous « vide » : identification du coefficient d'émissivité

Nous commencerons par le cas de l'identification du coefficient d'émissivité du porte-substrats en acier inoxydable. Démarrons, tout d'abord, l'identification de ce coefficient par une brève étude numérique afin de tester le programme de résolution du problème inverse de conditions aux frontières.

2.2.1. Tests numériques du programme d'identification

Ces tests numériques consistent à étudier l'influence de certains paramètres : effet du pas de temps, effet du nombre et de l'emplacement des capteurs thermiques, effet du bruit de mesure, ... sur l'identification du coefficient d'émissivité.

a. *Le problème direct, les données numériques exactes*

Pour estimer l'influence de divers paramètres numériques nous nous donnons une expression « arbitraire » choisie pour le coefficient d'émissivité. Elle est la suivante : $\varepsilon(\theta) = (\arctan((\theta - 550)/55))/55 + 0,225$. L'évolution du coefficient d'émissivité en fonction de la température est reporté sur la *figure V.10*.

La résolution du problème direct, réalisée avec le code Modulef, utilise la méthode des éléments finis. Le pas de temps pris pour résoudre le problème direct est de 15s. Le capteur thermique est placé sur la frontière non chauffée du porte substrats, *figure V.11*. La durée de la simulation est fixée à 1800s.

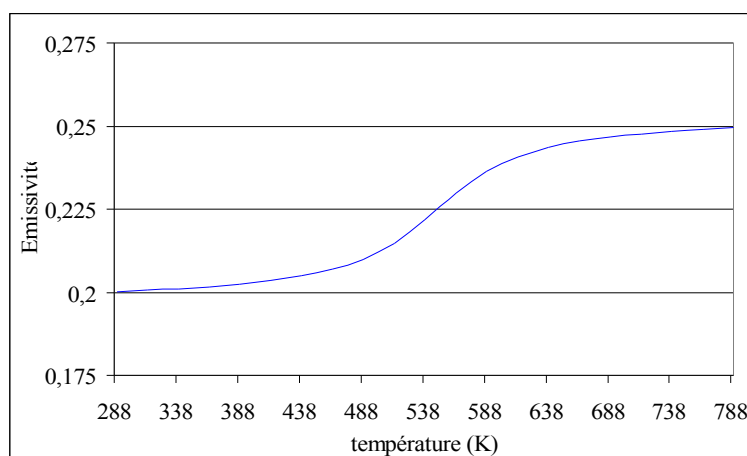


Figure V.10 : Evolution de l'émissivité en fonction de la température

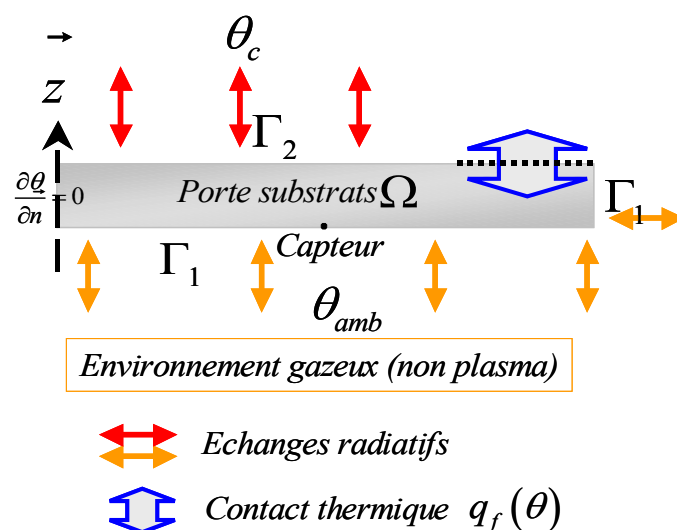


Figure V.11 : Echanges thermiques dans le cas opératoire de vide secondaire et emplacement du capteur thermique.

L'évolution de la température calculée par le problème direct pour le capteur placé sur la frontière non chauffée du porte-substrats est présentée sur la *figure V.12*. Cette évolution traduit le chauffage du porte-échantillons « école » par le rayonnement provenant d'une source radiative à la température de $1000K$ (l'élément chauffant). On impose que la source radiative parvienne à la température de $1000K$ en près de $120s$.

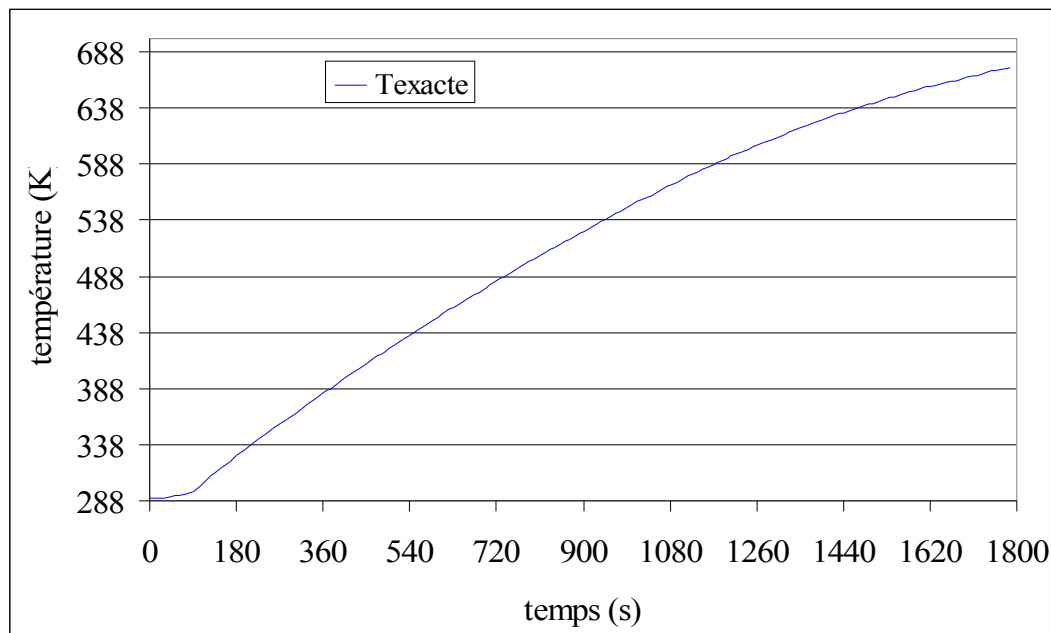


Figure V.12 : Evolution de la température au capteur suite au chauffage du porte-substrats par l'élément chauffant pour le coefficient d'émissivité « arbitrairement » choisi.

On remarque que la condition imposée sur la montée en température de l'élément chauffant est bien retrouvée sur les premières secondes de l'évolution de la température relevée par le capteur. La température ne cesse de croître tout au long de la durée de la simulation, on n'atteint pas le régime permanent au bout des $1800s$, on observe tout de même un fléchissement de l'évolution temporelle. La température n'excédant pas $690K$, toute identification du coefficient d'émissivité supérieure à cette valeur sera donc impossible.

L'intervalle de température considéré pour l'identification de l'émissivité est $[290K - 690K]$. En découpant cet intervalle de température en portions de $25K$, on va chercher à déterminer la valeur que prend le coefficient d'émissivité tous les $25K$ en partant de la température initiale. Nous possédons maintenant des données thermiques « exactes », on peut tester l'identification du coefficient d'émissivité.

b. Le problème inverse et l'influence du pas de temps

L'étude de l'influence du pas de temps utilisé dans le programme inverse est d'une grande importance : s'il est petit, cela va entraîner des temps de calcul importants. A l'inverse, un pas de temps trop grand peut conduire à une impossibilité d'identifier correctement le coefficient d'émissivité.

Dans cette étude numérique, nous disposons d'un seul capteur placé sur la frontière Γ_1 du porte-substrats, *figure V.11*. Les pas de temps utilisés pour la résolution du problème inverse de conditions aux frontières (PICF) sont de 5s, de 15s et de 30s. Dans cette application numérique, le problème inverse est résolu avec des données exactes non bruitées.

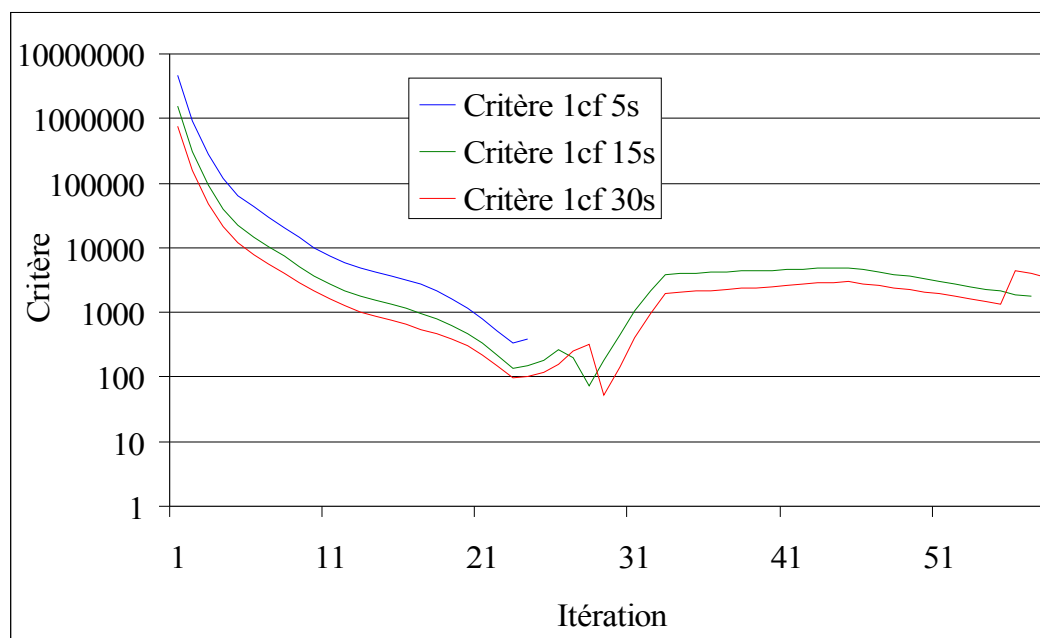


Figure V.13 : Evolution du critère quadratique pour différents pas de temps pour la résolution du PICF.

L'évolution des trois critères est similaire, *figure V.13*. Le critère décroît jusqu'à une valeur limite qui est sensiblement la même pour chaque pas de temps puis augmente et oscille. On constate que ce type de problème inverse est assez instable. En fait, pour pouvoir résoudre le problème inverse pour l'identification de l'émissivité, on a dû modifier la profondeur de descente. Au lieu de prendre celle ci constante, on a décidé de la discrétiser en fonction de la température de la même manière que le gradient de la fonctionnelle à optimiser. La raison est simple, le coefficient d'émissivité intervient sur presque toutes les frontières du porte-substrats, il participe à l'échauffement du porte-échantillons et à son refroidissement

(par les pertes de chaleur). Pour passer au delà de ce problème, on a appliqué cette méthode qui peut être utilisée pour optimiser la recherche de la solution [ALIF-95].

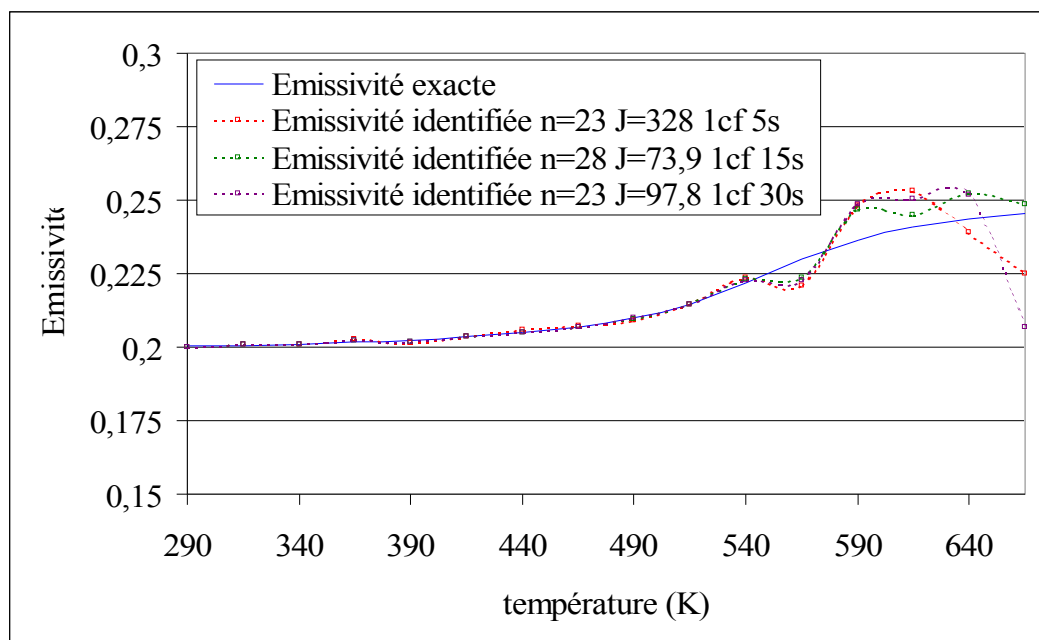


Figure V.14 : Coefficients d'émissivité exact et identifiés pour différents pas de temps pour la résolution du PICF.

L'émissivité identifiée dans les trois cas est similaire la meilleure estimation étant donnée pour un pas de temps 15s secondes, *figure V.14*. On constate que quelque soit le cas, l'émissivité pour les hautes températures est mal estimée. Ceci a été déjà évoqué lors du chapitre II. Les valeurs de l'émissivité pour les hautes températures correspondent aux dernières valeurs de la simulation pour la fonction adjointe. Nous rappelons que la condition finale pour la fonction adjointe est de s'annuler. Les valeurs de la fonction adjointe sont alors trop faibles pour permettre une bonne identification du coefficient d'émissivité en fin de de l'intervalle de temps de la simulation. Une méthode pour éviter cette erreur consiste à arrêter le programme d'identification et de le redémarrer en remplaçant les valeurs de l'émissivité non identifiables par la dernière valeur identifié.

Lorsqu'on visualise l'écart entre les données numériques exactes et les données numériques calculées, on constate que celui ci est faible jusqu'au temps $t \leq 1000s$ puis commence à augmenter pour atteindre 10K d'écart en fin de simulation, cela quelque soit le pas de temps utilisé, *figure V.15*. L'écart est d'autant plus important que le pas est grand : 4K

d'écart maximum pour un pas de temps de $5s$ contre $12K - 14K$ pour un pas de temps de $30s$. Un bon compromis temps de calcul / précision de la solution est réalisé pour un pas de temps de $15s$ pour la résolution du PICF.

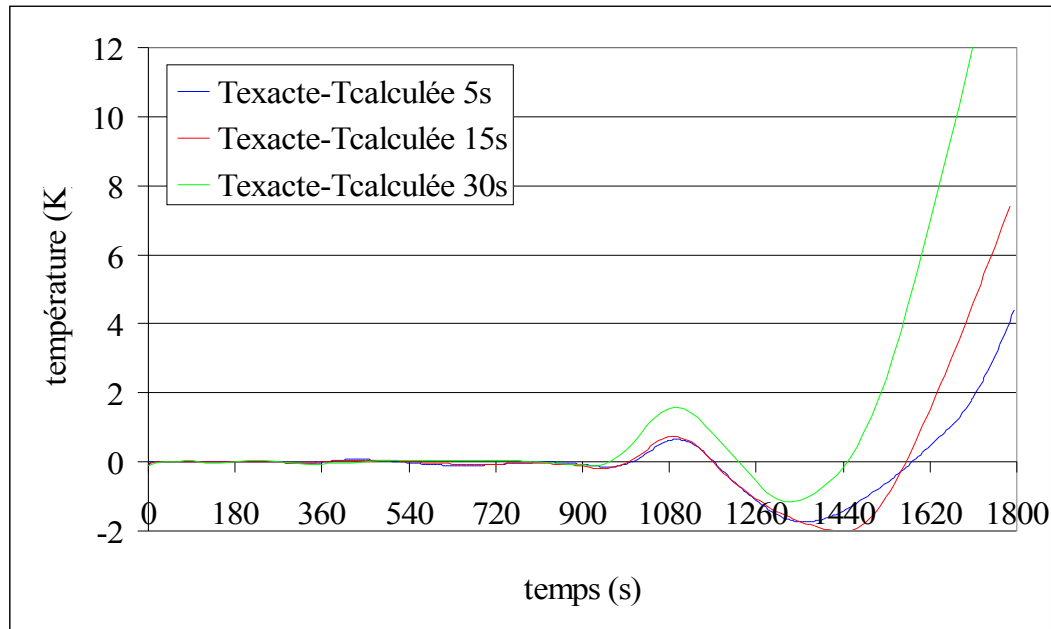


Figure V.15 : Evolution de l'écart entre la température exacte et la température calculée en résolvant le PICF pour 3 pas de temps différents.

Pour conclure sur l'étude de l'influence du pas de temps pour la résolution du problème inverse, un pas de temps de $15s$ semble être un bon compromis entre le temps de calcul et la qualité de la solution identifiée.

c. L'influence du nombre et de la position des capteurs

Dans ce paragraphe, nous allons étudier l'influence du nombre de capteurs et de leur position. Comme on a pu le voir dans la présentation des données expérimentales, ces capteurs sont placés dans le domaine et non sur la surface. De plus, les acquisitions ont été faites avec plusieurs capteurs. Afin de tenir compte de ces remarques dans cette application numérique, on va identifier le coefficient d'émissivité avec un capteur placé sur la frontière non chauffée, puis avec un capteur situé dans le domaine et enfin avec 3 capteurs positionnés dans le porte-substrats. La *figure V.16* présente l'évolution du critère le cas d'un thermocouple situé sur la frontière (1cf), d'un thermocouple positionné dans le domaine (1cm) et de trois thermocouples disposés dans le domaine (3cm).

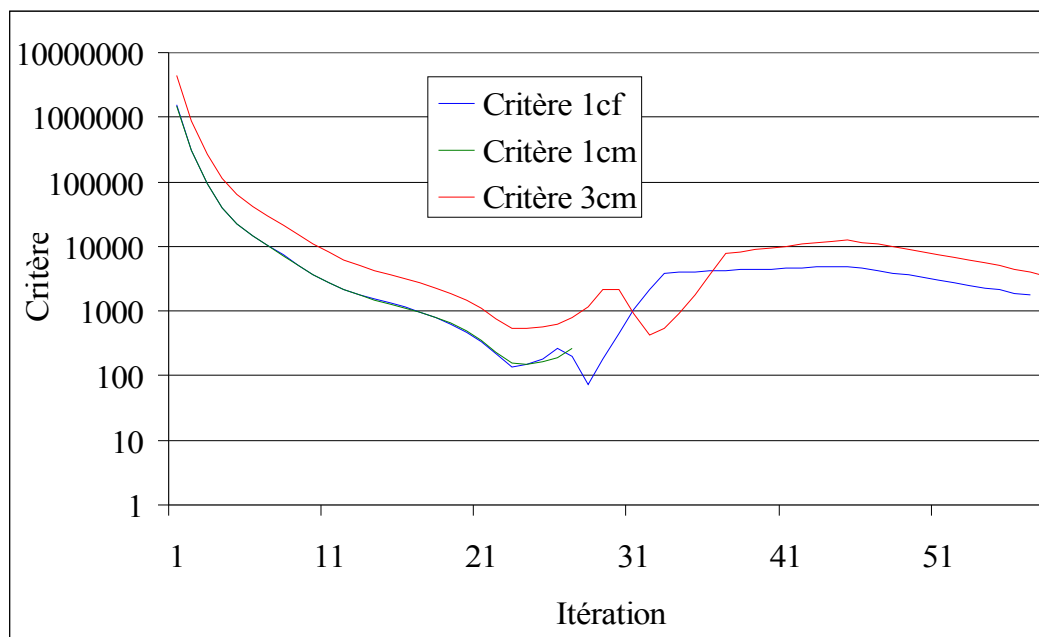


Figure V.16 : Evolution du critère quadratique pour différents nombre et positions de capteurs.

Quelque soit le nombre ou l'emplacement des capteurs, le critère décroît jusqu'à une valeur minimale, puis le critère augmente comme dans le cas précédent. Il semble qu'un nombre de capteur élevé aide à une meilleure identification du coefficient d'émissivité.

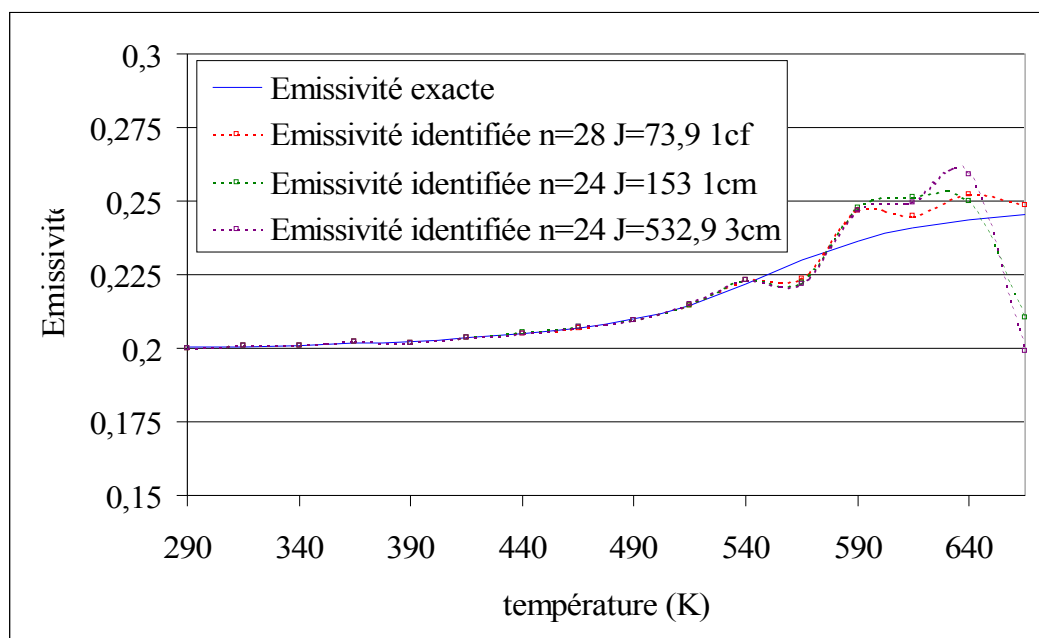


Figure V.17 : Coefficients d'émissivité exact et identifiés pour différents nombres et positions de capteurs.

Le coefficient d'émissivité le mieux identifié est réalisé pour le point de mesure disposé sur la frontière du domaine. Cependant, les contraintes techniques et expérimentales ont imposé la disposition avec les 3 thermocouples. On constate qu'avec les trois thermocouples, l'identification est possible et la précision des résultats est quasi similaire à celui obtenu avec un seul capteur. L'augmentation du nombre de capteur n'améliore en aucuns lieux le coefficient d'émissivité en fin de temps de simulation (valeurs hautes de la température).

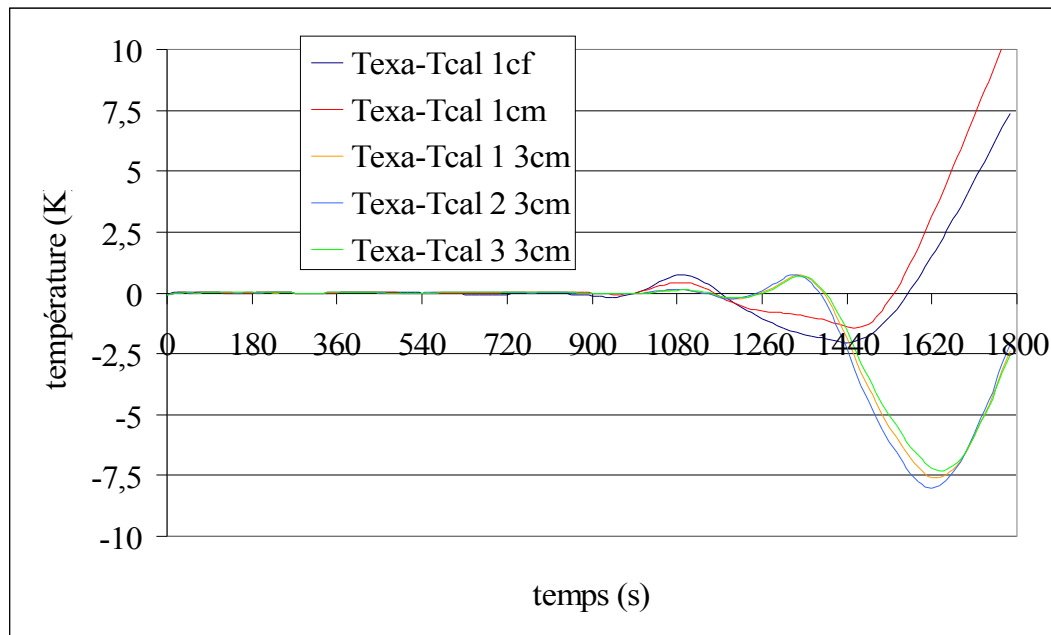


Figure V.18 : Evolution de l'écart entre les températures exacte et les températures calculées en résolvant le PICF pour 3 nombres et positions de capteurs différents.

L'écart entre les températures exactes et les températures calculées après identification du coefficient d'émissivité sont faibles pendant les deux premiers tiers de l'intervalle de temps de la simulation puis deviennent plus conséquents en fin de simulation. Les écarts de température en fin de simulation restent peu élevés.

Bien qu'expérimentalement nous n'ayons pas pu réellement choisir le nombre de capteurs et leur emplacement, cette étude montre que l'identification du coefficient d'émissivité est possible dans la configuration utilisée pour acquérir les données expérimentales.

d. Influence du bruit de mesure sur l'identification du coefficient d'émissivité

A présent, voyons l'importance du bruit de mesure sur l'identification du coefficient d'émissivité. Toute mesure expérimentale est entachée d'erreurs. Elles sont dues au capteur lui même, au mauvais contact entre le capteur et le milieu, à la connectique, au boîtier d'acquisition, aux erreurs numériques... Dans ce qui suit, nous conservons le cas où nous disposons de 3 capteurs dans le domaine et un pas de temps de 15s. Générons un bruit de mesure sur les valeurs calculées exactes selon une loi normale à moyenne nulle de deux types : avec un écart type de $\pm 1K$ et de $\pm 5K$.

Les températures bruitées pour les écarts types de $\pm 1K$ et de $\pm 5K$ sont présentées sur els figures V.19 et V.20 respectivement.

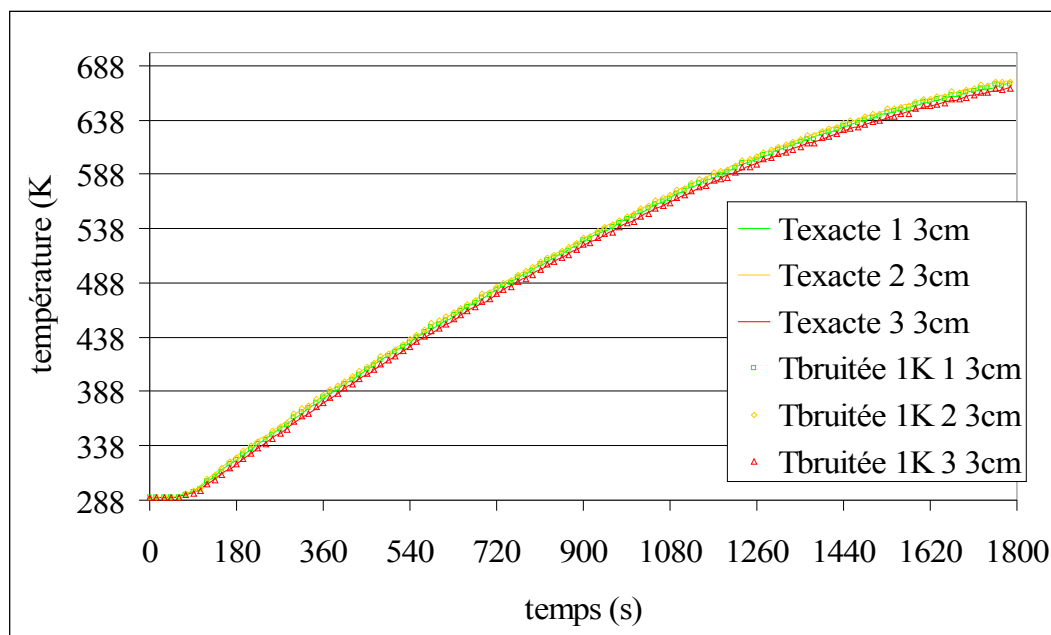


Figure V.19 : Températures exactes bruitées avec un écart type de $\pm 1K$ et températures calculées lorsque le critère a atteint la valeur d'arrêt $J_s \approx 360$.

Le critère d'arrêt est calculé d'après la formule suivante : $J_s = \sum_{i=1}^{N_c} \sum_{j=1}^{N_t} (\sigma)^2$, avec $N_c = 3$, $N_t = 120$. Pour un bruit de mesure à moyenne nulle et d'écart type $\sigma = \pm 1K$, le critère d'arrêt vaut : $J_s = 3 * 120 * 1^2 = 360$ et pour un écart type de $\sigma = \pm 5K$, il est de : $J_s = 3 * 120 * 5^2 = 9000$.

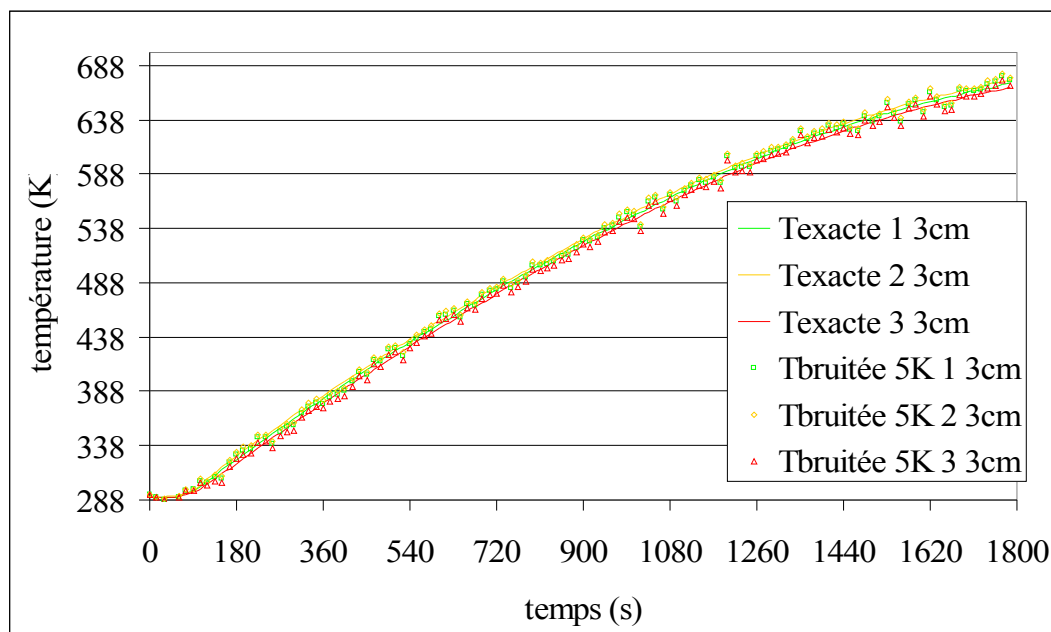


Figure V.20 : Températures exactes bruitées avec un écart type de $\pm 5K$ et températures calculées lorsque le critère a atteint la valeur d'arrêt $J_s \approx 9000$.

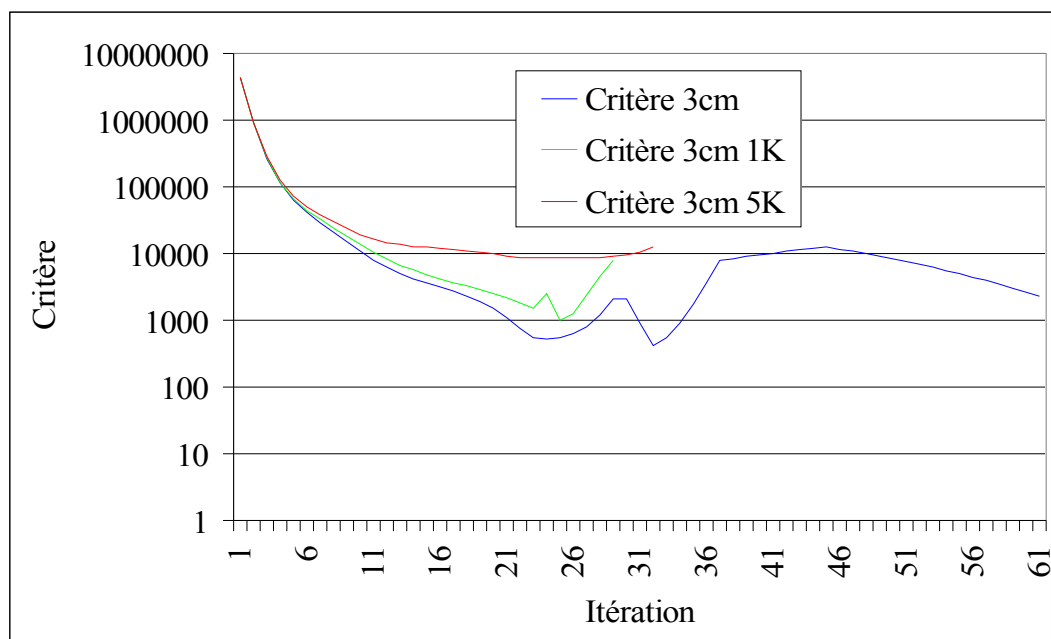


Figure V.21 : Evolution du critère quadratique pour le PICF résolu avec des données exactes bruitées.

Les critères quadratiques décroissent respectivement vers la valeur seuil de ~ 950 pour les températures bruitées avec un écart type de $\pm 1K$ et pour une valeur seuil de ~ 9000 dans le second cas de figure. Dès que cette valeur est atteinte, le critère décroît faiblement et

marque donc un palier. Si on faisait itérer le PICF plus longuement, on remarquerait que le critère se met à osciller et explose.

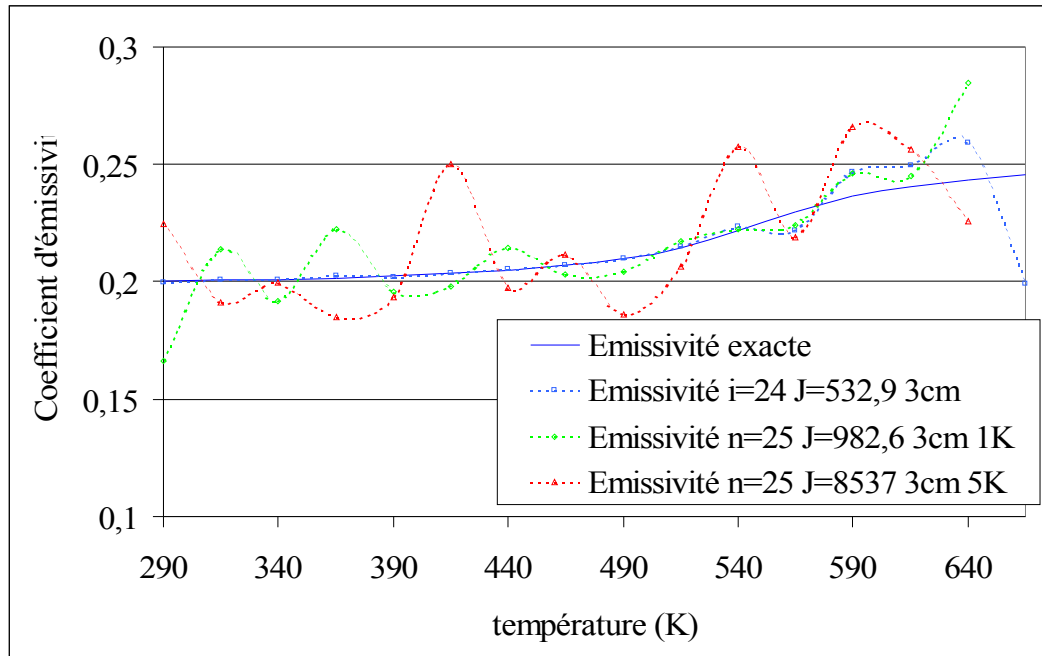


Figure V.22 : Coefficient d'émissivité identifié pour le PICF résolu avec des données exactes bruitées avec un écart type de $\pm 1K$ et de $\pm 5K$.

Les coefficients d'émissivité identifiés pour chacun des critères d'arrêts est reporté sur la *figure V.22*. Les coefficients d'émissivité identifiés sont du même ordre de grandeur que le coefficient d'émissivité exact. Ils fluctuent autour de la solution exacte, cette fluctuation est d'autant plus forte que le bruit de mesure est important et donc le coefficient d'émissivité est moins bien identifié. On peut dire ici qu'un écart type de 1K ne gêne pas fortement l'identification contrairement à un écart type de 5K.

e. Conclusions

Nous venons de tester numériquement le programme d'identification grâce à plusieurs exemples numériques. Le premier constat est la difficulté d'obtenir un résultat stable pour le coefficient d'émissivité de l'acier. Ceci est probablement dû au fait que ce dernier intervient dans la plupart des transferts thermiques au niveau du porte-substrats et qu'il est le phénomène thermique principal (après la température de l'élément chauffant).

2.2.2. Identification du coefficient d'émissivité

a. Données thermiques de l'essai X24

Plusieurs campagnes successives de mesures ont été effectuées. Nous utilisons ici les mesures de températures faites lors de la seconde campagne (déc. 2002 / janv. 2003). Elles ont été réalisées avec des thermocouples K ayant une gaine en inconel rempli d'oxyde de magnésium pour protéger le thermocouple. La précision de ces capteurs est de $\pm 2,5K$ pour des températures inférieures à $600K$ puis égal à $0,75\%$ de la température (en degré Celsius) au-delà. On peut rajouter à cette erreur de mesure intrinsèque, une erreur de $\pm 1,5K$ générée par la carte d'acquisition Labview. On considère, de plus, que les câbles raccordant les thermocouples au boîtier d'acquisition rajoutent du bruit d'une valeur estimée à $\pm 3K$. Au total, on a un bruit de mesure compris entre $\pm 4K$ et $\pm 7K$.

Après calcul, le critère d'arrêt du programme d'identification est compris entre $J_{stop}(\sigma = \pm 4K) \approx 9285$ et $J_{stop}(\sigma = \pm 7K) \approx 55286$. La solution retenue pour le coefficient d'émissivité est celle calculée à l'itération 20 du programme d'identification pour une valeur du critère de $J^{20} \approx 9886$, *figure V.23*. Au-delà de cette valeur, le critère décroît légèrement puis oscille après 32 itérations.

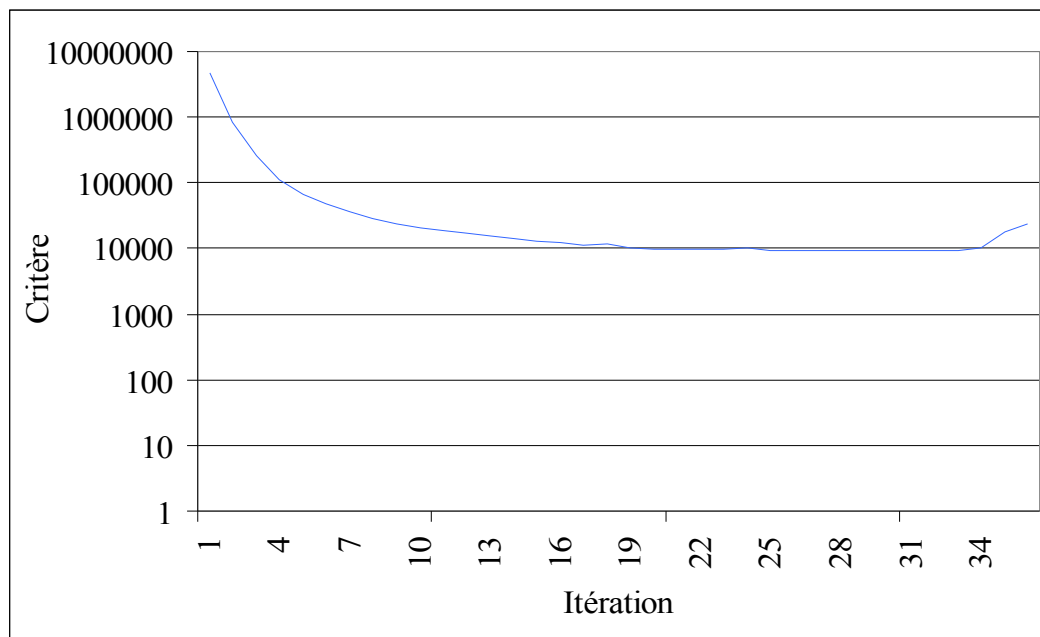


Figure V.23 : Evolution du critère quadratique.

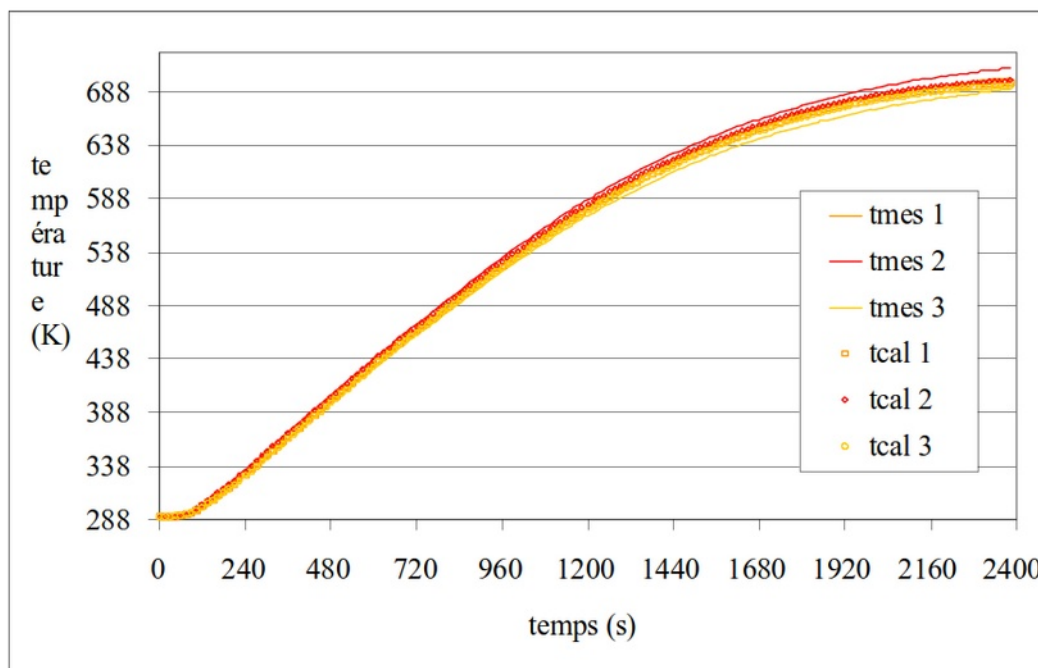


Figure V.24 : Températures mesurées expérimentalement et calculées à l'itération 20 du problème inverse de conditions aux limites.

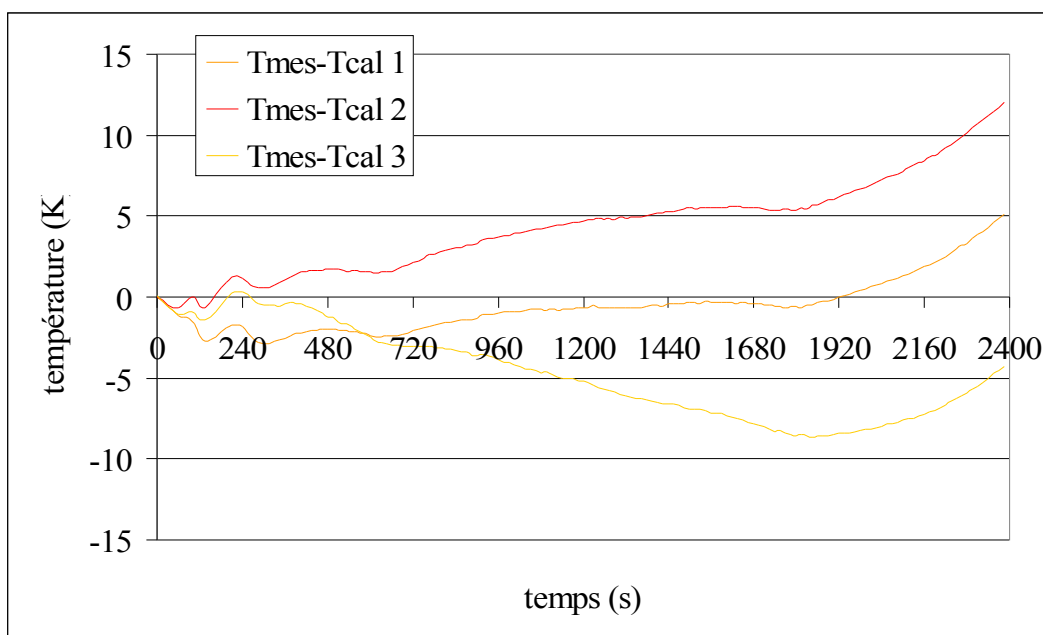


Figure V.25 : Evolution de l'écart entre la température mesurée expérimentalement et la température calculée.

Les températures calculées et mesurées sont présentées sur les deux figures précédentes, figures V.24 et V.25. L'allure des températures calculées correspond tout à fait aux mesures expérimentales. On voit que l'écart entre les deux dépasse les $5K$ à partir d'un temps

supérieure à 1200s ou des températures du porte-substrats supérieures à 550K . Les capteurs 1 et 2 ont la même évolution, les températures calculées sont moins élevées tandis que pour le capteur 3, il se produit le phénomène inverse. Nos mesures calculées ne prédisent pas un écart de température sur la surface du porte-substrats aussi important. Les raisons de cette différence sont diverses : mauvaise prise en compte des pertes de chaleur entre la céramique et le porte-substrats, conductivité thermique du porte-substrats en acier non isotrope, erreur de mesure ...

Le coefficient d'émissivité identifié montre une dépendance quasi linéaire avec la température. Sa valeur du coefficient d'émissivité semble être d'environ 0,18 pour les basses températures et de 0,23–0,24 aux hautes températures (650K – 700K), figure V.26. On constate que cette valeur commence à osciller lorsque le critère est entré dans le bruit de mesure. A l'itération 36, la solution oscille autour de la valeur estimée à l'itération 20 et le critère augmente.

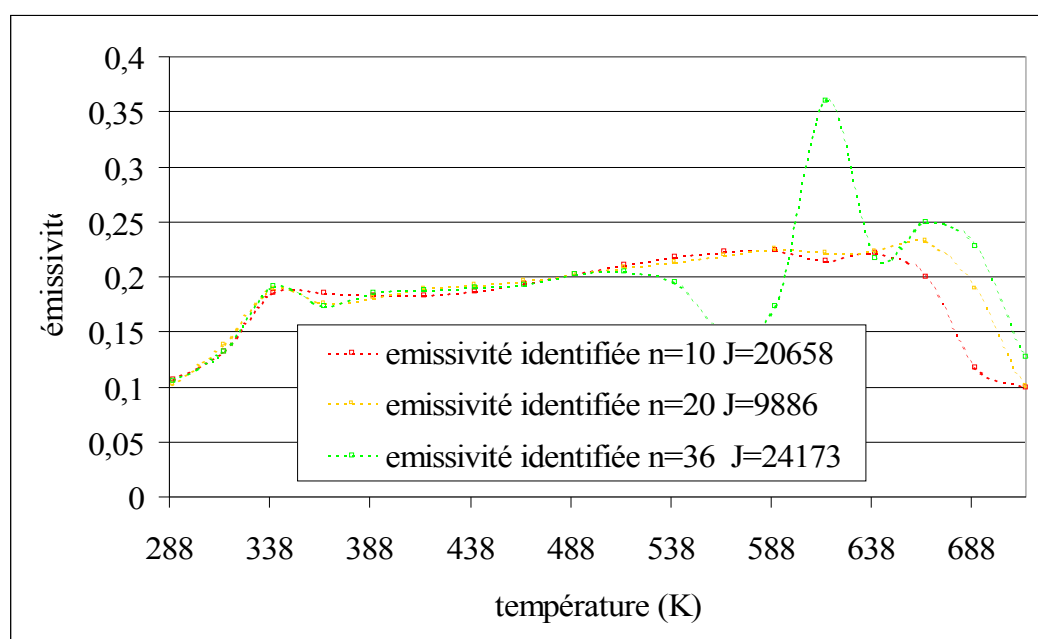


Figure V.26 : Coefficient d'émissivité identifié en fonction de la température pour différentes itérations du problème inverse.

Deux autres mesures expérimentales réalisées lors d'une troisième campagne ont été exploitées. A chaque fois, seulement deux capteurs ont donné de bons résultats.

b. Données thermiques de l'essai X26

Pour ces mesures le critère d'arrêt est estimé entre $J_{stop}(\pm 4K) \approx 5250$ et $J_{stop}(\pm 7K) \approx 15900$. La valeur initiale du critère est de $J(\varepsilon^0 = 0,1) = 1,744.10^6$, le critère atteint la valeur de 5365 à l'itération $n = 4$, figure V.27.

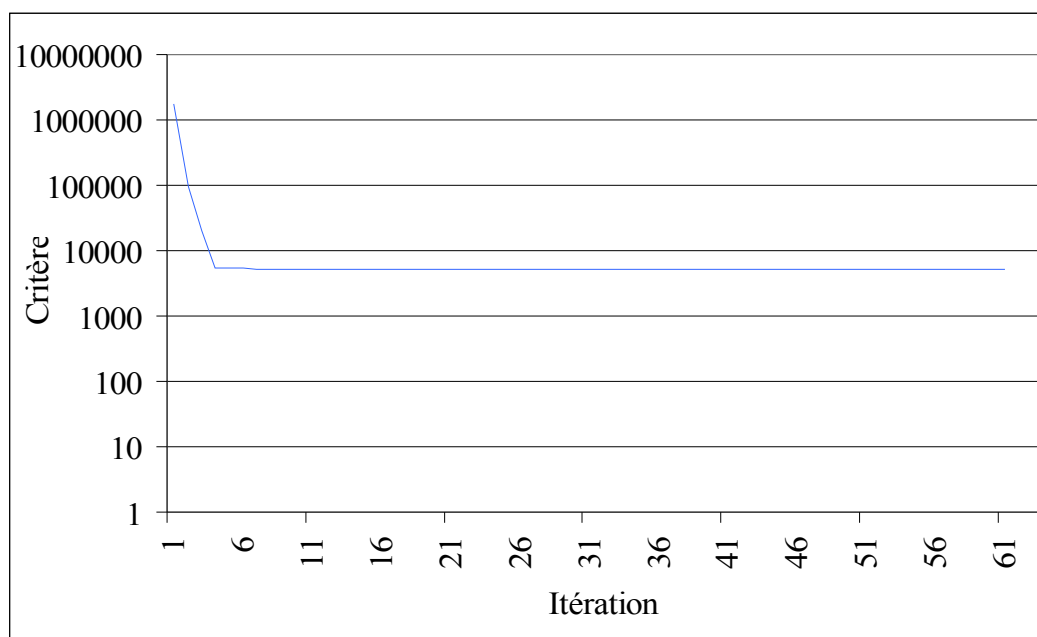


Figure V.27 : Evolution du critère quadratique.

Les mesures de températures expérimentales et les températures calculées correspondent bien pour cette valeur du critère, figure V.28. Elles coïncident dans les 1000 premières secondes de l'intervalle de temps du PICF. L'écart entre les mesures expérimentales et les mesures calculées s'accroît jusqu'au temps 1500s, figure V.29. De plus, les écarts ne vont pas dans le même sens : en effet, la mesure expérimentale au capteur 1 est supérieure à la mesure calculée en 1 tandis qu'on observe le comportement contraire pour le capteur 2. Par contre, cette différence reste constante après 1500s.

Cet écart de température entre les capteurs 1 et 2 entre dans le bruit de mesure observé (à partir du palier observé pour le critère quadratique) qui est de l'ordre de $\pm 4K$. Ce qui rend les mesures de température en chaque capteurs très proches finalement.

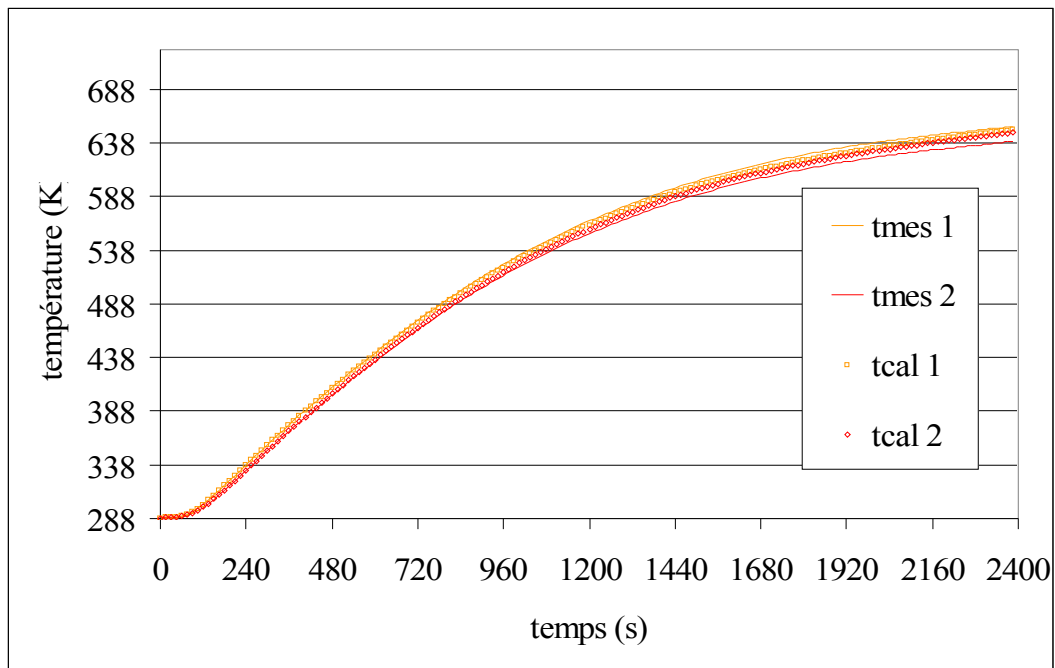


Figure V.28 : Températures mesurées expérimentalement et calculées à l'itération 4 du problème inverse de conditions aux limites.

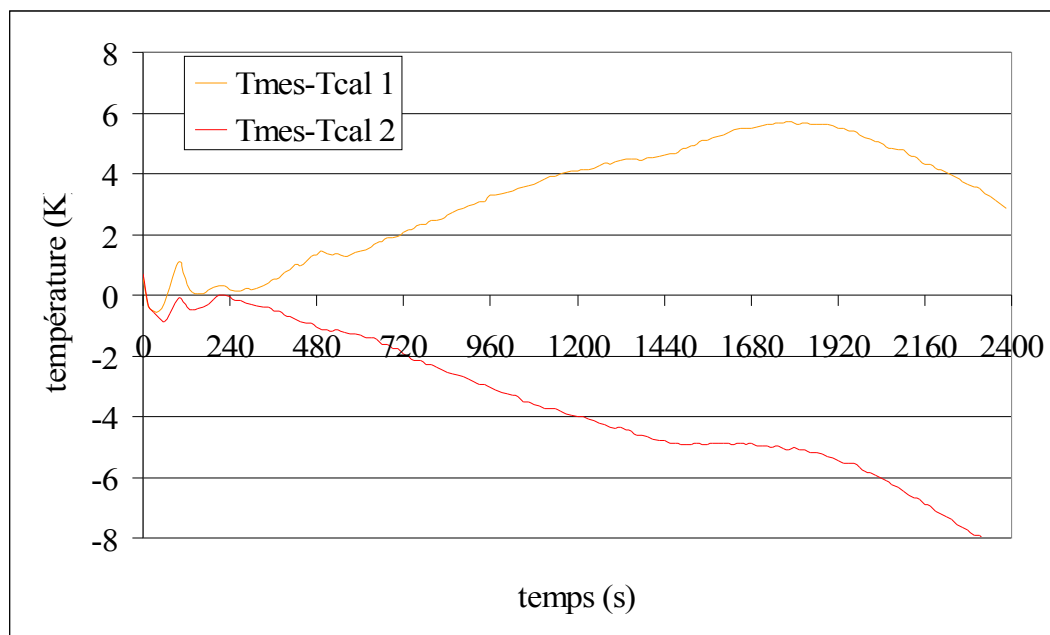


Figure V.29 : Evolution de l'écart entre la température mesurée expérimentalement et la température calculée.

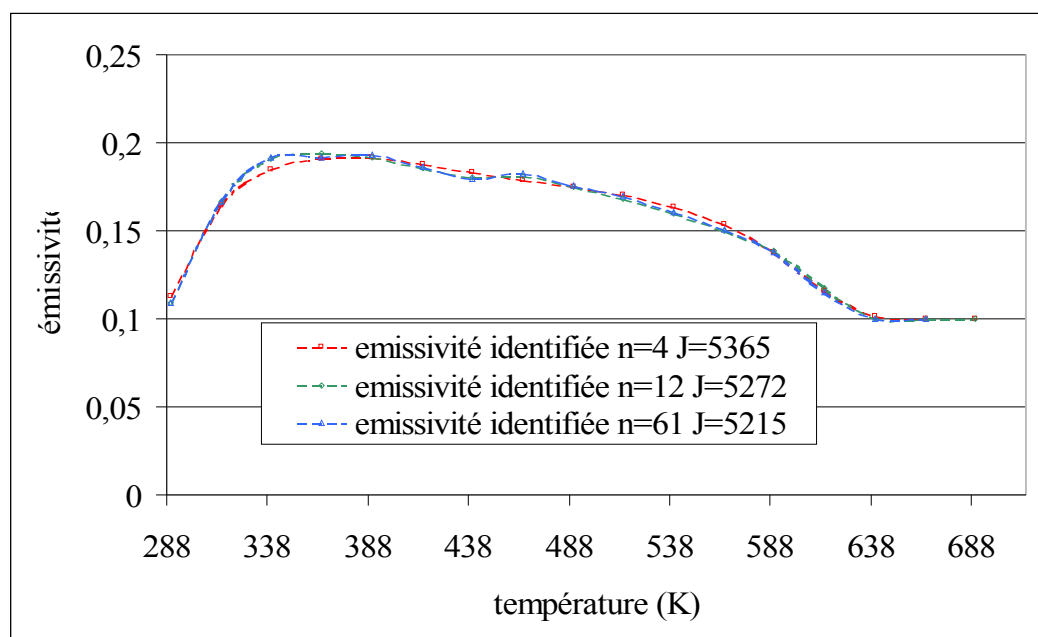


Figure V.30 : Coefficient d'émissivité identifié en fonction de la température pour différentes itérations du problème inverse.

Le coefficient d'émissivité identifié à partir de ces mesures est présenté sur la figure V.30. Il prend la valeur de 0,15 – 0,19 sur l'intervalle de température 365K – 565K et décroît linéairement sur cet intervalle de température. Pour les valeurs élevées de la température, la valeur du coefficient d'émissivité est très peu différente de la valeur d'initialisation, ceci est dû à la difficulté d'identifier le paramètre en fin de l'intervalle de temps (condition de temps final sur la fonction adjointe). Ce coefficient d'émissivité est toujours compris dans l'intervalle 0,1 – 0,35 mais il moins élevé que dans le cas précédent (essai X24). Notons que celui ci a subit un nettoyage (polissage ...) depuis la dernière campagne et qu'il s'agissait de la première chauffe pour cette campagne. L'essai X27, qui a suivi l'essai X26, permet de vérifier si le coefficient d'émissivité identifié au cours de ces mesures expérimentales fourni les mêmes résultats.

c. Données thermiques de l'essai X27

Pour cet essai, le critère d'arrêt a été estimé à $J_{stop}(\pm 4K) = 5411$. Le critère initial est de $J(\varepsilon^0 = 0,1) \approx 2.10^6$. Le critère seuil est dépassé à la 6^{ième} itération du problème inverse. Les mesures calculées pour cette itération sont reportées sur la figure V.31. Les mesures

Calculées coïncident bien avec les mesures expérimentales jusqu'au temps $t = 1200s - 1400s$, à partir de là, les mesures calculées restent alignées sur le capteur 1.

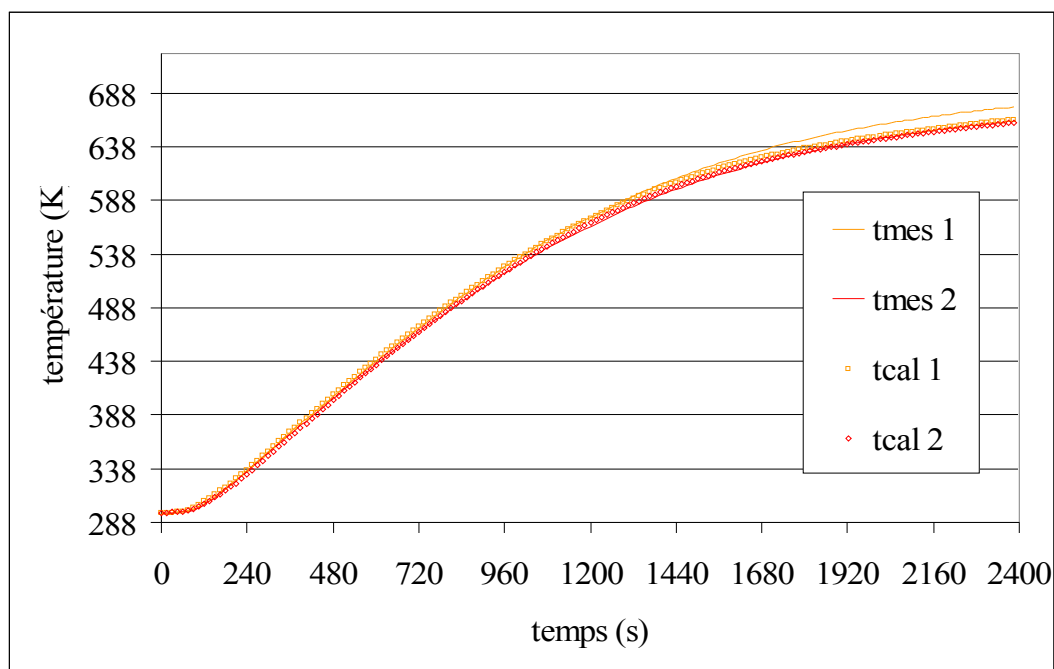


Figure V.31 : Températures mesurées expérimentalement et calculées à l'itération 11 du problème inverse de conditions aux limites.

On peut effectivement voir ce comportement sur l'évolution de l'écart de température entre mesures expérimentales et calculées, *figure V.32*. L'écart sur le capteur 1 n'excède pas $2K$ au court du temps tandis que l'écart sur le capteur 1 augmente vers le temps $t = 1200s$. Ici aussi la différence entre les écarts de température mesurées et calculées en chaque capteur se stabilise pour une différence de $10K$. C'est pratiquement l'écart entre les capteurs 1 et 2 sur les mesures expérimentales. Numériquement on trouve $3K$ dans l'épaisseur du porte-substrats. Les mesures expérimentales relèvent $14K - 15K$. Si on tient compte du bruit de mesure dont l'écart type est d'environ $\sigma = \pm 4K$ on retrouve pratiquement une différence de température expérimentale dans l'épaisseur du porte-substrats comprise entre $6K$ et $22K$.

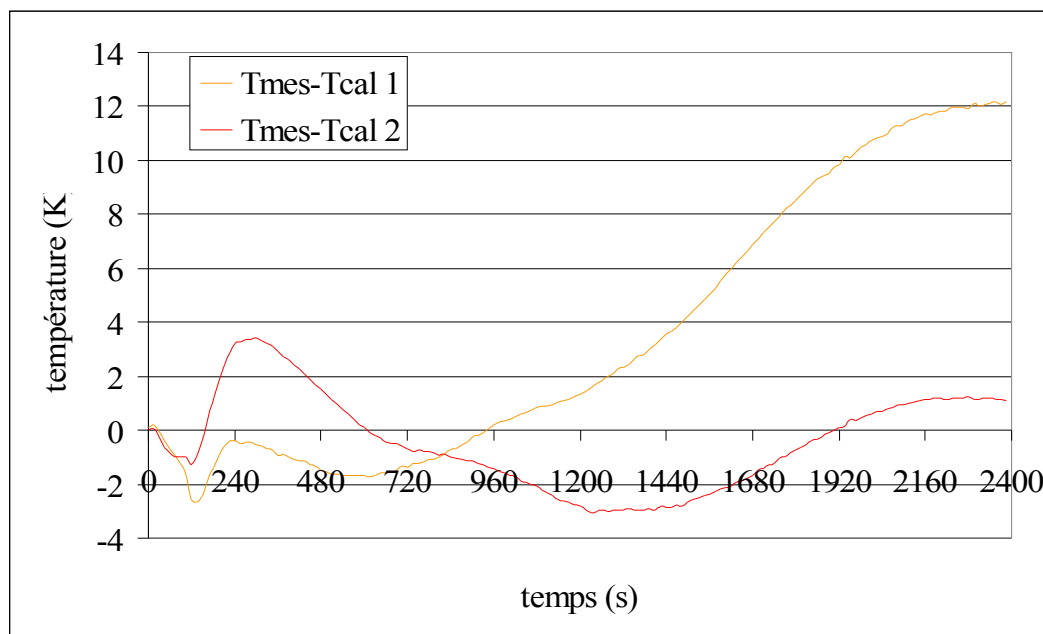


Figure V.32 : Evolution de l'écart entre la température mesurée expérimentalement et la température calculée.

L'évolution du critère est décroissante dans les premières itérations du problème inverse puis se stabilise à une valeur minimum de ≈ 3200 entre les itérations 6 et 35 avant de commencer à osciller pour les itérations supérieures à 35, figure V.33.

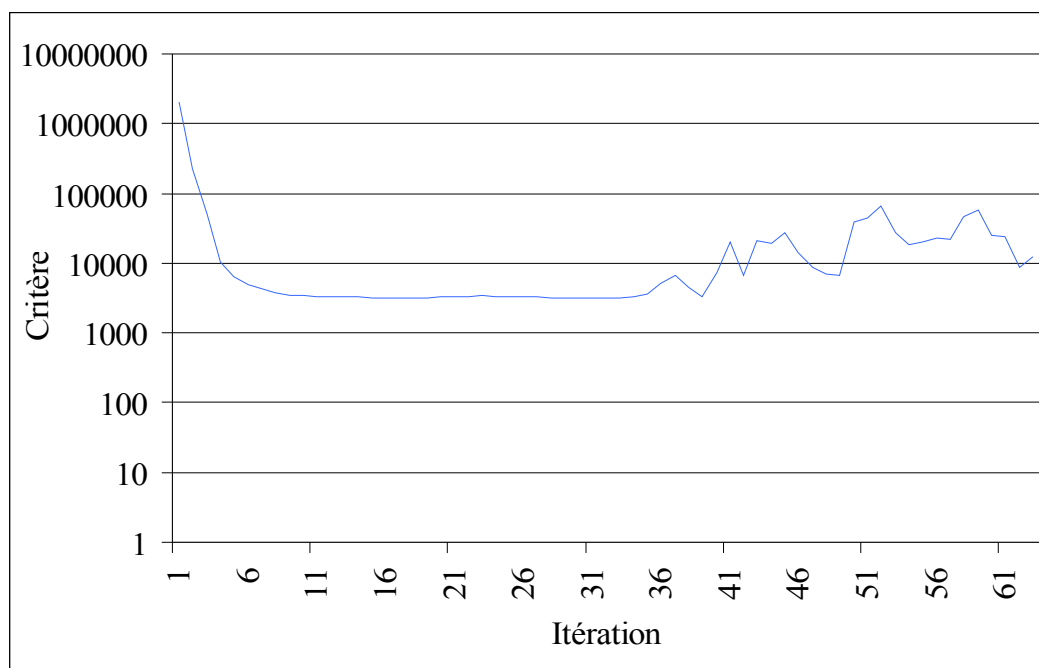


Figure V.33 : Evolution du critère quadratique.

Le coefficient d'émissivité identifié dans cette zone oscille pour être complètement bruité à l'itération $n = 63$, figure V.34. La valeur moyenne du coefficient d'émissivité est de l'ordre de 0,18. On observe, comme dans le cas précédent, une diminution de cette émissivité, pour les hautes températures, jusqu'à la valeur initiale à cause de la difficulté de l'identification pour les instants finaux du PICF.

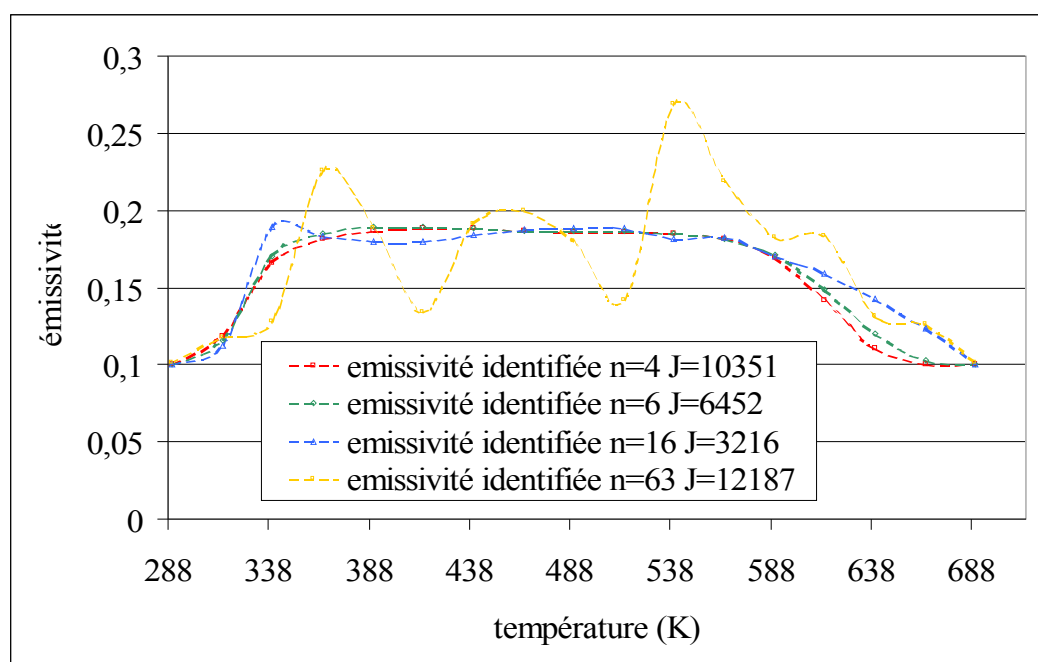


Figure V.34 : Coefficient d'émissivité identifié en fonction de la température pour différentes itérations du problème inverse.

2.2.3. Conclusions

Lors de la première identification expérimentale, on a estimé un coefficient d'émissivité de l'acier de l'ordre de 0,25 contre une valeur de 0,18 dans les deux identifications qui ont suivis. Il faut noter que dans le premier cas, le porte-substrats n'étaient pas nettoyé. Le porte-substrats a été soumis à plusieurs chauffages radiatif et / ou sous milieu plasma d'argon et d'argon / hydrogène. Des dépôts ont pu se faire sur la surface du porte-substrats, ce qui a pu modifier les propriétés radiatives de la surface. Lors des deux dernières mesures expérimentales faites au tout début de la dernière campagne de mesure, Le porte-échantillons avait été nettoyé d'où cette différence de valeur dans le coefficient d'émissivité. La dernière hypothèse peut être un fonctionnement moins bon de l'élément chauffant qui peut engendrer cette différence de coefficient d'émissivité. Après sélection, la valeur de l'émissivité

identifiée pour l'essai X24 a été utilisée pour identifier le coefficient d'échange convectif de l'essai X23. Le coefficient d'émissivité estimé pour l'essai X27 a été lui utilisé pour estimer le coefficient d'échange convectif des essais X28 et X29 qui ont suivis l'essai X27.

Avant de passer à l'identification du coefficient d'échange convectif, rappelons que le coefficient d'émissivité a été identifié en mesurant des températures sous pression de vide secondaire ($\sim 1.10^{-6}$ torr) sous l'action du chauffage radiatif uniquement. Les mesures pour l'identification du coefficient d'échange convectif sont faites à une pression de 0,1 torr, pression de travail du réacteur PACVD.

2.3. Etude du bilan thermique sous pression de travail : identification du coefficient d'échange convectif

Au paragraphe précédent, nous avons traité de l'identification du coefficient d'émissivité. A présent, nous allons nous intéresser à l'identification du coefficient d'échange convectif. Comme pour le cas du coefficient d'émissivité, débutons par quelques tests numériques avant de passer à l'identification du coefficient d'échange convectif. Les conditions expérimentales pour mettre en évidence les échanges par convection sont les suivantes : chauffage radiatif du porte-substrats réglé à 60% du maximum de puissance du boîtier PID, pression régulée à 0,1 torr, écoulement d'argon au débit normalisé de 6,8 Nl/h (soit une vitesse de l'écoulement établi d'environ $2 m.s^{-1}$).

Les applications numériques suivantes vont étudier l'influence du pas de temps, du nombre et de l'emplacement des capteurs, de l'erreur commise sur l'identification du coefficient d'émissivité et pour terminer, l'identification du coefficient d'échange convectif avec des données bruitées.

2.3.1. Tests numériques

Les données numériques de référence sont obtenues en résolvant le problème direct avec le coefficient d'échange convectif proposé au chapitre précédent (Chapitre IV).

a. Le problème direct, les données numériques exactes

Le coefficient d'échange convectif utilisé pour la résolution du problème direct de la thermique est donné sur la *figure V.35*. Il est fonction de la température. L'évolution de la température pour un capteur disposé sur la surface du porte-substrats est reportée sur la *figure*

V.36. Elle est représentative de l'élévation de la température dans le porte-échantillons sous de l'action de l'élément chauffant qui rayonne à la température de $1000K$. La durée de la simulation est de $1800s$ et le pas de temps utilisé est de $15s$.

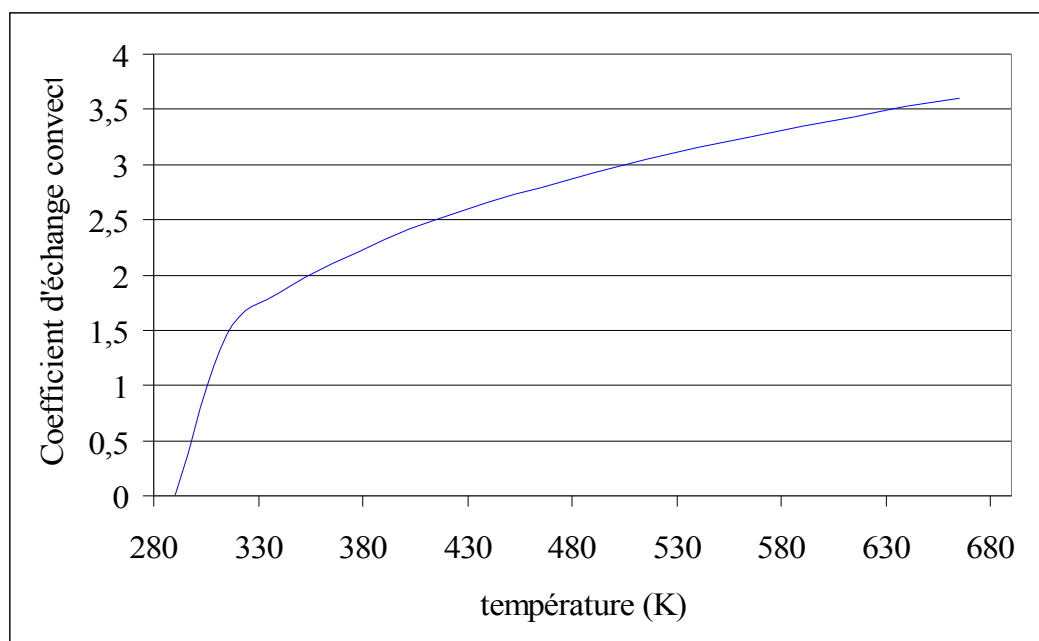


Figure V.35 : Coefficient d'échange convectif en fonction de la température de la paroi du porte-substrats.

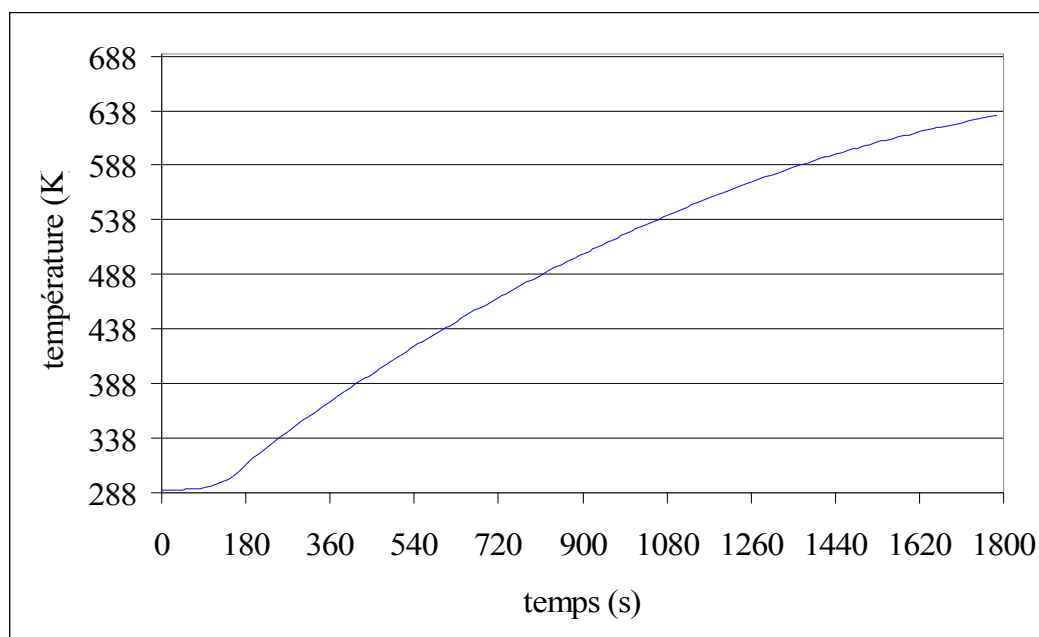


Figure V.36 : Evolution de la température du porte-substrats pour un capteur placé sur la frontière soumise aux échanges convectifs.

En utilisant ces données numériques exactes, on peut alors identifier le coefficient d'échange convectif lorsqu'on suppose que celui-ci est inconnu et que l'on veut le connaître. L'utilisation de données exactes permet de vérifier le fonctionnement correct du programme d'identification.

b. Influence du pas de temps

On regarde ici l'influence du pas de temps sur les résultats de l'identification car il peut jouer sur le temps de calcul du problème inverse et sur la qualité du paramètre à identifier. Celui-ci est discrétisé sur la base de fonctions chapeaux sur un intervalle de température qui correspond à la température mesurée par les données exactes : de la température initiale à la température maximale relevée d'environ $638K$ (voir *figure V.36*). L'intervalle de température est découpé en sous-intervalles de $25K$. Comme on a pu le voir sur la *figure V.36*, la montée en température est rapide : si le pas de temps choisi ne permet pas d'avoir des données dans les sous-intervalles de température alors on ne pourra identifier correctement la valeur du paramètre dans ce sous-intervalle.

Intéressons nous aux résultats de l'identification numérique du coefficient d'échange convectif pour les pas de temps de $5s$, $15s$ et $30s$ pour un coefficient d'échange convectif initial de : $h^0(\theta) = 0$.

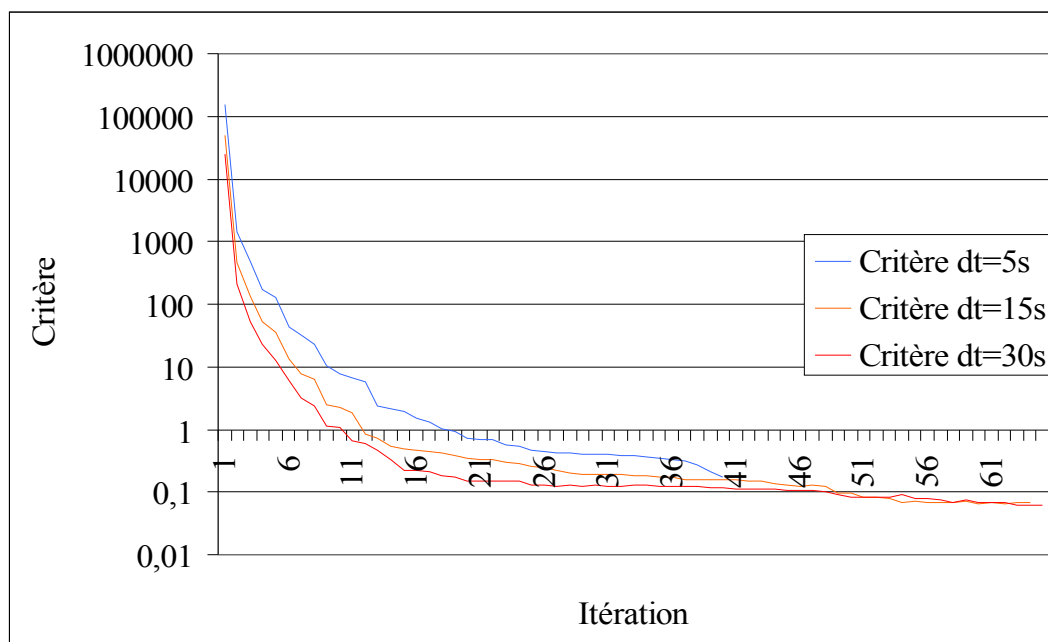


Figure V.37 : Evolution du critère quadratique pour différents pas de temps de résolution du problème inverse de conditions aux frontières.

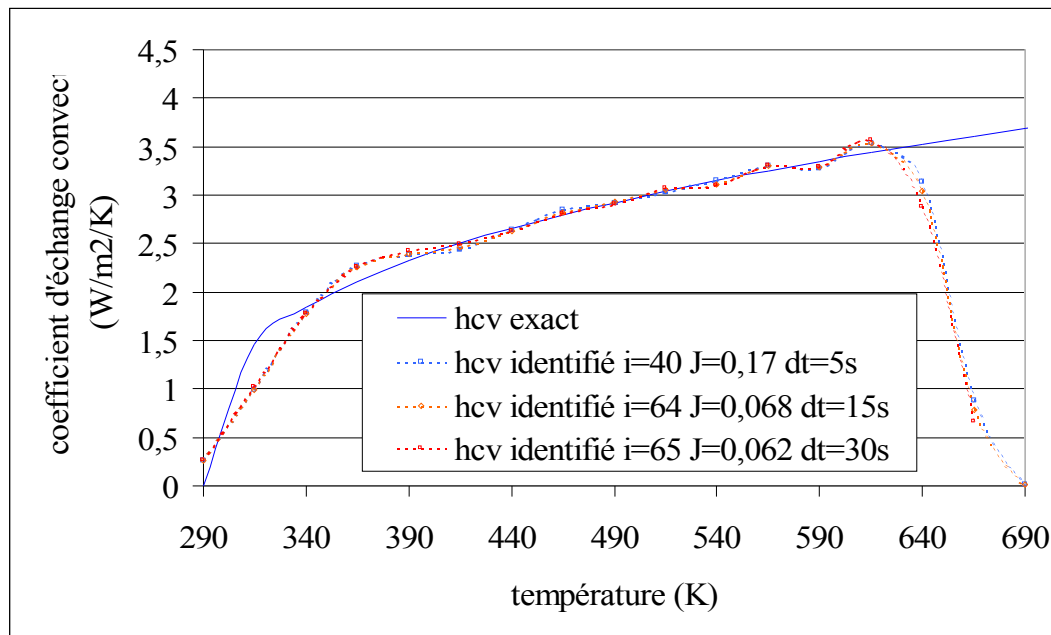


Figure V.38 : Coefficient d'échange convectif identifié pour différents pas de temps de résolution du problème inverse.

Pour les trois cas de pas de temps étudiés, le critère décroît très rapidement, en 15 – 20 itérations, jusqu'à une valeur proche de 1. Sa décroissance est ensuite plus faible et tend vers un palier situé en dessous de 0.1 (figure V.37).

Le coefficient d'échange convectif identifié est quasiment le même quel que soit le pas de temps utilisé, figure V.38. L'identification du coefficient d'échange convectif semble plus difficile pour les basses températures $\leq 340K$ ainsi que pour les températures élevées ($\sim 640K$). Pour ces dernières la cause est la condition sur la fonction adjointe à l'instant final : $\psi(x, t_f) = 0$. Pour les basses températures en revanche, l'écart entre la température de la paroi et la température du gaz ambiant est faible ce qui rend délicat l'estimation du coefficient d'échange convectif à basse température.

La figure V.39 montre l'évolution des résidus obtenus au cours du temps. La différence entre mesures exactes et calculées est inférieure à $0,1K$ et cela indépendamment du pas de temps utilisé pour résoudre le problème inverse.

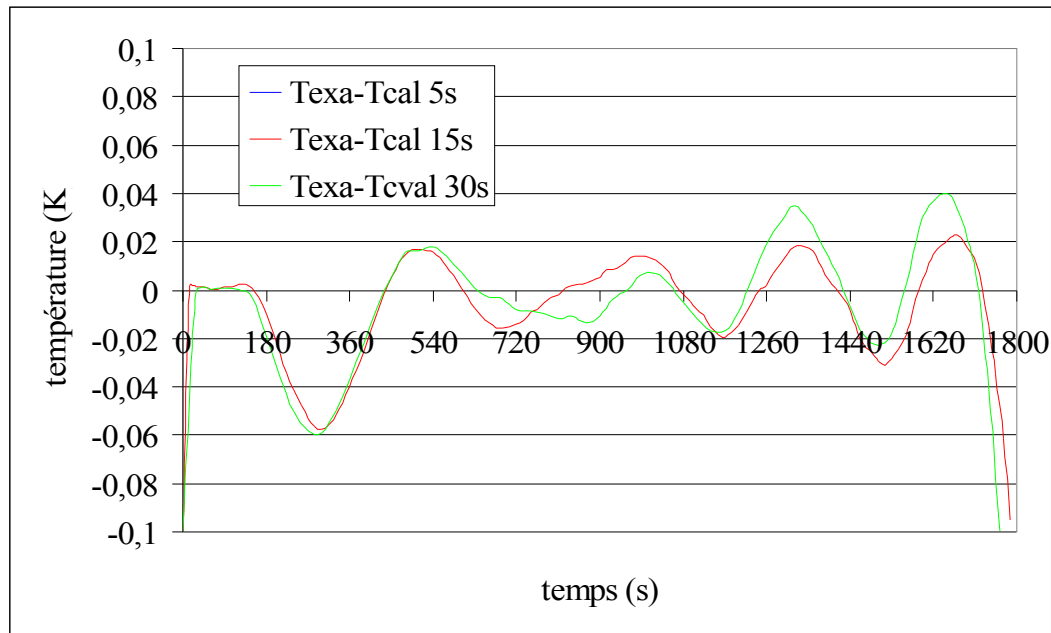


Figure V.39 : Evolution des résidus de l'écart entre les mesures de température exactes et calculées pour 3 pas de temps différents.

On a vu que, quel que soit le pas de temps utilisé pour la résolution du problème inverse, la précision des températures calculées est bonne et la solution est rapidement obtenue. Voyons à présent l'influence du nombre de capteurs et de leur emplacement.

c. Influence du nombre et de l'emplacement des capteurs

Comme dans les tests précédents, nous avons envisagé l'identification en utilisant un thermocouple sur la frontière (1cf), un thermocouple situé au sein du le porte-substrats (1cm) ou trois thermocouples localisés à l'intérieur du domaine (3cm). Le pas de temps utilisé pour la résolution du problème inverse est fixé à 15s et la valeur initiale du coefficient d'échange convectif prise à zéro $h^0(\theta) = 0$.

L'évolution du critère quadratique est identique au cas précédent. Il décroît très rapidement en dessous de 1 puis présente un palier situé autour de 0,1.

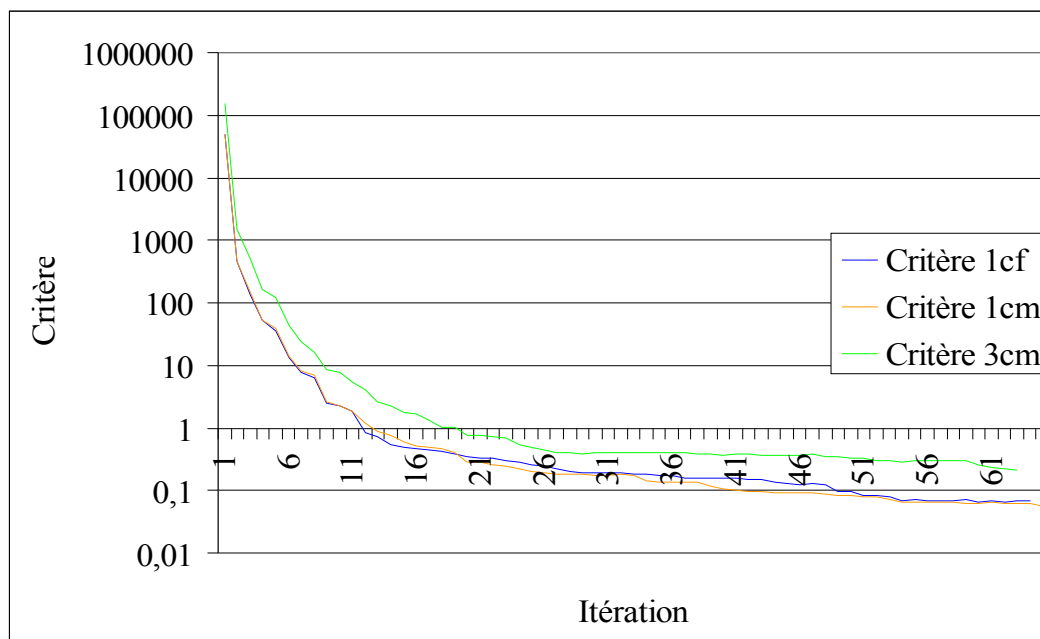


Figure V.40 : Evolution du critère quadratique pour 3 emplacements et nombre de capteurs différents.

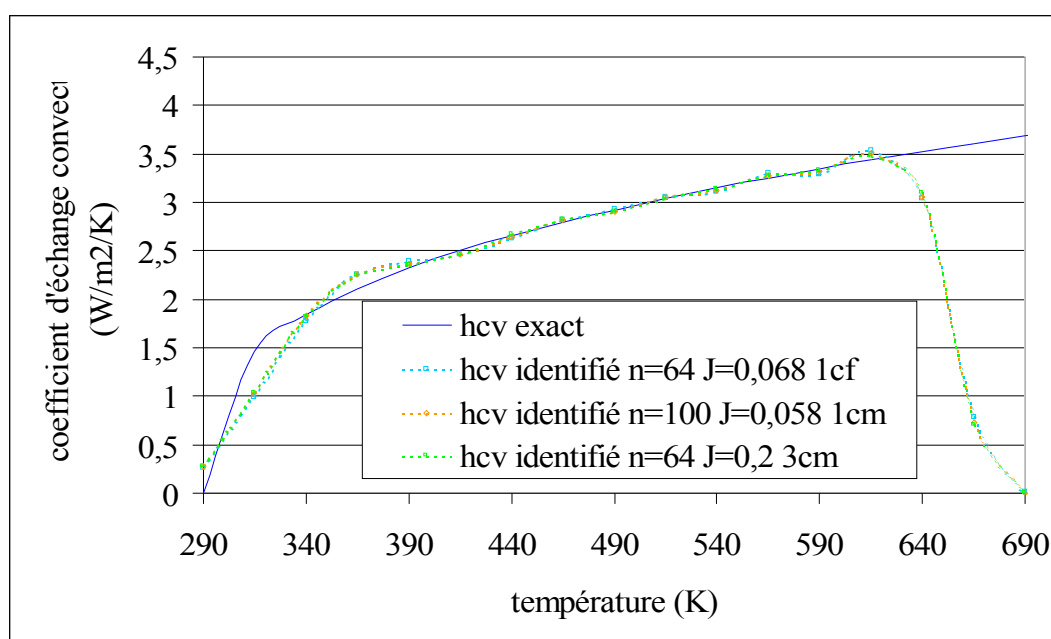


Figure V.41 : Coefficient d'échange convectif identifié pour les différentes combinaisons de capteurs.

Quel que soit le nombre et l'emplacement des capteurs, ils permettent une très bonne identification du coefficient d'échange convectif, *figure V.41*.

On constate sur la *figure V.42* que les résidus sont tous inférieures à $0,1K$, dans chacun des cas étudiés, ce qui tend à montrer que les données calculées sont pratiquement égales aux données exactes.

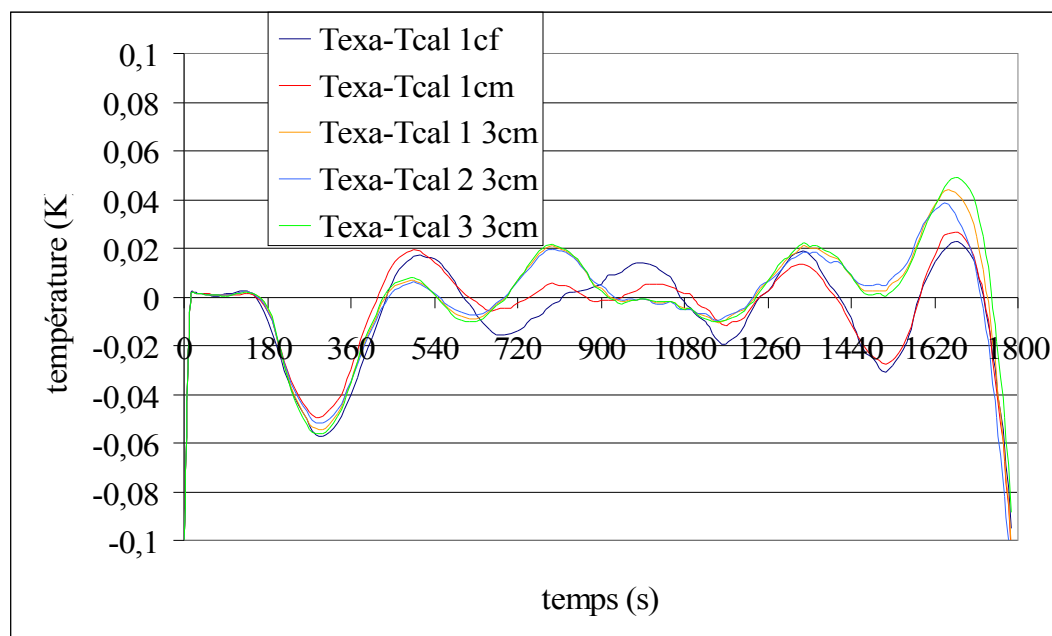


Figure V.42 : Evolution du résidu de l'écart entre les mesures de température exactes et calculées pour 3 emplacements et nombre de capteurs différents.

Traisons le cas des données exactes bruitées. Selon notre démarche expérimentale, on doit identifier le coefficient d'émissivité avant d'identifier le coefficient d'échange convectif (dans lequel est injecté le premier paramètre identifié). Le coefficient d'émissivité a été identifié avec une certaine précision, celle des erreurs de mesures. Envisageons ce cas, dans ce qui suit, en bruyant le coefficient d'émissivité par un bruit gaussien d'écart type 5% sur sa valeur exacte.

d. Influence de l'incertitude du coefficient d'émissivité

Le problème inverse est résolu avec un coefficient d'émissivité connu avec 5% d'erreur sur sa valeur exacte. La *figure V.43* montre le coefficient d'émissivité utilisé (couleur rouge) et le coefficient d'émissivité exact utilisé pour obtenir les données exactes.

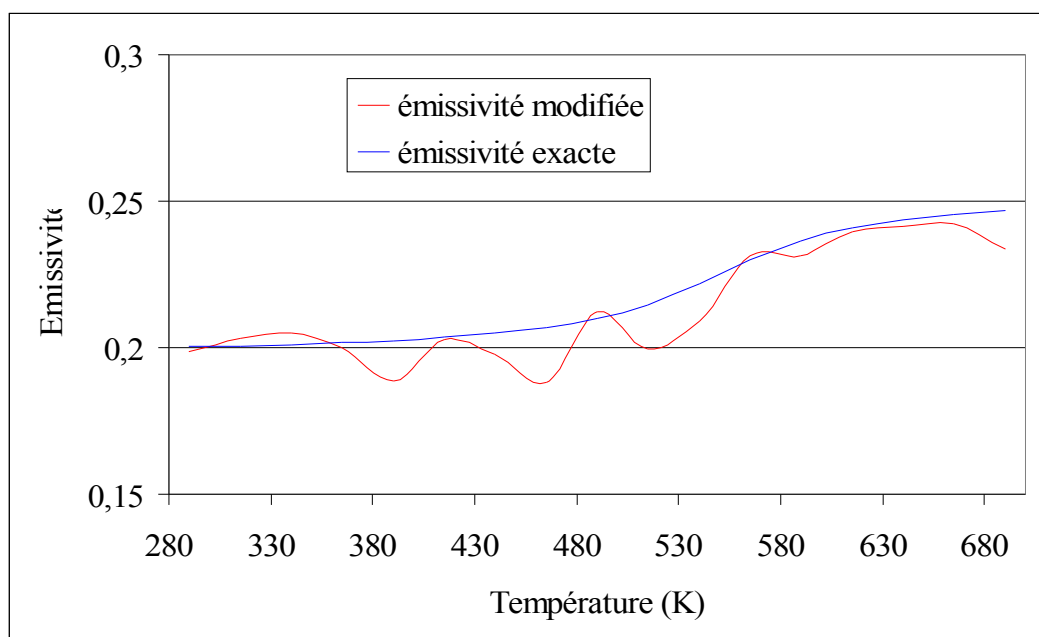


Figure V.43 : Coefficient d'émissivité exact et coefficient d'émissivité bruité.

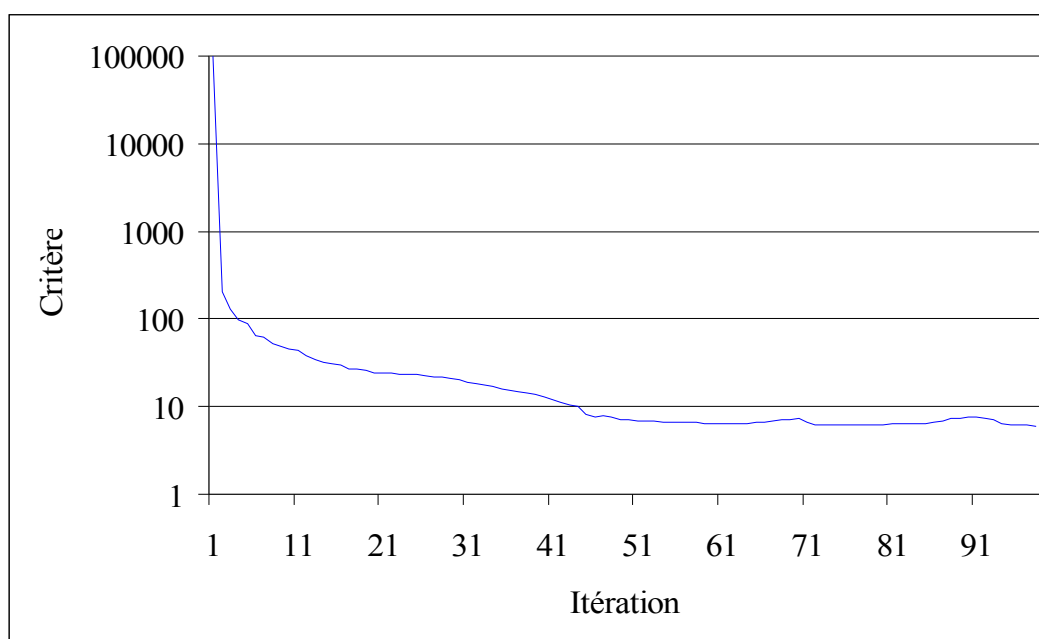


Figure V.44 : Evolution du critère pour la résolution du problème inverse avec un coefficient d'émissivité mal connu.

Le critère quadratique décroît en quelques itérations jusqu'à la valeur de 100 puis marque un palier, après 40 itérations, autour de la valeur de 10, *figure V.44*. Lorsqu'on

résout le problème inverse avec la bonne valeur du coefficient d'échange convectif, on obtient un critère élevé de l'ordre de ~ 7925 du à la méconnaissance seule du coefficient d'émissivité.

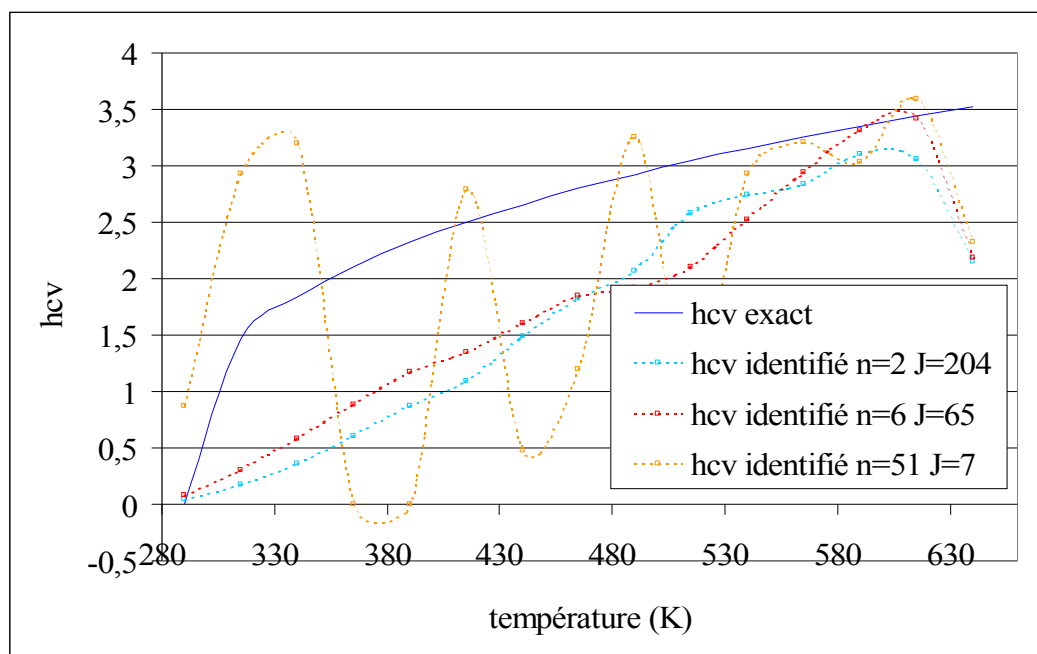


Figure V.45 : Coefficient d'échange convectif identifié lorsque le problème inverse est résolu avec un coefficient d'émissivité mal connu.

Le coefficient d'échange convectif identifié dès la deuxième itération est inférieur à ce seuil. Il est très différent du coefficient d'échange convectif exact. Il semble être à peu près bien estimé pour les températures élevées ($560K - 615K$) alors qu'il est sous estimé pour les températures inférieures à $560K$. On obtient une droite linéaire en fonction de la température passant par l'origine. Notons que un nombre élevé d'itérations du problème inverse on obtient une solution invraisemblable du coefficient d'échange convectif même si le critère n'oscille pas ; Ce qui semble montrer la petite influence de ce paramètre sur le procédé, surtout aux faibles températures.

L'évolution des résidus est reporté sur la *figure V.46*. On observe un écart entre mesures exactes et mesures calculées de l'ordre de $1K - 1,5K$.

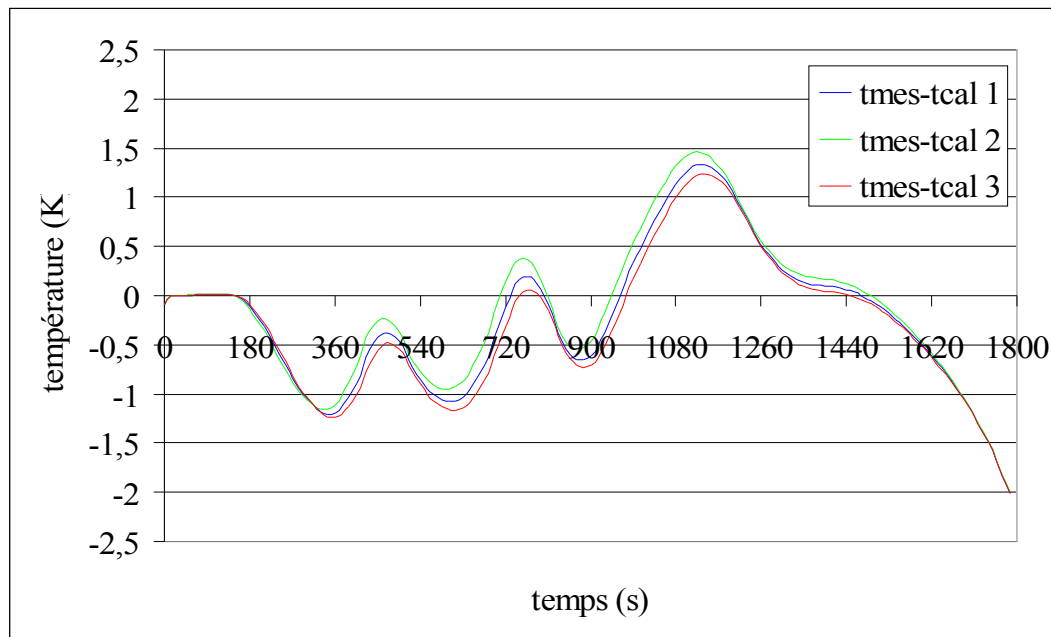


Figure V.46 : Résidu de la différence entre les mesures exactes et les mesures calculées lorsque le problème inverse est résolu avec un coefficient d'émissivité mal connu.

e. *Influence du bruit de mesure*

Le dernier cas étudié est celui pour lequel les mesures exactes sont bruitées avec un bruit gaussien à moyenne nulle pour deux écarts type constant : $\pm 1K$ et $\pm 5K$. Dans ce cas, on utilise une valeur correcte du coefficient d'émissivité pour la résolution du problème inverse. La valeur d'initialisation du coefficient d'échange convectif étant toujours prise égale à $h^0(\theta) = 0$. La configuration à 3 capteurs placés au sein du porte-substrats est conservée ; elle est utilisée lors des mesures expérimentales.

Les critères quadratiques décroissent rapidement jusqu'à un palier, à la valeur de ~ 350 , pour le bruit d'écart type $\pm 1K$ et un palier d'une valeur inférieure à 10000 pour l'écart type de $\pm 5K$. Les valeurs d'arrêt du problème inverse pour chacun des écarts type sont estimées à $J_{stop}(\pm 1K) = 360$ et $J_{stop}(\pm 5K) = 9000$, *figure V.47*. On retrouve bien ces seuils sur l'évolution des critères quadratiques. Par contre, en dessous de ces seuils, la solution identifiée, entre dans le bruit de mesure : elle n'a plus de sens avec la solution recherchée, *figure V.48*.

Le critère quadratique relatif à l'écart type de $\pm 5K$ provoque une forte instabilité du problème inverse lorsque le nombre d'itérations augmente, le critère prend une valeur supérieure au critère initial et la solution recherchée est aberrante, *figure V.48*.

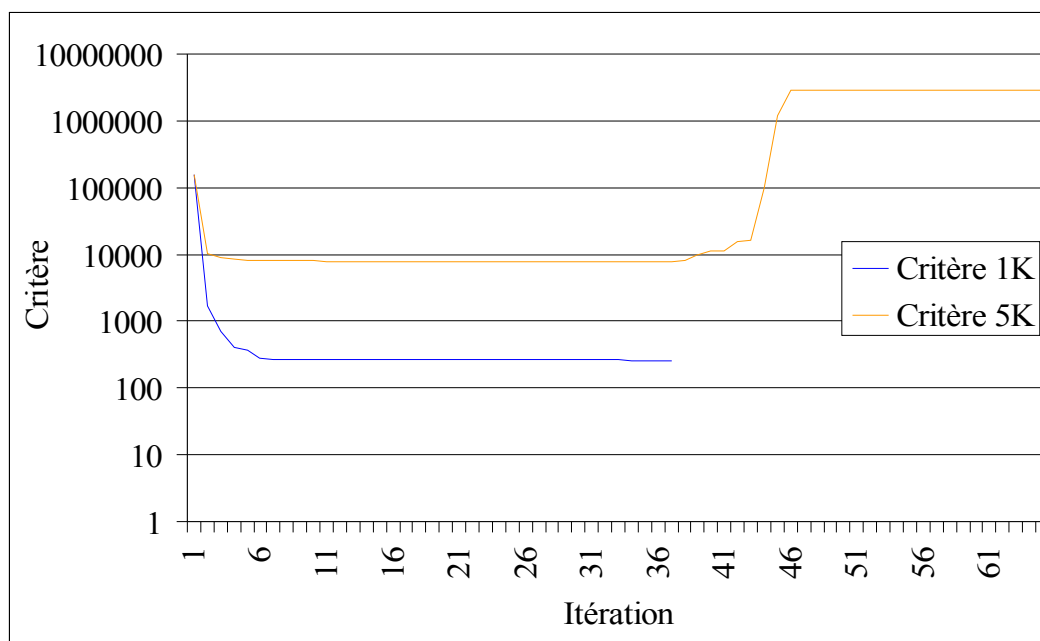


Figure V.47 : Evolution du critère lorsque les données exactes sont bruitées avec un bruit gaussien de $\pm 1K$ et de $\pm 5K$.

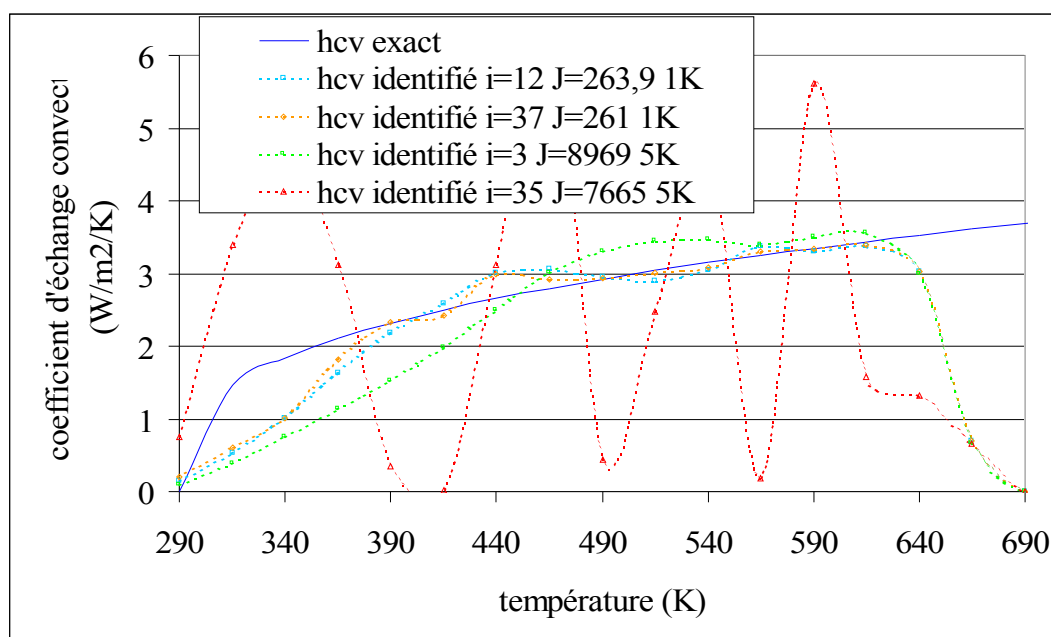


Figure V.48 : Coefficient d'échange convectif identifié pour des données exactes bruitées avec un bruit gaussien de $\pm 1K$ et de $\pm 5K$.

Comme on peut le voir sur la *figure V.48*, le coefficient d'échange convectif identifié avec des données peu bruitées est proche de la solution exacte. Pour un écart type de $\pm 5K$, le coefficient d'échange convectif identifié s'éloigne de la solution exacte (surtout pour les températures inférieures à $440K$). Le bruit de mesure perturbe l'identification du coefficient d'échange convectif (d'autant plus l'identification du paramètre pour les basses températures).

f. Conclusions

Au travers des diverses applications numériques, on a cherché à comprendre les raisons pouvant induire des erreurs sur l'identification du coefficient d'échange convectif. On a vu que le pas de temps et l'emplacement des capteurs avaient peu d'influence.

Puis, le cas de données bruitées ou d'erreur sur un des paramètres du modèle thermique a été étudié. Il semble que la connaissance du coefficient d'émissivité à 5% près conduit à une identification sous-estimée du coefficient d'échange convectif, excepté pour le maximum de température (ou pour les temps finaux de la simulation, ce qui est surprenant). Pour des mesures exactes bruitées avec deux écarts type différents, on obtient une meilleure identification du coefficient d'échange convectif que pour l'erreur sur le coefficient d'émissivité. Finalement, lorsque l'écart type devient élevé, on observe une dégradation de l'estimation du coefficient d'échange convectif pour les basses températures.

2.3.2. Identification du coefficient d'échange convectif

Trois essais sont retenus pour l'identification coefficient d'échange convectif.

a. Données thermiques de l'essai X23

Le coefficient d'émissivité utilisé pour résoudre le problème inverse de l'identification du coefficient d'échange convectif a été estimé à partir de l'essai X24, *figure V.26*, à l'itération 20. Le critère quadratique correspondant à la valeur du coefficient d'émissivité identifié lors de l'essai X24 est de 9886, descendre en dessous de ce seuil induira des erreurs sur le coefficient d'échange convectif identifié. Si on cumule les erreurs de mesure de l'essai X23 à la valeur d'arrêt de l'essai X24, on obtient un critère d'arrêt pour l'identification du coefficient d'échange convectif de l'ordre de $J_{stop} \approx 17800$.

On a pu voir lors de l'identification du coefficient d'émissivité que l'erreur introduite par les raccordements des thermocouples à l'appareil d'acquisition était surestimée. On a juste tenu compte de l'erreur des thermocouples et de l'erreur de la carte d'acquisition, ce qui donne une erreur de l'ordre de $4K - 5K$.

On constate que le programme inverse se stabilise à un critère de l'ordre de 20000, légèrement au dessus du seuil prédit (pour un critère initial de $J^0 = 534851$), *figure V.49*.

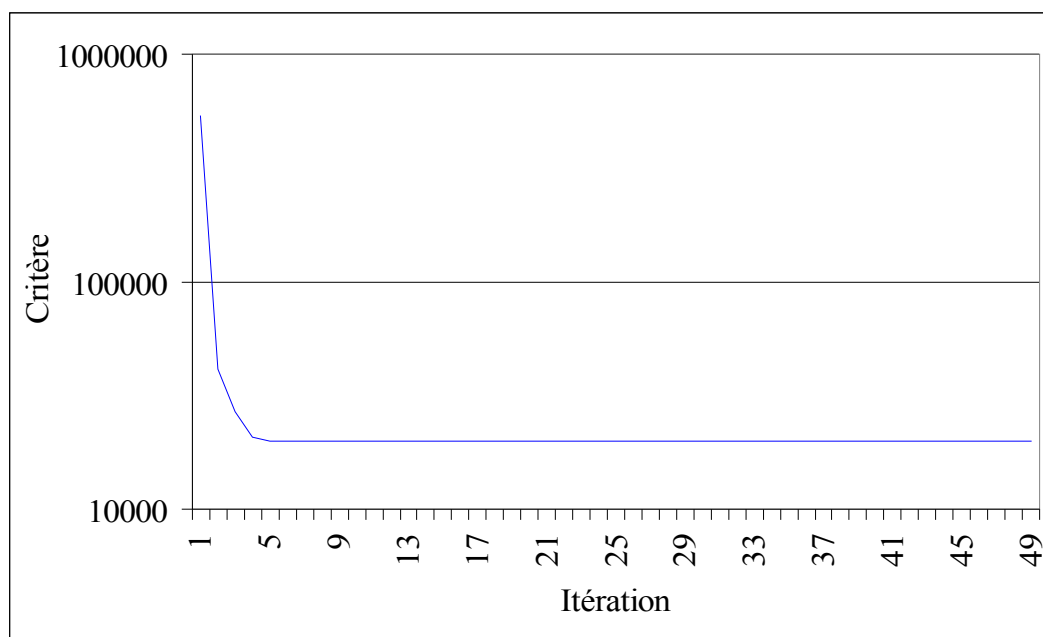


Figure V.49 : Evolution du critère quadratique.

Le coefficient d'échange convectif identifié est présenté sur la *figure V.50*. Son allure est similaire au cas traité numériquement avec une erreur de 5% sur le coefficient d'émissivité. Rappelons que nous avons vu que les valeurs du coefficient d'échange convectif pour les temps finaux (ou les hautes températures) étaient les plus proches de la solution cherchée; pour les températures plus basses, le coefficient d'échange convectif était alors sous estimé.

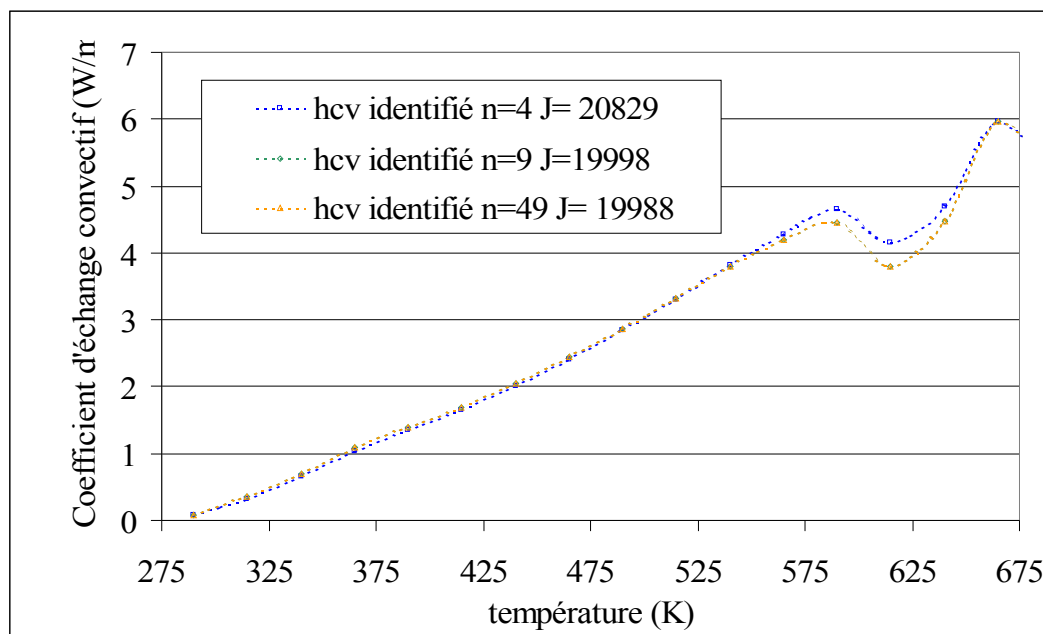


Figure V.50 : Coefficient d'échange convectif identifié en fonction de la température.

La concordance entre les mesures expérimentales et les mesures calculées sont bonnes, *figure V.51*. Le résidu obtenu au capteur 1 étant le plus faible, *figure V.52*. En effet la mesure expérimentale et la mesure calculée à ce capteur n'excède pas une différence de $\pm 5K$.

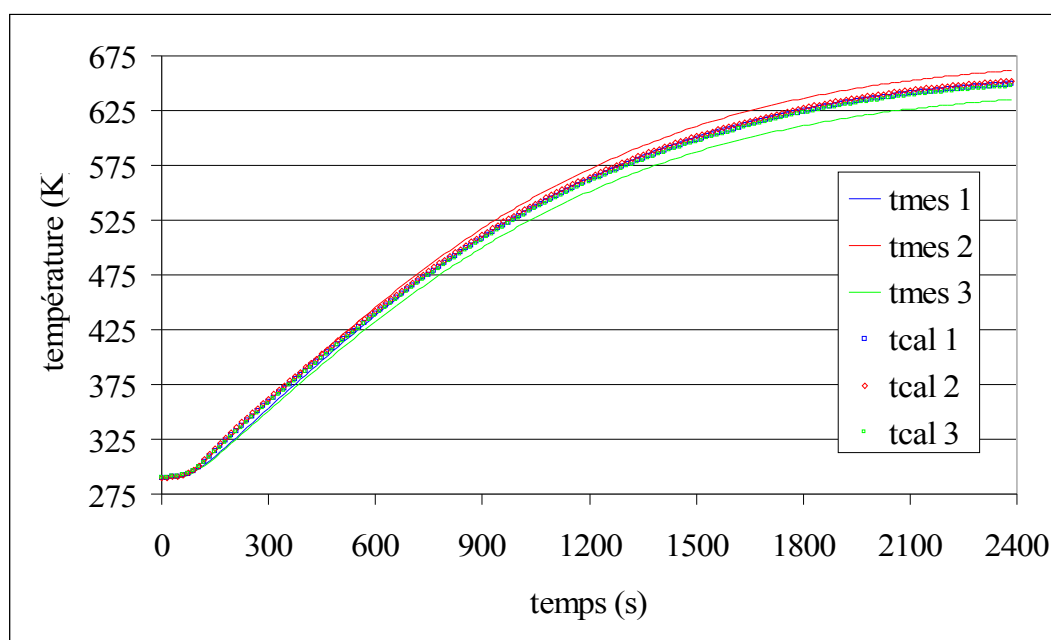


Figure V.51 : Mesures de température expérimentales et calculées pour l'itération $n = 9$.

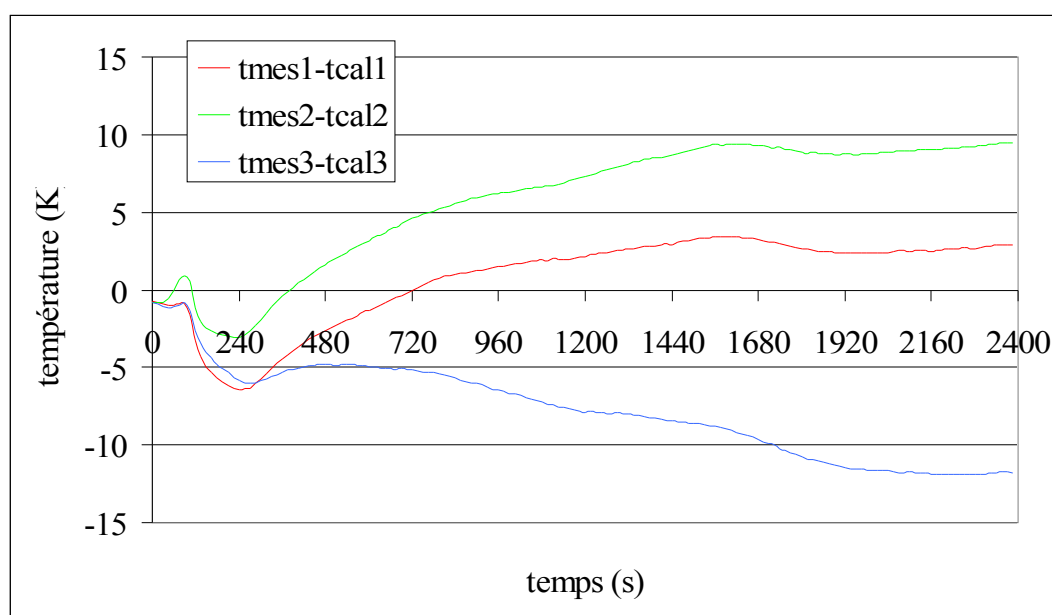


Figure V.52 : Résidus de l'écart entre les mesures expérimentales et calculées à l'itération $n = 9$.

Pour les deux mesures de température suivantes, réalisées sous la pression de travail de 0,1 torr, le coefficient d'émissivité identifié lors de l'essai X27 a été utilisé.

b. Données thermiques de l'essai X28

Le coefficient d'émissivité utilisé pour l'identification du coefficient d'échange convectif à partir des essais X28 et X29 a été présenté sur la *figure V.30*. Le critère d'arrêt était de 6452 lors de l'identification du coefficient d'émissivité. Si on estime le critère d'arrêt du programme pour l'identification du coefficient d'échange convectif de la même manière que précédemment, on obtient la valeur seuil de $J_{stop} \approx 11800$. En dessous de cette valeur, le coefficient d'échange convectif perd de son sens et on aura une solution erronée (bruitée).

La solution retenue pour le coefficient d'échange convectif est celle estimée à la 3^{ème} itération, la valeur du critère est en dessous du critère limite mais on estime que la solution n'est pas encore entrée dans la zone de perturbation, *figure V.53*. Le critère initial était de $J^0 = 79652$. Si on augmente le nombre d'itérations, la solution trouvée dégénère comme on peut le voir sur la *figure V.54*.

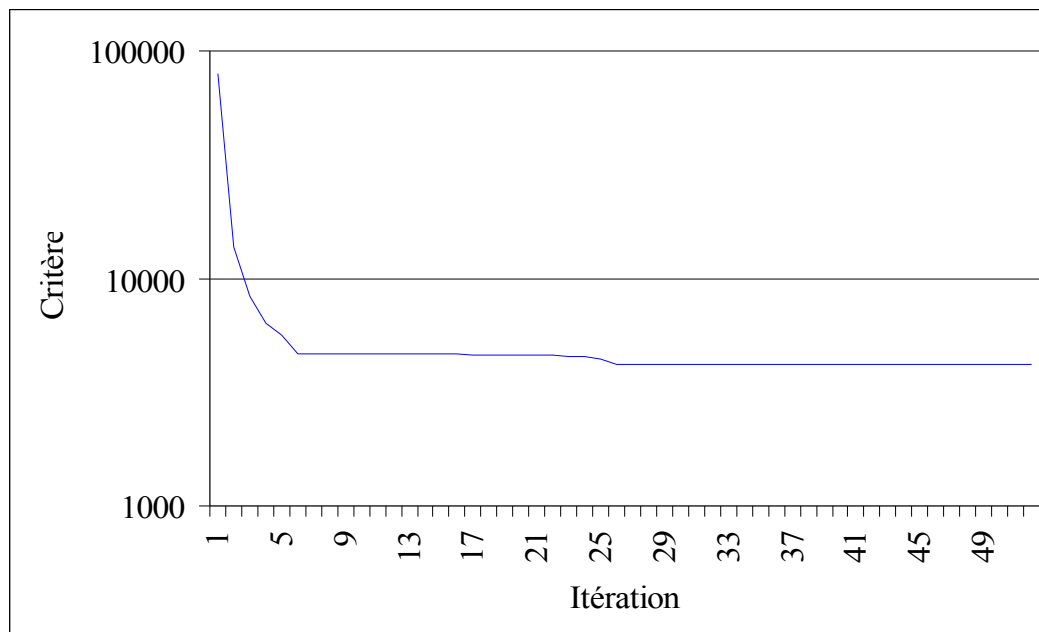


Figure V.53 : Evolution du critère quadratique.

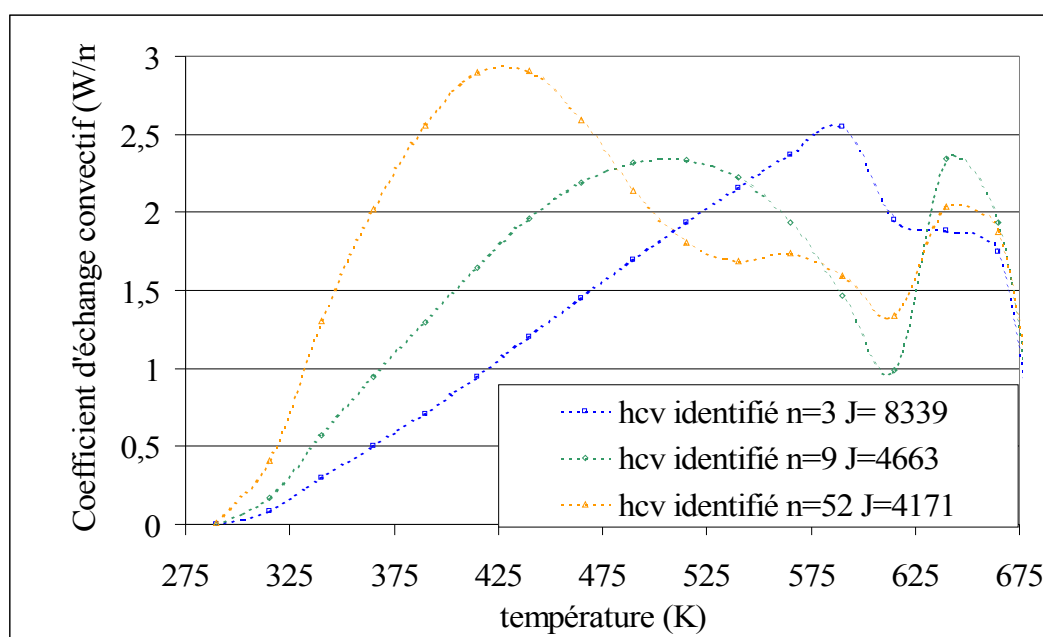


Figure V.54 : Coefficient d'échange convectif identifié en fonction de la température.

A l'itération 3, l'allure du coefficient d'échange convectif est similaire au coefficient d'échange convectif estimé précédemment mais avec une valeur maximale de $2,5 \text{ W/m}^2 / \text{K}$, *figure V.54*, contre $5 - 6 \text{ W/m}^2 / \text{K}$, *figure V.50*.

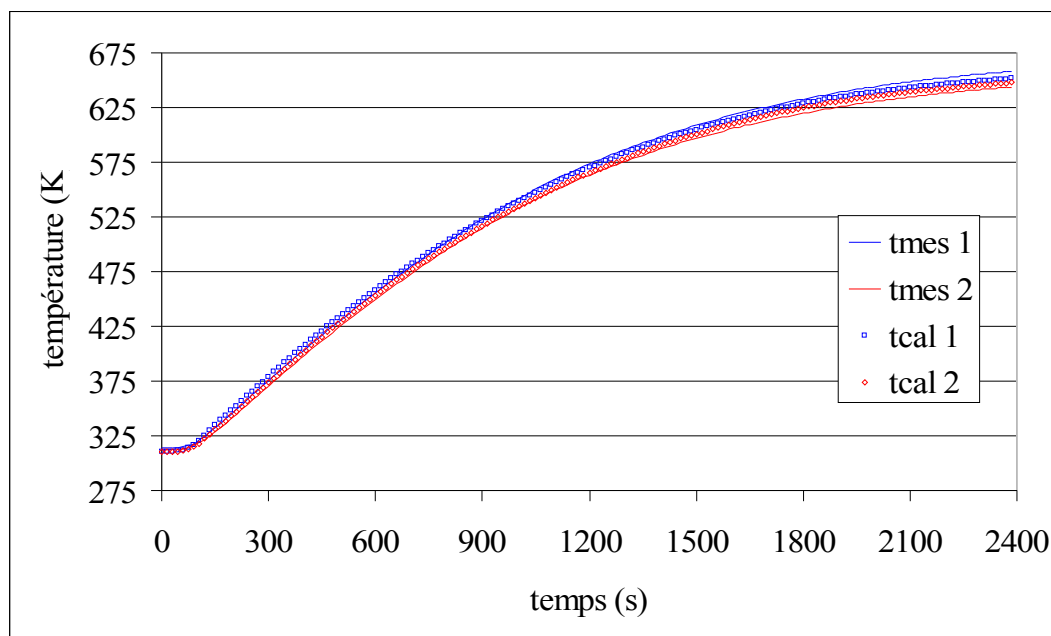


Figure V.55 : Mesures de température expérimentales et calculées pour l'itération $n = 3$.

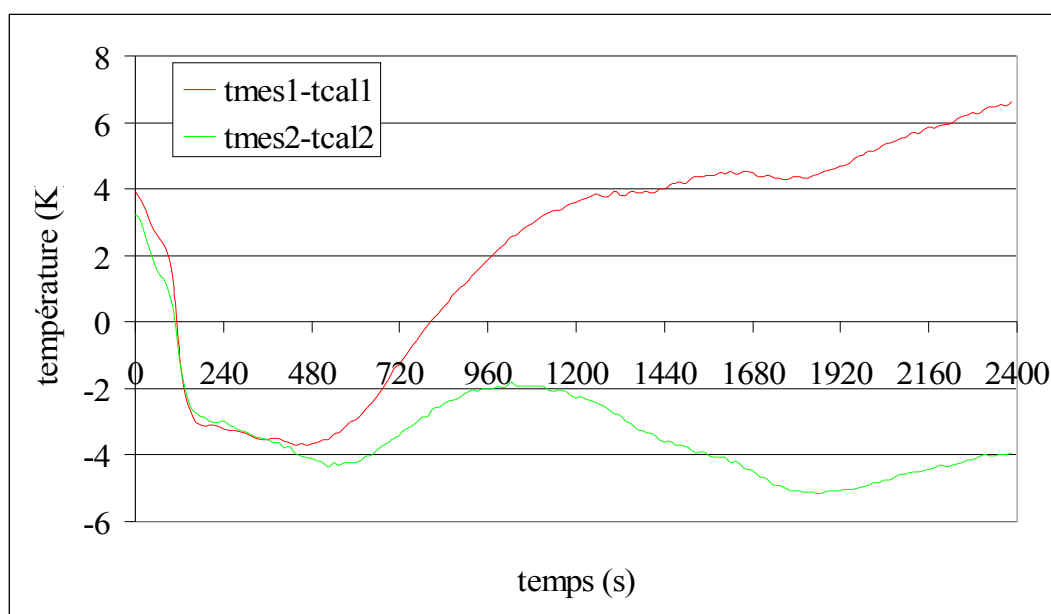


Figure V.56 : Résidus de l'écart entre les mesures expérimentales et calculées à l'itération $n = 3$.

Les températures calculées concordent bien avec les mesures expérimentales, figure V.55 et leurs résidus sont compris dans l'intervalle du bruit de mesure estimé, de $\pm 4K - \pm 5K$, on a donc de bons résultats calculés. L'essai X29, qui a fait suite à l'essai X28, permet de vérifier si le coefficient d'échange convectif identifié est similaire. En effet, l'essai X28 n'a pas subi de traitements thermiques ce qui permet d'avoir un état de surface et des propriétés thermiques du porte-substrats peu modifiées.

c. Données thermiques de l'essai X29

Le coefficient d'émissivité utilisé est celui proposé lors du travail précédent. Le critère seuil, à ne pas dépasser sous peine d'estimer un coefficient d'échange convectif erroné, est de 6452. On peut rajouter, à ce critère seuil, les erreurs de mesures faites sur les données X29. On obtient un critère seuil du même ordre que pour l'identification précédente $J_{stop} \approx 11800$.

Le critère quadratique décroît très vite à partir de la valeur initiale $J^0 \approx 34125$ et passe dès la 3^{ème} itération en dessous du seuil déterminé pour se stabiliser autour de la valeur de $J^{n \geq 6} \approx 5611$, figure V.57.

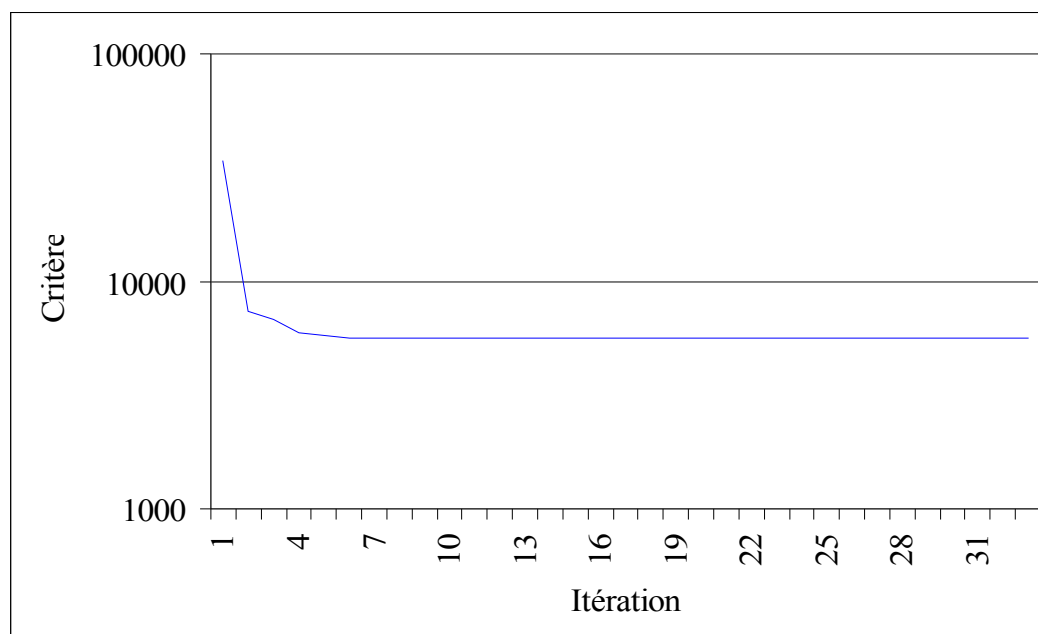


Figure V.57 : Evolution du critère quadratique.

Les mesures calculées à la troisième itération sont très proches des mesures expérimentales, *figure V.58*. Les résidus en chaque capteur augmentent au cours du temps pour se stabiliser après 1400s, *figure V.59*. Ceux-ci n'excèdent pas des valeurs supérieures à $\pm 8K$.

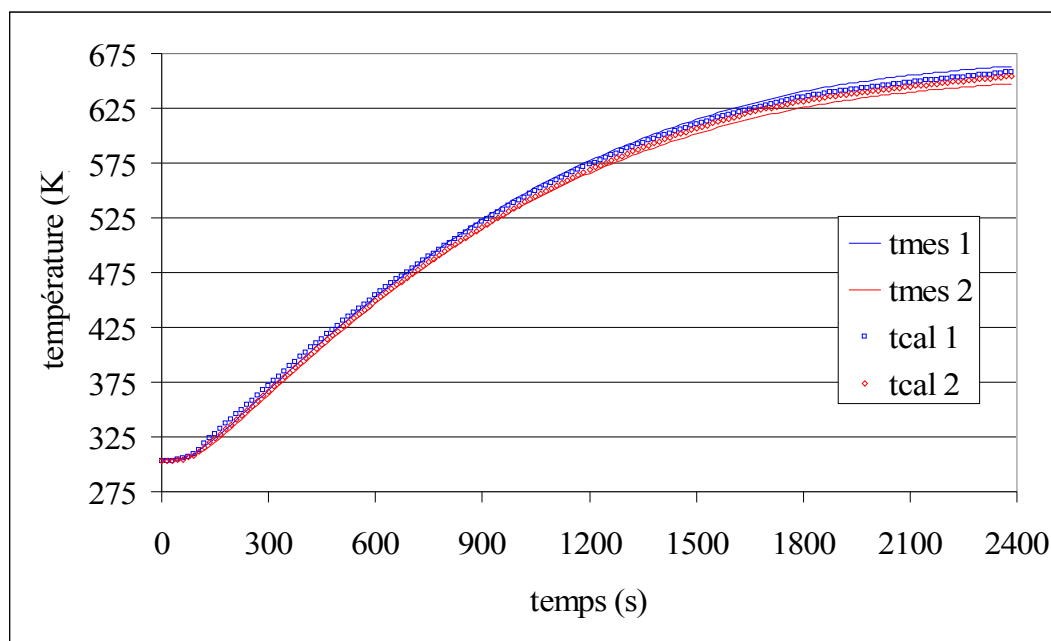


Figure V.58 : Mesures de température expérimentales et calculées pour l'itération $n = 3$.

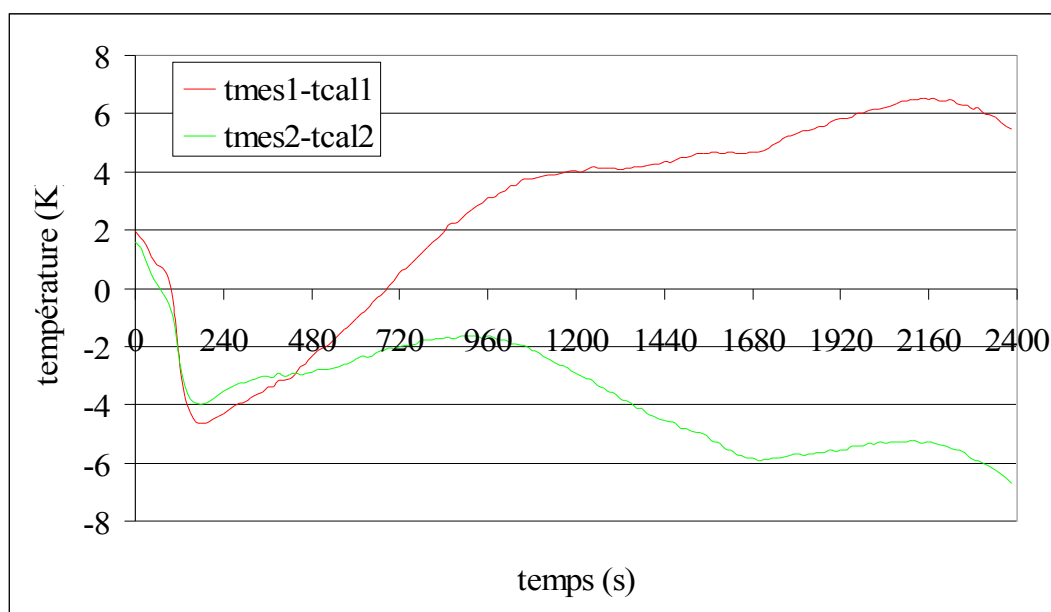


Figure V.59 : Résidus de l'écart entre les mesures expérimentales et calculées à l'itération $n = 3$.

La solution trouvée à la 3^{ème} itération, *figure V.60*, est très proche de celle trouvée pour l'essai X28, *figure V.54*. Toutes deux ont la même forme et elles atteignent pratiquement la même valeur en fonction de la température.

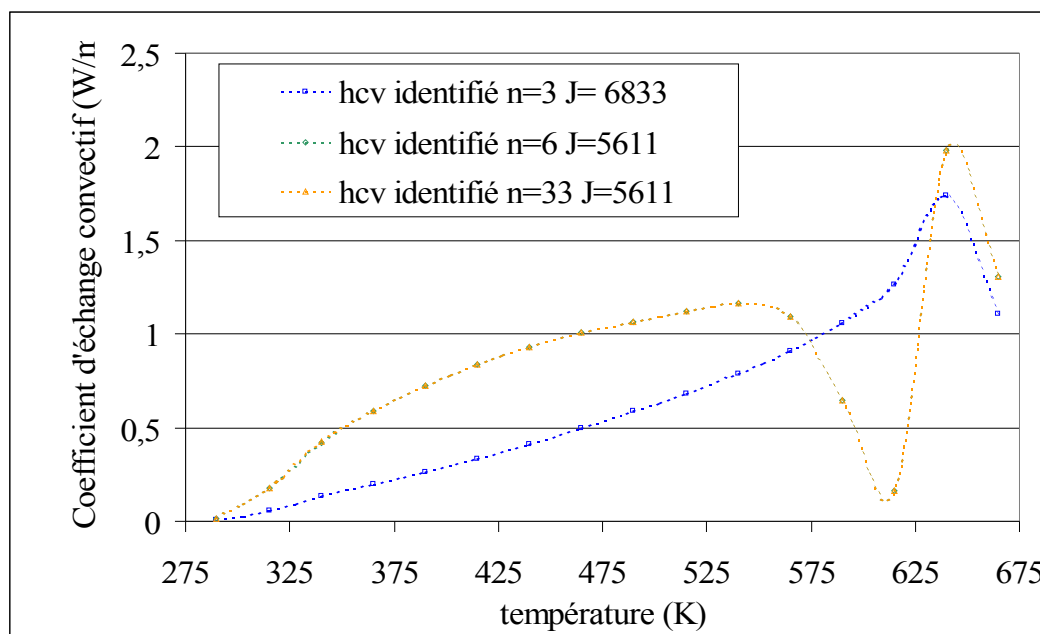


Figure V.60 : Coefficient d'échange convectif identifié en fonction de la température.

2.3.3. Conclusions

Nous venons donc d'identifier trois coefficients d'échange convectif. Les deux derniers sont similaires mais leur valeur est d'environ la moitié du premier. On a pu constater au cours de l'identification du coefficient d'émissivité pour l'essai X24 et donc pour l'essai X23, un échauffement plus important du porte-substrat probablement dû à la pollution de surface du porte-substrat ou à un chauffage plus important de l'élément chauffant. Les trois coefficients d'échanges convectif identifiés sont compris dans le même ordre de grandeur. La valeur maximum du coefficient d'échange convectif a été relevé lors de l'essai X24 avec une valeur de $5-6 \text{ W/m}^2 / \text{K}$ pour les températures les plus élevées.

3. Conclusions

Dans cette deuxième partie du chapitre, on a utilisé les mesures expérimentales présentées dans la première partie afin d'identifier successivement le coefficient d'émissivité

du porte-substrat puis le coefficient d'échange convectif. Les coefficients d'émissivité estimés sont compris dans l'intervalle $[0,15-0,25]$ ce qui est généralement proposé dans la littérature. Le coefficient d'émissivité dépend beaucoup de l'état de la surface réel qui peut être modifié par pollution ou polissage par exemple. Ceci justifie qu'on puisse identifier des coefficients moyens de 0,18 à 0,25.

En ce qui concerne le coefficient d'échange convectif, il n'excède pas $5 \text{ W/m}^2 / \text{K}$ mais les deux dernières identifications montrent qu'il serait légèrement inférieur (valeur maximum estimée pour les températures les plus élevées). Ces écarts de valeurs du coefficient d'échange convectif semblent négligeables, mais elles sont responsables d'un refroidissement du porte-substrat de près de 30K par rapport aux mesures de température faites sous vide secondaire, et affectent donc la température superficielle du porte-échantillons.

Chapitre 6 :

Identification de l'effet thermique du plasma

Le chapitre précédent présentait la démarche visant à identifier les termes de chauffage radiatif (résistance de chauffage vis-à-vis de la surface du substrat) puis convectifs (interaction gaz (plasma éteint) / surface) par la méthode inverse de résolution du gradient conjugué. Expérimentalement, ceci se traduit par la mise en place de mesures de température au niveau du système céramique / porte-échantillons / substrats, sous vide poussé (vide limite du réacteur $P \# 5.10^{-6}$ torr), puis sous pression d'élaboration ($P = 0.1$ Torr) plasma éteint. Dans ce chapitre, on se rapproche par étapes successives des conditions réelles du procédé. Il a pour but l'estimation des flux de chaleur échangés entre le milieu gazeux plasma et la surface du porte-substrats à partir de mesures expérimentales de température réalisées dans différentes décharges plasma:

- argon pur, ce plasma « école » est libre de toute réaction "chimique" (volume et surface) faisant intervenir des précurseurs de dépôt,
- argon/hydrogène, dans ce cas le milieu gazeux contient un des éléments (H_2) intervenant dans le plasma de dépôt,
- argon/TMS, le plasma réel utilisé dans le procédé de dépôt.

Dans tous les cas, la présence du plasma rend délicate l'acquisition des données thermiques de surface, ce qui a une incidence sur la détermination du flux thermique échangé entre plasma et porte-substrats. Ces problèmes sont inhérents au mode d'excitation de la décharge : champ électromagnétique haute fréquence, amorçage locaux de plasmas parasites, dépôt ou réactions chimiques au niveau du contact thermocouple/surface.

Comme indiqué au chapitre III, les plasmas froids utilisés en PACVD, sont des milieux gazeux complexes, hors équilibre thermodynamique, pour lesquels la température cinétique des électrons (T_e) est très différente de "la" température des autres espèces présentes

(espèces ioniques, espèces excitées, espèces majoritaires neutres et à l'état fondamental) qui est généralement comprise entre $300K$ et $1000K$. En revanche, du fait de leur faible concentration, la partie du gaz constituée par les électrons n'a qu'une faible contribution à la température d'ensemble du gaz plasma ($n_{\text{électrons}} = n_{\text{ions}(+)} \# 10^{-4}-10^{-6} \cdot n_{\text{gaz}}$). Bien que le nombre de niveaux d'excitation (donc de température) des espèces gazeuses présentes dans la décharge soit grand, on retiendra une température dite des particules lourdes notée T_g correspondant à "la" température du gaz. Cette température est la température rotationnelle (T_R) des espèces moléculaires du plasma. Cette dernière est une des données nécessaires pour l'identification des flux de chauffage dus au plasma. Elle a été déterminée par spectroscopie d'émission optique (SEO) sur les deux décharges permettant son calcul (Ar/H₂ et Ar/TMS). Finalement, notons que toute surface plongée dans un plasma est soumise en permanence à un bombardement d'ions (ici majoritairement monochargés (+)), dont l'énergie dépend de la différence de potentiel entre plasma (V_{plasma}) et surface (ici $V_{\text{surface}} = 0$), dont le flux dépend de la concentration ($n_{\text{ions}} \# n_{\text{électrons}}$), pouvant conduire à une élévation de la température de la surface des échantillons.

1. Mesure de température du milieu gazeux plasma par Spectroscopie Optique d'Émission

1.1. La Spectroscopie Optique d'Émission (SOE)

La spectroscopie d'émission optique (SEO) est une méthode d'analyse in-situ des plasmas. Elle permet de mettre en évidence, par des réactions de photo-émission ($A^* \rightarrow A + h\nu$), les espèces excitées présentes au sein du plasma qui émettent par désexcitation radiative dans la décharge, que ces espèces soient atomiques, moléculaires, neutres ou ionisées.

Lorsqu'un atome ou une molécule est dans un état excité E_s , il se désexcite de manière radiative par émission d'un photon vers un état d'énergie inférieure E_i : $h\nu = E_s - E_i$ où ν est la fréquence de l'onde dans le vide. On raisonne en général sur une molécule indépendante, c'est à dire qu'on néglige les interactions avec les autres particules. Elle possède une énergie cinétique, une énergie de rotation et de vibration dues respectivement à la rotation autour du centre de gravité de la molécule, à la vibration des atomes de cette molécule les uns par rapport aux autres, et enfin une énergie électronique dépendant de la répartition des électrons

au sein de la molécule. Dans l'étude des spectres moléculaires, on considère seulement l'énergie quantifiée, car c'est la quantification de cette énergie qui est à l'origine des raies spectrales. Comme l'énergie cinétique est continue, on écrit l'énergie totale quantifiée E sous la forme [78-LEPO96] :

$$E = E_e + E_v + E_r$$

avec E_e l'énergie électronique, E_v l'énergie vibrationnelle et E_r l'énergie rotationnelle.

L'énergie électronique est supérieure aux autres types d'énergie, car les mouvements de rotation et de vibration intéressants les noyaux sont beaucoup plus lents que ceux des électrons du fait de leur masse. De même, l'énergie de vibration est supérieure à celle de rotation. Chaque état électronique se subdivise donc en niveaux vibrationnels, eux-mêmes se subdivisant en niveaux rotationnels comme le montre la *figure VI.1*. Les ordres de grandeur des écarts énergétiques entre les niveaux excités sont de quelques eV entre deux états électroniques, d'environ 10^{-1} eV entre deux états vibrationnels successifs d'un même état électronique et de l'ordre de 0.01 eV entre deux états rotationnels.

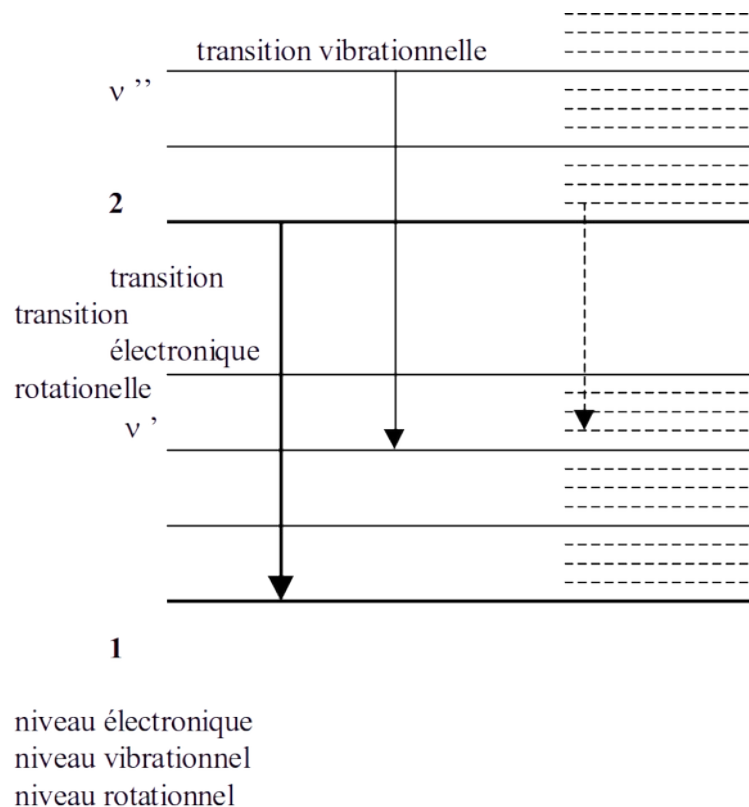


Figure VI.1 : *Représentation schématique des niveaux rotationnels, vibrationnels et électroniques.*

Chaque élément émet un spectre qui lui est propre [79-PECK] : spectre de raies pour les atomes ou les ions, spectre de bandes pour les molécules. La présence dans le spectre d'un plasma de telles raies (ou bandes) indique que l'élément considéré y est présent même si ce n'est qu'à l'état d'impuretés (électrodes, gaz résiduels de l'enceinte, des parois). Chaque raie est caractérisée par sa longueur d'onde λ , sa fréquence ν et son nombre d'ondes ν' . Dans le vide, c étant la vitesse de la lumière, la longueur d'onde est

$$\lambda = \frac{c}{\nu} = \frac{1}{\nu'}$$

Dans l'air, dont l'indice de réfraction est n , à la longueur d'onde considérée, nous avons:

$$\lambda_{air} = \lambda_{vide} / n$$

De plus, une raie, qu'elle soit observée en absorption ou en émission, n'est pas infiniment mince, elle a une certaine largeur, un profil de répartition de l'intensité autour de la fréquence (ou de la longueur d'onde) centrale. D'une façon générale, l'intensité mesurée d'une raie dépend de la concentration de l'état excité d'où la raie est émise, des probabilité et fréquence de la transition considérée, de l'appareil de détection [46-ANDR97]. Dans l'hypothèse de collisions électroniques directes, la concentration d'atomes (ou de molécules), dans l'état excité qui émettent, dépend de la concentration d'électrons (n_e), qui les créent par collisions, et de leur énergie (T_e) au sein du plasma; ainsi l'intensité d'une raie d'émission est aussi représentative du niveau global d'excitation du plasma.

1.2. Méthode d'estimation de la température du milieu gazeux par SOE

Une technique fréquemment utilisée pour déterminer la température du gaz (T_g) dans les décharges est la mesure de la température de rotation d'un niveau excité de l'une des molécules présentes (T_R). On admet alors généralement l'égalité de ces deux températures. De toutes les molécules potentiellement utilisables dans les plasmas considérés (Ar/H₂ ou Ar/TMS), C₂, CH, H₂, l'hydrogène moléculaire qui est un des produits de dissociation des précurseurs gazeux utilisés a été choisi. Ainsi, il a été observé et son spectre d'émission a été exploité pour déterminer la température du gaz dans le réacteur de dépôt [52-MAIL00, 53-ANDR98].

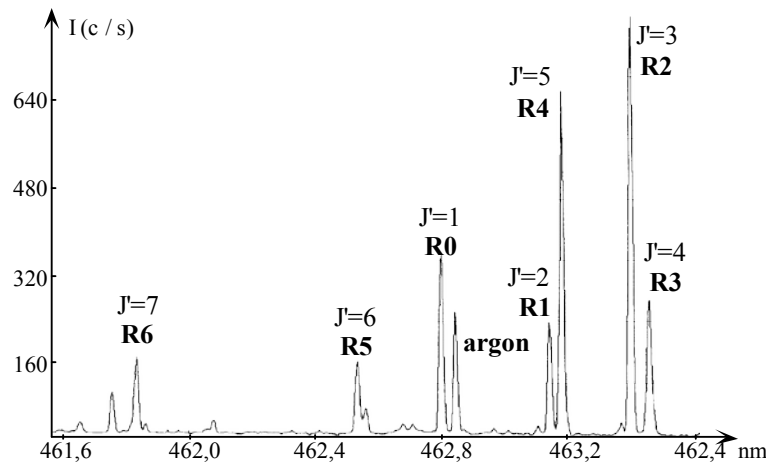


figure VI.2 : spectre d'émission moléculaire pour la branche R de la transition entre niveaux de rotation $G^1\Sigma^+_g$ et $B^1\Sigma^+_u$ de la molécule H_2 [53-ANDR98].

La figure VI.2 montre un exemple des spectres des raies R (R0 à R5) de la bande (0-0), transition $G^1\Sigma^+_g \rightarrow B^1\Sigma^+_u$ de la molécule H_2 . La température du gaz est obtenue à partir de la pente du diagramme dit "de Boltzmann". Sans entrer dans le détail, cette méthode, déjà utilisée au laboratoire, consiste à tracer le logarithme de l'intensité $I_{j,j}$ pondérée des poids statistiques et des forces de raies, de chacune de ces raies en fonction de l'énergie E_j des niveaux rotationnels considérés. Elle permet, ainsi, de calculer la température de rotation T_R . L'erreur estimée sur le calcul par les expérimentateurs est de l'ordre de 20 à 50 K ce qui fixe une marge d'incertitudes sur les résultats à venir.

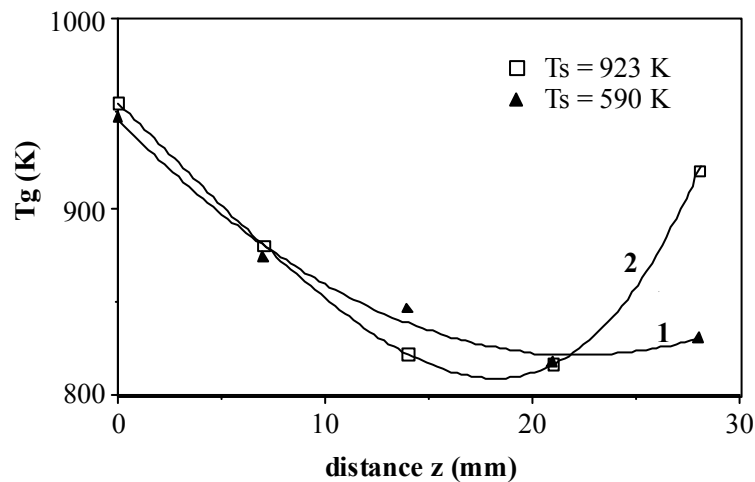


Figure VI.3 : Evolution axiale de la température de rotation de H_2 entre la sortie de la cavité micro-onde ($z = 0$) et le substrat ($z = 29$ mm), pour deux températures de substrat (T_s) [53-ANDR98].

La figure VI.3 [53-ANDR98] donne un exemple d'application pour un plasma micro-onde Ar/ H_2 (5%) à 0,5 Torr dont la géométrie est proche du procédé étudié. La température du gaz en écoulement décroît depuis la sortie de la cavité micro-onde jusqu'au substrat dont la température T_s , due au seul chauffage par le plasma, n'excède jamais 600K (courbe 1). La courbe 2 montre une augmentation de la température du gaz au voisinage du substrat porté dans ce cas à 923 K.

Pour ce réacteur [46-ANDR97], les valeurs de T_R mesurées sont donc compatibles avec la température du substrat indiquée par un thermocouple, isolé dans ce cas, en contact avec la face arrière du substrat. Cette température de rotation issue des raies R de la transition $G \rightarrow B$ de la molécule H_2 est donc représentative de celle du gaz en équilibre thermique avec le substrat.

1.3. Mesures expérimentales de la température du gaz plasma

La méthode spectroscopique décrite ci-dessus et qui a été développée sur un autre réacteur, a été appliquée dans le réacteur dont nous disposons pour déterminer le profil de température du gaz (T_R) le long de l'axe de la décharge dans différentes configurations.

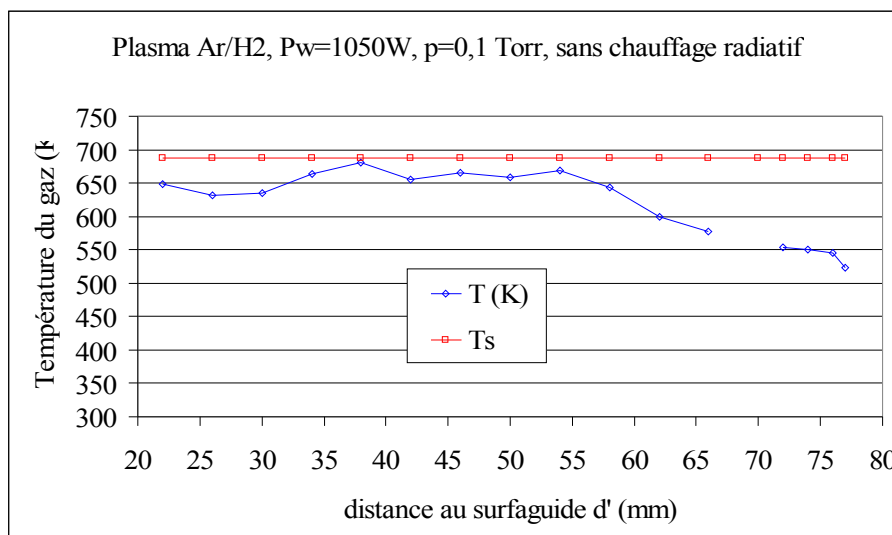


Figure VI.4 : Mesures de température de gaz par SEO pour un plasma d'argon/
 H_2 à 10% avec chauffage radiatif.

Les figures VI.4, VI.5 et VI.6 montrent les évolutions de T_R en fonction de la distance au surfaguide (d'), comparées à la température de consigne donnée par le thermocouple "sans contact" couplé au régulateur PID, pour les cas suivants :

- plasma Ar/ H_2 (10%) (figure VI.4) : Pression de travail = 0.1 Torr, $P_{\text{plasma}} = 1050$ Watt, avec chauffage des échantillons (température de consigne PID = 853 K)
- plasma Ar/ H_2 (10%) (figure VI.5) : Pression de travail = 0.1 Torr, $P_{\text{plasma}} = 1050$ Watt, sans chauffage additionnel (température lue = 688 K)

plasma Ar/TMS(10%) en conditions de dépôt (figure VI.6) : Pression de travail = 0.1 Torr, $P_{\text{plasma}} = 1050$ Watt, avec chauffage (température de consigne PID = 853 K).

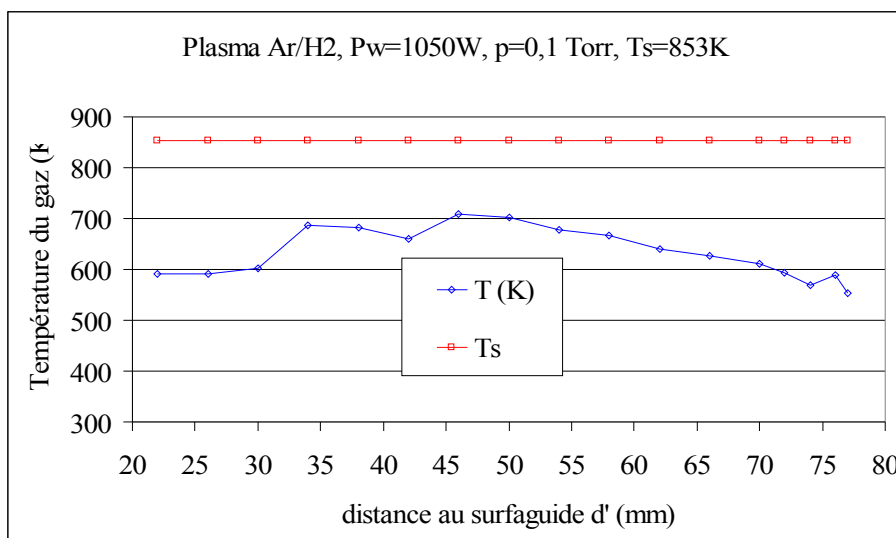


Figure VI.5 : Mesures de température de gaz par SEO pour un plasma d'argon/ H_2 à 10% sans chauffage radiatif.

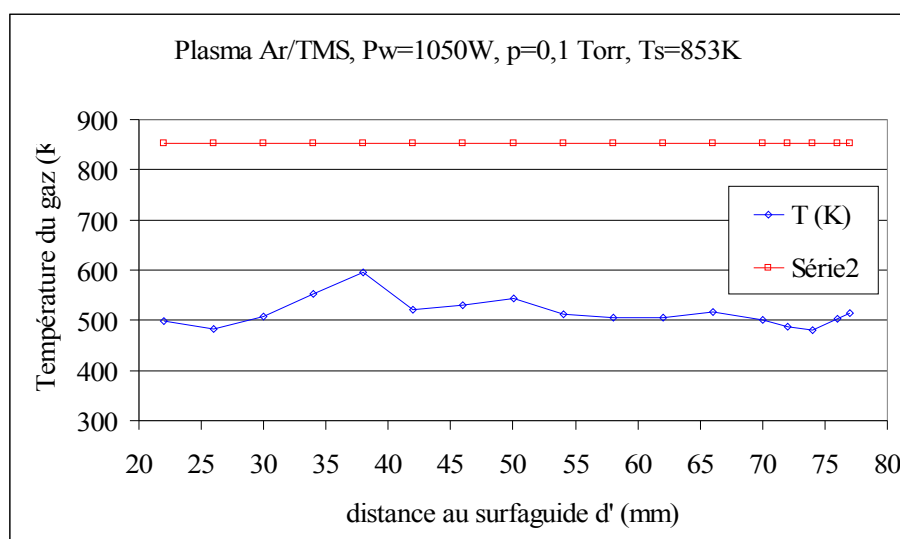


Figure VI.6 : Mesures de température de gaz par SEO pour un plasma d'argon/TMS à 10% avec chauffage radiatif.

L'allure et la comparaison des évolutions de la température du gaz dans les trois cas considérés amènent les remarques suivantes :

- dans la décharge Ar/H₂, la température du gaz est plus élevée à proximité de l'excitateur qu'au niveau de la surface du porte-substrats, ce qui traduit une inhomogénéité longitudinale du plasma. Compte tenu des erreurs d'estimation, T_R peut être considérée comme constante et de l'ordre de 650 K jusqu'à une distance au surfaguide d' = 50-60 mm. Elle décroît ensuite jusqu'à 550 K proche de la surface du porte-échantillons situé à 80 mm.
- Le chauffage additionnel du substrat n'influence pas le profil axial de température du volume gazeux : son évolution est similaire avec et sans chauffage des échantillons.
- Les réactions élémentaires électrons/neutres et neutres/neutres qui interviennent dans la décharge Ar/TMS conduisent à une température du milieu gazeux inférieure à celle du plasma Ar/H₂. Le gradient axial de température présent dans ce dernier n'est pas observé avec le précurseur TMS pour lequel T_R est de l'ordre de 500-550 K quelle que soit la distance au surfaguide.
- Finalement, pour toutes les expériences, on constate une différence importante entre la température mesurée par le thermocouple sans contact situé en face arrière du substrat. Il donne néanmoins une valeur approchée de la température de l'acier et celle du gaz proche du porte-échantillons. Plus particulièrement, pour le cas sans chauffage additionnel (*figure VI.5*) cette différence atteint 130-150 K.

Des éléments de réponse concernant ces évolutions axiales de la température de gaz peuvent être avancés; ils sont liés aux caractéristiques propres du procédé étudié. Des mesures spectroscopiques complémentaires ont été réalisées dans le cas du plasma de dépôt Ar/TMS. La *figure VI.7* montre l'évolution de l'intensité de plusieurs raies d'émission de l'argon neutre en fonction de la distance au surfaguide [52-MAIL00]. Elles sont représentatives de l'excitation du plasma (n_e, T_e) le long de l'axe de la décharge. Partant d'un niveau élevé proche du surfaguide, zone chaude de création du plasma, les intensités diminuent jusqu'à une distance de l'ordre de 50-60 mm, puis se stabilisent ou augmentent légèrement au voisinage du porte-échantillons. Ces évolutions traduisent des modifications de la densité et de la température des électrons dans l'axe de la décharge. Au niveau du surfaguide (donc à Z faible)

le champ électrique intense conduit à un niveau d'excitation élevé des espèces; la température du gaz y est plus importante qu'en aval. Finalement, proche du porte-échantillons, la distribution du champ électrique semble être aussi légèrement modifiée.

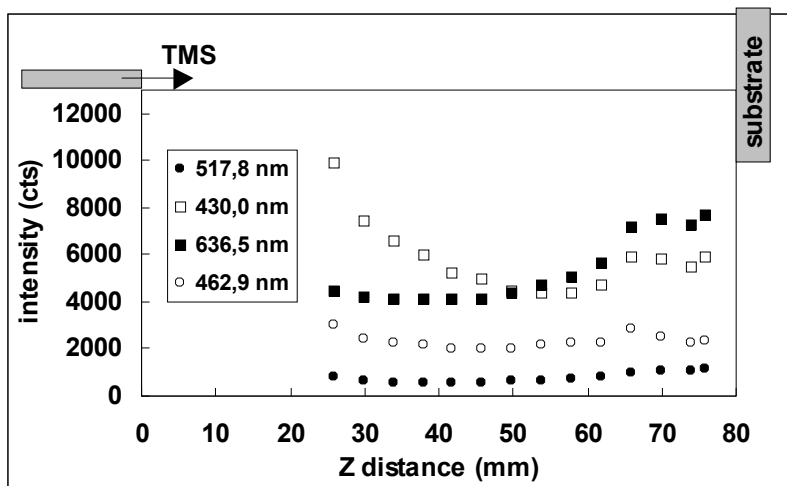


Figure VI.7 : évolution de l'intensité de quelques raies de l'argon neutre en fonction de la distance au surfaguide d'après [52-MAIL00].

Notons que toute surface plongée dans un plasma est soumise en permanence à un bombardement d'ions. Ce bombardement est caractérisé par l'énergie et le flux des ions incidents; dans les cas étudiés, ce sont majoritairement des ions Ar^+ :

- l'énergie des ions de bombardement est due à la chute de potentiel existant entre le volume du plasma (proche de la surface : V_p) et la surface elle-même (porte-échantillons : V_{surface}). Dans notre procédé les substrats sont à un potentiel nul, le porte-échantillons étant relié à la terre ($V_{\text{surface}} = 0$). Pour les décharges micro-onde le potentiel plasma est quant à lui de l'ordre de quelques dizaines de Volts (+30 à +50 V). L'énergie maximale que peuvent atteindre les ions incidents à la surface est donc de l'ordre de $E_{\text{ion max}} = 50 \text{ eV} = q \cdot (V_p - V_{\text{surface}})$, q étant égal à +1 dans le cas des ions monochargé Ar^+ [80-THOM93]. Une telle énergie est faible devant celles qu'il est possible d'obtenir dans d'autres procédés plasmas pour lesquels la surface à traiter est polarisée négativement. Dans leur cas, $V_p - V_{\text{surface}}$ peut atteindre plusieurs centaines de Volts. Le niveau d'énergie des ions possible dans le plasma étudié n'est pas suffisamment élevé pour être la seule source d'élévation de température constatée au niveau du porte-échantillons.

- En revanche, le bombardement ionique est aussi caractérisé par son flux exprimé fréquemment sous la forme :

$$\Phi_{ion} = \frac{n_{ion}}{\sqrt{e}} \times \sqrt{\frac{k \cdot T_e}{m_{ion}}}$$

Cette expression fait intervenir la température des électrons, la masse et la concentration des ions considérés. Le flux sera d'autant plus élevé que la densité de plasma sera forte. Ainsi, comparé à des décharges courantes telles que les plasmas radio ou basse fréquence pour lesquels la densité de plasma est de l'ordre de 10^9 cm^{-3} au torr, l'excitation par champ micro-onde permet d'obtenir des valeurs nettement supérieures situées autour de 10^{11} - 10^{12} cm^{-3} . Pour le cas étudié, le flux de bombardement ionique est donc très élevé. La contribution du bombardement de particules ionisées au chauffage de la surface des échantillons peut donc être importante.

2. Problèmes de mesures de température de "surface" liés à la présence du plasma

Alors que la mesure de température au niveau du porte-échantillons est suffisamment aisée, lorsque le plasma n'est pas activé, sa présence rend difficile leur acquisition, ce qui aura une incidence sur la résolution du problème inverse d'estimation du flux thermique échangé entre plasma et porte-substrats. En effet, l'application du champ électromagnétique de haute fréquence ($\nu = 2.45 \text{ GHz}$) peut produire des « effets d'antenne » et des différences de potentiel locales au niveau des thermocouples, ce qui peut fausser considérablement les mesures. De plus, la production d'espèces réactives par le milieu gazeux peut avoir des effets néfastes au niveau des capteurs : dépôt au contact thermocouple/surface, diffusion d'éléments chimiques dans le matériau constituant le capteur.

Les premiers essais d'acquisition de données thermiques en milieu plasma ont été faits dans le cas de l'argon pur dans les conditions opératoires suivantes : puissance micro-onde incidente de 1000 Watt, pression de travail de 0,1 torr, débit total du gaz de 6,8 NI/h. On travaille ici sans chauffage additionnel et sans le précurseur TMS : seul le plasma fournit la chaleur au porte-substrats. Les premières mesures de température, présentées *figure VI.8*, sont obtenues par 5 thermocouples dont les positions sont décrites en regard.

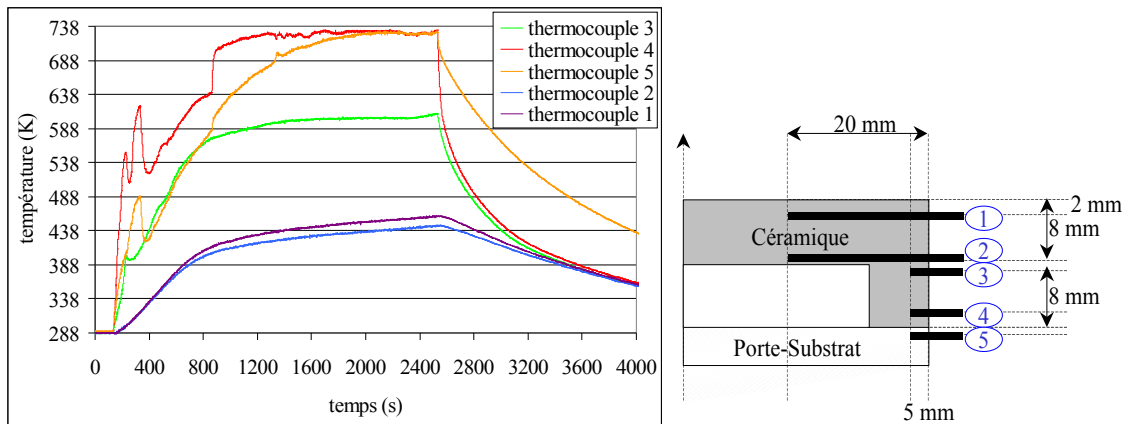


Figure VI.8 : Températures mesurées et position des capteurs lors du premier essai en plasma d'argon. Les capteurs sont perturbés par le plasma d'argon.

Quatre capteurs sont positionnés à l'intérieur de la pièce en céramique et 1 capteur proche du bord du porte-substrats. La mesure est effectuée durant deux phases : montée puis stabilisation des températures autour de 2600s plasma allumé, refroidissement après extinction du plasma jusqu'à 4000s.

Les données recueillies lors des premiers essais en décharge d'argon montrent clairement que le plasma perturbe l'acquisition. Plus précisément :

- Les thermocouples 1 et 2 qui sont les plus éloignés du plasma, car insérés dans la céramique à une profondeur de 20mm, ne semblent pas être perturbés par le champ micro-onde lorsqu'il est actif.
- Les thermocouples 3 et 4, quant à eux situés à 5 mm de profondeur au bord de la céramique isolante sont perturbés par la présence du plasma (pic parasite à 300 s, montée brutale à 900 s). Plus particulièrement, pour le thermocouple 4, on observe que la valeur mesurée décroît brutalement dès l'extinction du plasma ($\Delta T \approx 200$ K).
- Finalement, le thermocouple 5, situé à une profondeur de 5 mm de la surface latérale du porte-substrats, est fortement perturbé au début de l'acquisition et à moindre échelle au cours de la montée en température de l'ensemble. Après extinction de la décharge, celui-ci voit décroître sa mesure seulement de quelques degrés avant de retrouver un régime de refroidissement satisfaisant.

De tels comportements illustrent la difficulté d'obtention de données comparatives exploitables pour le modèle de simulation du dispositif. Lorsque la décharge est allumée, on est confronté à la présence d'un milieu gazeux entretenu par un champ électromagnétique haute fréquence ($\nu = 2.45$ GHz) réparti autour du porte-échantillons. Cette répartition imposée au départ par la géométrie et le mode de couplage (surfaguide/tube de silice) est perturbée par la présence du porte-échantillons constitué à la fois d'éléments isolants et conducteurs électriques (pièce céramique, porte-substrats métalliques, passage de gaines de thermocouples en Inconel). Ceci conduit à une modification des lignes de champ et la création de différences de potentiel locales pouvant fausser considérablement les mesures. La *figure VI.9* montre l'exemple d'une zone de plasma parasite créé au niveau d'une gaine de thermocouple sortant du porte-substrats plongé dans la décharge d'argon.

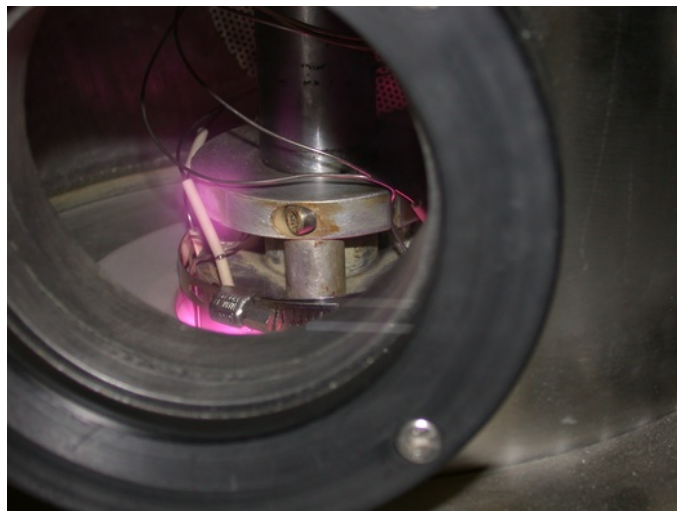


Figure VI.9 : image d'un thermocouple perturbé par le milieu plasma.

Le plasma (halo rose/violet) est couplé au thermocouple.

Pour éviter les différents problèmes qui perturbent les thermocouples situés au niveau du porte-substrats métalliques, on a cherché, d'une part à protéger électriquement les thermocouples vis-à-vis du plasma, d'autre part à les insérer plus profondément tout en assurant un meilleur contact avec certaines parties du porte-échantillons, le but étant d'identifier les gradients thermiques radiaux et transversaux. Ainsi, les étapes successives de mesures et d'adaptation des positions de thermocouples ont conduit à :

- l'isolation des gaines des thermocouples à l'aide d'une céramique isolante (perles d'alumine),

- l'utilisation de thermocouples Thermocoax de type K isolés électriquement (poudre céramique MgO de haute résistivité électrique entre la gaine Inconel, de diamètre 1 mm, et le thermocouple, soudure isolée),
- un perçage profond (diamètre de perçage 1 mm) du porte-substrats « école » en acier inoxydable.

La figure VI.10 permet de situer la position des capteurs du "porte-échantillons école".

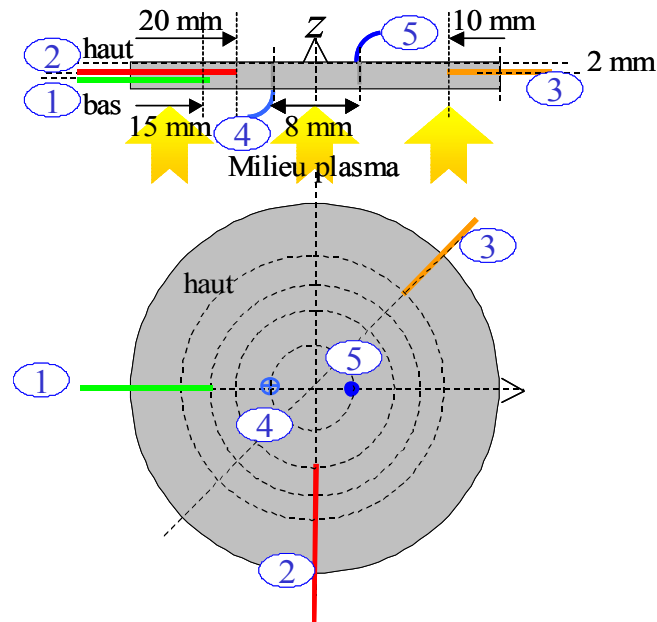


Figure VI.10 : Emplacement final des capteurs thermiques.

Cette configuration finale a permis de réduire les "bruits" de mesures liés au plasma. La figure VI.11 montre les nouvelles évolutions temporelles obtenues pour la température, plasma allumé jusqu'à 2400 s, puis lors de la phase de refroidissement plasma éteint. Les températures finales obtenues avant extinction de la décharge sont indiquées dans le tableau VI.1. Le capteur 4, directement situé en contact avec la face avant du substrat d'acier immergée dans le plasma, semble légèrement perturbé bien que n'apparaisse pas de pic ou montée parasite brutale de température.

Tableau V.1 :

Capteurs thermiques	1	2	3	4	5
Température finale (~2400s)	718,1 K	719,8 K	705,4 K	709,6 K	714,4 K

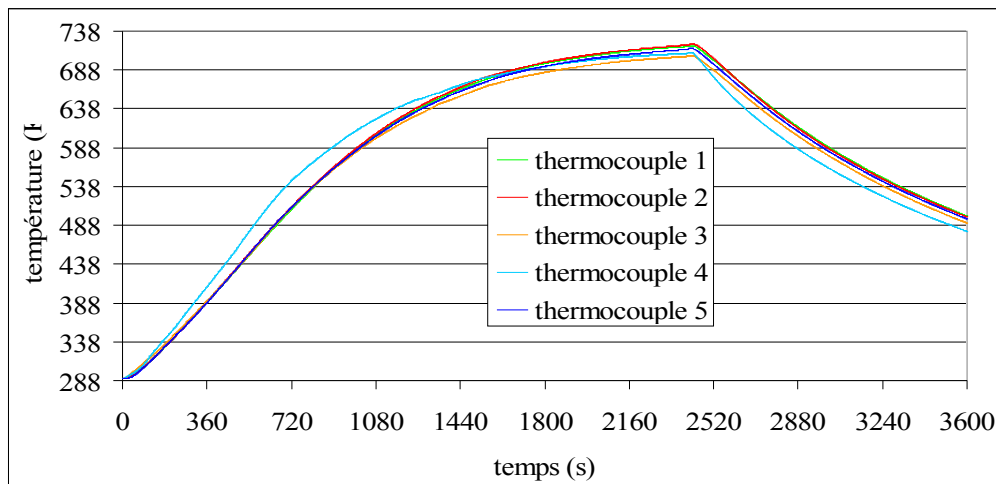


Figure VI.11 : Températures mesurées lors du chauffage sous plasma d'argon puis lors du refroidissement plasma éteint.

On constate que les gradients de température dans le porte-substrats sont faibles, les températures relevées par les capteurs étant proches. 4 des 5 capteurs semblent donner des évolutions thermiques fiables et reproductibles (n°1-2-3-5). Cette configuration a finalement été retenue pour toutes les mesures visant à l'identification des flux thermiques issus du plasma dans les cas successifs suivants : décharge d'argon pur, plasma Ar/H₂, puis plasma de dépôt Ar/TMS; les deux derniers permettant d'accéder aux mesures comparatives complémentaires de température du gaz.

3. Identification de l'apport thermique du plasma

Cette partie a pour but de tenter d'identifier tous les flux thermiques liés à la présence du plasma. La méthode est décrite dans le deuxième chapitre. Elle utilise les mesures expérimentales de température réalisées dans différentes décharges plasma :

- Argon pur sans chauffage radiatif additionnel, ce plasma écolo ne faisant pas intervenir les précurseurs de dépôt.
- Argon/hydrogène sans chauffage radiatif additionnel, le milieu gazeux contenant un des éléments (H₂) intervenant dans le plasma de dépôt.

- Argon/TMS, le plasma de dépôt, sans chauffage radiatif additionnel. Pour ces deux cas la présence d'hydrogène moléculaire permet d'obtenir expérimentalement une température comparative du gaz plasma pour valider le modèle direct.
- Argon et Ar/H₂ avec chauffage radiatif additionnel ; le deuxième ayant un comportement proche du plasma de dépôt il permet de limiter les problèmes de pollution des expérimentations par un dépôt parasite.
- Finalement, les décharges d'argon pur puis argon/TMS, successivement sans et avec chauffage additionnel, cette séquence correspond à celle utilisée pendant une procédure de dépôt.

Ne connaissant pas la nature des transferts thermiques entre le porte-substrats et le milieu plasma, on suppose en première approche un flux surfacique global (ici noté $\phi_{plasma}(x,y,z,t)$ sur Γ_1) prenant en compte tous les phénomènes (convection, rayonnement, interaction plasma/surface : *figure VI.12*).

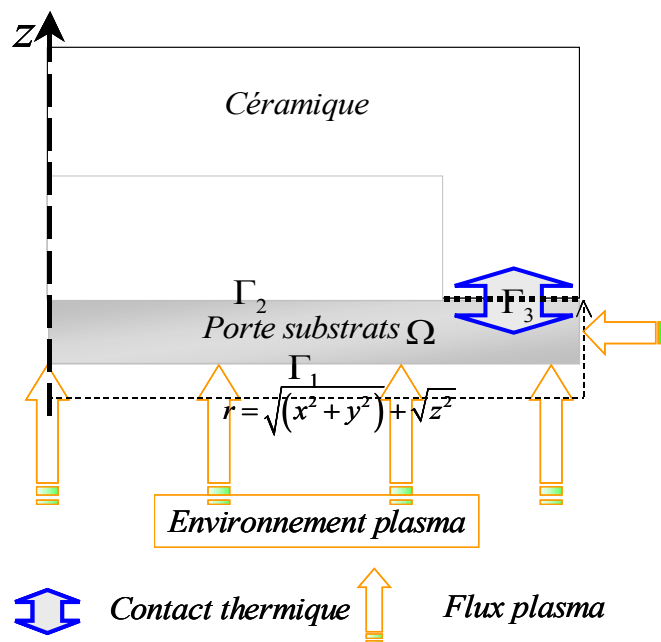


Figure VI.12 : Echanges thermiques entre le milieu plasma et le porte-substrats.

Ainsi, dans le cas le plus général, le système d'équations aux dérivées partielles non linéaires décrivant le problème thermique direct s'écrit :

$$C(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial t} = \operatorname{div}(\lambda(\theta) \vec{\operatorname{grad}} \theta) \quad \text{dans } \Omega \times T \quad (\text{VI.1})$$

$$-\lambda(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial n_1} = \phi_{\text{plasma}}(x, y, z; t) \quad \text{sur } \Gamma_1 \times T \quad (\text{VI.2})$$

$$-\lambda(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial n_2} = \varepsilon(\theta) (\theta^4 - \theta_{\text{céramique}}^4) \quad \text{sur } \Gamma_2 \times T \quad (\text{VI.3})$$

$$-\lambda(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial n_3} = \varphi_{\text{contact}} = \frac{1}{R} (\theta_{\text{portesubstrats}} - \theta_{\text{céramique}}) \quad \text{sur } \Gamma_3 \times T \quad (\text{VI.4})$$

$$\theta(x, t_{\text{ini}}) = \theta_{\text{ini}} \quad \text{dans } \Omega \text{ à } t=0\text{s} \quad (\text{VI.5})$$

Notons que le maillage utilisé pour simuler le problème direct est une portion de cylindre composée de 1314 nœuds et 5580 tétraèdres. Pour les cas étudiés, la simulation correspond à des temps de chauffage compris entre 1800 et 2400 secondes, le pas de temps de calcul étant de 10 ou 15 secondes.

Afin de tenir compte des particularités liées à la décharge micro-onde (couplage par onde de surface), on considère une distribution spatio-temporelle de la contribution thermique du plasma pour résoudre le problème. On choisit de l'écrire sous la forme:

- $\phi_p(r, t) = f(r)g(t)$
- où $f(r)$ est la distribution radiale du flux plasma
- et $g(t)$ la distribution temporelle: cette dernière est contrainte à ne prendre que des valeurs comprises entre 0 et 1.

3.1. Cas de la décharge d'argon pur sans chauffage additionnel

Les mesures expérimentales de températures ayant servi à l'identification du flux plasma en argon pur sont présentées sur la *figure VI.13*. Les conditions opératoires sont les suivantes : Puissance micro-onde égale à 1100W, pression de travail de 0,1 torr, débit de gaz 6,8Nl/h.

Le problème inverse pour l'estimation du flux surfacique échangé entre le milieu plasma d'argon et le porte-substrats est résolu pour une durée de 1800 s avec un pas de temps

de 10 secondes; le coefficient d'émissivité de la face arrière du porte-échantillons ayant été identifié dans le chapitre précédent.

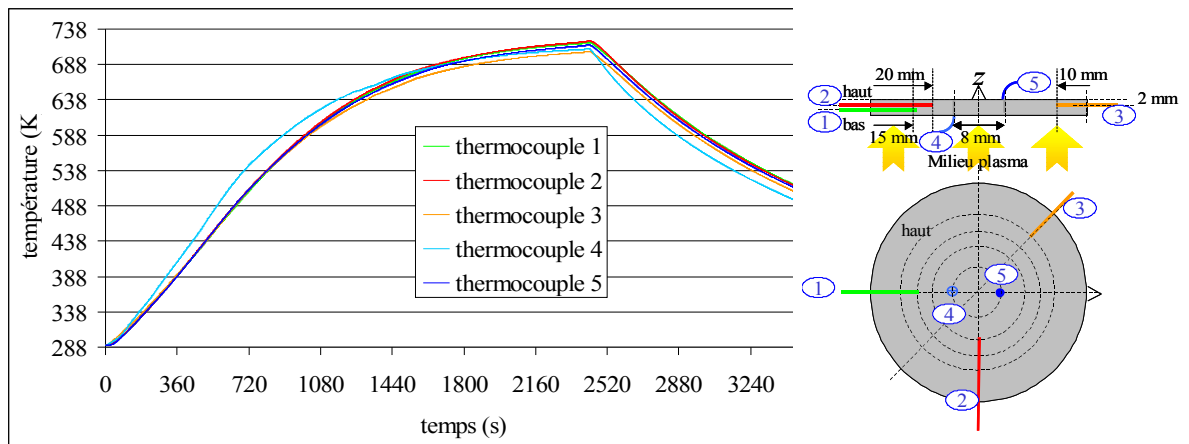


Figure VI.13 : Températures mesurées en plasma d'argon. L'emplacement des capteurs est donné par la figure de droite.

La répartition spatiale du flux plasma a été initialisée à -500 W/m^2 pour chacune des composantes du vecteur \bar{f}_r (discrétisation de la fonction distribution spatiale du flux plasma $f(r)$). Pour la distribution temporelle (vecteur \bar{g}_t), la valeur d'initialisation est fixée à 1. L'évolution du critère de convergence du problème inverse est présentée sur la figure VI.14. Sa décroissance est rapide pour les premières itérations, il se stabilise autour de 12000-16000 au-delà de $n = 40$ itérations.

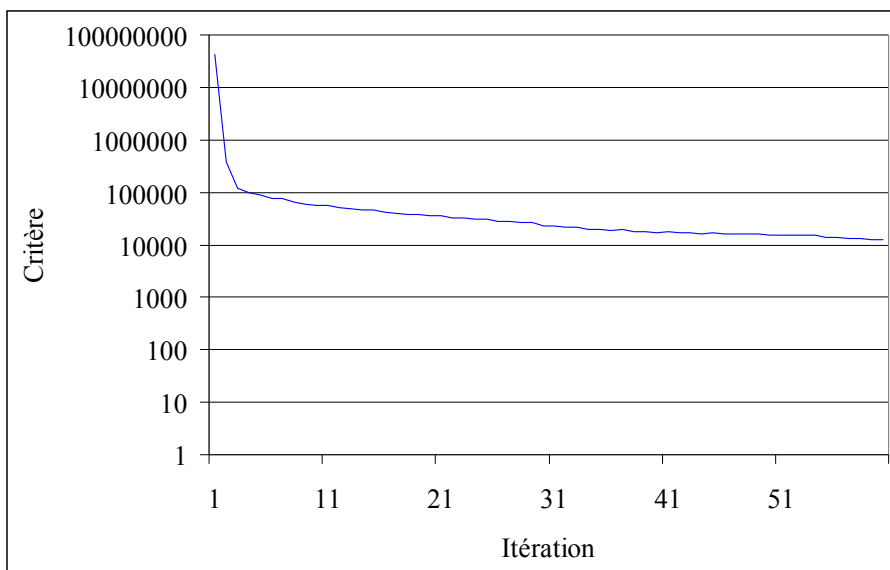


Figure VI.14 : Evolution du critère de convergence en fonction du nombre d'itérations pour le cas du plasma d'argon.

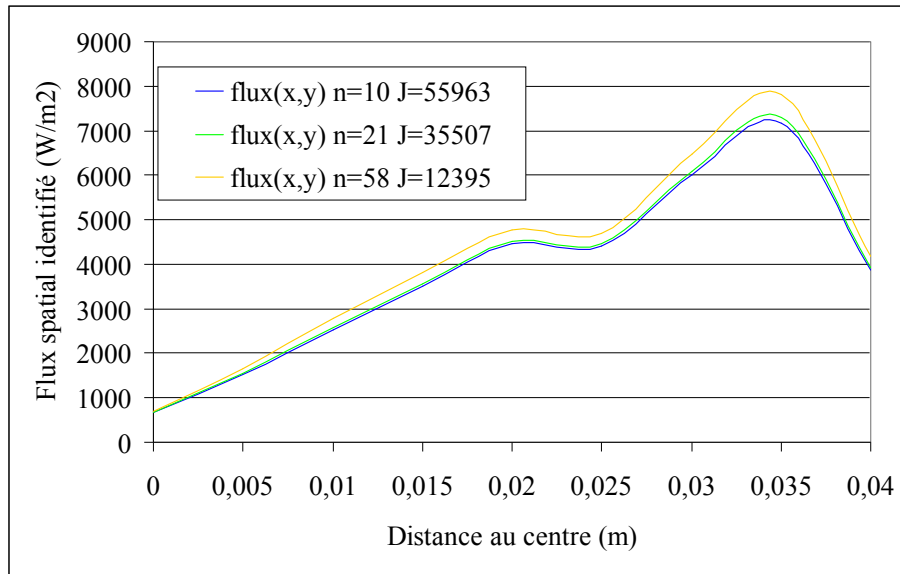


Figure VI.15 : Distribution radiale identifiée pour le cas du plasma d'argon au bout de 10, 21 et 58 itérations.

Les figures VI.15 et VI.16 présentent respectivement les solutions obtenues pour :

- la distribution spatiale du flux thermique issu du plasma,
- l'évolution temporelle de ce flux.

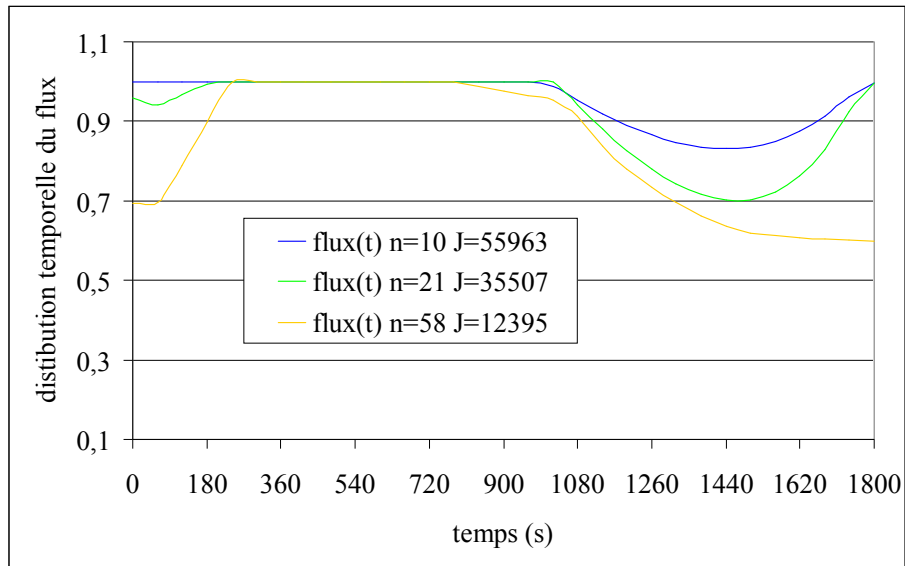


Figure VI.16 : Distribution temporelle identifiée pour le cas du plasma d'argon ($0 \leq g(t) \leq 1$).

Concernant la répartition radiale du flux en surface du porte-échantillons, le calcul tend à montrer qu'il est plus important sur la périphérie du porte-substrats que sur le centre : il serait compris entre 1000 W/m^2 au centre et 7200 W/m^2 sur la périphérie. On observe de plus un palier de flux situé dans le domaine $r = 0.02-0.025 \text{ m}$; il est difficile d'expliquer la raison de ce palier qu'on rencontrera dans chaque mesure, on peut simplement signaler qu'il est presque en regard de la séparation en face arrière entre la zone irradiée et la céramique. En revanche, l'augmentation moyenne du flux global en fonction du rayon du réacteur peut être attribuée aux caractéristiques spécifiques du plasma étudié. En effet, des éléments liés à la décharge permettent d'argumenter sur la distribution spatiale du flux plasma calculé : la figure VI.17 montre l'évolution radiale de l'intensité relative d'une raie d'émission ($\lambda = 549.6 \text{ nm}$) mesurée dans un plasma micro-onde d'argon [52-MAIL00].

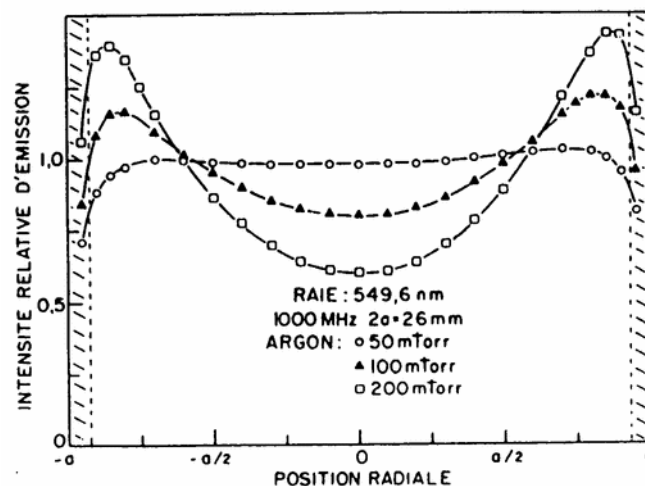


Figure VI.17 : Intensité d'une raie d'émission de l'argon dans un tube à décharge micro-onde en fonction de la pression.

Comme nous l'avons vu précédemment, l'intensité des raies d'émission est représentative du niveau d'excitation (n_e , T_e) du plasma correspondant. Le couplage par onde de surface conduit à la présence d'un gradient de concentration et d'énergie des espèces chargées. Faible proche du centre du plasma, ce gradient devient important vers l'extérieur du tube dans lequel on entretient la décharge. Les espèces neutres produites sont donc elles aussi plus énergétiques : θ_{gaz} est donc plus élevé. Pour un mode de couplage radiofréquence cette fois-ci, mais présentant aussi une symétrie cylindrique (couplage inductif - cf. Chapitre III) Mukaigawa et al. ont relié le flux thermique échangé entre un plasma d'argon et la surface

d'un substrat avec la distribution électronique [81-MUKA03]. Ils montrent que le flux thermique du plasma suit cette dernière et qu'il est plus calorifique proche de la paroi du tube où la densité électronique est la plus élevée [81-MUKA03]. Finalement, remarquons qu'une caractéristique du procédé est que la surface est bombardée par les espèces ioniques créées par collisions électroniques dans la décharge. Compte tenu de la géométrie de la décharge étudiée, le bombardement ionique qui peut provoquer l'échauffement du porte-échantillons est vraisemblablement plus important sur sa périphérie.

Inversement la diminution du flux observée au delà de 0.035mm, donc en paroi latérale do porte-substrats peut éventuellement être attribué à l'effet de confinement de l'écoulement dans cette zone puisque nous sommes proches des parois refroidies du réacteur.

Concernant l'évolution temporelle du flux identifié au niveau de la surface du porte-échantillons, on observe trois régimes (figure VI.16) :

- augmentation rapide du flux plasma durant les 200 premières secondes,
- stabilisation du flux jusqu'à 960s,
- décroissance de $t = 960s$ jusqu'à 1400 s environ puis on observe ensuite une remontée.

L'évolution du flux net (reçu ou envoyé) au niveau de la surface met en avant les constatations suivantes :

- le premier régime correspond naturellement à la durée d'établissement et de stabilisation de la décharge d'argon : échanges thermiques entre les différents éléments du réacteur (tube de silice, brides d'injection et d'étanchéité et porte-substrats).
- le plasma étant entretenu tout au long de la mesure de température, la distribution temporelle devrait être uniforme, ce qui n'est pas le cas.
- lorsqu'on observe (*figure VI.18*) l'évolution des températures mesurées au niveau du porte-échantillons, on constate qu'au-delà de 960s, temps pour lequel les températures expérimentales sont de l'ordre de 580K, ces dernières ne cessent de croître jusqu'à extinction du plasma, alors que le flux net identifié tend lui à s'inverser (décroissance pour $t > 960s$). Au-delà de 960 secondes c'est donc plutôt la surface qui chauffe le gaz.

- bien que ce n'en soit qu'une valeur très approchée, la température de surface mesurée à 960s serait donc représentative de la température du gaz en équilibre thermique avec cette surface. Une telle température, de l'ordre de 580 K, est compatible avec celle d'un plasma froid.

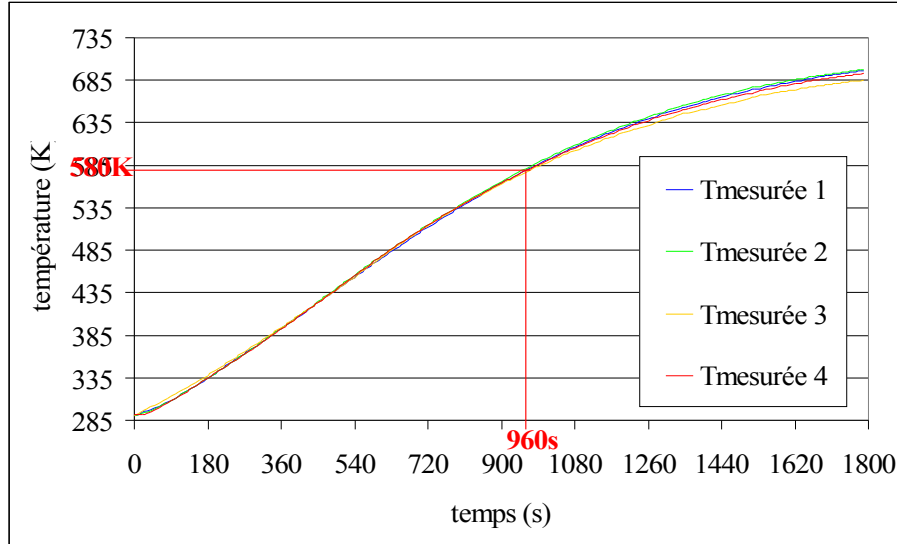


Figure VI.18 : Evolution de la température mesurée expérimentalement pour un plasma d'argon. Estimation de la température du gaz plasma d'argon.

L'allure de l'évolution de la distribution temporelle du flux net au niveau du porte-échantillons suggère donc une nouvelle écriture du terme de flux issu du plasma dans le système d'équations aux dérivées partielles décrivant le problème thermique. Nous proposons le modèle suivant :

$$C(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial t} = \text{div}(\lambda(\theta) \vec{\text{grad}} \theta) \quad \text{dans } \Omega \times T \quad (\text{VI.6})$$

$$-\lambda(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial n_1} = h(\theta)(\theta - \theta_{\text{gaz}}) + \varepsilon(\theta)(\theta^4 - \theta_{\text{gaz}}^4) + \phi'_{\text{plasma}}(x, y, z; t) \quad \text{sur } \Gamma_1 \times T \quad (\text{VI.7})$$

$$-\lambda(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial n_2} = \varepsilon(\theta)(\theta^4 - \theta_{\text{céramique}}^4) \quad \text{sur } \Gamma_2 \times T \quad (\text{VI.8})$$

$$-\lambda(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial n_3} = \varphi_{\text{contact}} = \frac{1}{R}(\theta_{\text{portesubstrats}} - \theta_{\text{céramique}}) \quad \text{sur } \Gamma_3 \times T \quad (\text{VI.9})$$

$$\theta(x, t_{\text{ini}}) = \theta_{\text{ini}} \quad \text{dans } \Omega \text{ à } t=0\text{s} \quad (\text{VI.10})$$

On constate donc, dans ce modèle proposé, que le flux global issu du chauffage par le plasma possède deux contributions thermiques : on considère d'une part, ce dernier comme un gaz chaud (échanges radiatif et convectif) dont la température est une température à l'infini θ_{gaz} , et d'autre part qu'il existe une contribution plus spécifique à l'interaction plasma/surface, et qu'il sera nécessaire d'identifier, correspondant à $\phi'_{plasma}(x,y,z,t)$.

Pour le cas du plasma d'argon pur que nous venons de traiter, il n'est pas possible d'accéder à des mesures de températures de gaz comparatives permettant d'identifier le terme spécifique lié au plasma. En effet, seule une décharge contenant des radicaux moléculaires émissifs permet une telle mesure. : c'est le cas des plasmas Ar/H₂ et Ar/TMS qui sont traités dans ce qui suit.

3.2. Cas de la décharge argon/H₂ sans chauffage additionnel

3.2.1. Mesures expérimentales

Le plasma d'argon/hydrogène est donc étudié car il permet l'accès à la mesure d'une température du gaz grâce à la présence de l'hydrogène moléculaire (émission du système G → B de H₂). Les conditions expérimentales utilisées sont les suivantes : puissance micro-onde égale à 1100W, pression totale de travail de 0,1 torr, mélange argon/10%H₂, débit de gaz 6,8Nl/h. L'emplacement des capteurs est le même que précédemment. Comme pour le milieu plasma d'argon, le capteur n°4 est perturbé par la présence du milieu plasma. On observe que la température finale du porte-substrats est plus élevée qu'en plasma d'argon de près de 80K (figure VI.19 et tableau VI.2).

Tableau V.2 : *Températures avant extinction du plasma*

Capteurs thermiques	1	2	3	4	5
Température finale (à 2000s)	790 K	786,6 K	770,4 K	779,3 K	776,1 K

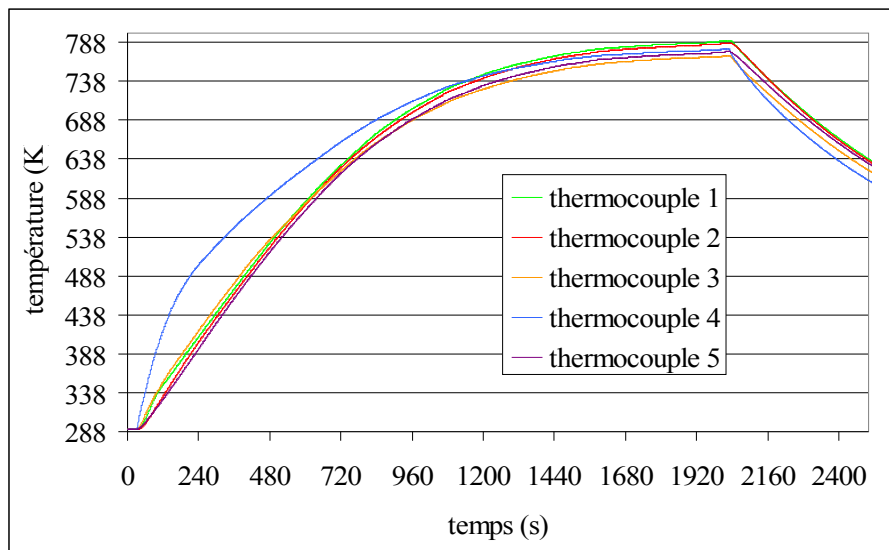


Figure VI.19 : Températures mesurées un plasma d'argon/hydrogène(10%) d'une puissance de 1100W sous une pression de 0,1 torr.

3.2.2. Identification du flux global thermique issu du plasma

Afin de comparer les résultats obtenus en plasma non réactif (argon pur) et réactif (argon/H₂), considérons tout d'abord l'apport thermique au niveau de la surface comme un flux global (cas 1). La résolution du problème est effectuée pour un critère initial $J^0 = 57.10^6$ et un flux spatial initialisé à $-500W/m^2$, la distribution temporelle étant quant à elle initialisée à 1.

La figure VI.20. montre que le critère de convergence du problème inverse décroît rapidement jusqu'à une valeur palier de 35000 au-delà de 25 itérations. La distribution radiale du flux plasma global est similaire à celle identifiée en plasma d'argon pur (figure VI.21) : la présence d'hydrogène ne modifie donc pas les caractéristiques de répartition de champ électrique. Cette distribution traduit la présence de l'onde de surface propre au mode de couplage de l'onde au plasma. En revanche, le maximum de flux atteint en plasma argon/hydrogène est supérieur à celui obtenu en plasma argon : on obtient $11400W/m^2$ pour un rayon $r = 0,035m$ (au bout du porte-échantillons). Le plasma d'hydrogène est donc plus "chaud" que le plasma d'argon.

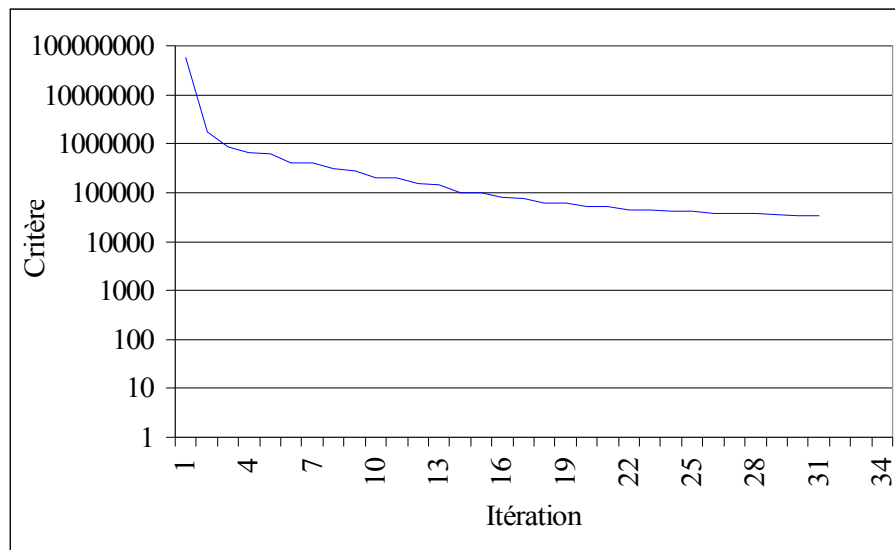


Figure VI.20 : Evolution du critère de convergence du problème inverse pour le plasma d'argon/hydrogène.

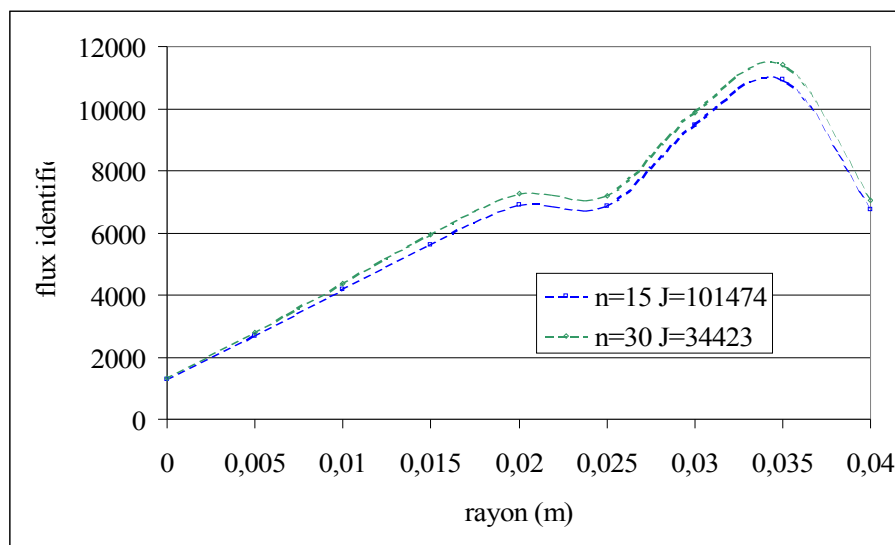


Figure VI.21 : Distribution spatiale du flux identifiée pour le cas du plasma argon/hydrogène.

La distribution temporelle, comme pour le cas de l'argon pur, prend la valeur de maximum de 1 jusqu'à l'instant $600s - 660s$, elle décroît ensuite jusqu'à la valeur minimum de 0,4 à l'instant $t = 1380s$. Notons que la fonction temporelle augmente à nouveau jusqu'à la valeur d'initialisation : l'identification en fin de temps est délicate du fait la condition imposée à l'instant final sur la fonction adjointe (figure VI.22).

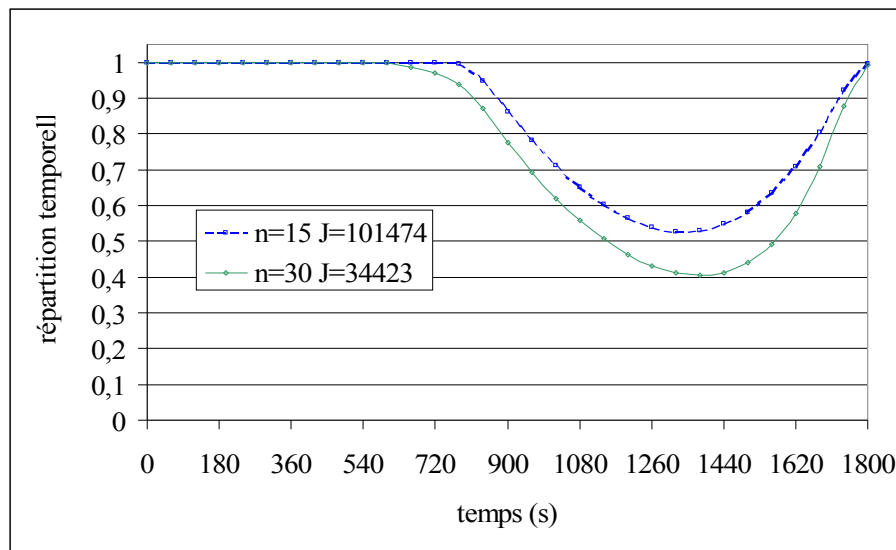


Figure VI.22 : *Distribution temporelle du flux plasma identifié pour le cas d'argon/hydrogène.*

3.2.3. Identification du flux spécifique au plasma

Comme pour le cas du plasma d'argon pur, on peut tenter d'estimer une grandeur approchée de la température du gaz plasma à partir des mesures de températures de surface au niveau du porte-échantillons pour le temps à partir duquel le flux global identifié décroît (figure VI.23 : $t=660$ secondes). On estime θ_{gaz} à 620 K environ.

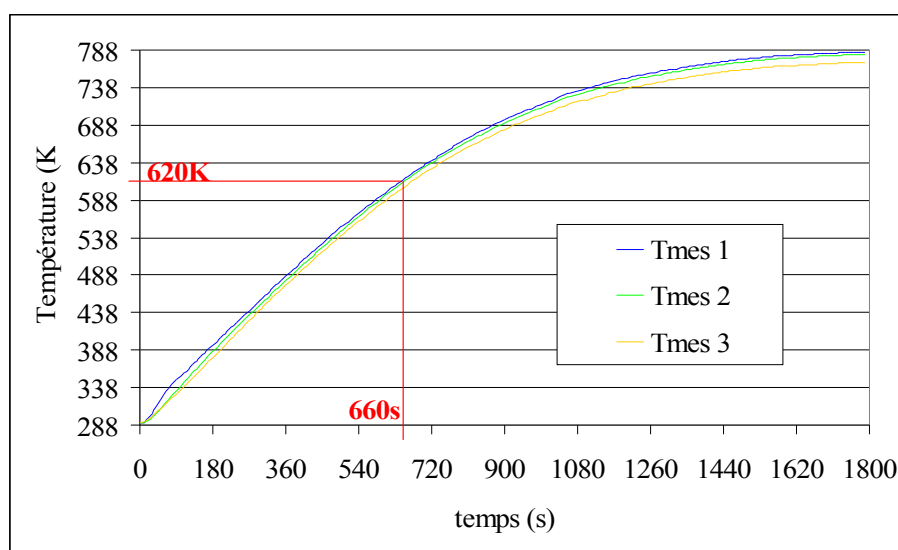


Figure VI.23 : *Estimation de la température du gaz plasma à partir des mesures expérimentales sur le porte-substrats.*

Cette estimation de la température du gaz permet l'identification du flux thermique spécifique au plasma. Durant le calcul d'identification, le critère de convergence du problème inverse décroît vers une valeur minimale de l'ordre de 11000 dans le domaine compris entre 7 et 17 itérations avant de croître à nouveau, *figure VI.24*.

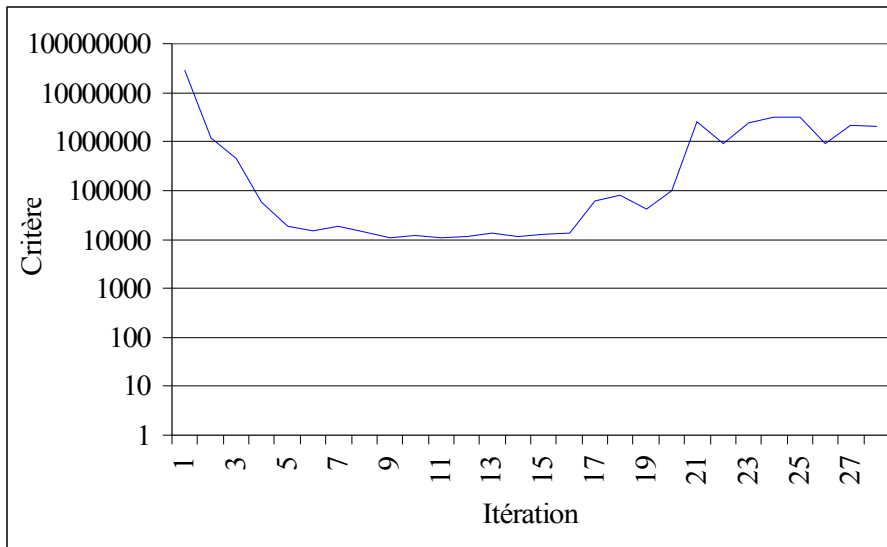


Figure VI.24 : Evolution du critère de convergence pour le plasma d'argon/hydrogène dans l'hypothèse d'un gaz chaud de température à l'infini de 620K.

La distribution radiale (*figure VI.25*) identifiée du flux spécifique au plasma $\phi'_{plasma}(x,y,z,t)$ est similaire au cas précédent (cas global). En revanche, la distribution temporelle du flux plasma est de l'ordre de 0,9 tout au long de l'intervalle de temps utilisé pour résoudre le problème inverse (*figure VI.26*).

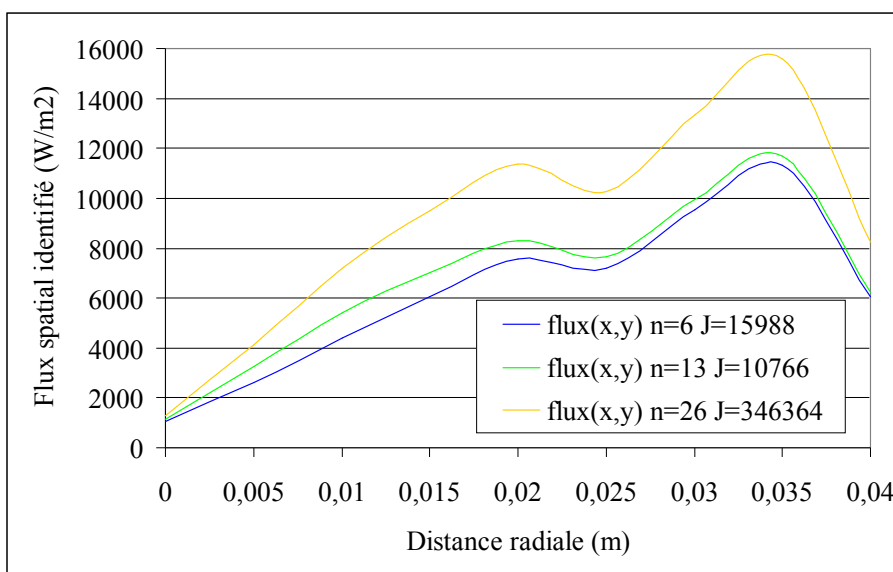


Figure VI.25 : Distribution spatiale identifiée avec l'hypothèse de gaz chaud sur le milieu plasma argon / hydrogène avec une température du gaz à l'infini de 620K.

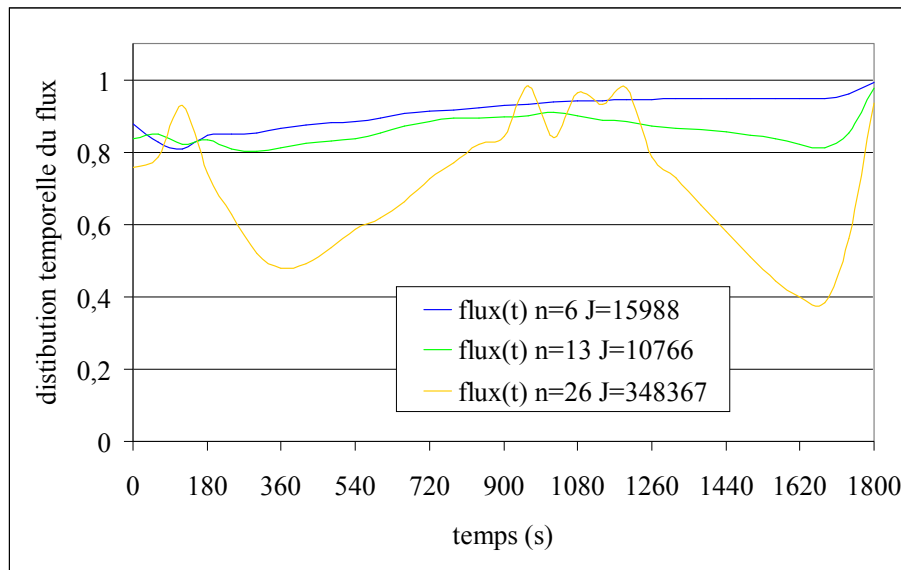


Figure VI.26 : Distribution temporelle du flux identifiée avec l'hypothèse de gaz chaud sur le milieu plasma argon/hydrogène avec une température du gaz à l'infini de 620 K.

On remarque que dès que ce dernier entre dans le bruit de mesure ($n_{\text{itérations}} > 17$), la distribution temporelle fluctue. La contribution réelle du plasma au chauffage de la surface du porte-échantillons semble tout de même être une composante continue du flux total.

La température de 620K choisie pour le gaz plasma est donc satisfaisante. En effet, la *figure VI.27* montre l'évolution des écarts (résidus) entre la température mesurée et la température calculée en chaque capteur au cours du temps. On constate que les résidus sont faibles dans tout l'intervalle de temps de calcul. Ils sont de l'ordre de $\pm 7-8K$ en fin de simulation, ce qui est faible compte tenu des erreurs de mesure sur le dispositif d'acquisition et de la difficulté d'acquérir des mesures en milieu plasma.

Finalement, la température "à l'infini" choisie pour le gaz plasma est très compatible avec celle mesurée expérimentalement par spectroscopie d'émission optique sur les raies de l'hydrogène moléculaire. En effet, (cf *figures VI.4 et VI.5 page 187* : SOE pour Ar/H₂) la température mesurée du gaz est de l'ordre de 650K loin du porte-substrats (zone de décharge sans influence de la surface : $20 < d' < 60$ mm). L'hypothèse d'un "gaz chaud" faite sur le plasma semble donc valide.

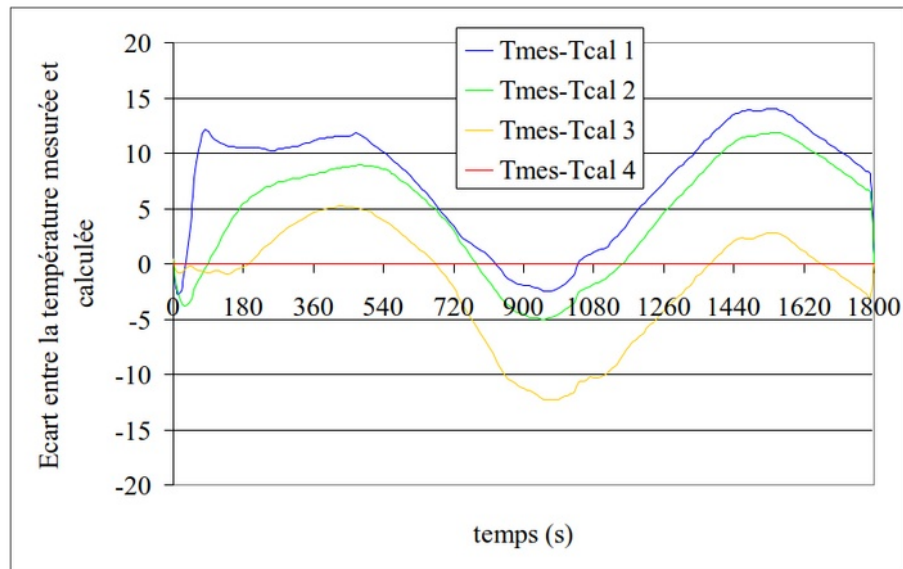


Figure VI.27 : Evolution des résidus en chaque capteurs avec l'hypothèse de gaz chaud sur le milieu plasma argon/hydrogène avec une température du gaz à l'infini fixée à $T_g=620K$.

Le flux $\phi_{plasma}(x,y,z,t)$ identifié en espace et en temps, semble bien une caractéristique spécifique du milieu plasma; elle correspond à des phénomènes tels que le bombardement ionique et les réactions chimiques sur la surface. Dans le cas du plasma d'argon pur, la composante continue de flux liée au plasma est due essentiellement au bombardement ionique par des ions Ar^+ .

3.3. Cas de la décharge argon/TMS sans chauffage additionnel

3.3.1. Mesures expérimentales

L'étude de cette décharge permet de se rapprocher par étape du cas complet de la procédure séquentielle de dépôt. Les conditions expérimentales qui ont été utilisées pour l'identification sont les suivantes : puissance micro-onde égale à 1100W, pression totale de travail de 0,1 torr, mélange argon/TMS (à 10%), débit total de gaz 6,8NI/h. Pour ce plasma, les mesures expérimentales ont été délicates à obtenir (figure VI.28) : la durée de l'essai avec plasma a donc été fixée à 900s afin de limiter la pollution du réacteur par un dépôt a-SiC:H trop important. Rappelons en effet que l'intérêt du procédé est justement sa grande vitesse de dépôt ($v_{dépôt} \# 30 \mu m/h$).

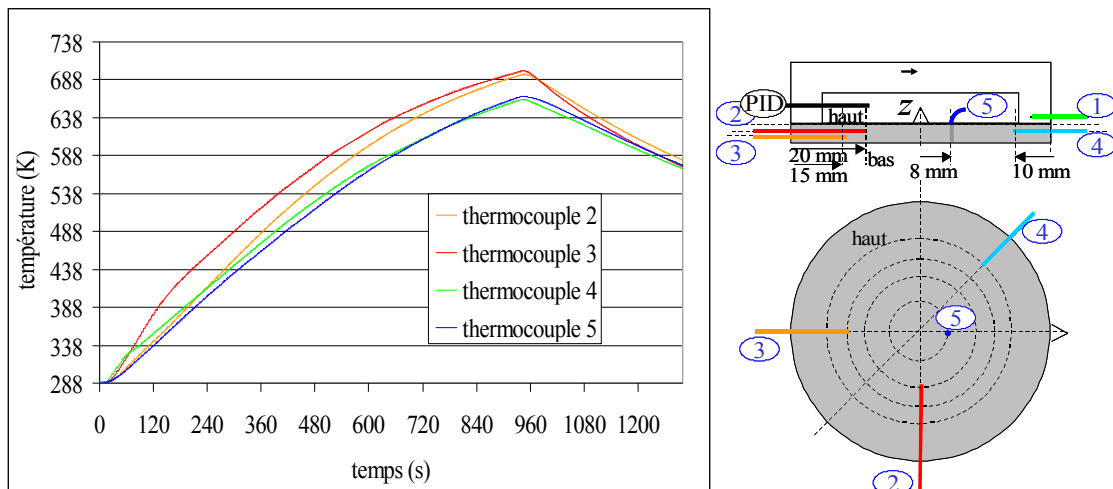


Figure VI.28 : Mesures temporelles de température en plasma Ar/(10%)TMS et disposition des capteurs.

Les données de températures sont moins fiables que dans le cas précédent, il semble :

- que la mesure donnée par le thermocouple 3, pourtant à priori protégé du plasma, soit perturbée par la présence de la décharge;
- que le thermocouple 4 soit aussi perturbé en début de mesure.

Si on retient les températures relevées par les capteurs 2 et 5, puis 4 pour un temps supérieur à 360 secondes, l'apport thermique du plasma de dépôt argon/TMS à la surface du porte-échantillons est similaire voire supérieur à celui du mélange Ar/H₂.

3.3.2. Identification du flux global pour l'estimation de la température du gaz

Les figures VI.29, VI.30 et VI.31 décrivent respectivement les évolutions : du critère de convergence du problème inverse, de la distribution radiale du flux net global au niveau de la surface et de sa distribution temporelle.

Ces évolutions indiquent que le plasma de mélange argon / TMS est plus calorifique au centre du porte-substrats que dans le cas précédent ($\phi \# 5500 \text{ W/m}^2$). En revanche le flux échangé est inférieur sur la périphérie ($\phi \# 9600 \text{ W/m}^2$). La plus grande complexité du milieu gazeux, faisant intervenir un nombre plus important de collisions (réactions) électrons/neutres et neutres/neutres, semble uniformiser le plasma. Les répartitions spatiales et temporelles des deux plasmas ont malgré tout des allures semblables.

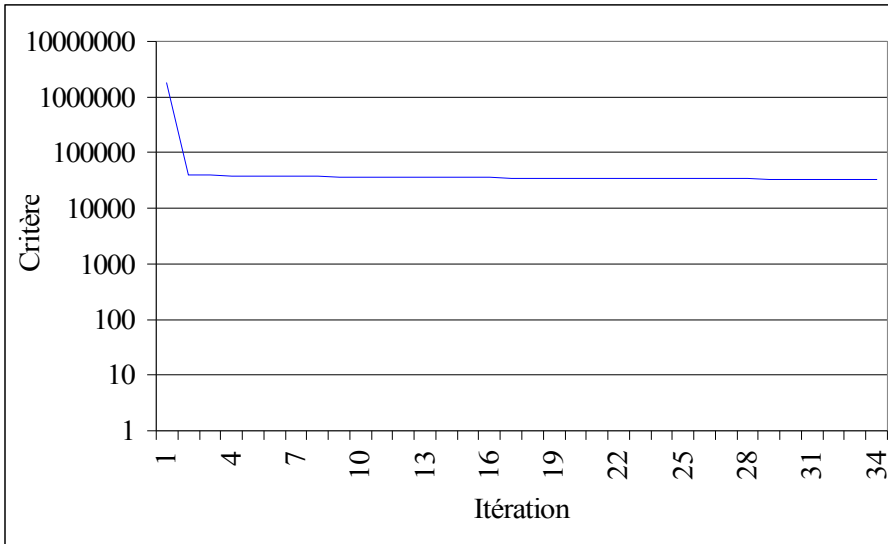


Figure VI.29 : Evolution du critère de convergence pour le plasma Ar/TMS.

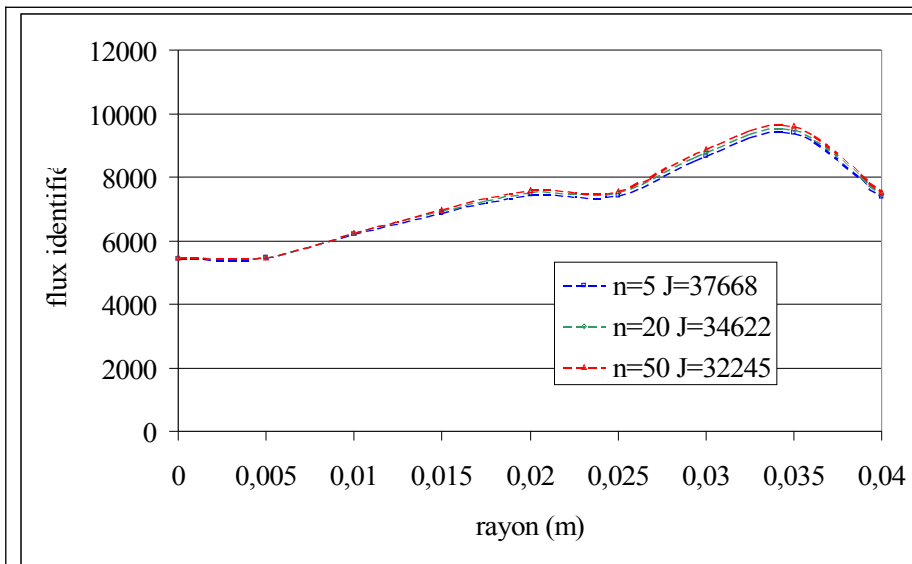


Figure VI.30 : distribution radiale du flux net global.

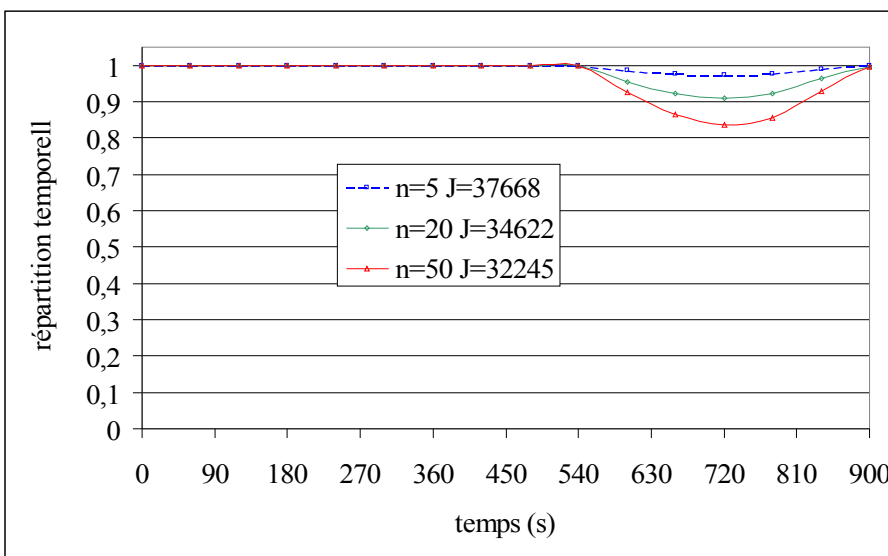


Figure VI.31 : distribution temporelle du flux net global.

Finalement, le temps correspondant à l'inversion du flux global échangé permet d'estimer une température à l'infini du gaz à partir des mesures en surface du porte-substrats (figure VI.32) : celle-ci est donc proche de $\theta_{\text{gaz}} = 550\text{-}560\text{K}$.

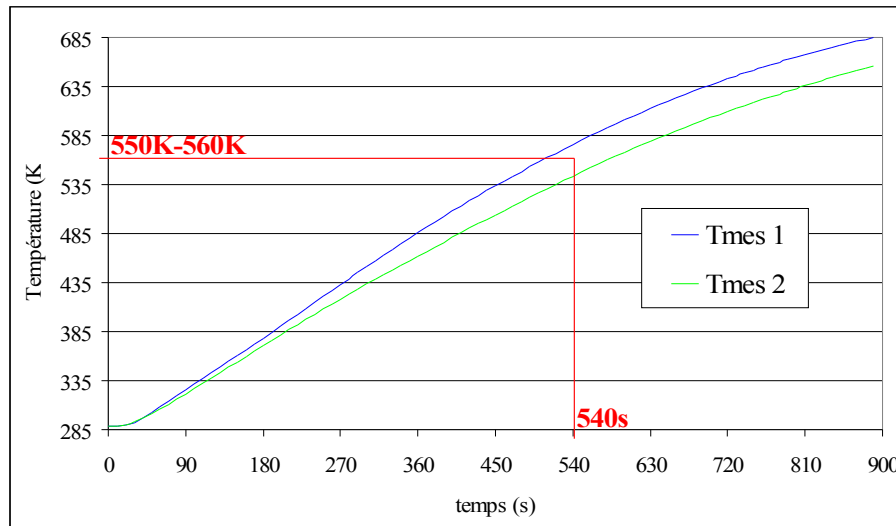


Figure VI.32 : Estimation de la température du gaz plasma argon/TMS à partir des mesures expérimentales réalisées sur le porte-substrats.

3.3.3. *Distribution spatio-temporelle du flux spécifique au plasma*

Des essais successifs de température du gaz plasma pour la résolution du problème inverse ont permis de retenir finalement la valeur $\theta_{\text{gaz}} = 520\text{K}$ pour le plasma Ar/TMS. C'est en effet pour cette valeur de température du gaz que le critère de convergence le plus faible a été obtenu (figure VI.33). Ce critère décroît très vite dans les premiers instants de la résolution du problème inverse, il admet une valeur minimum à l'itération $n = 5$.

La température "à l'infini" choisie ($\theta_{\text{gaz}} = 520\text{K}$) pour le gaz plasma est là aussi compatible avec celle mesurée expérimentalement durant le procédé de dépôt par spectroscopie d'émission optique. En effet, on constate (cf figure VI.6 page 188 : OES pour Ar/TMS) que la mesure conduit à une valeur de l'ordre de 490-550K sur toute la longueur de la décharge.

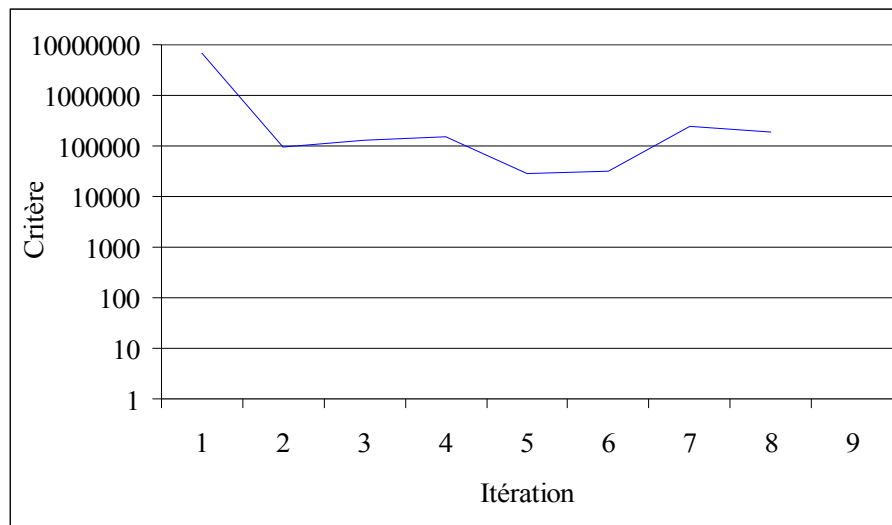


Figure VI.33 : Evolution du critère de convergence en fonction du nombre d'itérations pour le cas du plasma Ar/TMS dans l'hypothèse d'une température de gaz à l'infini de 520K.

Finalement, les distributions spatiales et temporelles du flux spécifique au plasma ont pu être estimées (figure VI.34 et VI.35). La distribution radiale est similaire au cas école précédent (Ar/H₂). En revanche, compte tenu de la qualité moindre des données expérimentales, la distribution temporelle identifiée est instable dans le temps : pour 4 itérations, la distribution g(t) se situe autour de 0.8. La mauvaise qualité des données thermiques se traduit par des valeurs de résidus élevés : ils peuvent atteindre 25K voire 50K respectivement pour les capteurs 1 et 2, le bruit de mesure étant important (figure VI.36).

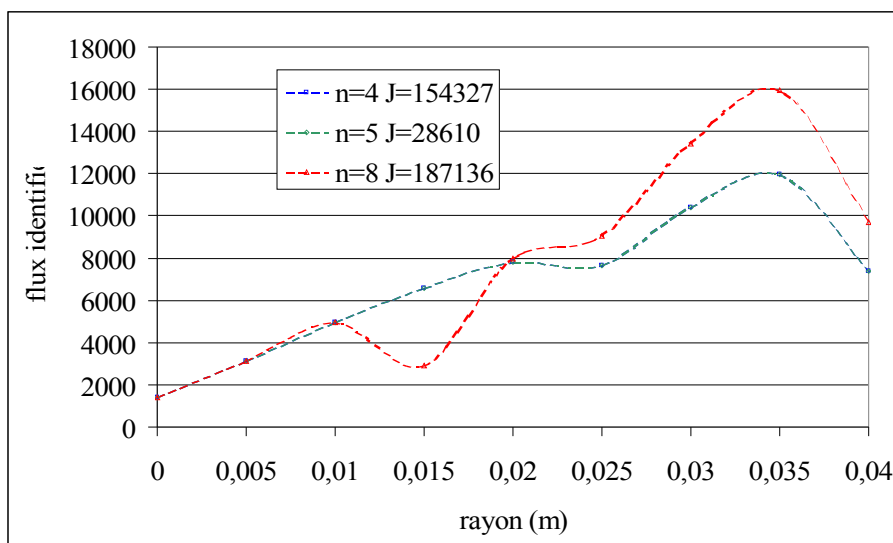


Figure VI.34 : Distribution spatiale du flux thermique plasma pour le cas du plasma d'argon/tétraméthylsilane sous l'hypothèse de gaz chaud avec une température du gaz à l'infini de 520K.

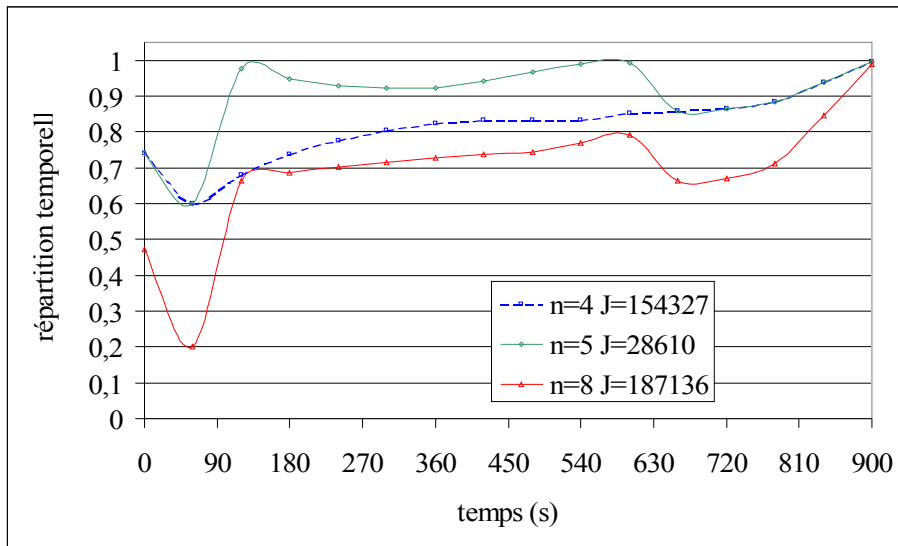


Figure VI.35 : Distribution temporelle du flux thermique plasma pour le cas du plasma d'argon/tétraméthylsilane sous l'hypothèse de gaz chaud avec une température du gaz à l'infini de 520K.

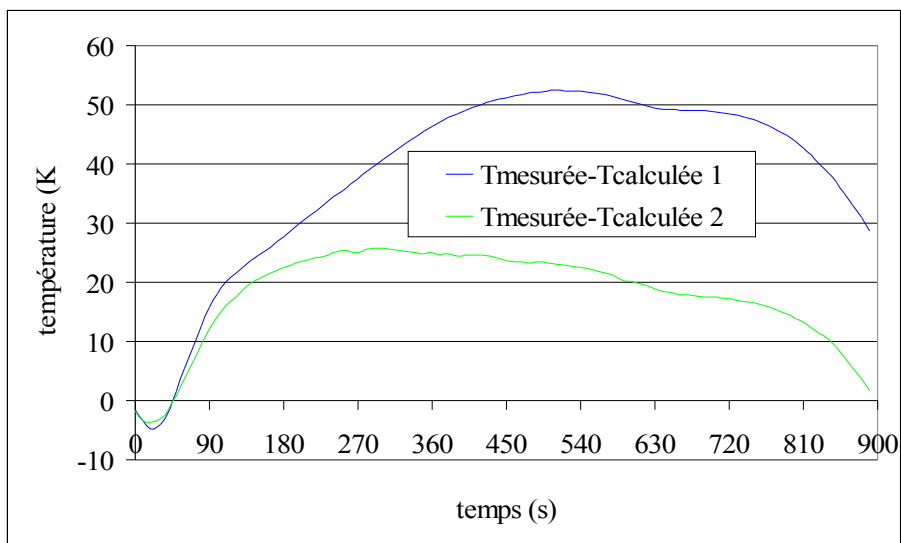


Figure VI.37 : Evolution des résidus en chaque capteurs pour le cas du plasma d'argon/tétraméthylsilane sous l'hypothèse de gaz chaud avec une température du gaz à l'infini de $\theta_{\text{gaz}} = 520\text{K}$.

3.4. Validation du modèle avec plasma et chauffage radiatif additionnel

Ce paragraphe consiste à valider notre modèle thermique en se rapprochant des conditions de traitement utilisées dans le procédé de dépôt dans les cas suivants : plasma

d'argon pur, puis mélange Ar/H₂ qui, comme nous l'avons vu précédemment, présente des caractéristiques thermiques très proches du cas réel argon/TMS. Les données nécessaires au modèle direct (coefficient d'émissivité, coefficient d'échange convectif (chapitre V), température du gaz à l'infini, contribution thermique spécifique au milieu plasma) sont prises en compte dans le problème direct en y ajoutant le chauffage par rayonnement en face arrière du porte-substrats. C'est l'étape terminale de ce travail pour prédire les températures de surface en fonction du gaz plasma utilisé.

3.4.1. Plasma d'argon avec chauffage radiatif : confrontation entre mesures de températures et simulation

Le plasma d'argon généré est le même que celui dont le flux a été identifié sans chauffage radiatif additionnel. Les conditions opératoires sont donc les suivantes : puissance micro-onde égale à 1100W, pression de travail à 0,1 torr, l'élément chauffant étant réglé à 60% de sa puissance maximum (même conditions de chauffage radiatif que pour l'identification du coefficient d'émissivité et du coefficient d'échange convectif (cf. Chapitre V). Les températures de surface sont mesurées pendant la phase de chauffage jusqu'à stabilisation (2100 s), puis après coupure simultanée du plasma et du chauffage additionnel (figure VI.38). La position des capteurs correspondants est décrite en regard de la figure VI.38.

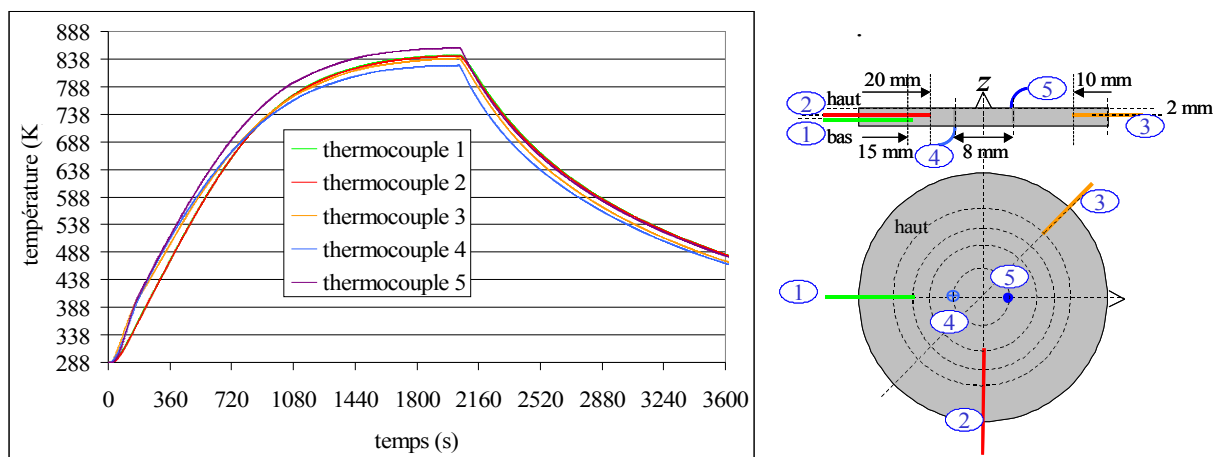


Figure VI.38 : Mesures de température obtenues en plasma d'argon avec chauffage réglé à 60% de la puissance maximale.

On constate que les températures finales mesurées sont supérieures à celles obtenues pour le cas du plasma d'argon sans chauffage additionnel ($\Delta T > 100K$). Compte tenu de sa

position vis-à-vis de l'élément chauffant rayonnant, le thermocouple 5 est évidemment perturbé. Le thermocouple 4 est lui aussi perturbé par la décharge d'argon comme dans les cas précédents du fait de sa position non protégée sur le porte-substrats. Une fois de plus, le thermocouple 3 semble perturbé durant les 600 premières secondes de l'acquisition alors que les capteurs 1 et 2 ne le sont pas. Le régime permanent semble être atteint vers 2000 secondes. Ces mesures de température sont suffisantes pour pouvoir les comparer aux résultats obtenus par le modèle thermique direct. Ce dernier intègre l'hypothèse faite sur le gaz plasma dont la température est estimée à partir des température de surface (nous ne disposons pas de mesures optiques pour le plasma d'argon pur) : échanges thermiques de type convectif et par rayonnement, terme spécifique à la décharge. Les températures calculées ainsi que les résidus correspondant sont reportés sur les figures suivantes (capteurs 1-2-3-4 : figures VI.39 et VI.40). Comme prévu, les écarts de mesures sont importants pour les capteurs 3 et 4 qui sont les plus perturbés. En revanche, au delà de 900 secondes de chauffage, leur comportement se rapproche de ceux observés pour les capteurs les plus fiables et pour lesquels l'écart entre mesures et simulation est compatible avec l'erreur de mesure pour les temps élevés.

Cette étape de l'étude correspond au décapage des surfaces du réacteur, elle est proche de celle utilisée avant la phase de dépôt proprement dite, les températures obtenues pour les temps élevés étant fondamentales avant de passer à la séquence de dépôt. Les expérimentateurs considèrent que la précision obtenue est satisfaisante (résidus des capteurs 1 et 2 inférieurs à -10 K).

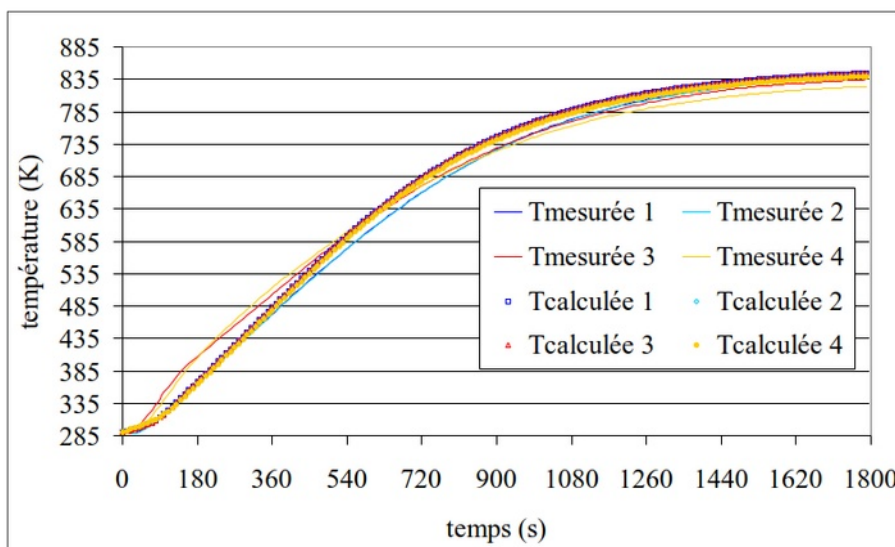


Figure VI.39 : comparaison entre températures mesurées et simulées pour le cas d'un plasma d'argon pur avec chauffage additionnel

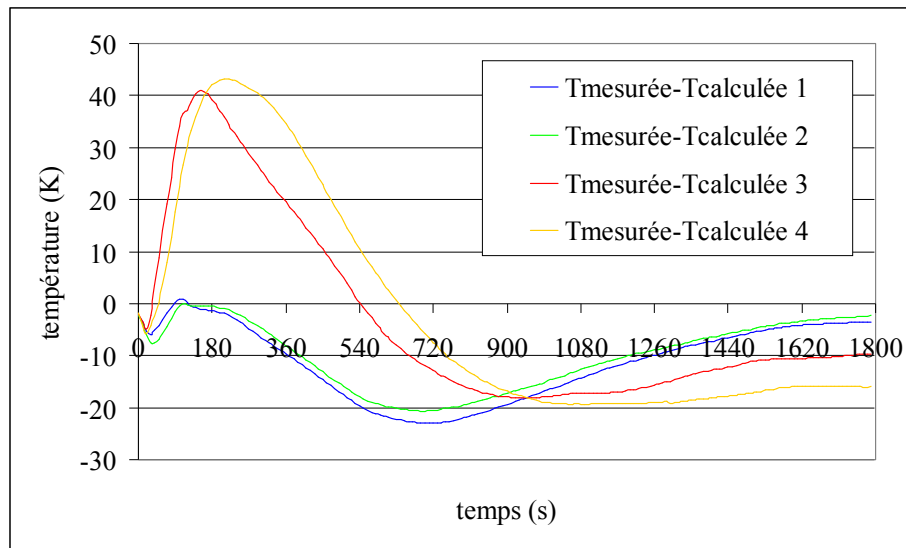


Figure VI.40 : *Ecart de température entre les mesures expérimentales et les mesures calculées.*

3.4.2. *Plasma Ar/H₂ avec chauffage radiatif : confrontation entre mesures et calculs*

La décharge Ar/H₂ présente des caractéristiques thermiques très proches du cas réel de dépôt argon/TMS, c'est pourquoi nous préférons utiliser ce plasma pour valider le modèle direct. Il est ici analysé en prenant en compte les données nécessaires au modèle direct déjà identifiées (coefficient d'émissivité, coefficient d'échange convectif (chapitre V), température du gaz à l'infini, contribution thermique spécifique au milieu plasma). Ces données sont ici aussi prise en compte dans le problème direct en y ajoutant le chauffage par rayonnement du porte-substrats. Les conditions opératoires sont donc les suivantes : Puissance micro-onde égale à 1100W, pression de travail à 0,1 torr, pression partielle d'hydrogène moléculaire 0,01 torr (10% volumique), l'élément chauffant étant réglé à 60% de sa puissance maximum. La position des capteurs correspondants est la même que précédemment.

Les mesures de température faites en plasma Argon/hydrogène avec chauffage additionnel tendent vers un palier situé autour de 900 secondes; la montée en température étant rapide jusqu'à 850 K (*figure VI.41*). Le régime permanent n'est réellement atteint à 890K que vers 2100s, moment à partir duquel on éteint simultanément le plasma et le chauffage additionnel. Comme cela a déjà été observé, la décharge est plus chaude que dans le cas de

l'argon pur. Les remarques concernant les deux thermocouples 4 et 5 sont toujours valables, remarquons néanmoins que le thermocouple 3 ne semble pas perturbé par le champ micro-onde.

La figure VI.42 présente finalement la comparaison entre modèle et expériences pour les capteurs 1,2 et 3. Elle permet de faire les remarques suivantes :

- les températures finales mesurées et simulées au niveau du porte-substrats sont naturellement toutes supérieures au cas sans chauffage additionnel;
- la phase transitoire de montée en température s'opère logiquement durant un temps plus court que dans le cas sans chauffage (900 secondes contre 2000 s sans chauffage additionnel), ce qui traduit l'importance du terme radiatif issu de l'élément chauffant;
- le terme de convection n'intervient de façon efficace qu'au niveau l'équilibre obtenu durant le régime stationnaire ($900\text{ s} < t < 2000\text{ s}$).

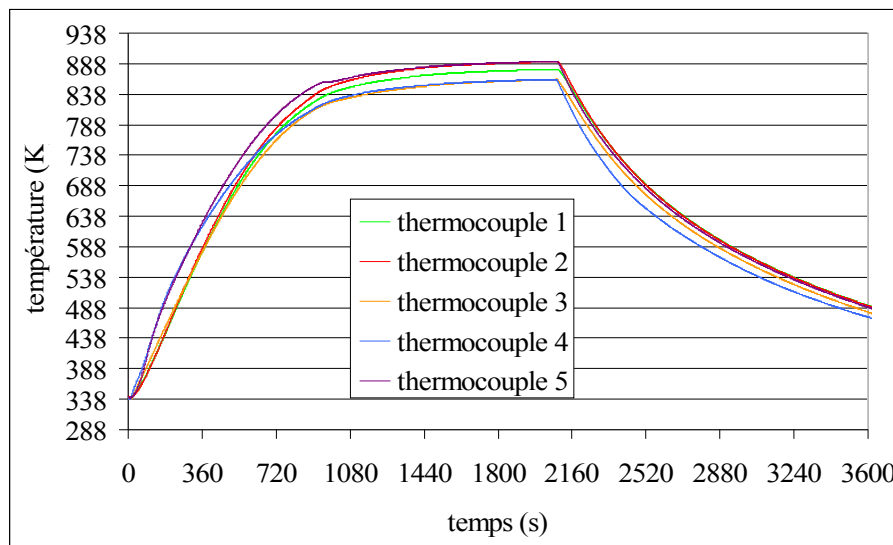


Figure VI.41 : Températures mesurées en plasma Ar/H₂, l'élément chauffant étant réglé sur 60% de sa puissance maximale avant extinction du plasma.

Ainsi, pour un temps inférieur à 900 s, l'écart global entre températures mesurées et calculées augmente régulièrement sans toutefois dépasser 30 K. Ceci peut être attribué à une erreur d'évaluation du coefficient d'émissivité. Rappelons que ce dernier est une donnée identifiée à partir des expérimentations réalisées sans plasma. Plus précisément, on peut

penser que les écarts constatés traduisent une dérive de ce facteur durant l'exposition de la surface du substrat au plasma.

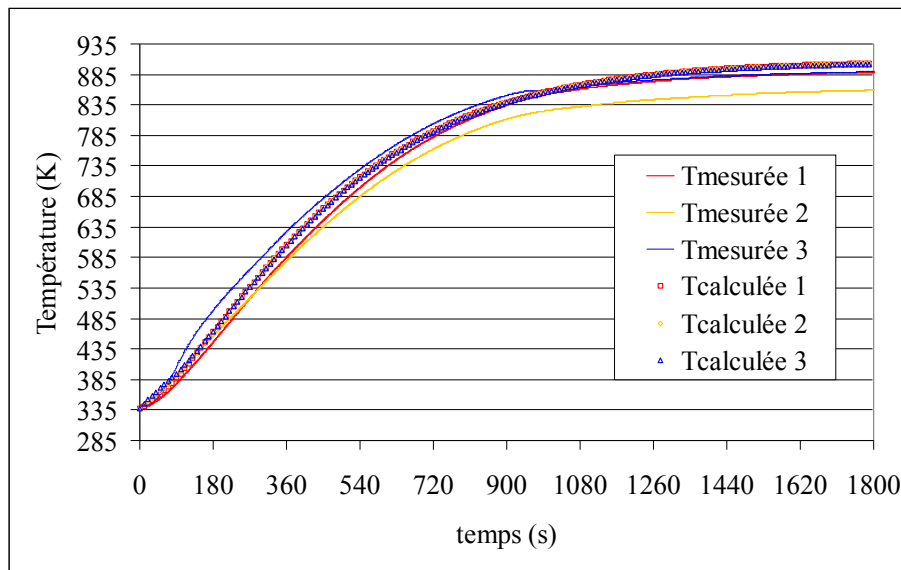


Figure VI.42 : comparaison entre températures mesurées et simulées pour le cas d'un plasma Ar/H₂ avec chauffage additionnel.

En effet, après chaque expérimentation on constate une modification de la couleur des faces arrière et avant du porte-échantillons qui passe de l'éclat métallique de l'acier au brun caractéristique de l'exposition à la décharge. Au-delà de 900 s, l'écart entre mesure et simulation atteint 40K à 2000s pour le capteur 2, ceci tend à montrer l'importance de l'estimation du terme d'échange convectif, *figure VI.43*.

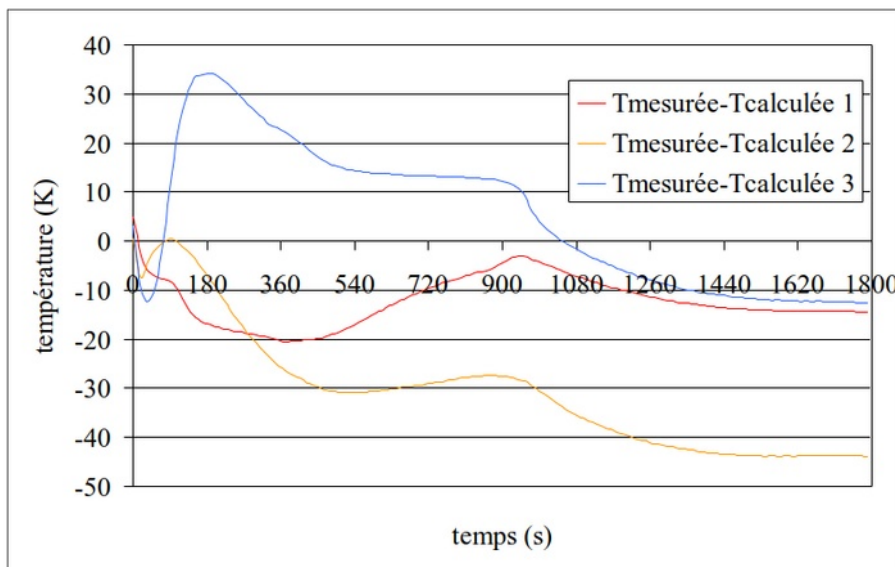


Figure VI.43 : Ecart entre les températures mesurées et les températures calculées.

Ce terme en $h.\Delta\theta$ fait intervenir une température dite à l'infini du gaz plasma, valeur seulement choisie "au mieux", par comparaison avec des données expérimentales. Finalement, bien que les mesures soient très proches des données calculées, la possibilité d'identifier un coefficient d'émissivité en présence du plasma, devrait permettre d'affiner l'identification du coefficient d'échange convectif h .

4. Conclusion : vers une analyse de la procédure séquentielle de dépôt

Finalement, après les étapes successives qui ont permis d'identifier les différents termes du modèle direct (émissivité de la surface des substrats, coefficient d'échange convectif, flux spécifiques aux plasmas), une séquence d'élaboration des couches minces de carbure de silicium utilisée à l'IMP a été simulée. La procédure complète pour ce traitement de surface est la suivante :

- sous flux d'argon pur, allumage du plasma à une puissance de 500W à la pression de travail de 0,1 torr (débit normal de 6 NI/h) durant 900s,
- à 900s, allumage de l'élément chauffant (60% de la puissance totale) jusqu'à stabilisation de la température de consigne donnée par le thermocouple sans contact : ces deux phases permettent d'une part le nettoyage des impuretés du réacteur (désorption des parois, diminution du taux d'oxygène global), et d'autre part la mise en chauffe et une stabilisation de la température de surface des échantillons avant dépôt,
- à 1500s, augmentation de la puissance plasma à 1100W et dépôt de a-SiC:H par ajout de tétraméthylsilane (10% du débit total) dans l'enceinte jusqu'à 2100 secondes.
- arrêt du plasma, de l'injection de précurseur, du système de chauffage, et refroidissement sous flux d'argon jusqu'à la température ambiante.

L'emplacement des thermocouples est le suivant (*figure VI.44*): Le capteur 1 est placé dans le rebord inférieur de la céramique. Les thermocouples 2 à 5 sont insérés dans le porte-substrats comme indiqué sur la figure.

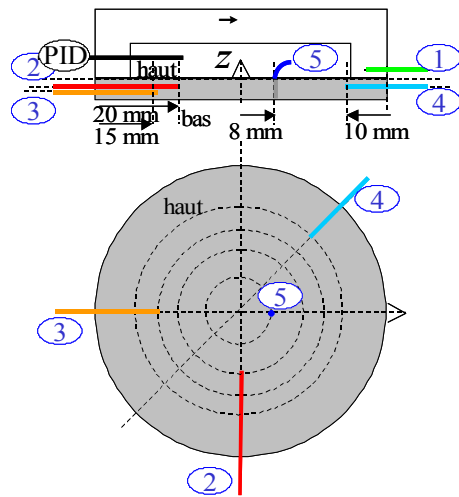


Figure VI.44 : Emplacement des thermocouples lors de la simulation de la procédure de dépôt.

Le comportement thermique de cette séquence opératoire est reporté sur la *figure VI.45*. Durant les 900 premières secondes, seul le capteur 1 disposé dans la céramique semble affecté par la présence du plasma. Le thermocouple 5, quant à lui placé dans l'espace confiné entre le porte-substrats et la céramique, est perturbé dès la mise en route de l'élément chauffant.

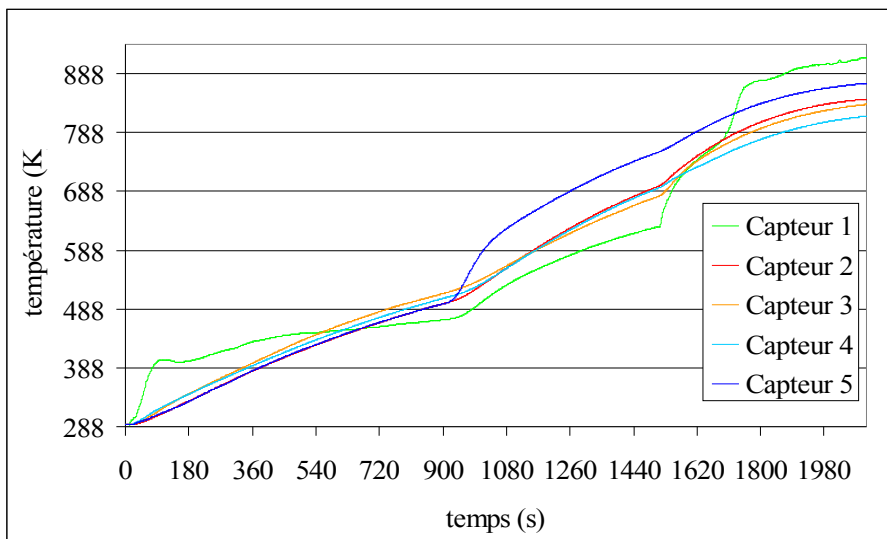


Figure VI.45 : Evolution thermique des capteurs lors d'une procédure d'élaboration des couches minces de carbure de silicium.

Des différences importantes de comportement sont constatés :

- durant la première phase du procédé (500 W sous argon pur), les températures relevées au niveau des capteurs 3 et 4 sont plus élevées que celles mesurées par les capteurs 2 et 5.
- en revanche, après allumage de l'élément chauffant, les températures données par les capteurs 2 et 4, proches de la surface soumise au flux radiatif, sont plus élevées qu'au niveau du capteur 3.

- après ajout du tétraméthylsilane et augmentation simultanée de la puissance micro-onde (1100W), une nouvelle augmentation des températures de surface est observée. Celle qui est relevée par le capteur 2 est supérieure à celle du point 3 elle même plus élevée qu'au point 4.
- finalement, notons que l'augmentation de la puissance de 500 à 1100 Watt se traduit logiquement par un changement de l'évolution des températures, mais qu'il a peu d'effet au niveau de la face latérale du porte-substrats puisque la température donnée par le capteur 4 devient inférieure à celle mesurée au point de mesure 3.

Le *tableau VI.3* donne la valeurs des températures en chaque capteur à la fin de chaque phase.

Tableau VI.3 : *températures mesurées à la fin de chaque phase par les capteurs 2 à 5*

n° capteur	2	3	4	5
t ~ 900s	498,5 K	515,9 K	507,6 K	498,2 K
t ~ 1500s	696,6 K	679,4 K	693,5 K	754,5 K
t ~ 2100s	844,8 K	835,8 K	815,7 K	871,7 K

Compte tenu des évolutions expérimentales observées et des difficultés rencontrées pour les capteurs 1 et 5, nous avons choisi de confronter uniquement les résultats obtenus par les capteurs 2, 3 et 4 aux calculs issus du modèle thermique direct. La *figure VI.46* montre la comparaison entre mesures et simulations.

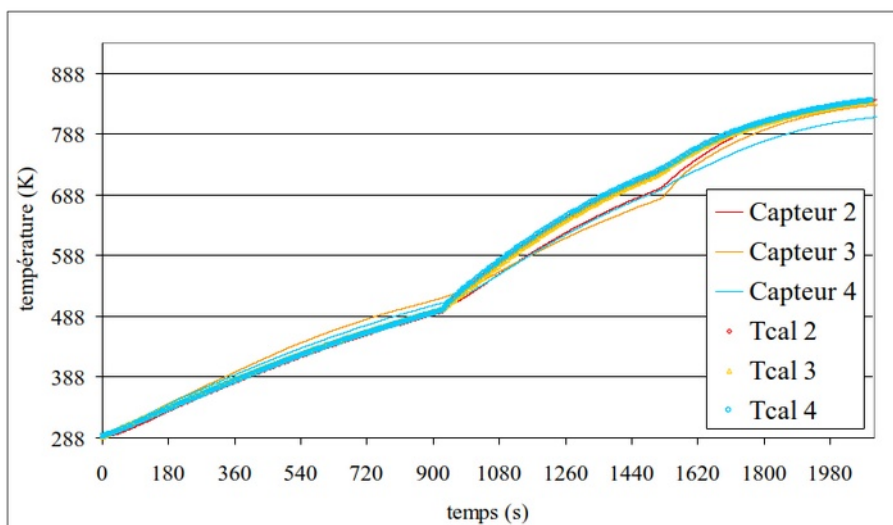


Figure VI.46 : *Comparaison entre les températures simulées et mesurées lors d'une procédure complète de dépôt - pour les capteurs 2, 3 et 4.*

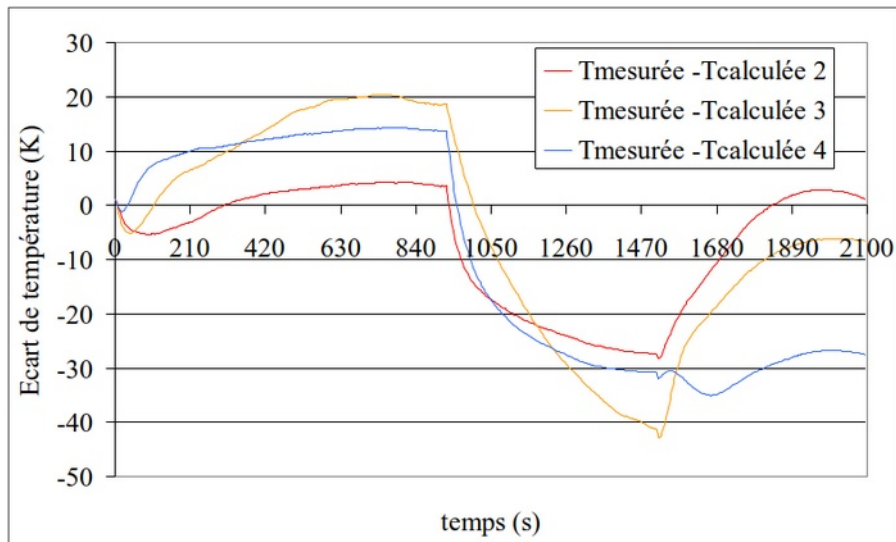


Figure VI.47 : *Ecart entre les températures mesurées et les températures calculées.*

Sur ces résultats, on peut constater que la simulation est relativement proche des résultats expérimentaux avec des écarts de 20K à 30K, ce qui reste dans l'incertitude admise par les spécialistes du procédé. On constate cependant trois zones avec un comportement nettement différents.

Dans la première zone, le calcul a tendance à sous évaluer les températures réelles pour tous les capteurs, on observe une dérive très lente de la simulation mais avec une bonne représentation de la dynamique, ceci peut s'expliquer par une estimation légèrement surévaluée du coefficient d'échanges convectifs qui a été réalisée hors plasma comme nous l'avons déjà signalé.

Après 900 secondes, alors que l'élément chauffant est allumé, la tendance s'inverse et la simulation donne des températures légèrement supérieures aux températures expérimentales et une dynamique de chauffe plus importante. Ceci pourrait être attribué cette fois à l'identification du coefficient d'émissivité qui pourrait être sous évalué puisque réalisé hors plasma alors que le plasma a déjà fonctionné dans la première phase avec une tendance au brunissement de la surface.

Après 1500 secondes, c'est la phase de dépôt proprement dite et il semble que le comportement du modèle soit plus proche de la réalité. On peut alors penser que les hypothèses de modélisation de l'effet thermique du plasma sont justifiées et que les valeurs identifiées permettent de représenter correctement le procédé, en signalant toutefois une

tendance à sous estimer la dynamique. Peut-être que dans cette phase, les comportements des deux phases précédentes se superposent ?

5. Conclusion sur l'identification de l'effet thermique du plasma

Après simulation à l'aide du modèle d'une phase réelle de fonctionnement du réacteur avec plasma, on peut constater que les écarts entre calculs et mesures restent relativement contenus et toujours inférieurs à 30K, ce qui semblent parfaitement admissibles par les spécialistes du procédé.

Nous avons signalé malgré tout quelques écarts de tendance qui pourraient être dommageables pour une simulation plus longue et il est évident que dans ce cas il faudrait affiner l'identification des coefficients dans la situation réelle, c'est-à-dire avec plasma. Ceci ne peut pas être actuellement envisageable dans le cadre de ce travail.

Il faut noter que l'hypothèse qui a été faite sur le comportement thermique du plasma semble donner des résultats très corrects. Le plasma contribuerait donc au chauffage des échantillons directement par bombardement électronique (et éventuellement par des réactions chimiques exothermiques...) et par un effet de gaz chaud. Il semble que la méthode proposée pour déterminer la température de ce gaz donne des résultats admissibles en accord avec les mesures faites par spectroscopie. Là encore, à cause des imprécisions sur les mesures et des contextes expérimentaux différents, il faudrait retravailler les procédures expérimentales aussi bien pour l'acquisition des températures dans le matériau par thermocouples qui sont perturbées par le plasma, que pour l'estimation de la température du gaz chaud. Ceci doit faire partie des priorités du travail à venir.

En conclusion, on peut donc dire que nous disposons actuellement d'un outil prédictif suffisant pour accéder aux températures superficielles de dépôt. Sa géométrie 3D permet de d'envisager l'utilisation des porte-substrats réels avec des formes géométriques très différentes mais aussi avec des matériaux différents. Il permet également d'envisager une étude d'un positionnement optimal de capteurs de températures, protégés de l'influence du plasma, qui pourraient autoriser un contrôle in-situ et en temps réel du procédé ce que ne permet pas actuellement le thermocouple situé dans la cavité de chauffage.

Conclusions – Perspectives

A l'issue de travail, il est peut-être bon d'en recentrer les objectifs et le contexte. Il s'agit essentiellement d'une réflexion sur la façon d'utiliser un modèle relativement simple, puisqu'il s'agit d'un modèle de conduction thermique dans un solide immobile, pour en tirer des renseignements indispensables, pour un utilisateur qui n'a pas un accès direct à la température du milieu, à partir de techniques propres à l'Automatique. Cette discipline propose en effet des méthodes d'adaptation chaque fois que la solution n'est pas évidente à l'utilisateur.

Ici, le problème semble relativement simple. Les spécialistes d'un procédé de dépôt de couches minces sur des matériaux massifs par PACVD montrent que la qualité du dépôt est très dépendante de la température superficielle locale. Ceci est parfaitement normal puisqu'il s'agit de réactions chimiques très sensibles à la température. Il semble donc a priori de mesurer la température superficielle du substrat pour contrôler la croissance de la couche en adaptant les modes d'activations chimiques du procédé en l'occurrence le chauffage et le plasma. Seulement, pour des raisons techniques évidentes, il n'est pas possible de mesurer ces températures superficielles. Le recours à la modélisation est donc envisagé afin de reconstituer l'état des températures superficielles du substrat et le spécialiste du procédé fait appel au spécialiste du modèle pour atteindre ses objectifs. Une étude rapide du modèle fait apparaître que si le modèle thermique est simple et parfaitement connu, une modélisation complète du procédé incluant entre autres les moyens d'activation de type plasma n'est pas raisonnablement envisageable. Le spécialiste du modèle propose alors d'identifier tous les paramètres inconnus du modèle. Il s'agit donc d'identification paramétrique portant essentiellement sur des conditions aux limites, et l'automaticien propose d'employer des méthodes inverses, ce qui est une pratique courante en thermique. Les méthodes inverses sont en effet des méthodes d'optimisation des paramètres à identifier par minimisation de critères faisant intervenir l'écart entre les valeurs obtenues par le modèle et celles obtenues par mesures sur le processus. On voit donc le troisième spécialiste faire son apparition, il s'agit du spécialiste de l'acquisition de la mesure et plus particulièrement ici des mesures de températures.

Ce travail est donc naturellement un travail pluridisciplinaire faisant appel aux spécialistes du procédé (le dépôt par PACVD), le spécialiste de la mesure (de températures) et

l'automaticien chargé de mettre en accord le modèle et les différents spécialistes jusqu'à obtention du résultat désiré.

Le problème étant posé, il a donc fallu écrire le modèle avec ses conditions aux limites. Ceci ne pose pas de problèmes particuliers sinon dans la définition du domaine d'intégration. Plus il sera grand, plus les calculs seront longs. Il semble donc indiqué de le réduire le plus possible tout en gardant accès aux grandeurs de contrôle. Ici, il est justifié de prendre en compte l'ensemble céramique et porte-échantillons qui inclut le dispositif de chauffage. Par ailleurs toute réduction de dimensions spatiales du modèle est exclue à cause de la forme du porte échantillons susceptible de recevoir simultanément plusieurs échantillons de formes différentes. Le modèle est donc tridimensionnel, instationnaire sur le domaine constitué de la céramique et du substrat. La méthode de résolution choisie pour la résolution du problème direct est la méthode des éléments finis, celle du problème inverse est celle du gradient conjugué.

Le premier travail a donc consisté à mettre au point et à programmer les deux méthodes ainsi qu'à les tester. C'est au cours de ces tests sur le modèle réel qu'il est apparu que le domaine d'étude était mal adapté et qu'il valait mieux ne prendre en compte que le porte échantillons ce qui a été fait par la suite.

Le modèle fait intervenir les caractéristiques thermophysiques des matériaux en fonction de la température, mais ces évolutions ne sont pas forcément très bien connues. On ne peut pas invalider les résultats du modèle pour une connaissance insuffisante de ces paramètres. Une démarche relativement originale a donc été entreprise qui a consisté à utiliser la technique bien connue des plans d'expériences pour évaluer l'influence de l'incertitude de la valeur des paramètres sur les résultats du modèle à partir de simulations. Il est apparu que parmi les paramètres du modèle qui n'étaient pas suffisamment bien connus, on comptait l'émissivité du matériau et le coefficient d'échanges convectifs. Ces deux paramètres difficiles à quantifier seront donc eux aussi identifiés.

Bien sûr l'identification de tous ces paramètres (l'émissivité du matériau, le coefficient d'échange convectif, l'effet thermique dû au plasma) n'est guère possible en une seule fois. Il a donc fallu imaginer un protocole expérimental permettant de séparer ces effets suivant une chronologie précise. En accord avec les spécialistes du procédé, le protocole suivant a donc été retenu :

- identification des paramètres thermophysiques hors plasma :

- en fonctionnement hors plasma, le paramètre le plus important est l'émissivité du matériau, ce paramètre doit être le premier à être identifié. Pour se placer hors de l'influence des effets convectifs, les expériences ont donc été réalisées sous vide poussé (de l'ordre de 10^{-6} torr). Ce fonctionnement a permis de montrer qu'il était possible d'identifier l'émissivité dans différentes situations,
- l'émissivité étant connue et toujours en fonctionnement hors plasma, les conditions ont été redéfinies suivant les conditions de travail (avec une pression d'environ 10^{-1} torr), permettant l'identification du coefficient d'échanges convectifs.
- identification avec plasma :
- dans cette situation, il s'agit d'évaluer l'effet thermique du plasma sur le porte échantillons, nous reviendrons un peu en détails sur cette identification.

Bien sûr, toute cette procédure n'est possible que si l'acquisition des mesures de températures est réalisable. Or les situations d'acquisition sont difficiles, proches des moyens de chauffage, avec ou sans plasma, sous vide poussé. Il a donc fallu trouver la bonne façon d'instrumenter le domaine pour obtenir des mesures exploitables.

Ces conditions étant précisées, l'essentiel du travail a donc consisté à procéder aux différentes campagnes d'acquisition et à lancer les procédures d'identification correspondantes. L'expérience a montré que l'identification des paramètres thermophysiques était possible à condition de rester très critique sur l'obtention des résultats, notamment lorsque les mesures sont bruitées, ce qui est toujours plus ou moins le cas. Dans cette situation, le programme d'optimisation continue l'identification mais devient fortement instable en produisant des résultats physiquement aberrants.

Les résultats les plus intéressants proviennent sans doute de l'effet thermique du plasma. En suivant la démarche qui a été adoptée jusqu'ici de définition d'un protocole expérimental séparant les différents effets thermiques, nous avons suivi le protocole suivant :

- plasma d'argon pur, sans chauffage radiatif. Cette situation avec un plasma test sans précurseur permet de ne prendre en compte que l'effet plasma,
- plasma d'argon/hydrogène sans chauffage radiatif. Cette situation permet d'obtenir une évaluation de la température de gaz par spectroscopie d'émission optique (SEO),

- plasma d'argon/TMS sans chauffage radiatif pour se mettre en position réelle de dépôt tout en ayant la possibilité d'évaluer une température de gaz,
- situation réelle de dépôt avec plasma.

Une première tentative d'identification a été réalisée en modélisant l'effet thermique du plasma par un flux. Puis en critiquant les résultats obtenus, l'hypothèse émise a été de dire que la contribution thermique du plasma était triple. La première contribution concerne un apport énergétique sous forme de flux d'énergie, les autres contributions sont liées à l'écart de température entre la température superficielle du porte-échantillons et une température de gaz, les flux correspondants pouvant s'inverser quand la température augmente sur le porte-échantillons. Pour modéliser ces contributions, nous proposons un modèle de type échange convectif ainsi qu'un modèle de type échange radiatif utilisant les valeurs déjà identifiées dans la partie précédente. Ceci conduit à une estimation d'une température de gaz que nous avons confronté aux mesures réalisées in situ par SEO et qui donne des ordres de grandeurs très acceptables.

Ces différents travaux montrent qu'il est possible d'utiliser ce modèle pour reconstituer l'état thermique superficiel du substrat et donc disposer des éléments nécessaires au contrôle de la croissance des couches. Ces données peuvent également servir de conditions d'entrées pour les modèles locaux développées également à l'IMP.

Afin de montrer l'impact de l'identification des différents paramètres sur les résultats de température aux points de mesure, nous avons fait quelques simulations en utilisant le problème direct. Ces dernières analyses concernent plus spécialement les spécialistes du procédé.

Sur la figure C-1 ci-dessous qui concerne l'identification de l'émissivité, nous représentons l'évolution de la température mesurée au point 2 (*Figure V.4*) en fonction du temps et de la température simulée au même point avec la valeur identifiée de l'émissivité. On constate une bonne concordance entre les deux courbes.

Nous avons également fait des simulations en utilisant des valeurs constantes de l'émissivité encadrant l'émissivité identifiée. On observe sur ces simulations que décrire l'émissivité par une valeur constante ne permet pas une description correcte de l'évolution de la température au point test, par contre si la valeur choisie n'est trop éloignée de la réalité les valeurs finales peuvent être admissibles. Il est donc important pour la croissance de la couche

de prendre en compte les transformations superficielles qui font évoluer l'émissivité puisque ce paramètre semble influencer particulièrement sur la dynamique du procédé.

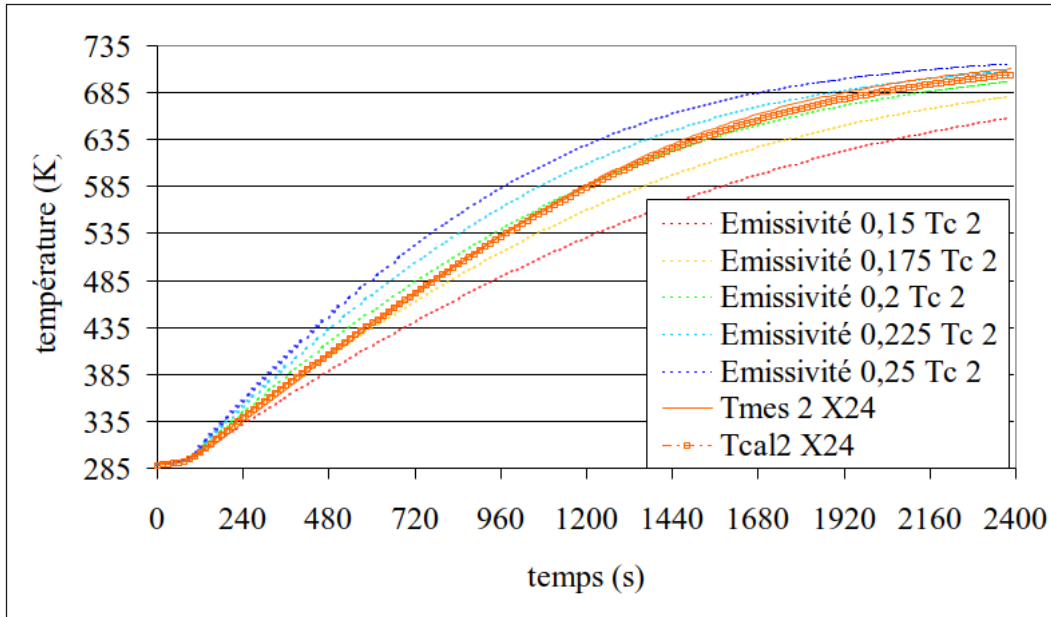
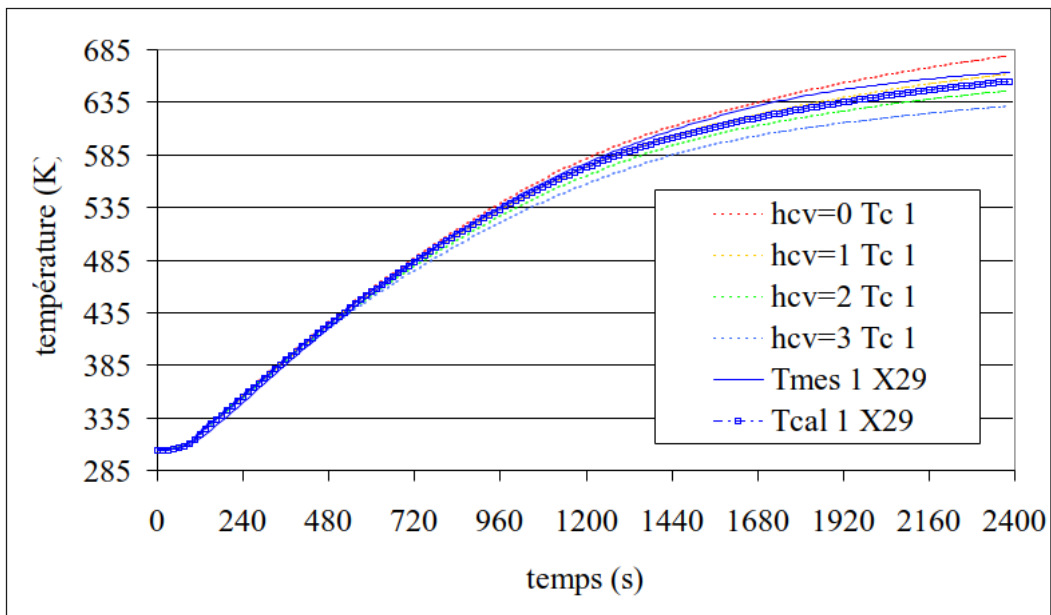


Figure C-1 : Evolution de la température simulée pour des valeurs constantes du coefficient d'émissivité, comparaison avec la température mesurée expérimentalement.

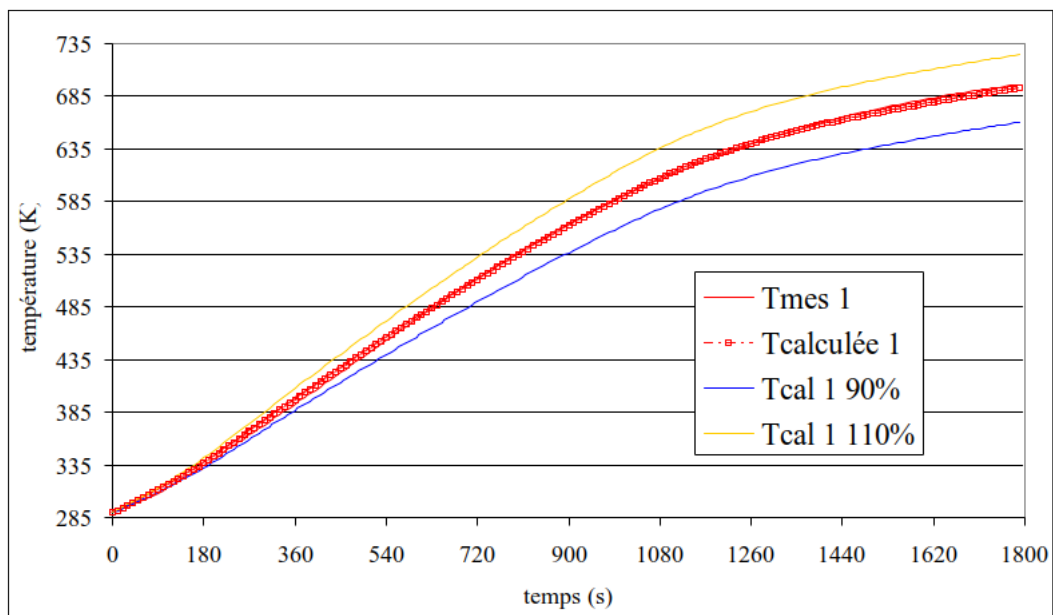


C-2 : Evolution de la température simulée pour plusieurs valeurs constantes du coefficient d'échanges convectifs. Comparaison avec la température mesurée expérimentalement.

La même approche a été effectuée pour le coefficient d'échange convectif. On observe un comportement différent, figure C-2.

Quelle que soit la valeur de ce coefficient le comportement thermique est parfaitement décrit dans la première phase ce qui est parfaitement logique puisque son influence est alors négligeable. Par contre après quelques minutes de fonctionnement, son influence devient sensible et il se produit probablement un effet cumulé du refroidissement dû à la convection avec une dérive de la température qui peut devenir conséquente. On remarque par contre que le fait de prendre un coefficient constant dans le temps n'affecte pas trop la description de la température pourvu que l'ordre de grandeur soit correct.

Enfin, nous avons effectué la même démarche avec le flux thermique plasma identifié. On observe un comportement comparable à celui du coefficient de convection, figure C-3. L'évolution thermique est bien décrite par le flux estimé, par contre, si on s'écarte de ce flux il se produit une dérive qui peut devenir importante va devenir importante en fin de procédé même si l'allure de l'évolution est globalement respectée.



C-3 : Evolution de la température simulée pour trois valeurs de flux plasma : la température calculée est réalisée avec le flux identifié (essai X18), Tcal 90% température calculée pour 90% de ce flux identifié et Tcal 110% température calculée pour 110% de ce flux identifié. Comparaison avec la température mesurée expérimentalement (essai X18).

En conclusion cette analyse montre que l’outil développé, bien que très imparfait dans sa représentation phénoménologique notamment pour les aspects plasma, peut être utile pour le spécialiste du procédé puisqu’il permet d’apporter des réponses sur les températures superficielles nécessaires au fonctionnement des modèles de croissance de couches. Il permet de préciser un peu plus que les ordres de grandeurs des paramètres mis en jeu dans les bilans thermiques. Il permet également d’apprécier les effets thermiques du plasma, sans toutefois relier l’énergie particulaire ionique aux températures superficielles. Nous disposons donc d’un outil prédictif permettant un calcul des températures superficielles avec une précision raisonnable vis-à-vis des utilisateurs. Par ailleurs, ce modèle étant 3D, il est totalement utilisable pour les porte-substrats réels qui incluent des géométries différentes et des matériaux différents. Il peut donc aussi servir d’outil de simulation pour générer les températures superficielles nécessaires à l’utilisation des modèles de croissance de couches développés au laboratoire. Enfin, pour une utilisation plus contrôlée du réacteur, il peut servir d’outil de mise au point d’une procédure de positionnement de capteurs in situ pour un contrôle du procédé en temps réel, ce que n’autorise pas, à l’heure actuelle, le thermocouple relié à la résistance de chauffage dans la cavité arrière du porte-échantillons.

En ce qui concerne les perspectives, il est prévu maintenant l’exploitation du modèle dans plusieurs directions. La première concerne l’étude de l’homogénéité de la température de la couche superficielle qui est nécessaire pour obtenir une couche de qualité sur le substrat. L’outil développé peut donc servir dans ce cadre à chercher la meilleure configuration du réacteur et des paramètres qui influencent le bilan thermique pour atteindre cet objectif.

D’autre part les possibilités tridimensionnelles du modèle non pas encore été exploitées notamment pour les porte-échantillons comprenant des échantillons de forme et de matériaux différents. Il est évident que, dans ce cas, les bilans thermiques sont totalement différents et les niveaux de températures superficielles seront différents d’un échantillon à l’autre. Il sera nécessaire d’affiner la mise au point de la procédure d’identification de l’effet thermique du plasma notamment en ce qui concerne l’acquisition des mesures. Enfin, comme il a déjà été dit, l’utilisation de ce modèle étant relativement lourde, il n’est pas possible de l’exploiter en temps réel. Par contre il peut servir à optimiser le positionnement de capteurs permettant un contrôle du procédé en temps réel, ce rôle ne pouvant pas être attribué au thermocouple de pilotage du PID de la résistance chauffante.

- [1-WALT94] Walter E. et Pronzato L. Identification de modèles paramétriques à partir de données expérimentales. Editions Masson, Paris, 1994. ISBN 2-225-84407-0.
- [2-METT99] Métrologie thermique et techniques inverses, volume 1. Presses Universitaires de Perpignan, 25-30 janvier 1999, Maison du lot, Odeillo – Font-Romeu. ISBN 2-908912-95-3.
- [3-DODG87] ...
- [4-FISH12] R.A. Fisher. On an absolute criterion for fitting frequency curves. *Mess. Math.*, Vol. 41, 155 (1912).
- [5-KALM82] R.E. Kalman. Identification from real data. In : Current developments in the interface: economics, econometrics, mathematics. M. Hazewinkel & H.G. Rinnooy Kan Editors, Reidel, dortrecht, pp. 161-196 (1982).
- [6-CLAR67] D.W. Clarke. Generalised least squares estimation of the parameters of a dynamic model. *Proceedings of the 1st IFAC Symposium Identification in Automatic Control Systems*, Prague, paper 3.17 (1967).
- [7-ALIF94] Oleg M. Alifanov. *Inverse Heat Transfer Problems*. Springer-Verlag (1994). ISBN 3-540-53679-5.
- [8-ALIF97] O.M. Alifanov, I. Gejadze. Thermal loads identification technique for materials and structures in real time. *Acta Astronautica*, Vol. 41, N. 4-10, pp. 255-265 (1997).
- [9-MUNI99] W.B. Muniz, H.F. Campos Velho, F.M. Ramos. A comparison of some inverse methods for estimating the initial condition of the heat equation. *J. Comput. Appl. Math.*, Vol. 103, pp.145-163 (1999).
- [10-SILV94] A.S. Silva Neto, M.N. Ôzisik. An inverse heat conduction problem of unknown initial condition. *Proceedings of 10th International Heat Transfer Conference*, Brighton, England (1994).
- [11-GEJA02] I. Gejadze, Y. Jarny. An inverse heat transfer problem for restoring the temperature field in a polymer melt flow through a narrow channel. *Int. J. Thermal Sciences*, Vol. 41, pp. 528-535 (2002).
- [12-BOKA95] J.C. Bokar et M.N. Ôzisik. An inverse analysis for estimating the time varying inlet temperature in laminar flow inside a parallel plate duct. *Int. J. Heat Mass Transfer*, Vol. 38, N. 1, pp. 39-45 (1995).
- [13-HUAN99] C.H. Huang, S-P. Wang. A three dimensional inverse heat conduction problem in estimating surface heat flux by conjugate gradient method. *Int. J. of Heat and Mass Transfer*, Vol. 42, pp. 3387-3403 (1999).
-

- [14-HUAN00] C.H. Huang, W.C. Chen. A three dimensional inverse forced convection problem in estimating surface heat flux by conjugate gradient method. *Int. J. Heat Mass Transfer*, Vol. 43, pp. 3171-3181 (2000).
- [15-LI03] H-Y. Li and W-M. Yan. Identification of wall heat flux for turbulent forced convection by inverse analysis. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Volume 46, Issue 6, March 2003, Pages 1041-1048.
- [16-DOUA00] N. Douas & M.S. Radhouani. Version étendue du filtre de Kalman discret appliquée à un problème inverse de conduction de chaleur non linéaire. *Int. J. Therm. Sci.*, Vol. 39, pp. 191-212 (2000).
- [17-ABOU01] R. Abou Khachfe, Y. Jarny. Determination of heat sources and heat transfer coefficient for two dimensionnal heat flow numerical and experimental study. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 44, pp. 1309-1322 (2001).
- [18-LI99] H.Y. Li. Estimation of thermal properties in combined conduction and radiation. *Int. Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 42, pp. 565-572 (1999).
- [19-JURK97] T. Jurkowski, Y. Jarny et D. Delaunay. Estimation of thermal conductivity of thermoplastics under moulding conditions : an apparatus and an inverse algorithm. *Int. J. Heat Mass Transfer*, Vol. 40, N. 17, pp. 4169-4181 (1997).
- [20-HUAN95] C.H. Huang and J-Y. Yan. An inverse problem in simultaneously measuring temperature dependant thermal conductivity and heat capacity. *Int. J. Heat and Mass Transfer*, Vol. 38, N. 18, pp. 3433-3441 (1995).
- [22-ARTY84] E.A. Artyukhin, V.E. Killikh, A.S. Okhabin. Reconstructing the effective coefficient of thermal conductivity of osbestos-textolite from the solution of the inverse problem. *J. Eng. Phys.*, Vol. 45, N. 5, pp.1281-1286 (1984).
- [23-ARTY93] E.A. Artyukhin, G.A. Ivanov, A.V. Nenarokomov. Determining the set of thermophysical properties of materials from unsteady state temperature measurements. *High temp.*, Vol. 32, N. 2, pp.199-202 (1993).
- [23-CHIN00] C.H. Huang & S-C. Chin. A two dimensional inverse problem in imaging the thermal conductivity of a non-homogenous medium. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 43, pp. 4061-4071 (2000).
- [24-SU01] J. Su, A.J. Silva Neto. Two dimensionnal inverse heat conduction problem of source strength estimation in cylindrical rods. *Applied Mathematical Modelling*, Volume 25, Issue 10, October 2001, Pages 861-872.
- [25-WANG02] J. Wang, A.J. Silva Neto, F.D. Moura Neto, J. Su. *Applied Mathematical Modelling*, vol. 26, pp. 1093-1111 (2002).
-

- [26-PARK99] H.M. Park and O.Y. Chung. An inverse natural convection problem of estimating the strength of a heat source. *International Journal of Heat and Mass Transfer* ; Vol. 42, pp. 4259-4273 (1999).
- [27-LEFE02] F. Lefèvre & C. Le Niliot. Multiple transient point heat sources identification in heat diffusion: application to experimental 2D problems. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 45, pp.1951-1964 (2002).
- [28-LIU01] L.H. Liu, H-P. Tan, Z-H. He. Inverse radiation problem of source term in three dimensional complicated geometric semitransparent media. *Int. J. Therm. Sci.*, Vol. 40, pp. 528-538 (2001).
- [29-IOLL01] A. Iollo, M. Ferlauto et L. Zannetti. An aerodynamic optimization method based on the inverse problem adjoint equations. *Journal of Computational Physics*, Vol. 173, pp. 87-115 (2001).
- [30-ZABA97] N. Zabarar, G.Z. Yang. A fonctionnal optimization formulation and implementation of an inverse natural convection problem. *Comput. Methods Appli. Mech. Eng.* Vol. 144, pp. 245-274 (1997).
- [31-SAMP01] R. Sampath and N. Zabarar. A fonctionnal optimization approach to an inverse magneto-convection problem. *Computational Methods Applied Mechanical Engeenering*, Vol. 190, pp. 2063-2097 (2001).
- [32-PARK03] H.M. Park and H.J. Shin. Shape identification for natural convection problems using the adjoint variable method. *Journal of computational Physics*, Vol. 186, pp. 198-211 (2003).
- [33-HADA02] J. Hadamard. Sur les problèmes aux dérivées partielles et leur signification physique, *Bull. Univ. Princeton*, Vol. 13, pp. 49-52 (1902).
- [34-TIKH77] A.N. Tikhonov & V.Y. Arsenin. *Solutions of ill-posed problems*. V.H. Wistom & Sons, Washington, DC (1977).
- [35-BECK85] [BECK J.K, Arnold K.J. *Parameter estimation in engineering sciences*. John wiley and sons, New York (1977). Beck J.V, Blackwell B., St Clair C.K. *Inverse heat conduction ill-posed problems*. Wiley sciences (1985).
- [36-ALIF74] O.M Alifanov. Solution of an inverse problem of heat conduction by iteration method *J. Eng. Phys.* Vol.26, N. 4, pp. 471-476 (1974).
- [37-ABOU00] R. Abou khachfe. Thèse de Doctorat de l'école polytechnique de l'université de Nantes, Résolution numérique de problèmes inverses 2D non linéaires de conduction de la chaleur par la méthode des éléments finis et l'algorithme du gradient conjugué. Validation expérimentale. N° ED 82-451, Juin 2000.
-

- [38-MINO83] Minoux M. Programmation mathématique : théorie et Algorithmes, tome1 et tome 2. Dunod (1983).
- [39-JARN91] Y. Jarny, M.N. Özisik and J.P. Bardou. A general optimization method using adjoint equation for solving multidimensionnal inverse heat conduction. *Int. J. Heat Mass Transfer*, Vol. 34, pp. 2911-2919 (1991).
- [40-ALIF95] O.M. Alifanov, E.A. Artyukhin & S.V. Rumyantsev. Extreme Methods for solving ill-posed problems with applications to inverse heat transfer problems. Begell House, inc. New York (1995). ISBN 1-56700-038-x.
- [41-CIAR90] Ciarlet P.G. Introduction à l'analyse numérique matricielle et à l'optimisation. Masson (1990).
- [42-BOHE98] C. Boher, M. Ducarroir, T. Grégoire, S. Scordo. Comportement en frottement sec de dépôts $\text{SiC}_x(\text{H})$ ($1,5 < x < 3$) élaborés par PACVD micro-onde sur acier. *Ann. Chim. Sci. Mater. Vol. 23, (1998), pp. 879-890.*
- [43-JIAN99] L. Jiang, X. Chen, X. Wang, L. Xu, F. Stubhan, K.H. Merkel. a-SiC :H films deposited by plasma enhanced chemical vapor deposition at low temperature used for moisture and corrosion resistant applications. *Thin Solid Films, vol. 352, (1999), pp. 97-101.*
- [44-AUDI98] S. Audisio, M. Caillet, A. Galerie, H. Mazille. Revêtements et traitements de surface. Fonctionnalités, durabilité, procédés. *Collection Matériaux, Presses Polytechniques et Uni versitaires Romandes, pp.699 (1998).*
- [45-SCOR98] S. Scordo, M. Ducarroir, L. Thomas, R. Berjoan, J.L. Jauberteau. Dépôts par plasma CVD micro-onde à partir de mélanges TMS/argon : influence des paramètres expérimentaux. *Les Annales de chimie, Science des matériaux, vol 23 (5-6), (1998), pp 733-742.*
- [46-ANDR97] M. Andrieux. Revêtements sur acier par PACVD radio-fréquence et micro-onde : diagnostic de la phase gazeuse et optimisation de la tenue mécanique. *Thèse de l'Université de Perpignan (1997).*
- [47-ANGE98] C. Angelelis, M. ducarroir, E. Felder, M. Ignat & S. Scordo. Caractérisation mécanique de revêtements SIC. *Annales de chimie, Science des matériaux, (1998), vol. 23, pp. 891-898.*
- [48-COST00] A.K. Costa, S.S. Camargo, C.A. Achete, R. Carius. Characterization of ultra hard silicon carbide coatings deposited by R.F. magnetron sputtering. *Thin Solid Films, Vol. 377-378 (2000), pp. 243-248.*
-

- [49-DEPE01] De Persis S. Cinétique chimique en phase homogène appliquée au dépôt chimique à partir d'une phase gazeuse : évaluation des données, interprétations et réduction des systèmes complexes. *Thèse de Doctorat de l'Université de Perpignan (2001)*.
- [50-RICA] Ricard. SFV éditions.
- [51-DELA94] J-L Delacroix, A. Bers. Physique des plasma, tome 1. Savoirs actuels, *collection Physique, CNRS éditions (1994)*.
- [52-MAIL00] L. Maillé. Evaluation in situ des caractéristiques physico-chimiques d'un milieu de plasma de dépôt (PACVD) ; Corrélations avec la microstructure et les propriétés des films obtenus. *Rapport de stage de DEA PSM, février - Juillet 2000*.
- [53-ANDR98] M. Andrieux, J. M. Badie, M. Ducarroir and L. Thomas. Optical emission spectroscopy of RF and microwave plasmas used for chemical vapor deposition in the Si-C-H-Ar system, *Annales de Chimie Science des Matériaux, Volume 23, Issues 5-6, 9 July 1998, Pages 743-752*.
- [54-THOM01] Thomas L., L. Maillé, J.M. Badie and M. Ducarroir (2001). Microwave plasma chemical vapour deposition of tetramethylsilane : correlations between optical emission spectroscopy and film characteristics, *Surface and coatings technology, Vol. 142-144, pp. 314-320*.
- [55-AMEP02] Ecole thématique du CNRS (AMEP) « Analyse Multi-Echelle des Procédés CVD et PECVD ». Septembre 2002, Aspet.
- [56-WANG99] L. Wang, J. Xu, T. Ma, W. Li, X. Huang & K. Chen. The influence of the growth conditions on the structural and optical properties of hydrogenated amorphous silicon carbide thin films. *Journal of alloys and compounds, vol. 290, (1999), pp. 273-279*.
- [57-ANDR97] M. Andrieux, J.M. Badie, C. Bisch, M. Ducarroir. Gas temperature profile in a microwave PACVD reactor from H₂ molecular rotational lines. *Electronical Society Proceedings VOL 97 – 25, P. 709-716, (1997)*.
- [58-BARR]
- [59-DUCA98] M. Ducarroir : CPR Optimisation de revêtements durs et adhérents par dépôt chimique » (1995-1998)].
- [60-PERE93] J-Ph. Pérez, A.M. Romulus. Thermodynamique, fondements et applications. *Editions Masson, 1993*.
- [61-BOU98] Boutonnet A-S. Etude de la résistance thermique de contact à l'interface de solides déformables en frottement : applications aux procédés de forgeage. *Thèse de l'INSA Lyon, 8 décembre 1998*.
-

- [62-BARD72] Bardon, J.P. Introduction à l'étude des résistances thermiques de contact. *Revue Générale de Thermique*, Mai 1972, n°125, pp 429-446.
- [63-HAND] Handbook of physics and chemistry, 1994.
- [64-TAIN] J. Taine et J-P. Petit. Transferts thermiques -Mécanique des fluides anisothermes. Dunod éditions, 1995.
- [65-BERN88] M. Bernadou, P.L. George, A. Hassim, P. Joly, P. Laug, B. Muller, A. Perronne, E. Saltel, D. Steer, G. Vanderborck, M. Vidrascu. *Modulef, une bibliothèque modulaire d'éléments finis*, deuxième édition. INRIA, 1988.
- [66-BOX87] Box G.E.P & Draper N.R. *Empirical model building and response surfaces*. Wiley series in probability and mathematical statistics, pp. 669, 1987.
- [67-TRYL00] T. Tryland, O.S. Hopperstad, M. Langseth. Design of experiments to identify material properties. *Materials and Design*, Vol. 21, pp. 477-492 (2000).
- [68-DOWE98] S.J. Dowey, B. Rähle, A. Matthews. Performance analysis of coated tools in real life industrial experiments using statistical techniques. *Surface and Coatings technology*, Vol. 99, pp. 213-221 (1998).
- [69-LEE99] J.W. Lee, J.F. Donohue, K.D. Mackenzie, R. Westerman, D. Johnson, S.J. Pearton. Mechanism of high density plasma processes for ion-driven etching of materials. *Solid State Electronics*, Vol. 43, pp. 1769-1775 (1999).
- [70-BUCH97] H. Buchkremer-hermanns, H. Ren, J. Utsch, H. Weiss. Optimization of MW-PACVD diamond deposition parameters for high nucleation density and growth rate on Si₃N₄ substrate.
- [71-BAIL01] A. Bailon-Plaza, M. Van Der Meulen. A mathematical framework to study the effects of growth factor influences on fracture healing. *J. theo. Biol.* Vol. 212, pp. 191-209 (2001).
- [72-BACO02] C. Bacour, S. Jacquemoud, Y. Tourbier, M. Dechambre, J-P. Frangi. Design and analysis of numerical experiments to compare four canopy reflectance models. *Remote sensing of environment*, Vol. 79, pp.72-83 (2002).
- [73-NOOR03] A.V. Noordegraaf, M. Nielen, J.Kleijnen. Sensitivity analysis by experimental design and metamodeling : case study on simulation in national animal disease control. *European Journal of Operational Research*, Vol. 146, pp. 433-443 (2003).
- [74-LIU02] G. Liu, Z. Lin, Y. Bao. Improving dimensionnal accuracy of a u-shaped part through an orthogonal design experiment. *Finite element in analysis and Design*, vol. 39, pp. 107-118 (2002).
-

- [75-SPUZ97] S. Spuzic, M. Zec, K. Abhary, R. Ghomashchi, I. Reid. Fractionnal design of experiments applied to a wear simulation. *Wear*, vol. 212, pp. 131-139 (1997).
- [76-AUTR99] L. Autrique, C. Chaussavoine, A. Ferrière. Material surface thermal treatment by solar energy : estimation of influent parameters. *Proceedings of 2nd European Congress of Chemical Engineering (ECCE2)*, Montpellier, France, 1999.
- [77-SADO91] G. Sado, M-C. Sado. *Les plans d'expériences : de l'expérimentation à l'assurance qualité*. Editions Afnor technique (1991).
- [78-LEPO96] Rapport de stage de DEA Systèmes Energétiques: du procédé au matériaux, Détermination non intrusive du champ de température dans un réacteur de dépôt chimique. Equipe Revêtements céramiques par voie gazeuse. Lepolard Olivia, 1996.
- [79-PECK] C. Pecker-Wimal. *Introduction à la spectroscopie des plasma*. Institut d'Astrophysique, Paris. Gordon & Breach. Editions Dunod.
- [80-THOM93] L. Thomas. Thèse de doctorat de l'université de Limoges, spécialité « chimie - chimie physique » : Cinétique réactionnelles en plasma dans les mélanges argon/hydrogène/méthane. Application à la réalisation de couches diamant », 1993.
- [81-MUKA03] S. Mukaigawa, S. Kanno, K. Takaki, T. Fujiwara. Measurements of heat flux distribution toward substrate by means of the LiNbO₃ interferometer, and electron density in a capacitevely coupled rf discharge plasma. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* (2003).
-

Un procédé de dépôt chimique en phase gazeuse assisté plasma est présenté ainsi que la problématique : estimer la température superficielle d'un substrat à revêtir, il est un paramètre très influent pour la qualité du dépôt. Un modèle mathématique (MM) a été développé en prenant en compte les échanges de chaleur au sein du procédé pour estimer cette dernière (inaccessible directement par la mesure). L'étude du MM a été divisée en deux parties pour dissocier deux effets thermiques : la résistance chauffante et le milieu plasma. Une analyse de sensibilité du MM, par un outil original (La méthode des plans d'expériences numériques), a permis d'évaluer l'influence de l'incertitude des paramètres du MM. Elle a fait ressortir le rôle essentiel de certains paramètres dont deux (émissivité, convection) ont nécessité une identification par une méthode inverse. La méthode inverse utilise la méthode de régularisation itérative du gradient conjugué. La dernière partie du travail a été destinée à l'estimation de l'apport thermique du plasma au substrat. Puis, lorsque les deux effets thermiques sont associés, les données issues du MM ont été comparées avec les données expérimentales.

MOTS CLES : Procédé PACVD, Equations aux dérivées partielles non linéaires, Plan d'expériences numériques, Problème inverse des conditions aux limites, Méthode itérative du gradient conjugué, Spectroscopie d'émission optique.
