HAL
open science

Dépôt par pulvérisation magnétron de couches minces de nitrure d'aluminium à axe C incliné en vue de la réalisation de dispositifs à ondes acoustiques vibrant en mode de cisaillement

Amina Zahia Mammeri Fardeheb

To cite this version:

Amina Zahia Mammeri Fardeheb. Dépôt par pulvérisation magnétron de couches minces de nitrure d'aluminium à axe C incliné en vue de la réalisation de dispositifs à ondes acoustiques vibrant en mode de cisaillement. Autre. Université Henri Poincaré - Nancy 1, 2009. Français. NNT : 2009NAN10115 . tel-01748461

HAL Id: tel-01748461

https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01748461v1

Submitted on 29 Mar 2018

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.

UNIVERSITÉ DE LORRAINE

AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

UNIVERSITE ABOU BEKR BELKAID, TLEMCEN

UNIVERSITE HENRI POINCARE, NANCY I

DEPOT PAR PULVERISATION MAGNETRON DE COUCHES MINCES DE NITRURE D'ALUMINIUM A AXE C INCLINE EN VUE DE LA REALISATION DES DISPOSITIFS A ONDES ACOUSTIQUES VIBRANT EN MODE DE CISAILLEMENT

Thèse présentée et soutenue publiquement le 11 juin 2009 pour l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITE ABOU BEKR BELKAID TLEMCEN

Spécialité : Physique énergétique et matériaux

et

DE L'UNIVERSITE HENRI POINCARE NANCY-I

Spécialité : Plasma, Optique, Optoélectronique et MicroNanosystèmes

par

Mme FARDEHEB- MAMMERI Amina-Zahia

Président :

Nesr-Eddine CHABANE-SARI	Professeur à l'Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen

Rapporteurs :

Abdedaim KADOUN	Professeur à l'Université Sidi Bel-Abbès
Brahim KHELIFA	Professeur à l'Université d'Artois

Examinateurs :

Badreddine ASSOUAR	Chargé de Recherche CNRS, IJL, Nnacy
Nesr-Eddine CHABANE-SARI	Professeur à l'Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen
Boumediène BENYOUCEF	Professeur à l'Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen
Jean-Pierre CHARLES	Professeur à l'Université Paul Verlaine, Metz
Omar ELMAZRIA	Professeur à l'Université Henri Poincaré, Nancy I

Remerciements

Le travail expérimental reporté dans cette thèse a été mené au Laboratoire de Physique des Milieux Ionisés et Applications (LPMIA) de l'Université Henri Poincaré de Nancy-I sous la direction du Professeur **O. Elmazria** et la co-direction du chargé de recherche au CNRS **B. Assouar** dont Je tiens sincèrement à remercier les directeurs **B. weber** de m'avoir accueillie au sein du laboratoire et le Professeur **J. Bougdira** d'avoir continué à veiller au bon déroulement de mon travail.

J'adresse mes remerciements à mon directeur de thèse le Professeur **B. Benyoucef** de L'université de Tlemcen d'avoir accepté de diriger cette thèse, pour ses conseils avisés et la motivation qu'il a su m'insuffler tout au long de ce travail.

J'adresse également mes sincères remerciements à mon directeur de thèse à l'université Henri Poincaré de Nancy-I, le Professeur **O. Elmazria,** de m'avoir accueillie au LPMIA et de m'avoir permis d'effectuer le travail expérimental.

J'exprime toute ma gratitude à **B. Assouar** pour sa disponibilité, ses conseils et ses encouragements quotidiens. Qu'il trouve ici l'expression de toute ma reconnaissance.

Je remercie particulièrement le Professeur **J-P. Charles,** Professeur au Laboratoire de Matériaux Optiques, Photonique et Systèmes à l'université de Metz pour son aide et sa confiance qu'il m'a accordées depuis le commencement de cette thèse.

Je remercie sincèrement **B. Khelifa,** Professeur au centre de calcul et de modélisation à l'Université d'Artois et **A. Kadoun,** Professeur au laboratoire de Microscopie, Microanalyse de la Matière et Spectroscopie Moléculaire à la faculté de Sidi Bel Abbès d'avoir accepté d'examiner ce travail.

J'adresse mes remerciements respectueux à **N. Chabane Sari,** Professeur au laboratoire des circuits intégrés à l'Unité de recherche sur les Matériaux et les Energies Renouvelables (URMER) de Tlemcen d'avoir accepté d'être président du jury.

Je remercie également **L. Le Brizoual**, Maître de Conférences à l'Université Henri Poincaré pour ses conseils et l'ingénieur de Recherche **L. Bouvot** au LPMIA d'avoir veillé au bon déroulement des expériences en salle blanche.

Je remercie également **J. P. Emeraux,** ingénieur de recherche et **G. Medjahdi,** Maître de Conférences du Laboratoire de Chimie du Solide Minérale (LCSM) de l'université Henri Poincaré Nancy-I, **J.J.Fundenberger,** ingénieur de recherche du laboratoire d'Etude de

Texture et Application aux Matériaux de l'université de Metz et **C. Gatel** chercheur CNRS au Centre d'Elaboration de Matériaux et D'Etudes Structurales à Toulouse de m'avoir permis d'effectuer les caractérisations structurales et morphologiques.

J'exprime mes remerciements également à **T. Easwarakhanthan**, Maître de Conférences au LPMIA de Nancy pour les mesures en Ellipsométrie.

Je ne pourrai finir sans adresser mes remerciements à ma famille et mes collègues de travail de l'université de Tlemcen.

TABLE DES MATIERES

Introduction générale 9

CHAPITRE 1

1.1. Introduction 15
1.2. Généralités sur les dispositifs a ondes acoustiques 16
1.2.1. Introduction 16
1.2.2. Structures a ondes acoustiques de surface (SAW) 18
1.2.3. Structures à ondes acoustiques de volume (BAW) 22
1.3. Élaboration des couches minces de nitrure d'aluminium avec axe c incline 26
1.4. Ondes acoustiques et piézoélectricité 28
1.4.1. Introduction 28
1.4.2. Relation entre les contraintes et les déformations 28
1.4.3. Application des équations de la piézoélectricité au nitrure d'aluminium à axe c perpendiculaire 33
1.4.4. Propagation des ondes acoustiques en régime linéaire 37
1.4.5. Surface des lenteurs d'un matériau piézoélectrique 39
1.5. FBAR simple à base d'AlN à axe c incliné 40
1.5.1. Introduction 40
1.5.2. Résolution de l'équation de Christoffel dans le cas d'un FBAR simple 40
1.5.3. Impédance électrique et le coefficient de couplage pour un résonateur simple 43
1.5.4. La réponse fréquentielle d'un résonateur piézoélectrique 47
1.6. Conclusion 50
Bibliographie du chapitre 1 52

CHAPITRE 2

2.1. Introduction 56
2.2. Techniques de croissance des couches minces 57
2.2.1. Introduction 57
2.2.2. La technique de dépôt chimique en phase vapeur (CVD) 57
2.2.2.1. La technique de la (MO-CVD) 58
2.2.2.2. CVD assistée par plasma (PECVD) 58
2.2.2.3. CVD Laser 59
2.2.3. Dépôt physique en phase vapeur PVD 59
2.2.3.1. L'évaporation 59
2.2.3.2. L'ablation laser 60
2.2.3.3. La pulvérisation cathodique 60
a- Historique 60
b- Principe général 61
c- L'installation de pulvérisation cathodique 62
2.2.3.4. Les divers systèmes de pulvérisation 63
a- Source diode 63
b- Source magnétron 64
2.2.3.5. Pulvérisation réactive 66
2.2.3.6. Seuil de pulvérisation 67
2.2.3.7. Rendement de la pulvérisation 67
2.2.3.8. Dispositif expérimental 68
2.2.4. Mécanisme de croissance des couches minces 72
2.2.5. Théorie de croissance des films minces 72

2.3. Principe et méthodologie de la photolithographie pour la réalisation des dispositifs SAW 75
2.3.1. La lithographie 75
2.3.2. Différents types de radiations 76
2.3.2.1. Radiation ionique 76
2.3.2.2. Radiation de type photonique 76
2.3.2.3. Radiation électronique 79
2.3.3. Le photo-masque 80
2.3.3.1. Masque dur ou masque direct 81
2.3.3.2. Masques proches sans contact 81
2.3.4. Méthodologie de la photolithographie pour la réalisation de dispositifs SAW 81
2.3.4.1. Dépôt de la résine 81
2.3.4.2. L'insolation 88
2.3.4.3. L'exposition 88
2.3.4.4. Pré-recuit 89
2.3.4.5. Développement 89
2.3.5. Gravure 89
2.3.5.1. Gravure sèche 90
2.3.5.2. Gravure humide 91
2.3.6. Le « lift-off » 92
2.4. Conclusion 93
Bibliographie du chapitre 2 94

CHAPITRE 3

3.1. Introduction 98
3.2. Caractérisations structurales 98
3.2.1. Diffraction par les rayons X 98
3.2.1.1. Diffraction X en mode θ/2θ 98
3.2.1.2. La rocking curve 100
3.2.1.3 Mesure de la texture 100
3.2.1.3.1. Introduction 100
3.2.1.3.2. Les figures de pôles 101
3.3. Caractérisations morphologiques 103
3.3.1. Microscopie électronique a effet de champ (FESEM) 103
3.3.1.1. Principe 103
3.3.1.2. Les différents composants 107
3.3.2. Microscopie électronique à transmission (TEM) 109
3.3.2.1. Modes de diffraction 110
3.3.2.2. Mode en champ sombre 110
3.3.2.3. Microscopie à haute résolution (HRMET) 110
3.4. Caractérisation optique 111
3.4.1. Ellipsométrie spectroscopique 111
3.4.1.1. Introduction 111
3.4.1.2. Principe physique 111
3.4.1.3. Les différents composants 113
3.4.1.4. Détermination des constantes diélectriques a partir de Ψ et Δ 116
3.5. Conclusion 118
Bibliographie du chapitre 3 119

CHAPITRE 4

4.1. Introduction 123
4.2. Propriétés cristallographiques du nitrure d'aluminium 125
4.3. Procédure experimentale 128
4.3.1. Préparation des substrats de silicium 130
4.3.2. Dépôt d'une couche de SiO_2 130
4.3.3. Dépôt des couches de nitrure d'aluminium à axe c incliné : principe physique de croissance 131
4.4. Influence des parametres de croissance sur l'orientation de l'axe c 135
4.4.1. La pression de pulvérisation 135
4.4.1.1. Caractérisation par diffraction X en mode $\theta/2\theta$ et en mode χ 137
4.4.1.2. Caractérisation morphologique par FESEM 144
4.4.2. La quantité d'azote dans le mélange gazeux 147
4.4.2.1. Caractérisation par diffraction X en mode $\theta/2\theta$ et en mode χ 148
4.4.2.2. Caractérisation morphologique par FESEM 152
4.4.3. La température du porte-substrat 154
4.4.3.1. Caractérisation par diffraction X en mode $\theta/2\theta$ et en mode χ 155
4.4.3.2. Caractérisation morphologique par FESEM 157
4.4.4. Effet de la puissance de la décharge 160
4.4.4.1. Caractérisation par diffraction X en mode $\theta/2\theta$ et en mode χ 160
4.4.4.2. Caractérisation morphologique par FESEM 162
4.5. Mécanisme de croissance 165
4.5.1. Distribution cosinusoïdale et effet d'ombrage 165
4.5.2. Rôle de la couche de SiO_2 166
4.6. Conclusion 168
Bibliographie du chapitre 4 169

CHAPITRE 5

5.1. Introduction 173
5.2. Caractérisation par microscope electronique a transmission (tem) 173
5.2.1. Préparation des échantillons 173
5.2.2. Etude de la structure 174
5.3. Caractérisation par ellipsometrie spectroscopique 179
5.4. La rocking curve 182
5.5. Etude de l'inclinaison en fonction de la distance par rapport au centre du substrat 183
5.6. Caractérisation des parametres fonctionnels de dispositifs saw 184
5.6.1. Mesure de la vitesse de phase 184
5.6.2. Réalisation du dispositif SAW à base d'AlN à axe c incliné 187
5.6.2.1. Dépôt de la couche d'aluminium 187
5.6.2.2. Réalisation du dispositif SAW à base d'AlN à axe c incliné 187
a- Dépôt de la résine 187
b- Pré-recuit 188
c- Développement 188
d- Gravure 188
5.6.3. Caractérisation fréquentielle 188
5.7. Conclusion 191
Bibliographie du chapitre 5 193

Conclusion générale 197

Publications 200
Communications 200

INTRODUCTION GENERALE

Le croisement entre la technologie actuelle de fabrication du téléphone mobile et des techniques de croissance des couches minces ont permis d'améliorer considérablement les propriétés mécaniques et électriques des dispositifs à ondes acoustiques de surface et de volume, en l'occurrence les résonateurs, les capteurs et les filtres RF, en remplaçant les monocristaux piézoélectriques par des films minces de quelques nanomètres d'épaisseur et ceci a permis, par conséquent, de développer les systèmes micro-électromécaniques (MEMS).

Actuellement, le nitrure d'aluminium est utilisé en électronique haute fréquence pour développer les systèmes de communication mobile, en biochimie pour fabriquer des Bio-MEMS et en optique pour fabriquer des MOEMS [1, 2, 3, 4] dont l'intérêt est d'améliorer le diagnostic médical et le contrôle de qualité dans le domaine de l'agro-alimentaire. Ces systèmes sont utilisés soit directement sur le corps humain ou en laboratoire pour analyser des micro-échantillons.

Les propriétés électriques des capteurs et des résonateurs sont liés à l'orientation de la maille élémentaire de la couche piézoélectrique. Pour leur utilisation dans les milieux liquides, il est nécessaire de réduire au maximum les pertes d'énergie dues à la viscosité et ceci est possible par l'excitation des ondes de cisaillement dans la couche piézoélectrique. Ceci revient à déposer des couches minces piézoélectriques de type nitrure d'aluminium (AlN) ou oxyde de zinc (ZnO) cristallisant dans la maille hexagonale non pas avec un axe c perpendiculaire mais avec un axe c incliné. L'excitation du mode longitudinal (ondes de Rayleigh) dans les couches minces piézoélectriques de type AlN ou ZnO avec un axe c perpendiculaire génèrent des pertes d'énergie importantes dans les liquides.

Dans cette thèse, nous nous sommes fixés l'objectif d'élaborer et de caractériser des couches minces de nitrure d'aluminium à axe c incliné en vue de générer des ondes de cisaillement appelées ondes « shear » dans des dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) ou de volume (BAW) caractérisés par un couplage électromécanique et un facteur de qualité élevés.

Pour procéder à la croissance de nos couches minces, nous avons utilisé le système de pulvérisation magnétron installé dans le Laboratoire de Physique Des Milieux Ionisés Et Applications (LPMIA) en se basant seulement sur l'optimisation des paramètres de croissance. Différentes techniques ont été utilisées pour les caractérisations structurales, morphologiques et optiques.0.

Après une introduction sur les systèmes électro-acoustiques et les différents modes de propagation des ondes élastiques dans les solides, une revue de la littérature sur la croissance des couches minces de nitrure d'aluminium (AlN) à axe c incliné sera présentée. On abordera dans le premier chapitre également, d'une manière détaillée, la propagation des ondes élastiques dans les matériaux piézoélectriques et son application à un dispositif à onde acoustique de volume de type FBAR (Film Bulk Acoustic Resonator) à base de nitrure d'aluminium à axe c incliné.

Le second chapitre concerne les différentes techniques de croissance des films minces et la technologie de fabrication des dispositifs à ondes acoustiques par photolithographie (principe te méthodologie). La pulvérisation magnétron, méthode choisie pour l'élaboration de nos couches sera particulièrement détaillée.

Le chapitre 3 concerne les techniques d'analyses structurales (diffraction XRD en différents modes) et morphologiques (FESEM, TEM) sur lesquelles nous nous sommes basés pour analyser les échantillons élaborés dans l'objectif de déterminer la variation de l'angle d'inclinaison de l'axe c. L'ellipsométrie spectroscopique permettra également de déterminer l'indice de réfraction des couches.

Dans le chapitre 4 est présentée notre approche expérimentale pour obtenir des couches de nitrure d'aluminium « inclinés », en maintenant le porte-substrat en position horizontale, parallèle à la cible et en se basant seulement sur la variation des différents paramètres de dépôt (pression, température, pourcentage d'azote et puissance). Nous avons pu, malgré la difficulté du problème, déposer des couches d'AlN cristallisant dans la structure hexagonale à axe c incliné dans les conditions souhaitées (sans modification du système, sur une grande partie du wafer et à basse température).

Dans le dernier chapitre, une analyse approfondie par TEM des échantillons ayant présenté une inclinaison prononcée de l'axe c a été suivie des premiers résultats traitant de la propagation des ondes de cisaillement dans un dispositif à onde acoustique de surface.

CHAPITRE 1

Généralités

1.1. INTRODUCTION

Les éléments piézoélectriques utilisés dans la fabrication des montres électroniques, des radars et des téléphones cellulaires sont identiques à ceux utilisés pour la fabrication des capteurs gravimétriques servant au contrôle de la qualité de l'eau ou aux analyses biochimiques.

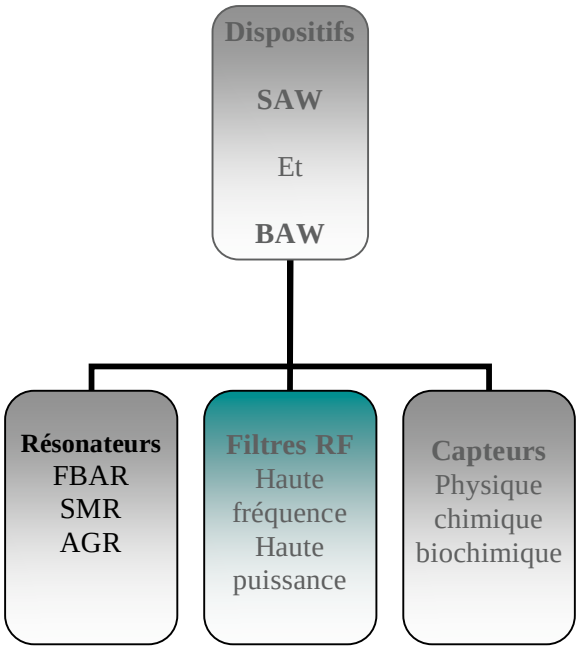
Depuis plusieurs décennies, il est possible de fabriquer des résonateurs à haute résolution en exploitant l'effet des différents paramètres bio-chimiques et mécaniques tels que la pression, la température, la densité et la viscosité sur la propagation des ondes acoustiques, citons comme exemple la première étude sur la vibration d'un cristal piézoélectrique dans une solution chimique menée par King en 1964 [1] ou l'étude de la propagation des ondes élastiques dans les capteurs à pression [2]. L'étude des propriétés physico-chimiques des gaz, des liquides et des solides est en effet possible en se basant sur le changement de la fréquence de résonance des systèmes à ondes électro-acoustiques.

Le nitrure d'aluminium est un matériau piézoélectrique présentant une grande vitesse acoustique, utilisé pour la fabrication des capteurs mais dont les caractéristiques électriques restent à améliorer afin d'élargir leur domaines d'application (voir organigramme 1). La montée en fréquence impose d'une part l'utilisation des matériaux piézoélectriques à grande vitesse acoustique et d'autre part à diminuer l'espacement entre deux électrodes (IDT) dans les dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) et à diminuer l'épaisseur de la couche piézoélectrique dans les dispositifs à ondes acoustiques de volume (BAW).

Le principe de génération des ondes acoustiques est lié aux propriétés électro-acoustiques des matériaux piézoélectriques tels que le nitrure d'aluminium AlN [3, 4, 5, 6], le monoxyde de zinc ZnO [7,8] et le PZT (PbZrTiO3) [9]. Ces matériaux peuvent convertir une tension électrique en vibration mécanique et vice versa.

Les modes de propagation des ondes élastiques dans les matériaux piézoélectriques, notamment dans les couches minces dépendent de la nature du matériau, de sa texture et de l'orientation du champ électrique appliqué. Ces ondes peuvent être longitudinales, transversales ou elliptiques, et ceci dépend de l'orientation du champ électrique par rapport à la texture du matériau.

Après une présentation générale des différents types de dispositifs à ondes acoustiques de surface et de volume, nous aborderons les modes de propagation des ondes élastiques dans les solides piézoélectriques. Ensuite, une revue de la littérature sur le dépôt des couches minces de nitrure d'aluminium à un axe c incliné sera présentée. En se basant sur un modèle physique simplifié, nous montrerons ensuite comment et pourquoi apparaît la piézoélectricité dans certains matériaux, que nous appliquerons par la suite au résonateur de type FBAR à base de nitrure d'aluminium à axe c incliné.



Organigramme 1 : Présentation de quelques applications des dispositifs à ondes acoustiques de type surface acoustic wave (SAW) et bulk acoustic wave (BAW)

1.2. GENERALITES SUR LES DISPOSITIFS A ONDES ACOUSTIQUES

1.2.1. Introduction

Les ondes élastiques se propagent dans tout milieu matériel : fluide, solide homogène ou inhomogène, isotrope ou anisotrope. Cependant, leur amplitude décroît au cours de la propagation car les liaisons entre atomes, ou entre molécules ne sont pas purement élastiques. L'atténuation des ondes est d'autant plus faible que le milieu est ordonné. Ainsi, un solide amorphe ou polycristallin donne lieu à des pertes plus importantes qu'un monocristal. D'autre part, en raison de l'anisotropie des cristaux, certaines directions sont plus favorables que d'autres à la propagation d'un type d'onde.

La génération de l'onde se fait à l'aide de deux électrodes (transducteurs interdigités IDTs) déposés à la surface de la couche piézoélectrique. La tension appliquée à l'IDT émetteur est convertit en onde élastique se propageant à la surface, cette onde est reconvertit en tension électrique par l'IDT récepteur.

Les ondes élastiques qui se propagent dans les solides sont généralement appelées ondes acoustiques. Si ces ondes se propagent dans un milieu, continu et infini, elles sont appelées ondes de volume.

La compréhension de la piézoélectricité repose sur la compréhension du couplage entre les équations décrivant les contraintes mécaniques et électriques dans les matériaux piézoélectriques. Les composants du vecteur de polarisation et du tenseur de contraintes peuvent être reliés par la piézoélectricité, propriété non simple, décrite par un nombre important de constantes.

Les ondes acoustiques peuvent se propager parallèlement (figure1.a.) ou perpendiculairement à la direction de polarisation (figure 1.b.) appelées ondes de Rayleigh, ondes de Love, ondes de Lamb, Ondes de Bleustein- Gulyaev, les pseudos ondes de surface, etc.

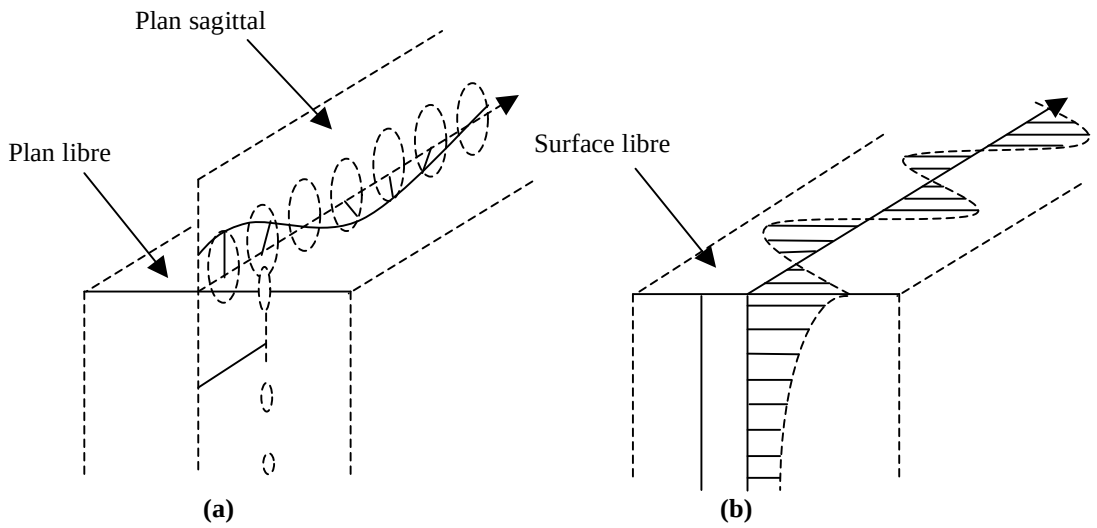


Figure 1 (a) : Onde de Rayleigh (longitudinale) se propageant à la surface d'un matériau isotrope [10],

Figure 1 (b) : Onde de Bleustein-Gulyaev (transversale) se propageant à la surface d'un matériau piézoélectrique [10].

1.2.2. Structures a ondes acoustiques de surface (SAW)

La technique de croissance, les conditions de croissance (pression, température, …) et la géométrie du bâti utilisé conditionnent la qualité du film piézoélectrique par le nombre de défauts et d'impuretés et par conséquent la texture et l'état de surface de celui-ci. Ces paramètres ont une influence sur le coefficient de couplage électromécanique (K^2), lié à la faculté du film à transformer l'énergie mécanique en énergie électrique, sur le facteur de qualité (Q) qui permet d'évaluer les performances électriques donc lié à la compatibilité technologique entre les techniques de croissance du film piézoélectrique et du métal utilisé pour fabriquer les électrodes et sur le coefficient de stabilité de la fréquence en fonction de la température (TCF : Température coefficient of frequency).

Les structures à ondes élastiques de surface sont des composants qui transforment via des transducteurs inter-digités (IDT) déposés sur un matériau piézoélectrique un signal électrique en onde acoustique de surface (figure 1.2). Lorsqu'on applique une tension électrique alternative à une des électrodes, un champ de déformation est généré dans le cristal piézoélectrique et les ondes sont émises de chaque côté du transducteur. La transformation inverse se produit également : acoustique en électrique.

Les dispositifs à ondes acoustiques de surface sont constitués d'un substrat piézoélectrique ou d'une structure multicouches composée au moins d'un film mince piézoélectrique déposé sur un substrat piézoélectrique ou non piézoélectrique. Des électrodes métalliques, généralement en Or ou en Aluminium, sont ensuite structurées en IDT, par la technique de lithographie optique et de gravure sur le substrat ou la structure choisis. Le transducteur à électrodes inter-digitées comprend, comme l'indique la figure 1.2, deux électrodes métalliques en forme de peignes déposées sur un substrat piézoélectrique. La tension électrique appliquée entre les deux électrodes crée un champ électrique qui engendre des déformations au voisinage de la surface donnant naissance à la propagation d'ondes élastiques (figure 1.3)

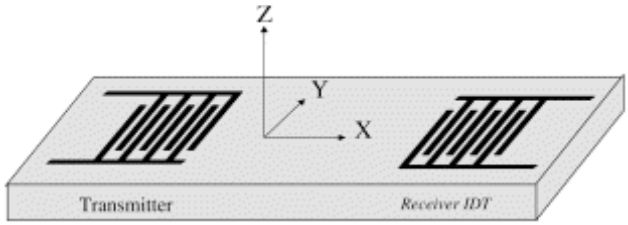


Figure 1.2 : Dispositif a ondes acoustiques de surface (SAW)

La géométrie des IDT (figure 1.3.) et les caractéristiques du matériau piézoélectrique conditionnent les performances du dispositif à savoir la fréquence centrale, la bande passante, la réjection, le temps de retard, etc.

Les dispositifs SAW peuvent être réalisées soit en structures monocouches ou en multicouches. Les structures multicouches (figure 1.4) permettent de combiner plusieurs caractéristiques intéressantes pour les SAW : une grande vitesse élastique, un fort couplage, une grande stabilité en température. Les transducteurs d'entrée et de sortie sont constitués d'électrodes métalliques en forme de peigne de doigts interdigités dont l'écartement est de l'ordre de λ/4.

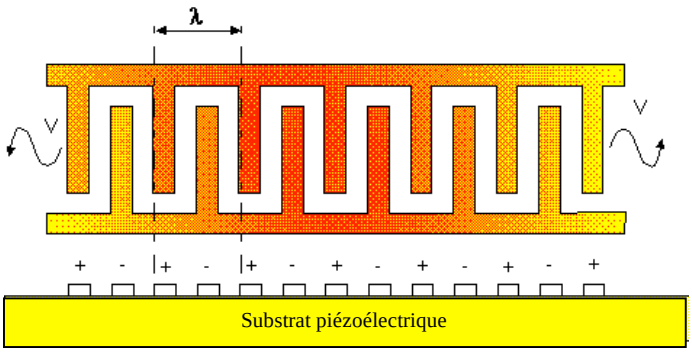


Figure 1.3. : Configuration des électrodes inter-digitées dans les SAW

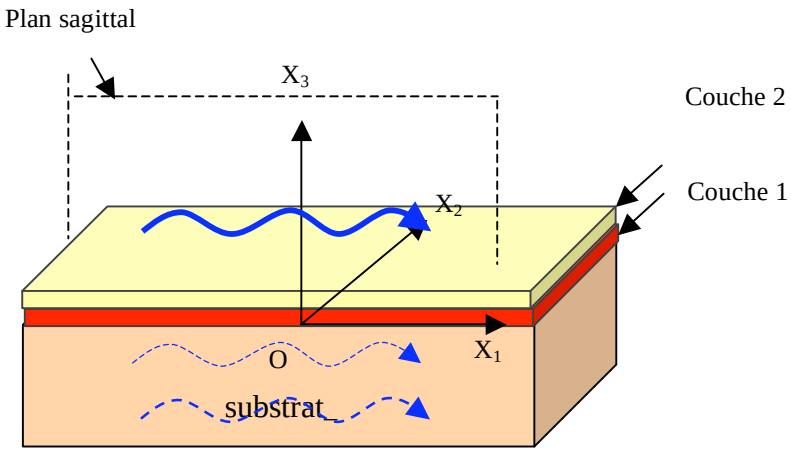


Figure 1.4 : Propagation l'onde acoustique dans une structure bicouche.

(Le champ électrique étant parallèle à l'axe X3)

Lorsque la tension appliquée est sinusoïdale, les vibrations émises par chaque paire de doigts s'ajoutent de façon constructive seulement si la longueur d'onde du signal est égale à la période du transducteur, il y a alors un effet cumulatif à la fréquence de résonance dite aussi fréquence de synchronisme :

$$f_0 = \frac{V}{\lambda} \qquad (1.1.)$$

V : vitesse de propagation de l'onde élastique

λ : Période du transducteur.

La fonction de transfert d'un transducteur à N doigts peut se déduire de sa réponse impulsionnelle. Si on applique au transducteur une impulsion dont la durée est inférieure au temps de transit de la vibration entre deux doigts alors les différentes paires de doigts sont polarisées simultanément. Comme le champ électrique s'inverse à chaque intervalle entre doigts, le signal élastique émis est périodique de période spatiale λ. La durée Δt du signal émis est alors donnée par :

$$\Delta t = \frac{L}{V} \qquad (1.2.)$$

L : la longueur active du transducteur.

Si on considère que le transducteur est composé de N doigts alors :

$$\Delta t = \frac{(N-1)}{2f_0} \qquad (1.3.)$$

En assimilant la réponse impulsionnelle à une sinusoïde de fréquence f et de durée Δt, la fonction de transfert correspondant à la transformée de Fourier de la réponse impulsionnelle est de la forme :

$$H_{IDT}(f) = \frac{sin(\pi\Delta t(f - f_0))}{\pi\Delta t(f - f_0)} \qquad (1.4.)$$

La bande passante à -3dB est inversement proportionnelle au nombre de doigts :

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{1.77}{N-1} \qquad (1.5.)$$

Pour relever la réponse impulsionnelle d'un transducteur, il faut transformer le signal élastique émis en un signal électrique à l'aide d'un transducteur récepteur. La forme de ce signal dépend du nombre de doigts du récepteur.

Les figures 1.5.a et 1.5.b. montrent la réponse impulsionnelle d'une ligne à retard munie de deux transducteurs. L'émetteur est constitué de 10 doigts et le récepteur de 4 doigts. La fréquence centrale est de l'ordre de 43MHz (figure 1.6.). Cette ligne a été réalisée sur un substrat de niobate de lithium.

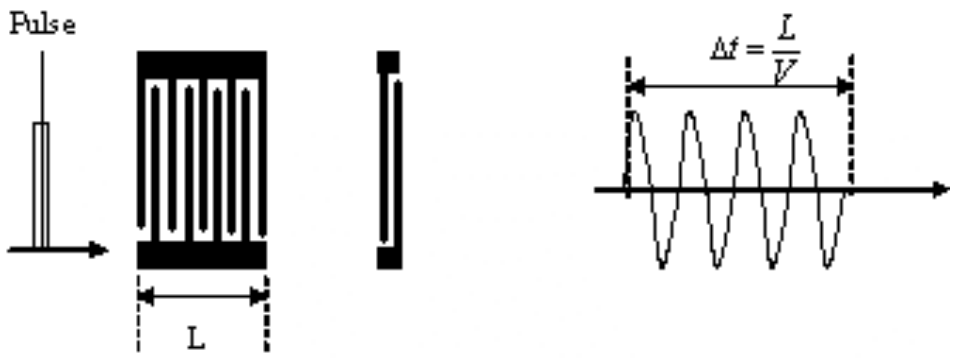


Figure 1.5.a : Réponse impulsionnelle dans le cas d'un récepteur a une seule paire de doigts

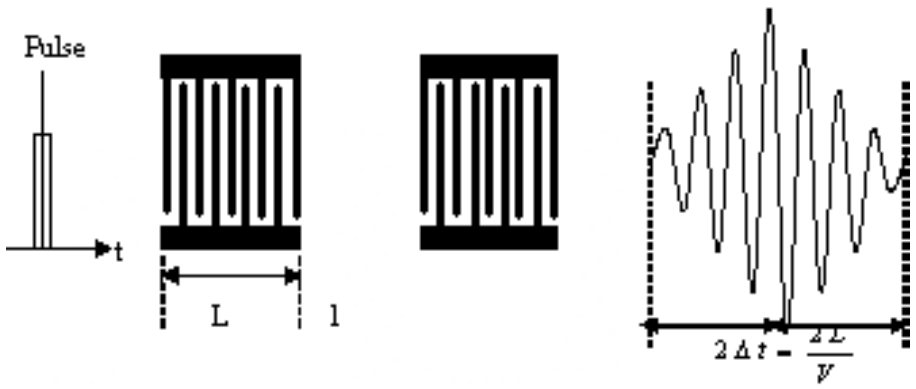


Figure 1.5.b : Réponse impulsionnelle dans le cas d'un récepteur identique a l'émetteur

La fréquence centrale est de l'ordre de 43MHz. Cette ligne a été réalisée sur un substrat de niobate de lithium.

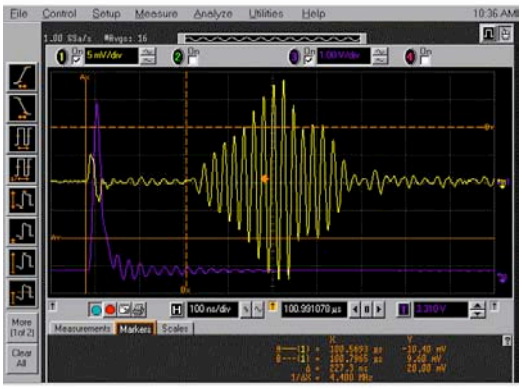


Figure 1.6 : Réponse impulsionnelle d'une ligne à deux transducteurs et de fréquence centrale de 43MHz

Les transducteurs dans les SAW peuvent être de différents types, ils peuvent être bidirectionnels [11] ou unidirectionnels (SPUDT) [12].

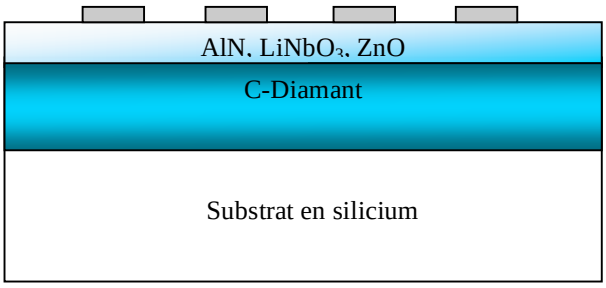


Figure 1.7 : Les différentes couches d'un dispositif à onde acoustique de surface en multicouches

1.2.3. Structures à ondes acoustiques de volume (BAW)

Les dispositifs à ondes acoustiques de volume sont constitués d'un monocristal ou d'un film mince piézoélectrique pris en sandwich entre deux électrodes. Le matériau piézoélectrique, le plus célèbre est le quartz. La fabrication d'un résonateur à quartz consiste à tailler un morceau de cristal de quartz massif en fonction de la résonance voulue. Dans le cas

d'une excitation longitudinale, le résonateur est pris en sandwich entre deux électrodes métalliques, c'est la configuration du dispositif à onde acoustique de volume.

La fréquence de résonance dans les dispositifs à ondes acoustiques de volume dépend de la vitesse de propagation des ondes acoustiques dans la couche piézoélectrique et de l'épaisseur de la couche piézoélectrique (e) ou de l'épaisseur du quartz :

$$f_0 = \frac{V_{AlN}}{2e} \qquad (1.6)$$

La fréquence de fonctionnement étant inversement proportionnelle à l'épaisseur du film. Pour augmenter la fréquence de résonance du dispositif à ondes acoustiques de volume, il faut que la couche piézoélectrique soit de faible épaisseur. La fréquence de résonance des résonateurs à ondes de volume dépend de la vitesse de propagation d'un mode donné généré dans la couche piézoélectrique, de l'épaisseur de celle-ci, des électrodes et du design du support.

L'AlN est préféré au ZnO dans la fabrication des dispositifs à ondes acoustiques de volume car il présente une meilleure compatibilité avec le silicium, une vitesse acoustique supérieure dans le volume, une meilleure résistivité électrique, une masse volumique plus grande et une bande interdite plus large.

Dans des travaux récents [13, 14, 15, 16], il a été possible de générer des ondes à des fréquences de l'ordre du GHz dans des dispositifs BAW, mais ces ondes sont atténuées par le support du dispositif. Il est alors nécessaire de trouver le moyen d'isoler acoustiquement un tel dispositif en utilisant une membrane de silicium par exemple.

Pour limiter les pertes d'énergie dans le substrat, trois configurations de résonateurs ont été proposées, Les dispositifs à ondes acoustiques de volume ayant été développés faisant appel aux techniques de la micro-technologie: les résonateurs à ondes de volume à membrane FBAR (Film Bulk Aacoustic Resonator) [15], les résonateurs à gap d'air AGR (Air Gap Resonator) [16] et résonateurs supportés par un miroir de Bragg SMR(Solidely Mounted Resonator) [13,17, 18].

La première configuration est celle du FBAR à membrane (back-etched). Cette structure repose sur une membrane micro-usinée dans un substrat massif. Elle est constituée de transducteurs gravés sur un substrat non piézoélectrique de faible épaisseur. Les

principales étapes de la fabrication sont le dépôt de la couche piézoélectrique sur un substrat puis la gravure sélective du substrat.

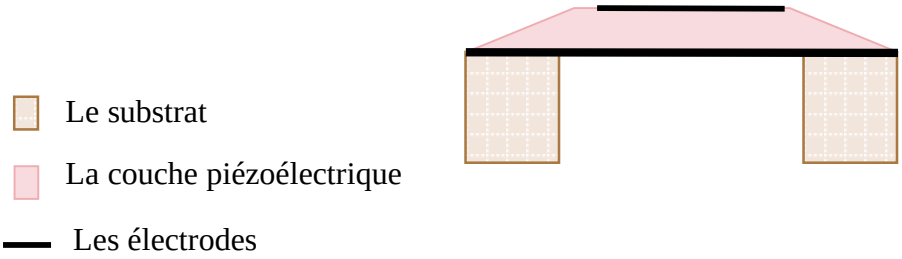


Figure 1.8.a : Dispositif à ondes acoustiques de volume de type FBAR (Film Bulk Acoustic Resonator)

On utilise la technique de gravure pour amincir au maximum le substrat au centre et à laisser le dispositif supporté uniquement sur les côtés (voir la figure 1.8.a.). Pour cela, on dépose une fine couche protectrice sur le silicium qu'on ne désire pas graver puis on immerge le dispositif dans une solution de gravure sélective pour graver uniquement le silicium non protégé. L'inconvénient de ce type de structure provient des contraintes mécaniques exercées sur la membrane, qui a tendance à se déformer.

La seconde configuration est celle du AGR (figure 1.8.b), elle nécessite la fabrication d'un gap d'air entre le résonateur et le substrat. En pratique, on dépose successivement sur le substrat une couche sacrificielle puis la couche active. A l'aide d'une solution sélective, on éimine ensuite la couche sacrificielle, on obtient alors une cavité d'air sous la couche active.

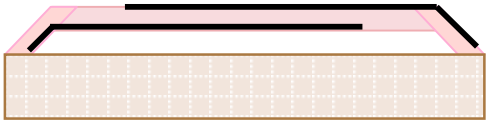


Figure 1.8.b : Dispositif à ondes acoustiques de volume de type AGR (Air Gap Resonator)

Un résonateur à base d'AlN a été réalisé par Jae Y park et al. [19] suspendu sur membrane Si3N4 fonctionnant à 2GHz. Le facteur de qualité avoisine 1530. Il a été également possible de réaliser des résonateurs à gap d'air sans membrane [20].

Le SMR est caractérisé par une plus grande résistance aux contraintes mécaniques mais sa fabrication nécessite un temps plus long il est en effet composé de plusieurs couches (réflecteur de Bragg). Il est important de noter que les propriétés du résonateur soient aussi stables que possible en particulier lorsque la température varie. En choisissant l'oxyde de silicium comme couche mince à faible impédance pour le miroir de Bragg il est possible de compenser partiellement le coefficient de température (TCF) négatif du résonateur [21].Un tel dispositif a été également fabriqué [22]. De très bonnes performances ont pu être obtenues à base de ZnO sur un substrat de 2" dans lequel le réflecteur de Bragg est composé de 7 couches alternées de SiO2 (350nm) et de tungstène (600nm). Une fréquence de résonance de 2GHz a été obtenue avec un facteur de qualité de 4000 et des pertes d'insertion de 1dB.

K.M. Lakin et son équipe ont fabriqué deux résonateurs SMR à base d'AlN avec une isolation à 9 niveaux AlN/SiO2 [23] en utilisant un matériau piézoélectrique pour fabriquer le réflecteur de bragg. La fréquence de résonance du premier résonateur est de 5GHz avec un facteur de qualité de 670 et le second résonne à 20GHz avec un facteur de qualité de 300.

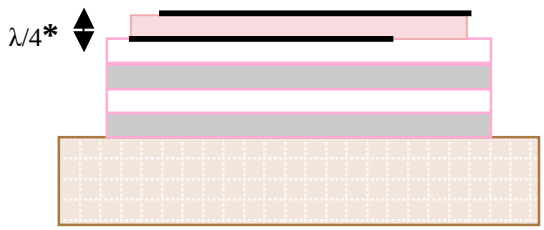


Figure 1.8.c : Dispositif à ondes acoustiques de volume de type SMR (Solidly Mounted Resonator)

1.3. ÉLABORATION DES COUCHES MINCES D'ALN AVEC AXE C INCLINE

La première synthèse d'AlN a été obtenue en 1862 par nitruration directe d'aluminium liquide dans l'azote gazeux mais celui-ci a été réellement étudié et développé à partir des années 70. C'est un matériau stable et non toxique qui présente d'excellentes propriétés électriques et thermiques [24]. Le nitrure d'aluminium est un matériau qui présente une large bande interdite (6.2 eV), une grande résistivité électrique (proche de $10^{14}\Omega$m), une grande vitesse acoustique pour les ondes de volume (VL~11400 m/s), une vitesse des ondes surface de 6630 m/s, une grande conductivité à température ambiante 2.85W/cmK, il est transparent dans les domaines du visible et de l'infrarouge, de faible coefficient d'expansion thermique ($4.2.10^{-6}$ K^{-1}) suivant l'axe (002) et de ($5.3.10^{-6}K^{-1}$) perpendiculairement à l'axe (002)). L'AlN a égalent un champ de claquage important et une bonne résistance aux produits chimiques, caractéristiques physiques utiles pour les capteurs et les actionneurs. Le module de Young de L'AlN est élevé (318 GPa), ce qui lui permet d'être caractérisé par une grande vitesse élastique.

Le nitrure d'aluminium cristallise dans la structure hexagonale avec un axe c soit parallèle à l'axe (OZ) ou formant un angle χ non nul avec celui-ci (voir figure 1.9). L'excitation et la propagation des ondes élastiques dans ce matériau, sachant qu'il est piézoélectrique dépend de cet angle d'inclinaison χ et de la direction du champ électrique excité.

Le tableau 1.1 résume les principaux travaux concernant la croissance des films minces de nitrure d'aluminium à axe c incliné.

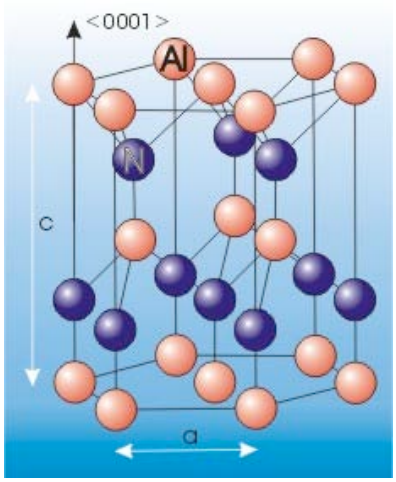


Figure 1.9 : Structure hexagonale du nitrure d'aluminium

Auteur et année	Procédure	Structure	Fréquence	Angle d'inclinaison de l'axe c	Propriétés électriques
Jin S. Wang et al. (1983) [25]	inclinaison du porte substrat	FBAR fonctionnant en mode de cisaillement	300-500 MHz	30° sans inclinaison du porte substrat et 45° avec inclinaison	Membrane en Si P+ TCF presque nul
Löbel (2001) [30]	Couche SiO2 Electrode de Pt (111)	SMR	2.3 GHz en mode longitudinal	Inclinaison de l'axe c 27° Inclinaison des plans de 3°	K^2 : 0.25 Q : 130-150
Chi-San Chen (2002) [31]	Pas d'inclinaison du porte substrat Couche de SiO2			10°	-
Bjurzström et al. (2005) [14]	Substrat parallèle à la cible Wafer 4" sur Si(111)	FBAR	1.6GHz ($300x300\mu m^2$) dans l'air et 2.8 GHz dans le liquide	Inclinaison de 20°	l'air : K^2 : 2 %, Q : 350 l'eau : K^2:1.8 %, Q : 150
Martin et al. (2006) [32]	Inclinaison du porte substrat entre 40° et 70°	SMR Pt(111)/ Ti électrodes	5GHz ($50x50\mu m^2$)	20° - 35°	Mode Longitudinal : K^2 :1.00 %±0.10 Q : 95 ± 5 Mode shear : K^2 : 0.10 ± 0.05 Q : 65 ± 5

Tableau 1.1: Les principaux travaux concernant la croissance des films minces à axe c incliné.

1.4. ONDES ACOUSTIQUES ET PIEZOELECTRICITE

1.4.1. Introduction

L'effet direct du phénomène de la piézoélectricité a été découvert par Pierre et Jaques Curie en 1880. Ils ont remarqué qu'une déformation mécanique peut générer une polarisation électrique. L'effet inverse, la possibilité de produire une déformation mécanique par l'application d'un champ électrique fut suggéré théoriquement par Lippman l'année suivante et confirmée expérimentalement par les frères Curie. Voight fut le premier à introduire la notation tensorielle pour décrire le comportement électrique et élastique des cristaux.

Un cristal piézoélectrique subit une oscillation suite à une stimulation électrique appliquée par des électrodes.

Les solutions sont des ondes élastiques de vitesse v accompagnées d'un champ électrique, et des ondes électromagnétiques de vitesse $c \sim 10^5 v$ accompagnées d'une déformation mécanique. Physiquement, les vibrations élastiques nécessitent un déplacement de matière, ce qui leur confère une vitesse de déplacement bien inférieure à celle d'un champ électrique.

Les ondes élastiques se propagent dans les milieux solides isotropes, illimités, ceci revient à supposer que les dimensions du milieu sont grandes devant les dimensions du faisceau d'ondes et que les effets de bord sont négligeables.

1.4.2. Relation entre les contraintes et les déformations

Dans un solide piézoélectrique, le couplage entre le champ électromagnétique et le champ élastique introduit des termes électriques dans les équations de la dynamique et des termes mécaniques dans les équations de maxwell. Pour étudier la propagation de ces champs dans le milieu piézoélectrique, il faut résoudre simultanément ces équations couplées.

Soit le repère cartésien orthogonal ($Ox_1x_2x_3$) représenté par la figure 1.1. En soumettant des atomes dans un solide à des contraintes mécaniques, ils se déplacent, leur déplacement suivant l'axe x_i est $u_i(x_i)$ par rapport à la position initiale. La relation entre le déplacement u_i et ce déplacement est donnée par [28] :

$$S_{ij} = \frac{1}{2}\left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i}\right) \qquad (1.7)$$

S_{ij} est appelé tenseur des contraintes, de rang 2 dont les indices i et j varient entre 1 et 3.

Les grandeurs S_{ij}, appelées déformations, sont représentatives des changements de dimension du corps contraint. L'expérience montre que lorsque la déformation est petite (s<10-4), elle dépend linéairement de la contrainte : c'est la loi de Hooke (1635-1702).

Dans un solide linéaire et dans l'hypothèse de faibles déformations, la relation tensorielle liant les contraintes T_{ij} et les déformations S_{kl} est linéaire. Les composantes du vecteur des contraintes sont représentées par la figure 1.10

Les contraintes et les déformations sont représentées par des tenseurs symétriques de rang 2 de composantes T_{ij} et S_{kl} respectivement (i, j, k et l =1, 3). Lorsque la relation entre la contrainte et la déformation reste linéaire, ces deux tenseurs sont reliés par un tenseur de rang 4 , appelé tenseur de rigidité de composantes c_{ijkl}.. C'est la loi de Hooke généralisée :

$$T_{ij} = \sum_{k=1}^{3}\sum_{l=1}^{3} c_{ijkl} S_{kl} \qquad (1.8)$$

En utilisant la règle d'Einstein de sommation implicite sur les indices répétés, on peut écrire :

$$T_{ij} = C_{ijkl} S_{kl} \qquad (1.9)$$

Les coefficients C_{ijkl} sont les composantes du tenseurs de rigidités élastiques, appelés aussi constantes élastiques. Si on considère le tenseur des contraintes :

$$S_{ij} = S_{ijkl} T_{kl} \qquad (1.10)$$

C_{ijkl} représente les composants du tenseur de rigidité et de dimension [$N.m^{-2}$] ou Pa. S_{ijkl} représente le tenseur des déformations en [$m^2.N^{-1}$].

Ces tenseurs sont de rang 4 et prennent en compte les composantes longitudinales et transversales. Ils devraient comprendre 81 composants. Les tenseurs T et S sont symétriques ($T_{ij} = T_{ji}$ *et* $S_{ij}=S_{ji}$), ceci conduit à la réduction du nombre de composants à 36.

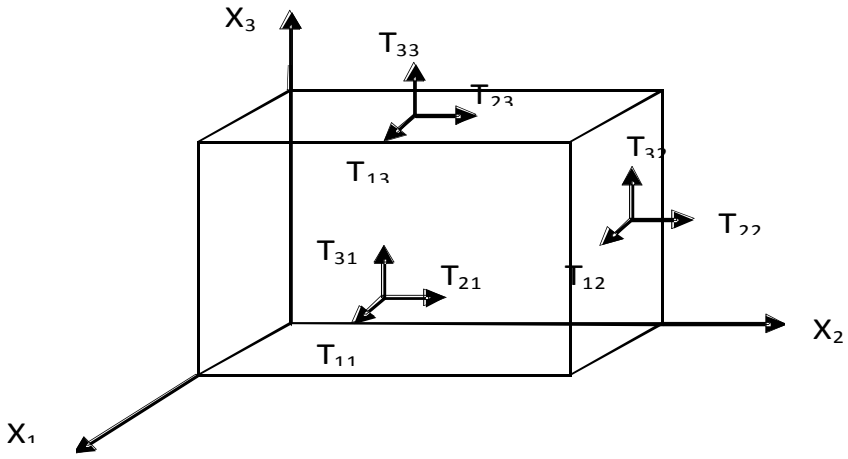


Figure 1.10 : Représentation des contraintes T_{ij}.

Pour simplifier l'écriture tensorielle, on utilise la notation abrégée suivante pour passer d'un système à 2 indices à un système à un indice pour *T* et *S* et un système à deux indices pour c, chaque couple *(ij)* est remplacé selon la règle suivante :

11→1, 22→2, 33→3, 23 ou 32→4, 13 ou 31→5, 12 ou 21→6

Sous forme matricielle, la loi se ramène à :

$$\begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & c_{14} & c_{15} & c_{16} \\ c_{21} & c_{22} & c_{23} & c_{24} & c_{25} & c_{26} \\ c_{31} & c_{32} & c_{33} & c_{34} & c_{35} & c_{36} \\ c_{41} & c_{42} & c_{34} & c_{44} & c_{45} & c_{46} \\ c_{51} & c_{52} & c_{35} & c_{54} & c_{55} & c_{56} \\ c_{61} & c_{62} & c_{36} & c_{64} & c_{56} & c_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \end{bmatrix} \qquad (1.11)$$

$C_{ijkl} \equiv C_{\alpha\beta}$

α et β prennent les valeurs $\{1,2,3,4,5,6\}$. Ces coefficients obéissent à la relation suivante :

$$c_{\alpha\beta} . s_{\beta\delta} = \delta_{\alpha\gamma} \qquad (1.12)$$

où $\delta_{\alpha\delta}$ est le symbol de Kronecker :

$$\delta_{\alpha\delta} = 1 \qquad \text{si} \qquad \alpha = \gamma$$

$$\delta_{\alpha\delta} = 0 \qquad \text{si} \qquad \alpha \neq \gamma$$

L'équation (1.9) devient : $$T_\alpha = c_{\alpha\beta} S_\beta \qquad (1.13)$$

L'équation (1.10) devient : $$S_\beta = S_{\alpha\beta} T_\beta \qquad (1.14)$$

Les considérations énergétiques permettent de réduire le nombre des coefficients en ne considérant que la partie supérieure triangulaire de la matrice. Le nombre des coefficients se réduit alors à 18. La matrice de rigidité représente le cas général du système triclinique qui ne possède pas de symétrie particulière. Le coefficient $1/S_{11}$ est appelé module de Young dans la direction x_1. Il varie de quelques dizaines de GPA pour les matériaux mous comme l'aluminium à quelques TPa pour les matériaux durs comme le diamant. Dans le cas des systèmes isotropiques, seules les constantes c_{11} et c_{12} ne s'annulent pas. La loi de Hooke, sous la forme matricielle, devient :

$$\begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{12} & c_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} s_1 \\ s_2 \\ s_3 \\ s_4 \\ s_5 \\ s_6 \end{bmatrix} \qquad (1.15)$$

Avec :

$$c_{44} = (c_{11} - c_{12})/2 \qquad (1.16)$$

Le champ magnétique du premier type d'onde, crée par le champ électrique qui ne se déplace qu'à la vitesse v très petite devant la vitesse c des ondes électromagnétiques, est quasiment nul. Le champ électromagnétique, du premier type d'onde associé au champ élastique est quasi-statique, les équations de maxwell se réduisent à :

$$\vec{rot}\,\vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \cong 0$$

Les seules grandeurs nécessaires à la description d'un solide piézoélectrique sont le champ électrique $\vec{E}$ et le champ d'induction $\vec{D}$. Le champ électrique dérive d'un potentiel φ. L'énergie électromagnétique est négligeable devant l'énergie élastique. Dans ce cas, les termes d'origine piézoélectrique doivent s'ajouter dans l'équation (1.7).

Les équations de couplage des variables électriques et mécaniques d'un matériau piézoélectrique sont les suivantes :

$$T_{ij} = C^{E}{}_{ijkl} S_{kl} - e_{kij} E_k \qquad (1.17)$$

$$D_i = e_{ikl} S_{kl} + \varepsilon_{ij}^{S} E_k \qquad (1.18)$$

On considère que le champ magnétique crée par le champ électrique est quasiment nul (approximation dite quasi-statique), alors E dérive d'un potentiel φ, et ses composantes sont données par l'expression suivante :

$$E_i = -\frac{\partial \varphi}{\partial x_i} \qquad (1.19)$$

D_i représente le déplacement électrique, et c_{ijkl}, e_{kij}, ε_{ij} représentent respectivement le tenseur de rigidité sous l'effet d'un champ électrique constant E, le tenseur des constantes piézoélectriques (de rang 3) et le tenseur de la permittivité électrique (de rang 2) dont les unités respectives sont [Nm^{-2}], [$C.m^{-2}$], [$F.m^{-1}$].

On notera aussi que l'effet piézoélectrique direct modifie l'expression du vecteur de déplacement électrique comme suit :

On peut aussi écrire :

$$S_{ij} = S_{ijkl} T_{kl} + d_{kij} E_k \qquad (1.20)$$

$$D_i = d_{ikl} T_{kl} + \varepsilon_{ij} E_j \qquad (1.21)$$

S_{ijkl}, d_{ikl}, ε_{ij} représentent respectivement la contrainte sous un champ électrique E, le tenseur des constantes piézoélectriques et le tenseur de permittivité électrique sous la contrainte T. Les unités respectives de ces grandeurs sont [$N^{-1}.m^{-2}$], [$m.V^{-1}$], [$F.m^{-1}$].

Dans le cas de matériaux non piézoélectriques, les tenseurs d_{ikl} et e_{kij} sont nuls et les tenseurs ε_{ij}^{S} et ε_{ij}^{T} sont égaux. Les équations (1.17) et (1.20) se réduisent à (1.13) et (1.14) respectivement. En Tenant compte des symétries, les tenseurs peuvent être écrits à partir des matrices $e_{i\alpha}$ et $d_{i\alpha}$.

1.4.3. Application des équations de la piézoélectricité au nitrure d'aluminium à axe c perpendiculaire

Pour l'AlN, ces matrices de contraintes, de piézoélectricité et de permittivité sont les suivantes :

$$C_{\alpha\beta}^{E} = \begin{bmatrix} c_{11}^{E} & c_{12}^{E} & c_{13}^{E} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12}^{E} & c_{11}^{E} & & 0 & 0 & 0 \\ c_{13}^{E} & c_{13}^{E} & c_{33}^{E} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44}^{E} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44}^{E} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2}(c_{11}^{E} + c_{12}^{E}) \end{bmatrix} \quad (1.22)$$

$$e_{i\alpha} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & e_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & e_{15} & 0 & 0 \\ e_{31} & e_{31} & e_{33} & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (1.23)$$

$$\varepsilon_{ij}^{s} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11}^{s} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{11}^{s} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33}^{s} \end{pmatrix} \quad (1.24)$$

Nous supposons que le solide est soumis à une perturbation, il est localement en mouvement. Le déplacement u_i de chaque atome du solide de coordonnés x_k varie au cours du temps :

$$u_i = u_i(x_k, t) \quad (1.25)$$

L'équation du mouvement résulte de l'application de la loi fondamentale de la dynamique (la loi de Newton) qui s'écrit :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = \frac{\partial T_{ij}}{\partial x_j} \quad (1.26)$$

Où ρ est la masse volumique du milieu en l'absence de charges mobiles. Ceci justifie le fait qu'à des fréquences de centaines de MHz, les dimensions des structures analysées sont aussi petites que la longueur d'onde de l'onde électromagnétique. Le système obéit à la loi de poisson :

$$\frac{\partial D_j}{\partial x_j} = 0 \qquad (1.27)$$

Sous l'effet d'un champ électrique quasi-statique, le tenseur de déformation, en cas de symétrie se réduit à :

$$S_{kl} = \frac{\partial u_1}{\partial x_k} = \frac{\partial u_k}{\partial x_1} \qquad (1.28)$$

Et l'expression de la contrainte devient :

$$T_{ij} = c^E_{ijkl} \frac{\partial u_1}{\partial x_k} + e_{kij} \frac{\partial \varphi}{\partial x_k} \qquad (1.29)$$

En tenant compte de l'expression de la contrainte (1.17) et du déplacement électrique (1.18), les équations (1.26) et (1.27) deviennent alors :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = c^E_{ijkl} \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_j \partial x_k} + e_{kij} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_j \partial x_k} \qquad (1.30)$$

$$e_{jkl} \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_j \partial x_k} - \varepsilon^S_{jk} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_j \partial x_k} = 0 \qquad (1.31)$$

Le système à résoudre est un système à deux équations couplées. Ces équations relient le potentiel électrique au déplacement mécanique.

En absence de piézoélectricité, $e_{jkl}=0$, les deux équations se séparent vu qu'il y a séparation entre la réponse électrique et acoustique. La solution est sous forme d'une onde plane progressive $\vec{u}(u_1, u_2, u_3)$ se propageant dans la direction définie par le vecteur unitaire $\vec{n}(n_1, n_2, n_3)$ perpendiculaire aux plans d'ondes d'équation $\vec{n}.\vec{x} = cte$ (figure 1.11)

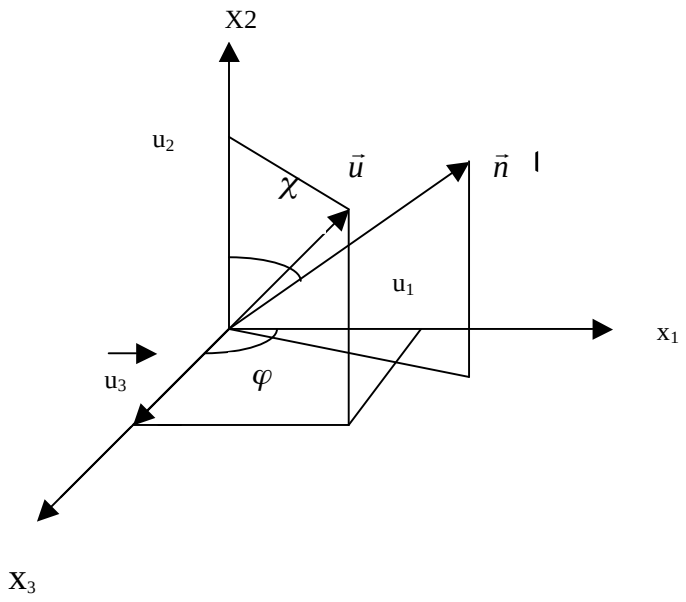


Figure 1.11 : La direction de propagation de l'onde

La solution de l'équation (1.31) est de type onde plane progressive, le déplacement u_i et le potentiel φ sont de la forme :

$$u_i = u_i^0 F(t - \frac{n_j x_j}{v}) \qquad (1.32.a)$$

$$\varphi = \varphi_0 F(t - \frac{n_j x_j}{v}) \qquad (1.32.b)$$

Où v, u_i^0 désignent respectivement la vitesse de phase de l'onde et la direction de polarisation de l'onde, c'est-à-dire la direction de déplacement des particules. F est une fonction du temps et de la variable d'espace x qui traduit le caractère d'onde plane.

En appelant F'' la dérivée seconde de la fonction F, on a :

$$\frac{\partial u_i}{\partial t^2} = u_i^0 F'' \quad , \quad \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_j \partial x_k} = u_1^0 \frac{n_j n_k}{V^2} F'' \qquad (1.33\text{-a})$$

$$\frac{\partial^2 u_1}{\partial x_j \partial x_k} = \varphi_0 \frac{n_j n_k}{V^2} F'' \qquad (1.33\text{-b})$$

Dans le cas d'un solide non piézoélectrique, l'équation de propagation aurait pour solution

$$u_i = u_i^0 \, exp\left[jw(t - \frac{n_j x_j}{v}) \right] \qquad (1.33\text{-c})$$

Les équations (1.31) et (1.32) nous amènent au système suivant :

$$\begin{cases} \rho V^2 u_i^0 = \Gamma_{il} u_i^0 + \gamma_i \varphi_0 \\ \gamma_i u_1^0 - \varepsilon \varphi_0 = 0 \end{cases} \qquad (1.34)$$

Avec :

$$\Gamma_{iI} = c_{ijkl}^E n_j n_k \qquad (1.35\text{-a})$$

$$\gamma_i = e_{kij} n_j n_k \qquad (1.35\text{-b})$$

$$\varepsilon = \varepsilon_{jk}^s n_j n_k \qquad (1.35\text{-c})$$

En éliminant le potentiel φ_0 :

$$\rho V^2 u_i^0 = (\Gamma_{il} + \frac{\gamma_i \gamma_l}{\varepsilon}) u_1^0 \qquad (1.36)$$

C'est l'équation de Christoffel généralisée à la piézoélectricité ou Γ_{il} représente le tenseur de Christoffel.

L'équation de Christoffel montre que la polarisation u_i^0 est vecteur propre du tenseur $(\Gamma_{il} + \frac{\gamma_i \gamma_l}{\varepsilon})$ dont la valeur propre est : $\gamma = \rho V^2$

Ainsi, les vitesses de phase et les polarisations des ondes planes se propagent suivant une direction $\vec{n}$ dans un cristal dont les valeurs propres et les vecteurs propres du tenseur.

$$\overline{\Gamma_{il}} = \Gamma_{il} + \frac{\gamma_i \gamma_l}{\varepsilon} \qquad (1.37)$$

Nous retrouvons donc un problème aux valeurs propres dont l'équation caractéristique est donnée par :

$$\left|\overline{\Gamma_{il}} - \rho V^2 \delta_{il}\right| = 0 \qquad (1.38)$$

δ_{il} , représente l'indice de Krönecker.

Pour une direction donnée, il y a généralement trois vitesses de phase qui sont les racines de l'équation séculaire (1.39). Cette équation exprime la condition de compatibilité des trois équations homogènes. A chaque vitesse correspond un vecteur propre qui définit la polarisation de l'onde.

La vitesse de phase et la polarisation de l'onde plane suivant une direction $\vec{n}$ sont respectivement la valeur propre et le vecteur propre de l'équation séculaire.

La combinaison des équations (1.31) et (1.32) conduisent à l'équation des valeurs propres suivante :

$$\overline{\Gamma_{il}} u_i = v_{ac}^2 u_1 \qquad (1.39)$$

Vac : vitesse de phase de l'onde acoustique dans un piézoélectrique.

Etant donné que la matrice (le tenseur) $\overline{\Gamma_{il}}$ est symétrique, il existe trois valeurs propres réelles (trois vitesses de phase) associées à trois vecteurs propres orthogonaux.

L'équation séculaire a donc pour solutions trois ondes planes dont les polarisations sont orthogonales et qui peuvent se propager dans une même direction avec des vitesses différentes.

La dérivée de l'équation de propagation des ondes acoustiques dans un solide infini permet de définir les vitesses acoustiques et la polarisation.

1.4.4. Propagation des ondes acoustiques en régime linéaire

La propagation des ondes acoustiques dépend des conditions de propagation et des conditions aux limites. Il existe différents types de dispositifs à ondes acoustiques qui varient suivant l'onde de propagation et les modes qu'ils excitent. Ils peuvent être classés en deux catégories

On définit un mode purement longitudinal si son vecteur propre est parallèle au vecteur $\vec{n}$ et sa vitesse de propagation est plus grande que celle des autres modes qui sont appelés modes purement transversaux et qui ont des vecteurs propres orthogonaux au vecteur $\vec{n}$.

Le vecteur déplacement n'est pas forcément colinéaire ou perpendiculaire à la direction de propagation $\vec{n}$. L'onde dont la polarisation $\vec{u}^{(1)}$ est la plus proche de $\vec{n}$ est dite quasi-longitudinale, les autres $\vec{u}^{(2)}$ et $\vec{u}^{(3)}$, sont dites quasi-transversales, une onde quasi transversale rapide et une onde quasi-transversale lente. Ces dernières progressent, habituellement plus lentement que l'onde quasi-longitudinale. Ce n'est que suivant des directions particulières que les ondes sont purement longitudinales ou transversales.

L'onde quasi longitudinale est approximativement parallèle à la direction de propagation et l'onde quasi transversale est quasiment perpendiculaire à la direction de propagation.

Dans un milieu isotrope non piézoélectrique où les seules constantes qui existent sont c11 et c12, il existe 3 vitesses acoustiques correspondant à 3 ondes planes dont la vitesse est indépendante de la direction de propagation.

Le passage d'une onde longitudinale plane entraîne une variation de la distance entre les plans parallèles contenant les particules (figure 1.11). Le mode longitudinal correspond à la valeur propre c11 dont la vitesse acoustique est :

$$V_L = \sqrt{c_{1111}/\rho} = \sqrt{c_{11}/\rho} \qquad (1.40\text{-a})$$

Il existe deux modes de cisaillement (transversaux) avec la même vitesse dans toutes les directions de propagation, cette situation est appelée dégénérescence du mode transversal. La vitesse de l'onde de cisaillement est:

$$V_S = \sqrt{c_{44}/\rho} = \sqrt{c_{2323}/\rho} \qquad (1.40\text{-b})$$

Dans la partie 1.4, nous allons présenter la résolution de l'équation (1.40) résolue dans le cas de l'AlN à axe c incliné.

1.4.5. Surface des lenteurs d'un matériau piézoélectrique

La surface des lenteurs synthétise les caractéristiques de propagation des ondes planes dans un solide, elle indique aussi la direction de propagation de l'énergie. La surface représentative des lenteurs correspond au lieu des extrémités du vecteur : $\vec{S} = \frac{\vec{n}}{V}$

où $\vec{n}$ est la direction de propagation et V la vitesse de phase. La coupe de cette surface par des plans particuliers donne trois contours relatifs aux modes possibles, un longitudinal et deux transversaux. La figure (1.12) représente la surface des lenteurs du ZnO et de l'AlN, matériaux piézoélectriques appartenant au système hexagonal de classe 6mm.

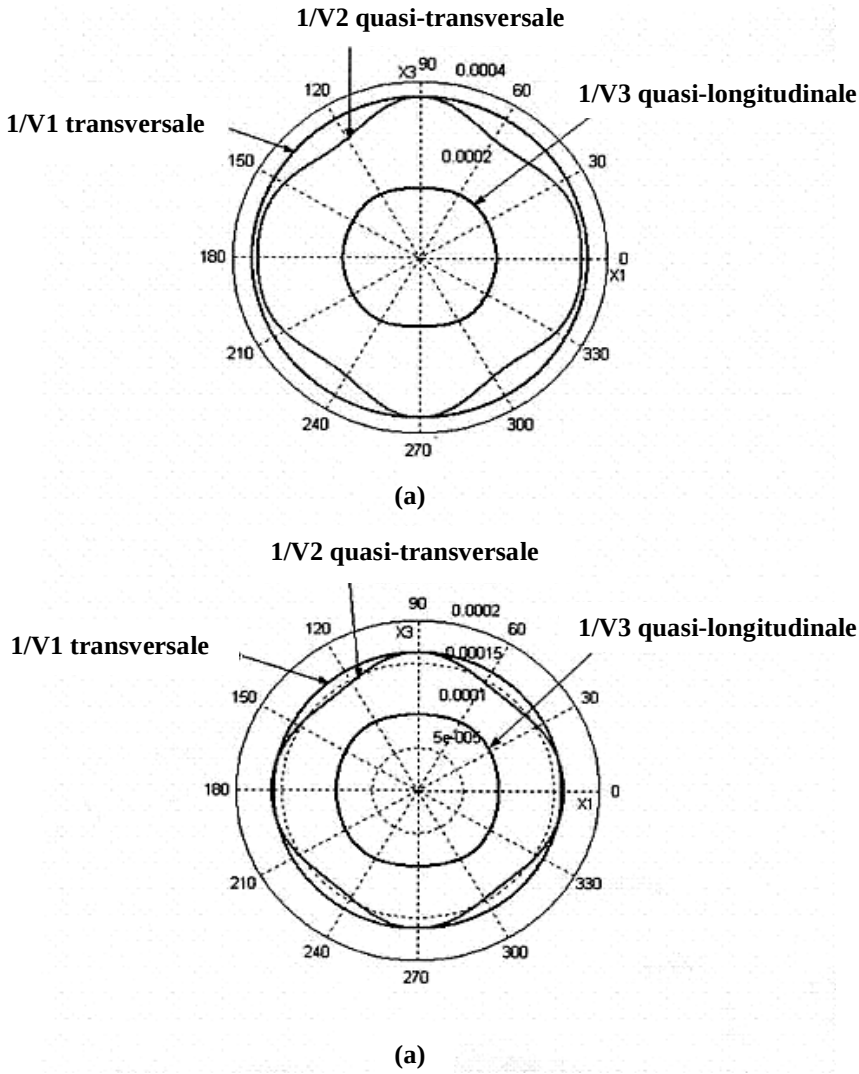


Figure 1.12 : Surface des lenteurs dans le plan (x_1x_3) : (a) cas du ZnO, (b) cas de l'AlN.

1.5. FBAR SIMPLE A BASE D'ALN A AXE C INCLINE

1.5.1. Introduction

Il est possible d'exciter le mode longitudinal et le mode transversal simultanément dans le nitrure d'aluminium. Si le film est hautement orienté, c'est-à-dire qu'il se cristallise dans la structure hexagonale avec un axe c perpendiculaire, on excite seulement l'onde longitudinale et s'il est incliné, on excite également le mode transversal.

1.5.2. Résolution de l'équation de Christoffel dans le cas d'un FBAR simple

Pour résoudre l'équation de Christoffel, on procède à la dérivation des coefficients piézoélectriques et diélectriques comme l'a fait Foster et al. [29]. On considère dans ce cas que la propagation s'effectue suivant la direction OX3 et que le repère choisi pour l'axe c est dans le plan (x1, x3) et χ représente l'angle entre (OX 3) et l'axe c (voir figure (1.1 3). Nous allons donc résoudre les équations (1.30) et (1.31) dans le cas d'un résonateur à base d'AlN à axe c incliné. Les vecteurs de rigidité, de piézoélectricité et de permittivité ont pour plan le repère (x_1, x_3)

On a :

$$
\begin{aligned}
c'_{33} &= c^E_{33}\cos^4\chi + 2(c^E_{13} + 2c^E_{55})\sin^2\chi\cos^2\chi + c^E_{11}\sin^4\chi \\
c'_{55} &= c^E_{55}(\cos^4\chi + \sin^4\chi) + (c^E_{11} + c^E_{33} + c^E_{13} + c^E_{55})\sin^2\chi\cos^2\chi \\
c'_{35} &= \sin\chi\cos\chi\left[\left(c^E_{11} - 2c^E_{55} - c^E_{13}\right)\sin^2\chi + \left(c^E_{13} + 2c^E_{55} - c^E_{33}\right)\cos^2\chi\right] \\
e'_{33} &= \cos\chi\left[\left(e_{31} + 2e_{15}\right)\sin^2\chi + e_{33}\cos^2\chi\right] \\
e'_{35} &= -\sin\chi\left[e_{15}\sin^2\chi + \left(e_{33} - e_{31} - e_{15}\right)\cos^2\chi\right] \\
\varepsilon'_{33} &= \varepsilon^s_{11}\sin^2\chi + \varepsilon^s_{33}\cos^2\chi
\end{aligned}
\qquad (1.35)
$$

Les équations (1.30) et (1.31) qui régissent le déplacement $\vec{u}_1$ et $\vec{u}_3$ et le potentiel φ deviennent :

$$\rho \frac{\partial^2 u_1}{\partial t^2} = c'_{55} \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_3^2} + c'_{35} \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_3^2} + e'_{35} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_3^2} \qquad (1.42)$$

$$\rho \frac{\partial^2 u_3}{\partial t^2} = c'_{35} \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_3^2} + c'_{33} \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_3^2} + e'_{33} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_3^2} \qquad (1.43)$$

$$\varepsilon'_{33} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial t^2} = c'_{35} \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_3^2} + e'_{33} \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_3^2} \qquad (1.44)$$

En substituant l'équation du potentiel (1.44) dans les équations (1.42) et (1.43), on obtient :

$$\rho \frac{\partial^2 u_1}{\partial t^2} = c^*_{55} \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_3^2} + c^*_{35} \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_3^2} \qquad (1.45)$$

$$\rho \frac{\partial^2 u_3}{\partial t^2} = c^*_{35} \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_3^2} + c^*_{33} \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_3^2} \qquad (1.46)$$

Avec :

$$c^*_{55} = c'_{55} + \frac{e'^2_{35}}{\varepsilon'_{33}} \qquad c^*_{35} = c'_{35} + \frac{e'_{33} e'_{35}}{\varepsilon'_{33}} \qquad c^*_{33} = c'_{33} + \frac{e'^2_{33}}{\varepsilon'_{33}} \qquad (1.47)$$

Ces constantes sont appelées « constantes élastiques de raideur piézoélectriques ». Si le Crystal n'est pas piézoélectrique ($e_{i\alpha}$ = 0), elles se réduisent à c'55, c'35 et c'33 données par les équations (1.41). Les équations (1.45) et (1.46) ont pour solutions :

$$\vec{u}_l(x_3) = Re\left[U_{l1}\, exp(jw(t + x_3 / v_l) + u_{l2}\, exp(jw(t - x_3 / v_l)\right].\vec{a}_L \qquad (1.48)$$

$$\vec{u}_s(x_3) = Re\left[U_{s1}\, exp(jw(t + x_3 / v_s) + u_{s2}\, exp(jw(t - x_3 / v_s)\right].\vec{a}_s \qquad (1.49)$$

Où ω est la fréquence radiale au temps t. $\vec{u}_L$ et $\vec{u}_s$ sont les déplacements mécaniques de l'onde quasi-longitudinale et de l'onde quasi-transversale respectivement. V_l et V_s sont leurs vitesses respectives, elles sont données par :

$$V_l = \left[\frac{c^*_{33} + c^*_{55}}{2\rho}\right] + \sqrt{\left(\frac{c^*_{33} - c^*_{55}}{2\rho}\right) + \left[\frac{c^*_{35}}{\rho}\right]} \qquad (1.50)$$

$$V_s = \left[\frac{c_{33}^* + c_{55}^*}{2\rho}\right] - \sqrt{\left(\frac{c_{33}^* - c_{55}^*}{2\rho}\right) + \left[\frac{c_{35}^*}{\rho}\right]} \qquad (1.51)$$

U_{l1}, U_{l2}, U_{s1}, U_{s2} sont des amplitudes arbitraires, $\vec{a}_l$ et $\vec{a}_s$ dont l'expression dépend de $\vec{a}_1$ et $\vec{a}_3$ dont les expressions sont :

$$\vec{a}_l = \vec{a}_1 \sin\alpha + \vec{a}_3 \cos\alpha \qquad (1.52\text{-a})$$

$$\vec{a}s = \vec{a}_1 \sin\alpha - \vec{a}_3 \cos\alpha \qquad (1.52\text{-b})$$

Où α représente l'angle entre $\vec{a}_1$ et l'axe x3 donné par :

$$tan\, g\alpha = \frac{2c_{35}^*}{c_{33}^* - c_{55}^*} \qquad (1.53)$$

Cet angle montre que le déplacement du vecteur $\vec{u}_L$ est incliné par rapport à la direction de propagation. La polarisation de $\vec{u}_s$ n'est pas tout à fait perpendiculaire à la direction de propagation mais inclinée d'un angle α. En général, le déplacement n'est ni purement transversal ni purement longitudinal. C'est la raison pour laquelle on dit que le mode excité est quasi-transversal ou quasi-longitudinal.

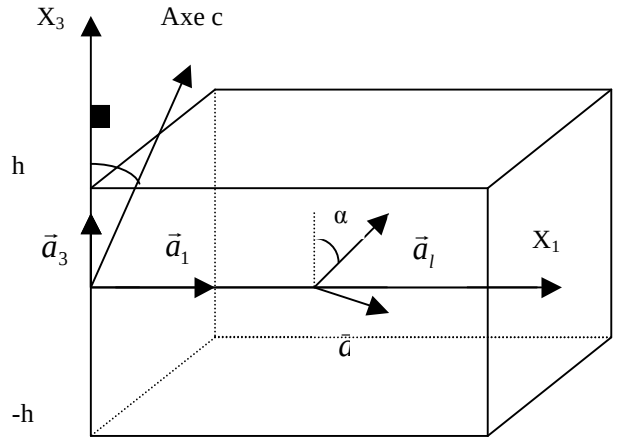


Figure 1.13 : FBAR simple avec AlN à axe c incliné d'épaisseur 2h avec des électrodes d'épaisseurs infinitésimales

1.5.3. Impédance électrique et le coefficient de couplage pour un résonateur simple

Dans cette partie est calculée l'expression de l'impédance électrique dans le cas d'un résonateur avec comme film piézoélectrique de l'AlN à axe c incliné et des électrodes de l'ordre de quelques nanomètres. En tenant compte des résultats de la section précédente pour des conditions aux limites adéquates, les électrodes entre les deux faces du résonateur doivent être parfaitement conductrices et infiniment minces. L'épaisseur du résonateur est 2h (voir figure 1.13). Pour résoudre l'équation d'impédance, deux conditions aux limites sont considérées. La première, en l'absence de contrainte mécanique sur les électrodes. La seconde en appliquant un courant électrique sinusoïdal entre les électrodes. Le dispositif est dirigé selon les axes x1et x2 et le champ électrique est parallèle à l'axe x3.

Pour déterminer le mouvement d'un résonateur si on envoie un courant I avec la fréquence ω .

$$I = I_0 \exp(j\omega t) \tag{1.55}$$

Le déplacement électrique D_3 relatif à un courant électrique est donné par :

$$D_3 = \frac{I_0}{j\omega A}\exp(j\omega t) = D_{30}\exp(j\omega t) \tag{1.56}$$

La déviation totale représente la somme des ondes planes (1.48) et (1.49), dont l'expression est la suivante :

$$\vec{u}(x_3) = \vec{u}_l(x_3) + u_s(x_3) \tag{1.57}$$

$$\vec{u}_3 = \vec{a}_3(u_{L0}(x_3)\cos\alpha - u_{s0}(x_3)\sin\alpha) + \vec{a}_1(u_{L0}(x_3)\sin\alpha + u_{s0}(x_3)\cos\alpha)$$
$$\text{tel que}\begin{cases} u_3 = u_{L0}(x_3)\cos\alpha - u_{s0}(x_3)\sin\alpha \\ u_1 = u_{L0}(x_3)\sin\alpha + u_{s0}(x_3)\cos\alpha \end{cases} \tag{1.58}$$

La solution pour le potentiel électrique est obtenue en faisant une double intégration de l'équation (1.44)

$$\varphi(x_3) = \frac{e'_{35}}{\varepsilon'_{33}}u_1(x_3) + \frac{e'_{33}}{\varepsilon'_{33}}u_3(x_3) + ax_3 + b \tag{1.59}$$

Où a et b sont des constantes, vu qu'on ne s'intéresse seulement à la différence de potentiel entre $x_3 = h$ et $x_3 = -h$, on peut considérer que b est nul. En remplaçant l'équation (1.21) dans le cas du déplacement électrique D_3, on trouve :

$$a = -\frac{d_{30}}{\varepsilon'_{33}}\exp(j\omega t) \tag{1.60}$$

Les composantes $T_{33}(x_3)$ et $T_{31}(x_3)$ peuvent être obtenues en intégrant la loi de Newton (1.26) le long de la direction x_3 et en prenant en compte les termes appropriés de l'équation.

$$T_{33} = \int \rho \frac{\partial^2 u_3}{\partial t^2} dx_3 \tag{1.61}$$

$$T_{31} = \int \rho \frac{\partial^2 u_1}{\partial t^2} dx_3 \tag{1.62}$$

Si on considère les équations (1.17) et (1.59), Ces équations peuvent être formulées comme suit :

$$\begin{aligned} T_{31} &= j\omega Z_l \exp(jwt)\sin\alpha\left[U_{L1}\exp\left(j\omega x_3/v_L\right) - U_{L2}\exp\left(-j\omega x_3/v_L\right)\right] \\ &+ j\omega Z_s \exp(jwt)\sin\alpha\left[U_{s1}\exp\left(j\omega x_3/v_s\right) - U_{s2}\exp\left(-j\omega x_3/v_s\right)\right] - e'_{35}a \end{aligned} \tag{1.63}$$

$$\begin{aligned} T_{33} &= j\omega Z_l \exp(jwt)\sin\alpha\left[U_{L1}\exp\left(j\omega x_3/v_L\right) - U_{L2}\exp\left(-j\omega x_3/v_L\right)\right] \\ &+ j\omega Z_s \exp(jwt)\sin\alpha\left[-U_{s1}\exp\left(j\omega x_3/v_s\right) + U_{s2}\exp\left(-j\omega x_3/v_s\right)\right] - e'_{33}a \end{aligned} \tag{1.64}$$

Les grandeurs Z_L et Z_S sont respectivement les expressions des impédances acoustiques de la composante quasi-longitudinale et quasi-transversale :

$$Z_L = \rho V_L \tag{1.65}$$

$$Z_S = \rho V_S \tag{1.66}$$

Les conditions aux limites pour la contrainte dans le cas d'un FBAR simple sont :

$$T_{33}(h) = T_{33}(-h) = 0 \tag{1.67}$$

$$T_{31}(h) = T_{31}(-h) = 0 \tag{1.68}$$

En appliquant ces conditions aux limites aux équations (1.61) et (1.66) en plus de considérations algébriques, on obtient l'expression de U_{L1}, U_{S1}, U_{L2} et U_{S2} :

$$U_{L1} = -U_{L2} = U_l = \frac{\left(e'_{33}\cos\alpha + e'_{35}\sin\alpha\right)a}{2j\omega Z_L \cos(\omega h / v_L)\exp(j\omega t)} \qquad (1.69)$$

$$U_{S1} = -U_{S2} = U_l = \frac{\left(e'_{35}\cos\alpha + e'_{33}\sin\alpha\right)a}{2j\omega Z_s \cos(\omega h / v_s)\exp(j\omega t)} \qquad (1.70)$$

Vu que l'interface entre l'air et l'électrode est un réflecteur idéal et que la structure est symétrique, les amplitudes des ondes sont égales. Ces deux expressions peuvent maintenant être introduites dans l'expression (1.58) pour trouver les expressions complètes de $u_3(x_3)$ et $u_1(x_3)$. Ces expressions peuvent être introduites dans l'équation (1.71) du potentiel électrique entre l'électrode du bas et l'électrode du haut. La différence de potentiel entre ces deux électrodes ($x_3=h$ et $x_3=-h$) peut être déterminée après plusieurs simplifications algébriques :

$$\varphi(h) - \varphi(-h) = 2ah.\left[1 - \frac{\left(e'_{33}\cos\alpha + e'_{35}\sin\alpha\right)^2}{\omega Z_l h \varepsilon'_{33}}\tan(\omega h / v_l) - \frac{(e'_{35}\cos\alpha - e'_{33}\sin\alpha)^2}{\omega Z_s h \varepsilon'_{33}}\tan(\omega h / v_s)\right] \qquad (1.71)$$

Finalement, l'impédance électrique Z du résonateur dépend de la différence de potentiel entre les deux électrodes quand on envoie un courant électrique I :

$$Z = \frac{\varphi(h) - \varphi(-h)}{I} = \frac{\varphi(h) - \varphi(-h)}{jwAa\varepsilon'_{33}} \qquad (1.72)$$

$$Z = \frac{1}{j\omega C}.\left[1 - K_L^2 \frac{\tan(\omega h / v_l)}{(\omega h / v_l)} - K_s^2 \frac{\tan(\omega h / v_s)}{(\omega h / v_s)}\right] \qquad (1.73)$$

C étant la capacité de la couche piézoélectrique :

$$C = \frac{A\varepsilon'_{33}}{2h} \qquad (1.74)$$

Et :

$$K_L^2 = -\frac{\left(e'_{33}\cos\alpha + e'_{35}\sin\alpha\right)^2}{\varepsilon'_{33}\rho v_l^2} \qquad (1.75)$$

$$K_L^2 = -\frac{\left(e'_{33}\cos\alpha - e'_{35}\sin\alpha\right)^2}{\varepsilon'_{33}\rho v_S^2} \qquad (1.76)$$

K_L^2 et K_S^2 sont les coefficients de couplage électromécaniques du mode longitudinal et transversal respectivement.

En ce qui concerne l'AlN et le ZnO, la valeur du coefficient de couplage électromécanique dépend de l'angle d'inclinaison de l'axe c pour les deux modes (longitudinal ou transversal).

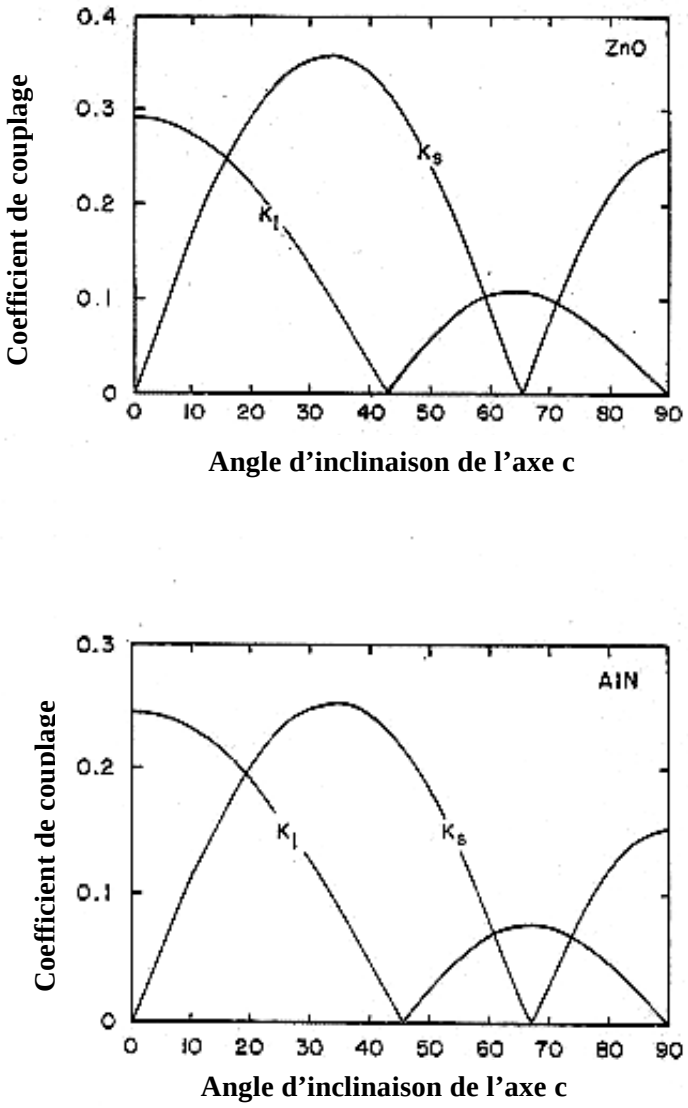


Figure 1.14 : Variation du coulage électromécanique en fonction de l'angle d'inclinaison de l'axe c [25].

1.5.4. La réponse fréquentielle d'un résonateur piézoélectrique

La réponse en fréquence dans un FBAR est constituée d'une résonance (appelée aussi résonance parallèle) et d'une anti-résonance (appelée résonance série). La fréquence de résonance parallèle d'un FBAR multicouches sans pertes lorsque l'impédance devient infinie, sachant que dans le cas général, l'impédance est donnée par l'équation :

$$Z = \frac{1}{j\omega C}.\left[1 - K_{eff}^{2}\,\frac{tan\left(\omega h_{eff}\,/\,v_{eff}\right)}{(\omega h_{eff}/\,v_{eff}\,)}\right] \qquad (1.77)$$

A partir de cette équation, on définit la fréquence de résonance comme suit :

$$F_r = \frac{V_{eff}}{2h_{eff}} \qquad (1.78)$$

La fréquence série est donnée lorsque l'impédance équivalente tend cers zéro. La relation ente la résonance série et la résonance parallèle est représentée par le couplage électromécanique [26] :

$$K_{eff}^{2} = \left(\frac{\pi}{2}\right)^{2}\frac{f_s - f_p}{f_p} \qquad (1.79)$$

Le couplage électromécanique est un coefficient qui permet de déterminer la faculté du film piézoélectrique à transformer l'énergie mécanique en énergie électrique.

Pour réaliser un filtre efficace, il faut que la largeur de la bande entre la fréquence série et la fréquence parallèle soit maximum.

Le facteur de qualité Q est donné par l'équation [27] :

$$Q_{f_x} = \frac{f_s}{2}\left|\frac{d\angle Z_{in}}{df}\right|_{f_x} \qquad (1.80)$$

où $\angle Z_{in}$ est la phase de la réponse exprimée en radian et fx correspond soit à f_p soit à f_s.

$$Q = \frac{Q_s}{2}\left[2 - \frac{1 + \frac{f_p^2}{F_s^2}}{1 + Q_s^2\left(\frac{f_p^2}{f_s^2} - 1\right)}\right] \approx Q_s\left[1 - \frac{1}{Q_s^2 K_{eff}^4}\right] \qquad (1.81)$$

Les résonateurs à ondes acoustiques de volume peuvent être modélisés par un circuit électrique équivalent au circuit RLC (références) suivant le modèle de Butterworth-Van Dyke.

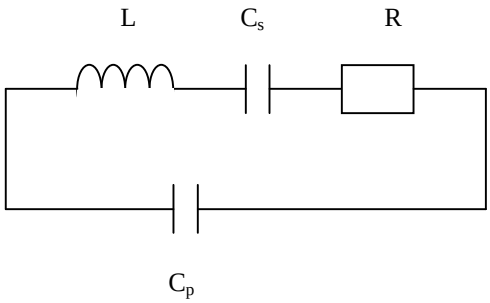


Figure 1.15 : Schéma électrique équivalent d'un résonateur FBAR

C'est une bobine en série avec une résistance et une capacité, le tout en parallèle avec une capacité (figure 1.15). On appellera C_s est la capacité en série avec la bobine, et C_p la capacité en parallèle. A partir de ce montage, on peut déterminer l'impédance équivalente :

$$Y_Q = jC_P\omega + \frac{1}{jL\omega + \frac{1}{jC_s\omega}} \qquad (1.82)$$

La pulsation de résonance en série correspond à une impédance totale qui tend vers la valeur zéro :

$$\omega_s = \frac{1}{\sqrt{LC}} \qquad (1.83)$$

La pulsation de résonance en parallèle correspond au cas où l'impédance totale tend vers l'infini :

$$\omega_p = \frac{1}{\sqrt{LC_{eq}}} \tag{1.84}$$

Avec :

$$C_{eq} = \frac{C_s C_p}{C_s + C_p} \tag{1.85}$$

Si :

$$C_p >> C_s ,$$

$$\frac{\omega_p^2}{\omega_s^2} = \frac{1}{LC_{eq}}.LC = 1 + \frac{C_s}{C_p} \tag{1.86}$$

Les valeurs des deux pulsations sont donc très proches, C_p étant largement supérieure à C_s.

Lorsqu' on applique un champ électrique dans la direction de l'axe (O_Z) et si l'orientation de la maille élémentaire présente une certaine inclinaison, il résulte une déformation mécanique qui va générer une onde de cisaillement avec une certaine vitesse V.

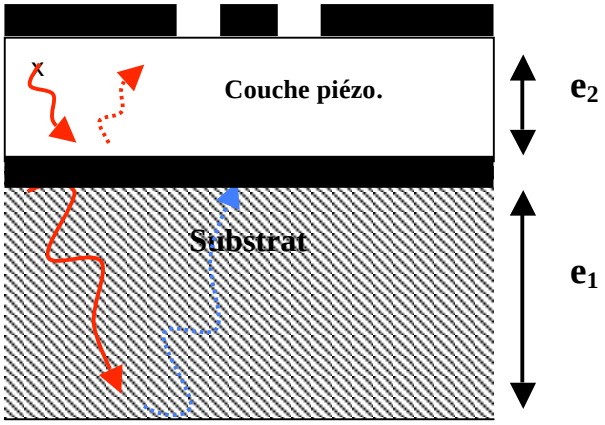


Figure 1.16 : Structure du résonateur à mode supérieur (HBAR) constitué d'une couche piézoélectrique déposé sur un substrat à double faces polies afin de multiplier les réflexions dans l'intérêt de minimiser les pertes d'énergie et sur laquelle sont inscrits les motifs

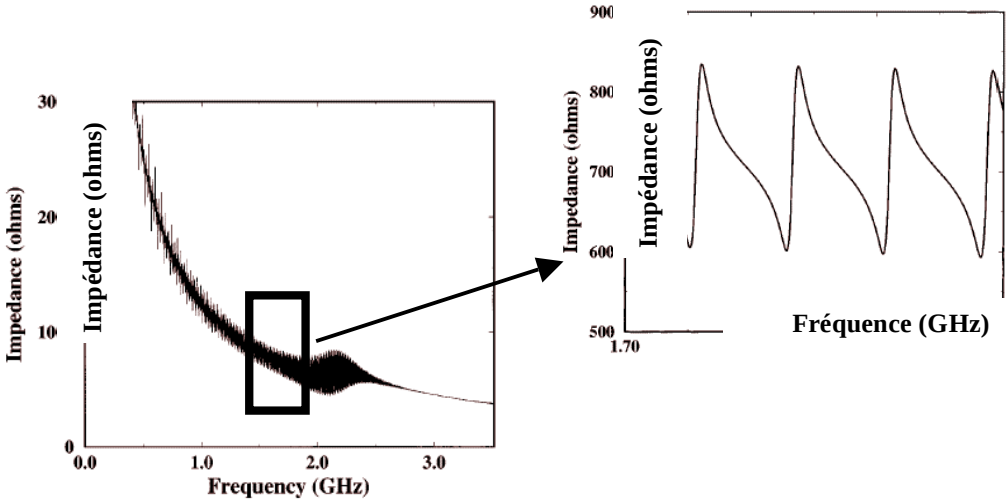


Figure 1.17 : Réponse fréquentielle dans les résonateurs à mode supérieur.

L'espacement entre les pics de résonance dans les dispositifs à mode supérieur (Over-modes resonators) permet de connaître le mode prédominant excité, qui dépend de la vitesse de propagation des ondes et de l'épaisseur du substrat. En connaissant la vitesse de propagation des ondes excitées (longitudinales ou transversales) à travers le substrat, il est possible de calculer la fréquence Δf qui s'additionne à la fréquence de résonance du dispositif :

$$\Delta f = V/2e1 \qquad (1.87)$$

V étant la vitesse de propagation des ondes dans le substrat et *e1* son l'épaisseur (figure 1.16).

1.6. CONCLUSION

Dans ce premier chapitre, nous avons abordé l'état de l'art se rapportant à la croissance de couches minces piézoélectriques de nitrure d'aluminium cristallisant dans la structure hexagonale à axe c incliné (les approches de croissance, l'angle d'inclinaison, etc) la fabrication de dispositifs à ondes élastiques de surface et de volume fonctionnant en mode de cisaillement. Les différentes configurations de ces dispositifs, leur principe de fonctionnement et leurs caractéristiques électriques (couplage électromagnétique, facteur de qualité, etc) ont ensuite été présentés.

Dans ce chapitre une étude théorique détaillée de la propagation des ondes élastiques dans un matériau piézoélectrique dans un dispositif à onde acoustique de volume de type FBAR à base de nitrure d'aluminium à axe c incliné a été abordée. L'équation de la

piézoélectricité a été appliquée au cas où la couche piézoélectrique d'AlN cristallise dans la structure hexagonale à axe c perpendiculaire et ensuite au cas où l'axe c est incliné.

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE 1

[1] W. King, Anal. Chem. 36, (1964). 1735.

[2] A. Talbi, F. Sarry, L. Le Brizoual, O. Elmazria, P. Alnot, IEEE Trans. Ultrason., Ferroelec., Freq. Contr. 51, 1421 (2004); J.Weber, M. Link, R. Primig, D. Pitzer, M. Schreiter, Proc. IEEE Ultrason. Symp., (2005), 1258.

[3] B. Assouar, Etude de dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) à structure multicouche nitrure d'aluminium/diamant : croissance de matériaux en couches minces et technlogie de réalisation ; thèse de doctorat, Université de Nancy, 2001.

[4] R.S. Naik, R. Reif, J.S. Lutsky and C.G. Sodni, Low temperature deposition of highly textured aluminum nitride by direct current magnetron sputtering for application in thin film resonators. J. Electrochem. Soc. 146, (1999), 691.

[5] M.A. Dubois and P. Muralt , Properties of aluminum nitride thin films for piezoelectric transducers and microwave filter applications. Appl. Phys. Lett. 74, (1999), 3023.

[6] Dubois, M. A., Muralt, P., Matsumoto, H. and Plessky, V., Solidly mounted resonator based on aluminum nitride thin film. 1998 IEEE Ultrasonics Symposium, (1998), 909.

[7] Osbond, P., Beck, C. M., Brierley, C. J., Cox, M. R., Marsh, S.P. and Shorrocks, N. M., "Influence of ZnO and electrode thickness on the performance of thin film bulk acoustic wave resonators". 1999 IEEE Ultrasonics Symposium, Lake Tahoe, 1999, 911.

[8] M. Link, M. Schreiter, J. Weber, D. Pitzer, R. Primig, M. B. Assouar, O. Elmazria, Proceeding IEEE Ultrasonics (2005), 202.

[9] C.C. Hsueh, T. Tamagawa, C. Ye, A. Helegeson and D.L. Polla , Sol gel derived ferroelectric films in silicon micromachining. Integrated Ferroelectrics 3 (1993), 21.

[10] D. Royer et E. Dieulsaint, "Ondes élastiques dans les solides" Tome 1, Masson, 1996.

[11] D. Royer et E. Dieulsaint "Ondes élastiques dans les solides" Tome 2, Masson, 1999.

[12] T. Kadoma, H. Kawabata, Y. Yasuhara, H. Sato, "Design of low-loss SAW filters employing distributed acoustic reflection transducers", IEEE Ultrason. Sympos. Proc., (1986), 59.

[13] F. Martin, M.-E. Jan, B. Belgacem, M.-A. Dubois, P. Muralt, Thin Solid Films 514 (2006), 341.

[14] J. Bjurström, G. Wingqvist, I. Katardjiev, Proceeding IEEE Ultrasonics (2005), 321.

[15] G. Wingqvist, J. Bjurstrom, L. Liljeholm, V. Yantchev, I. Katardjiev, Sensors and Actuators B 123 (2007), 466.

[16] H.P. Löbl, M. Klee, C. Metzmacher, W. Brand, R. Milsom, P. Lok, F.van Straten, Proceeding IEEE ultrasonics (2001), 807.

[17] Sang-Hee Kim and Jong-Heon Kim, J. Vac. Sci Technol. B19 (4) (2001), 1164.

[18] C.J Sheng, Y.C. Chen, CC Cheng, K.S Kao, IEEE transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and frequency Control. vol. 55 (2004), 857.

[19] J. Y. park, H.M. Lee, H.C Lee, K.H. Lee, YJ Ko, JH Shin, SH Moon and JU BU, IEEE, MTT-S Digest (2003), 2005.

[20] G. Yoon and J.D Park, Electronic letters 36 (2000), 1453.

[21] E. Gaboriaud, « Etude des résonateurs piézoélectriques dans les domaines des microondes : application au filtrage», thèse de Doctorat, Université de Limoges, 2004.

[22] H. Zhang and E.S. Kim, IEEE Ultrasonics Symposium (2002), 20.

[23] K.M. Lakin, K.T McCarron, RE Rose, IEEE Ulrasonics Symposium (1995), 905.

[24] C. Deger, E Born, H. Angerer, D. Ambacher, M. Stutzmann, J. Horsteiner; E. Riha and G. Fischeraur, Applied Physics letter 72 /17 (1998), 2400.

[25] J. S. Wang, K.M. Lakin and A R Landin, IEEE (1983), 144.

[26] K. M. Lakin, IEEE Trans. Ultrason., Ferroelec., Freq. Contr. 52 (2005), 707.

[27] J. J. Lutsky, A sealed cavity thin-film acoustic resonator process for RF bandpass filters, Thèse de doctorat, MIT (1997).

[28] Valid for small deformations: J. Rosenbaum, Bulk Acoustic Wave Theory and Devices, Artech House, Norwood, MA (1988).

[29] N.F. Foster, G.A. Coquin, G.A. Rozgonyi, F.A. Vannatta, IEEE trans.Sonics Ultrason., S-U-15 (1968), 28.

[30] H. P. Löbl, M. Klee, R. Milsom, R. Dekker, C. Metzmacher, W. Brand, P. Lok. Journal of the European ceramic Society 21 (2001), 2633.

[31] C-S Chen, B-H Hwang, H-Y Lu, T-C Hsu. J. Phys. D: Appl. Phys. 2002 (35), 2608.

[32] F. Martin, M-E. Jan, S. Rey-Mermet, B. Belgacem, D. Su, M. Cantoni, P. Muralt, IEEE Trans. Ultras. Ferro. Freq. Contr. 53/7 (2006), 1339.

CHAPITRE 2

Technologie de fabrication des systèmes à ondes acoustiques de surface et de volume

2.1. INTRODUCTION

Il existe différentes techniques de croissance des couches minces, dont l'épaisseur varie de quelques couches atomiques à quelques microns, pouvant être classifiées selon le coût de l'installation, le type de l'atmosphère (milieu sous vide poussé, sous plasma, sous gaz réactifs) et selon le processus mis en jeu (techniques physiques ou chimiques).

La diversité des techniques de croissance permettent l'élaboration de films minces présentant des propriétés physico-chimiques, thermo- électriques, acoustiques et optiques différentes et de fabriquer une grande variété de microstructures.

L'orientation cristalline, la taille des grains, les défauts, la composition et la morphologie sont fortement influencés par la procédure de croissance.

Les principales techniques utilisées pour déposer des couches minces sous vide font appel à la technique de dépôt chimique en phase vapeur CVD (Chemical Vapor Deposition) et de dépôt physique en phase vapeur PVD (Physical Vapor Deposition). Le choix d'un substrat adapté est également d'une importance capitale, il est important qu'il présente une compatibilité chimique avec le matériau (pas de réactions chimiques entre le substrat et le matériau).

La lithographie électronique permet également d'effectuer des motifs sur des couches minces par la technique de microscopie électronique à effet de champ.

La lithographie (optique ou électronique) est une étape importante dans la technologie de fabrication des dispositifs à ondes acoustiques. Cette technique consiste à effectuer des dépôts métalliques de contact ou d´interconnexion par l'utilisation de résines photosensibles.

Ce second chapitre traite des différentes techniques de croissance des films minces et les procédés technologiques de fabrication des dispositifs à ondes acoustiques faisant appel aux techniques de lithographie et de gravure. La technique de la pulvérisation cathodique (principe physique, dispositif expérimental), utilisée pour la croissance de la couche piézoélectrique et de la couche métallique, sera particulièrement détaillée.

Dans la partie technologie de fabrication, nous aborderons les différentes étapes de photolitgraphie et de gravure. La lithographie électronique qui consiste à effectuer des contacts par microscope électronique à effet de champ sera abordée brièvement.

2.2. TECHNIQUES DE CROISSANCE DES COUCHES MINCES

2.2.1. Introduction

Plusieurs techniques de croissance des couches minces ont été mises au point ces dernières années et ont fait l'objet de nombreux travaux. Les techniques les plus utilisées pour l'élaboration des couches minces d'AlN sont les suivantes : la MBE (Molecular Beam Epitaxie ou Epitaxie par jets moléculaires) [1], la MOCVD (Dépôt chimique en phase vapeur par organométalliques) [2, 3, 4], La PLD (Pulsed Laser Deposition) [5, 6, 7], ou encore la pulvérisation réactive (PVD) [8, 9, 10, 11].

L'orientation cristalline est d'une grande importance dans les systèmes à ondes acoustiques, l'axe c doit être orienté correctement par rapport aux électrodes métalliques pour pouvoir exciter l'onde acoustique. De plus, on s'aperçoit des études cristallographiques, qu'il n'est pas possible d'utiliser n'importe quel métal avec tous les matériaux piézoélectriques. Des études concernant des métaux différents tels que : Al, Cu, Ti et Mo [12] ont montré que l'orientation du film d'AlN est fortement dépendante du substrat métallisé sur lequel le film va se déposer.

2.2.2. La technique de dépôt chimique en phase vapeur (CVD)

En ce qui concerne les dépôts chimiques assistés en phase vapeur (CVD), il existe 3 catégories de type d'activation de la réaction chimique :

- Les procédés thermiquement activés par effet joule ou par irradiation
- Les procédés activés par plasma ou PECVD (plasma enhanced CVD).
- Les procédés activés par photons.

Les différences entre les techniques se caractérisent essentiellement par 3 paramètres :

- La pression dans le réacteur
- La géométrie du réacteur et le mode de chauffage
- La nature des espèces réactives produites

2.2.2.1. La technique de la (MO-CVD)

Ce procédé consiste à effectuer un dépôt sur un substrat par une méthode qui consiste à créer des réactions chimiques entre un mélange gazeux formé à partir d'organométalliques (MO-CVD) dilués dans un gaz porteur en concentration connue, sur un substrat chauffé. La décomposition thermique du mélange au dessus du substrat libère des éléments qui interviennent dans la structure des couches.

Cette technique nécessite des températures très élevées (de l'ordre de 1000°C). Ses inconvénients sont la toxicité, la variation de la pureté des sources organométalliques et les dangers liés aux produits utilisés, la contamination éventuelle par les atomes et les réactions parasites intervenant dans les différents produits utilisés.

Il est possible d'utiliser cette technique à pression atmosphérique (APCVD). Dans ce cas, le réacteur utilisé est relativement simple et permet de déposer des films à une grande vitesse, mais la qualité des couches obtenues est nettement inférieure à celle obtenues sous vide. Cette technique est utilisée pour déposer des oxydes à basse température ou pour la croissance epitaxiale.

Pour ce qui est des précurseurs utilisés pour le nitrure d'aluminium, l'azote provient soit du diazote gazeux N_2, soit de l'ammoniac NH_3 et l'aluminium est produit à partir d'halogénures tels le trichlorure d'aluminium ($AlCl_3$), le tribromure d'aluminium ($AlBr_3$) et les organométalliques tels le (TMA : $Al(CH_3)_3$), le TIBA :$Al(C_4H_9)_3$ et le TEA :$Al(C_2H_5)_3$.

2.2.2.2. CVD assistée par plasma (PECVD)

Le principe de fonctionnement de la PECVD consiste à envoyer un champ électrique alternatif (50Hz à 13.5 MHz) qui interagit primairement avec les électrons du gaz dans la chambre de la PECVD, les électrons entrent en collisions élastiques et inélastiques avec les molécules de gaz. Les électrons perdent une partie de leur énergie. Si cette énergie est supérieure au seuil d'excitation ou d'ionisation des espèces gazeuses présentes comme par exemple 11.56 eV pour l'excitation et 15.8 eV pour l'ionisation de l'argon (Ar). Les espèces fortement excitées comme les atomes neutres excités et des radicaux libres contribuent à la génération d'ions et d'électrons supplémentaires.

La PECVD permet de déposer des matériaux non cristallins comme les oxydes de silicium, ainsi que des matériaux cristallins comme le silicium polycristallin. Les couches peuvent être déposées à température ambiante, ce qui permet de mieux contrôler les dopants du silicium.

2.2.2.3. CVD Laser

En CVD laser, la réaction est initiée par l'énergie thermique fournie par le laser ou par excitation des molécules par radiation UV.

Il existe le CVD laser thermique dans lequel le laser chauffe un substrat absorbant et aucune énergie n'est absorbée par les molécules de gaz.

En CVD photo- laser, la lumière active les gaz précurseurs en cassant les liaisons chimiques des molécules des gaz. L'élaboration des couches se fait à température ambiante vu que les réactions sont activées par des photons.

2.2.3. Dépôt physique en phase vapeur PVD

Le dépôt en PVD (Physical Vapor Deposition) présente quelques avantages par rapport au dépôt chimique en phase vapeur. Les films sont denses, le processus est facile à contrôler et n'entraîne pas de pollution. Il existe différentes techniques utilisant le PVD comme processus de dépôt : l'évaporation, l'ablation laser et la pulvérisation cathodique.

2.2.3.1. L'évaporation

Cette méthode consiste simplement à évaporer ou à sublimer le matériau à déposer dans un creuset sous vide en le chauffant à haute température. Le matériau évaporé est déposé par condensation sous forme de film sur le substrat à recouvrir. Pour chauffer le matériau, on utilise soit un filament réfractaire par effet Joule, un faisceau d'électrons intense et énergétique, entre 5 à 10 keV ou un laser. Le premier sert à l'évaporation de matériau facile à fondre et le deuxième sert à l'évaporation de matériaux réfractaires. La vitesse de dépôt dépend de la température de la source, de la distance entre le creuset et le substrat mais aussi du coefficient de collage des espèces évaporées sur le substrat. Cette vitesse varie classiquement de 1nm/min à 10 µm/min.

La technique d'épitaxie par jet moléculaire, appelée MBE pour Molecular Beam Epitaxy est utilisée pour déposer des couches d'oxydes et de nitrures sur les wafers. Elle consiste à

évaporer simultanément sous un vide poussé de l'ordre de 10^{-8} mbar les composants des couches à réaliser, placées dans des creusets chauffés par effet Joule de haute précision.

En contrôlant séparément les vitesses d'évaporation des différents creusets, il est possible de déposer sur le substrat des couches d'alliages des différents constituants.

La structure cristalline est ensuite transmise à la couche déposée par cuisson à des températures soigneusement choisies (recuit des couches déposées).

2.2.3.2. L'ablation laser

Le principe de l'ablation laser consiste à irradier une cible d'un matériau donné par un faisceau laser focalisé. Au-dessus du seuil d'ablation des atomes, des électrons, des agglomérats et des amas sont éjectés de la surface et il apparaît un plasma qui a une très forte densité de particules et une température d'excitation élevée.

La puissance du laser nécessaire pour produire le plasma dépend du matériau de la cible, de sa morphologie et de la longueur d'onde du laser. La puissance peut atteindre quelques dizaines, voir centaines de watts. Le plasma, ensuite condensé sur un substrat chauffé à une température élevée pour assurer la cristallisation du matériau. La température de cristallisation d'une couche mince peut être considérablement réduite par rapport à celle du matériau massif.

L'ablation laser est une technique de dépôt de couches minces permettant d'obtenir des films de grande qualité mais présente l'inconvénient d'être unidirectionnelle.

2.2.3.3. La pulvérisation cathodique

a- Historique

Grove et Plucker montrèrent que l'établissement d'une décharge électrique entre deux électrodes conductrices placées dans une enceinte où règne une pression réduite de gaz inerte, entraînait l'apparition à l'anode d'une couche mince du composé constituant l'électrode opposée. Ce phénomène, longtemps perçu comme l'effet limitatif de la durée de vie des tubes à gaz, ne fut repris que cent ans plus tard pour être étudié et développé pour la croissance des couches minces. Cette technique appelée pulvérisation cathodique a permis d'obtenir des films minces présentant une grande homogénéité.

b- Principe général

La pulvérisation cathodique (ou sputtering) est une technique peu coûteuse qui consiste à déposer une ou plusieurs couches minces à partir de la condensation d'une vapeur métallique issue d'une plaque métallique (appelée cible) sur un substrat.

L'application d'une différence de potentiel entre la cible (figure 2.1.) et les parois du réacteur au sein d'une atmosphère raréfiée permet la création d'un plasma froid, composé d'électrons, d'ions, de photons et de particules neutres dans un état fondamental ou excité.

Un plasma est défini comme un gaz partiellement ionisé contenant un nombre égal de charges positives et négatives. On utilisera un plasma composé d'un gaz inerte, c'est-à-dire non réactif chimiquement et si nécessaire d'un gaz réactif. On préfère le plus souvent utiliser l'argon plutôt que le xénon et le krypton. Ce gaz est en effet moins cher et il offre un rendement de pulvérisation supérieur à celui du néon.

Sous l'effet du champ électrique, les espèces positives du plasma se trouvent attirées par la cathode (cible) et entrent en collision avec cette dernière. Elles communiquent alors leur quantité de mouvement, provoquant ainsi la pulvérisation des atomes sous forme de particules neutres qui se condensent sur le substrat. La formation du film s'effectue selon plusieurs mécanismes qui dépendent des forces d'interactions entre le substrat et le film.

La décharge est auto-entretenue par les électrons secondaires émis de la cible. En effet, ceux-ci, lors de collisions inélastiques, transfèrent une partie de leur énergie cinétique en énergie potentielle aux atomes d'argon qui peuvent s'ioniser.

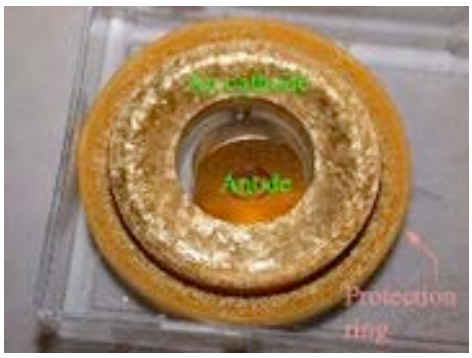
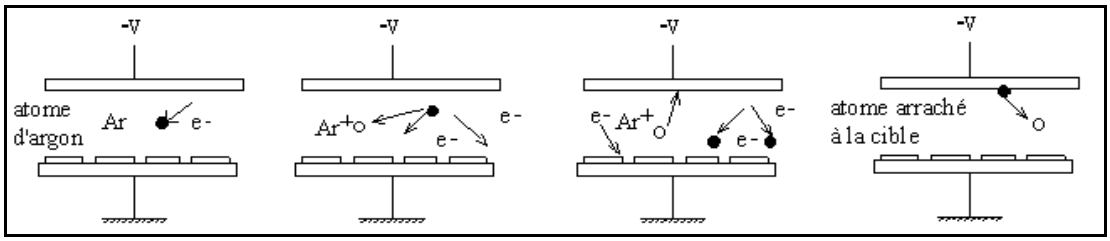


Figure 2.1 : Une cible de pulvérisation avec une géométrie typique en anneau, ici de l'or, montrant la cathode constituée du matériau à déposer, l'anode contre-électrode et un anneau extérieur pour éviter la pulvérisation du foyer qui maintient la cible.

La combinaison du métal avec des gaz comme l'azote ou le gaz carbonique permet d'obtenir des composés aux duretés extrêmement élevées.

Les ions du gaz réactif peuvent réagir avec les particules éjectées de la cible au niveau de la cible, ou au niveau du plasma ou encore au niveau du substrat pour former l'alliage par liaisons covalentes. Ils se condensent ensuite à la surface du substrat pour former la couche mince. Les mécanismes physiques de la pulvérisation sont traités dans de nombreux ouvrages dont l'un est cité en référence [13].



(a) **(b)** **(c)** **(d)**

Figure 2.2 : schéma de principe de la pulvérisation cathodique :

(a) Choc d'un électron sur un atome d'argon

(b) Ionisation de l'argon avec production d'un électron

(c) Bombardement de l'ion d'argon sur la cible, choc des électrons sur des atomes d'argon et neutralisation d'électrons.

(d) Ejection d'un atome de la cible vers les substrats.

c- L'installation de pulvérisation cathodique

Une installation de pulvérisation cathodique (figure 2.3.) est équipé de :

1. Un système de pompage avec des pompes primaires permettant d'évacuer l'air entre la pression atmosphérique 10^3 mbar et 10^{-2}mbar, et des pompes à vide poussé qui permettent d'atteindre 10^{-5} à 10^{-7}mbar sur des périodes de temps relativement courtes. Il comprend également des systèmes de jauges ou encore des systèmes analytiques ;

2. les magnétrons équipés de cibles métalliques ou se déroulent les phénomènes physiques de bombardement ;

3. les alimentations électriques qui produisent du courant continu ou pulsé ou encore radiofréquence sous haute tension (1000v) et de forte intensité (de dizaines d'ampères) ;

4. Un système d'eau chaude et un système d'eau froide afin d'adapter la température de l'enceinte aux différentes phases du process.

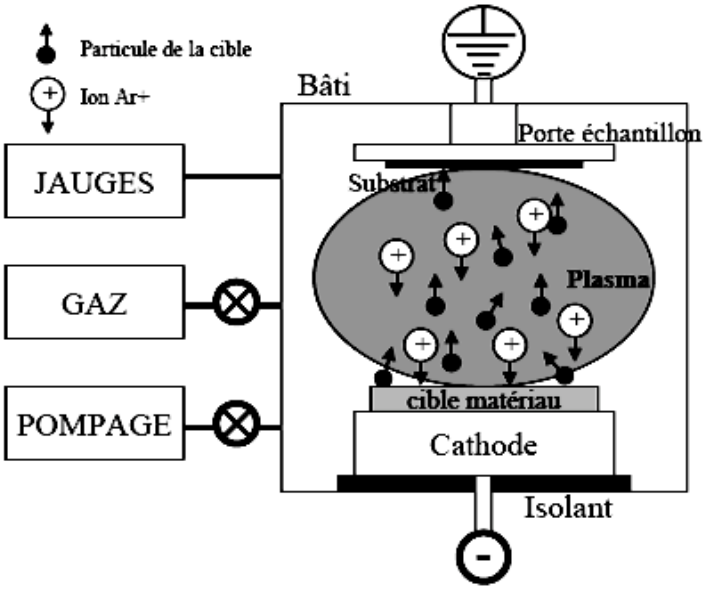


Figure 2.3 : Schéma de fonctionnement d'un bloc de pulvérisation cathodique

2.2.3.4. Les divers systèmes de pulvérisation

a- Source diode

La technique de pulvérisation la plus simple utilise la source « diode » faisant appel à deux électrodes, une anode et une cathode, séparées par une distance de quelques centimètres seulement, et polarisées par une tension continue ou RF (13.56 Mhz) de l'ordre de 500 à 1200 volts.

Le système est en premier lieu mis sous vide jusqu'à 10^{-7} mbar environ de façon à nettoyer la chambre des molécules indésirables. Les wafers sont placés en vis-à-vis de la cible (cathode polarisée négativement). Un gaz neutre comme l'argon est alors introduit dans la chambre de réaction. Sous l'influence de la tension de polarisation, les atomes du gaz s'ionisent :

$$Ar \longrightarrow Ar^{++}1e^{-}$$

Les atomes Ar+ sont attirés par la cathode qu'ils viennent bombarder. Si l'énergie de ces ions est suffisamment forte pour asser les liaisons entre les atomes de la surface de la cible, ceux-ci sont libérés et vont se déposer sur les wafers qui sont placées sur leur trajectoire.

Le procédé diode en tension continue (DC) qui est bien représenté par la figure 2.4. n'est plus beaucoup utilisé car la vitesse de dépôt est faible et seuls les matériaux conducteurs peuvent être déposés. Au cours de la pulvérisation de matériaux isolants, les charges positives s'accumulent sur la cathode et la tension entre les électrodes chute rapidement, provoquant l'arrêt de la pulvérisation ce qui ralentit la vitesse de croissance des couches.

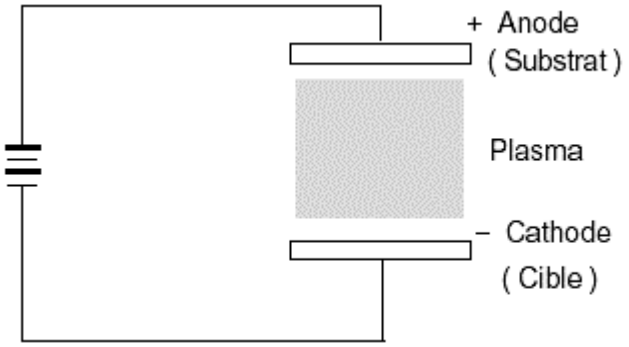


Figure 2.4 : Le système de pulvérisation de type diode a courant continu

Avec ce système et une tension de polarisation continue, tous les matériaux conducteurs peuvent être déposés. Pour les diélectriques comme c'est le cas du nitrure d'aluminium, il faut utiliser une tension alternative radiofréquence. Les électrons créés par l'ionisation des molécules de gaz, conduisent à un léger échauffement des substrats qu'un système un peu plus évolué permet de réduire.

b- Source magnétron

Afin d'augmenter la densité ionique au voisinage de la cible, celle-ci est équipée d'un dispositif magnétron, qui est constitué de deux aimants permanents de polarité inverse situés sous la cible. Ils créent un champ magnétique B parallèle à la surface de la cible et orthogonal au champ électrique E. La combinaison de ces deux champs donne naissance à des lignes de champ qui piègent les électrons secondaires. La force de Lorentz induite provoque un

mouvement hélicoïdal des électrons augmentant ainsi leur trajectoire et, de ce fait, leur efficacité d'ionisation (figure 2.5.).

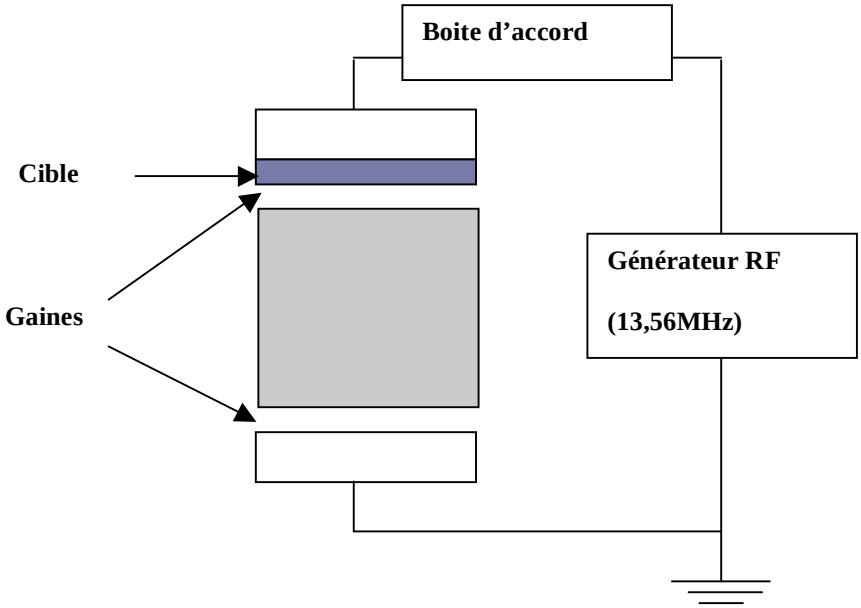


Figure 2.5 : Principe de la pulvérisation radio fréquence

Les décharges magnétron peuvent fonctionner avec une excitation continue (DC) ou avec une excitation alternative (RF). Dans les deux cas, le confinement magnétique permet d'augmenter le taux d'ionisation au voisinage de la cible. Les aimants étant situés derrière la plaque porte-cible et le champ magnétique étant de quelques centaines de gauss, la décharge luminescente est concentrée dans la zone où le champ magnétique est plus intense (figure 2.6). Une zone lumineuse circulaire est alors formée et la cible est alors bombardée d'une manière non uniforme.

La vitesse de dépôt dépend de la distance entre la cible et le substrat d'une part [13], et de la distance par rapport au centre du wafer d'autre part [14].

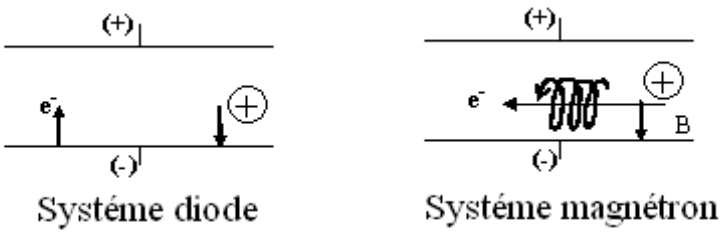


Figure 2.6 : Trajectoires électroniques [15].

Cette technique permet de multiplier les densités de courant, typiquement de 1mA/cm^2, par un facteur supérieur à 10. Toutes les collisions ne génèrent pas une ionisation, mais la densité d'ions est fortement augmentée avec un magnétron. La trajectoire des ions Ar^+ est quasi rectiligne étant donné que leur masse est grande devant celle d'un électron.

2.2.3.5. Pulvérisation réactive

A partir d'une cible de pulvérisation, qu'elle soit de configuration diode, magnétron voir triode, constituée d'un matériau quelconque, il est possible de créer des oxydes, des nitrures ou des carbures en introduisant en même temps que l'argon des gaz réactifs. L'argon est le gaz de pulvérisation le plus utilisé en pulvérisation réactive en raison de son inertie chimique. Les gaz réactifs utilisés pour déposer les nitrures sont l'azote (N_2) et l'ammoniac (NH_3), O_2 et H_2O pour les oxydes et C_2H_2 ou CH_4 pour les carbures.

Dans une décharge de pulvérisation réactive, les électrons jouent un rôle important dans la dissociation, l'excitation et l'ionisation des molécules du gaz réactif.

Dans le cas du nitrure d'aluminium, les espèces neutres (N) crées par dissociation du N_2 réagissent avec les espèces pulvérisées de la cible (Al) pour former le composé AlN.

Les espèces ioniques (Ar^+, N^+) sont accélérées vers la cathode (cible), ce qui entraîne le bombardement de la cible avec les ions Ar^+ et la formation d'AlN soit au niveau de celle-ci ou dans l'espace situé entre la cible et le substrat ou sur le substrat (figure 2.2.).

La structure cristalline de l'AlN, orientation ainsi que l'épaisseur de la couche dépendent de la vitesse de dépôt et par conséquent du taux de ces espèces ioniques dans le plasma.

Les coefficients des réactions chimiques montrent que les dosages des gaz introduits doivent être soigneusement contrôlés à l'aide de débitmètres massiques asservis par des capteurs de pression partielle.

Les avantages de cette technique sont l'augmentation de la vitesse de dépôt pour certains matériaux, la diminution de la pression de dépôt évitant le phénomène de rétrodiffusion des espèces et l'augmentation de la pureté des couches minces.

2.2.3.6. Seuil de pulvérisation

L'effet de pulvérisation n'est possible qu'à partir d'un certain niveau d'énergie de l'ion incident appelé seuil de pulvérisation. Ce niveau d'énergie dépend de l'ion incident et du matériau bombardé. Il se situe entre 10 et 30eV.

2.2.3.7. Rendement de la pulvérisation

Le rendement de pulvérisation est un paramètre souvent utilisé pour caractériser un procédé de pulvérisation. Il correspond aux nombres d'atomes éjectés par ion incident. Il dépend de la masse du gaz utilisé et de l'énergie des ions, c'est à dire de la tension de polarisation appliquée à la cible : plus cette énergie est grande, plus la vitesse de l'ion projectile est grande et plus le nombre d'atomes éjectés de la cible sera augmenté. Ce rendement est défini par :

$$S = \frac{nombre\ d'atomes\ éjectés}{nombre\ d'ions\ \text{incidents}} \qquad (2.1.)$$

Le rendement de la pulvérisation peut également être défini par la relation suivante

$$S = C\varepsilon \frac{E}{U}\left(\frac{M_t}{M_i}\right) \qquad (2.2.)$$

où :

$$\varepsilon = \frac{4M_i M_t}{M_i + M_t} \qquad (2.3.)$$

Où : C est une constante, ε la fraction d'énergie cinétique transférée à la particule cible, f une fonction quasi-linéaire du rapport des masses M_t/M_i (M_t : masse d'une particule de la cible et M_i : masse de l'ion incident), E l'énergie cinétique de l'ion incident et où U représente la chaleur de sublimation du matériau cible.

La vitesse de pulvérisation traduit la vitesse à laquelle les atomes sont arrachés de la cible. Pour avoir un ordre de grandeur, la vitesse de pulvérisation pour une cible d'Aluminium bombardée par des ions argon à 500 eV et avec une densité de courant de 1 $mA.cm^{-2}$ est de l'ordre de 63 nm/min. Il existe, de plus, une relation liant le rendement et la vitesse de pulvérisation, ρ où représente la densité du matériau, Ma sa masse atomique et J la densité de courant :

$$v = cjs\frac{Ma}{\rho} \qquad (2.4.)$$

Le rendement de pulvérisation dépend des paramètres suivants :

L'énergie des ions incidents: il augmente presque linéairement avec l'énergie des ions incidents jusqu'à environ 500eV, pour des électrons d'énergie de 1000eV, le rendement est de 0.1 à 3 atome/ion

l'angle d'incidence: il croit lorsque l'angle d'incidence décroit de 90° à 70° puis diminue lorsque l'angle d'incidence continue à diminuer.

2.2.3.8. Dispositif expérimental

Le dispositif de pulvérisation cathodique utilisé pour la croissance de nos couches minces, appelé AC 450, a été fabriqué par la société Alliance Concept et installé dans la salle blanche du laboratoire (LPMIA).

L'équipement de dépôt de nos films minces est composé d'un SAS de chargement et d'une chambre de réaction comprenant quatre cibles. Le substrat est placé sur un porte-substrat chauffant permettant de contrôler la température du dépôt. Le porte-substrat est relié à un moteur permettant de transférer le substrat du SAS vers la chambre de pulvérisation et d'une cible vers l'autre. Le vide de l'enceinte peut atteindre 2.10^{-7} mbar et le SAS peut atteindre une pression de 10^{-5} mbar pour lequel on utilise une pompe turbo moléculaire.

Le vide dans l'enceinte est obtenu grâce à un système de pompes (pompe primaire et pompe secondaire). Le vide poussé est effectué en deux étapes :

- La pompe primaire est nécessaire pour atteindre une pression d'environ 10^{-3} mbar constituée des pompes à palettes, se trouvant l'extérieure de la salle blanche.
- La pompe secondaire est sous forme d'une pompe à palette magnétique.

Pour réguler la pression et pour éviter la saturation des pompes, on utilise un système de laminage pour évacuer les gaz de l'enceinte.

Les différents composants du dispositif AC450 sont :

- L'enceinte de croissance : c'est un système de pulvérisation composé d'une chambre de réaction réalisée en acier austénitique inoxydable et d'un SAS. La chambre de réaction contient quatre cathodes, de 100mm de diamètre, sur lesquelles sont montées quatre cibles, deux d'aluminium, une de zinc et une de silicium avec une pureté de 99,99%, situées à différentes positions (45°, 135°, 225°, 315°) de 107.5 mm de diamètre et d'une épaisseur de 6.365mm. Elle contient aussi un porte-substrat chauffant et mobile pour des substrats allant jusqu'à trois pouces. La distance entre la cathode et le porte-substrat est réglable et peut atteindre 100mm. La chambre de réaction contient deux lignes pour une caractérisation in situ et une bride de montage du SAS de chargement et de déchargement.

- Le SAS de chargement : réalisé en aluminium, permet de transférer les substrats, il permet aussi d'atteindre un vide poussé dans la chambre de réaction dans un temps relativement court. Le mécanisme de transfert de commande manuelle est constitué d'un ensemble axe, levier et permet de déposer l'échantillon sur le porte-substrat. Il est isolé de la chambre de réaction par une vanne à clapet. Ce sas dispose d'orifices pour le pompage primaire et pour la jauge à vide Pirani (10mbar à 10^{-3} mbar), d'un orifice pour la pompe secondaire ALCATEL (ATP 80), d'une électrovanne de mise à l'atmosphère (azote sec), d'une sécurité d'ouverture de la vanne d'isolation (communication sas/chambre possible uniquement si le sas est sous vide) et d'une sécurité de fermeture de la vanne d'isolation (fermeture impossible au cours de transfert)

- Le porte-substrat : est une monoplaque et peut contenir des substrats de 2 et 3 pouces ou des fragments de tranche.

Les substrats sont chargés sous vide à partir du SAS.

Le porte-substrat dispose d'une partie active de 75 mm de diamètre qui peut être chauffée jusqu'à 800°C et peut être aussi polarisée en RF. Il est mobile en rotation motorisée et équipé des éléments suivants :

- un élément chauffant permettant d'atteindre 800°C pouvant être polarisé en RF

- un système de refroidissement par circulation d'eau.

- une liaison à un générateur RF de 300W à travers un passage rotatif approprié et un adaptateur d'impédance automatique.
- un dispositif de mesure de la tension d'auto -polarisation du substrat.
- un système de rotation motorisé du porte-substrat autour de l'axe du réacteur pour positionner le substrat en regard de la cible en mode dynamique et statique.

Alimentations :

- Alimentations des cibles : Les cibles peuvent être polarisées en RF ou en DC. Les sources d'alimentations consistent en un générateur radio-fréquence (RF) HUTTINGUER (3.56 MHz) de 600W et son adaptateur d'impédance automatique. Ce générateur comprend un wattmètre pour la puissance incidente et un wattmètre pour la puissance réfléchie et un générateur à courant continu HUTTINGUER de 1.5kW, équipé aussi de deux wattmètres pour la mesure de la puissance incidente et réfléchie.

Chaque générateur peut être commuté manuellement et indifféremment vers l'une ou l'autre des cathodes.

- Alimentation du porte-substrat : comporte une génératrice radiofréquence HUTTINGUER (13.56 MHz) de 300w et son adaptateur d'impédance pour le porte substrat (dépôt d'isolants).
- Alimentation de gaz : l'enceinte de dépôt comprend deux lignes en acier inoxydable. Chaque ligne comprend une vanne d'arrêt électromagnétique et un régulateur de débit massique pouvant être calibré à l'aide de l'automate en fonction du gaz utilisé.

Systèmes de pompage et d'alimentations de gaz

Vide du SAS : est obtenu par une pompe primaire à palettes ALCATEL 2005 ($5m^3/h$) isolée par une vanne, elle est équipée d'un filtre anti-rétrodiffusion d'huile. Le vide secondaire est établit par une pompe turbo moléculaire ALCATEL ATP 80 (80m/s). La mesure de la pression s'effectue à l'aide d'une jauge Pirani.

Vide dans la chambre de réaction : le dispositif de pompage dans la chambre de réaction permet d'obtenir un vide limite de 9.10^{-8}mbar mbar, il comprend :

- une pompe primaire à palettes ALCATEL 2015 ($15m^3/h$) équipé d'un filtre anti-rétrodiffusion d'huile
- une vanne d'asservissement de la pression équipée d'un dispositif motorisé. La pression est ainsi ajustée grâce à un asservissement assuré via la jauge capacitive
- une vanne d'équerre de pré vidage
- une vanne de remise à l'atmosphère (azote sec)
- une pompe secondaire turbo moléculaire ALCATEL ATO 400 (400l/s)

La mesure de la pression est effectuée par :

- une jauge capacitive ($10\text{-}10^{-3}$mbar) pour la mesure de la pression de dépôt
- une jauge penning pour la mesure de la pression limite
- une jauge Pirani

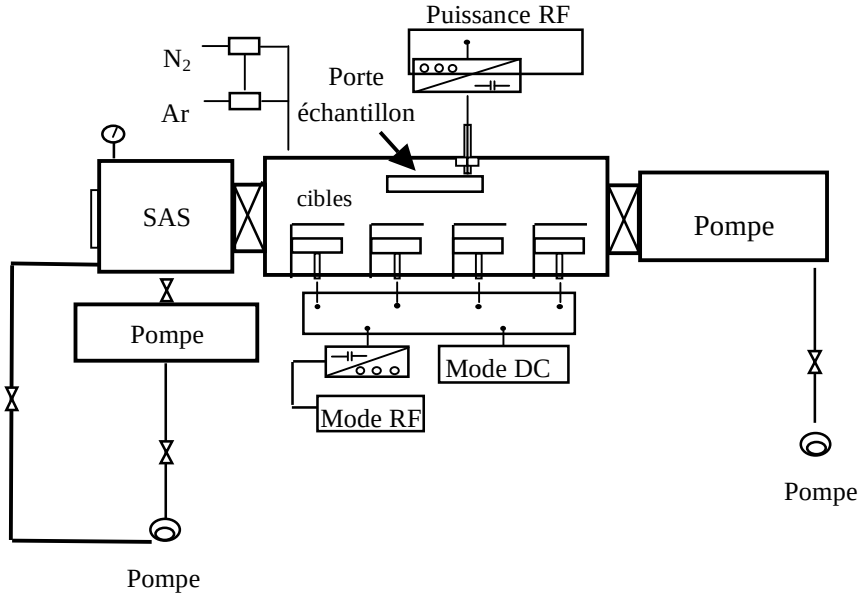


Figure 2.7 : Schéma du système de pulvérisation cathodique du bâti AC450

2.2.4. Mécanisme de croissance des couches minces

Pendant la procédure de croissance des films minces, on peut distinguer les étapes principales suivantes : la nucléation et la formation d'ilots, la coalescence dans laquelle les ilots se regroupent, la formation des grains, la formation des canaux et croissance des couches (remplissage des canaux et des trous).

a. La nucléation (formation de germes ou de nuclei) : c'est le phénomène qui accompagne les changements d'état de la matière et qui consiste en l'apparition, au sein d'un milieu donné, de points de transformation à partir desquels se développe une nouvelle structure physique ou chimique.

Les nuclei croissent en taille et en nombre pour former des îlots qui dépendent de plusieurs paramètres : l'énergie des espèces pulvérisées, le taux de pulvérisation, l'énergie d'activation qui dépend de la pression, l'adsorption, la diffusion thermique en surface, de la température, la topographie et la nature chimique des substrats. La structure de la maille peut se former parallèlement au substrat par un phénomène de diffusion surfacique des espèces pulvérisées ou perpendiculairement au substrat par apport d'espèces pulvérisées. En général, la croissance latérale et plus importante que la croissance perpendiculaire [16].

b. La coalescence : étape dans laquelle les îlots commencent à se regrouper. Cette tendance à former des îlots est améliorée par la croissance de la mobilité de surface des espèces adsorbées et ceci est possible en augmentant la température du substrat. Les plus grands îlots se forment, en laissant des canaux et des trous sur le substrat. La structure du film dans cette étape change en passant d'un type d'îlots discontinus en un type de réseaux poreux.

c. La formation du film Un film continu est formé en remplissant les canaux et les trous.

2.2.5. Théorie de croissance des films minces

Les films minces peuvent être classifiés en trois catégories différentes qui dépendent de l'ordre court et long des atomes, ils peuvent être amorphes, monocristallins ou polycristallins.

Les films polycristallins sont caractérisés par la taille des grains, la texture et la densité. Ils peuvent à leur tour être divisés en 3 catégories : les films polycristallins non texturés où les grains ont une distribution cristallographique arbitraire, les films texturés présentent une certaine orientation cristalline et les films épitaxiés dont les grains présentent une cristallographie qui dépend de la surface du substrat.

Les films d'AlN sont des films polycristallins texturés dont les propriétés peuvent être différentes de celles du matériau massif. L'orientation cristalline du film résulte des différences entre les taux de croissance des différentes faces sur la surface des films. Plusieurs interprétations ont été proposées concernant les mécanismes de croissance. Ces théories arrivent au même résultat, la sélection de la direction de croissance (direction de l'axe c dans le cas de l'AlN) commence à la coalescence des ilots (interface), l'orientation préférentielle est observée au début de la nucléation si le rendement de pulvérisation est élevé. Ceci explique la raison pour laquelle les couches épaisses présentent une meilleure orientation.

Movchan et Demchishin [15] ainsi que Thornton [16] ont proposé un modèle présentant la variation de la structure en fonction des paramètres de croissance, en particulier la pression et la température. La figure 2.8, montre l'effet de la pression et de la température normalisée (rapport entre la température de substrat et la température de fusion) sur les caractéristiques des films. Différentes zones sont en effet définies (1 ,2 ,3 et T) [17].

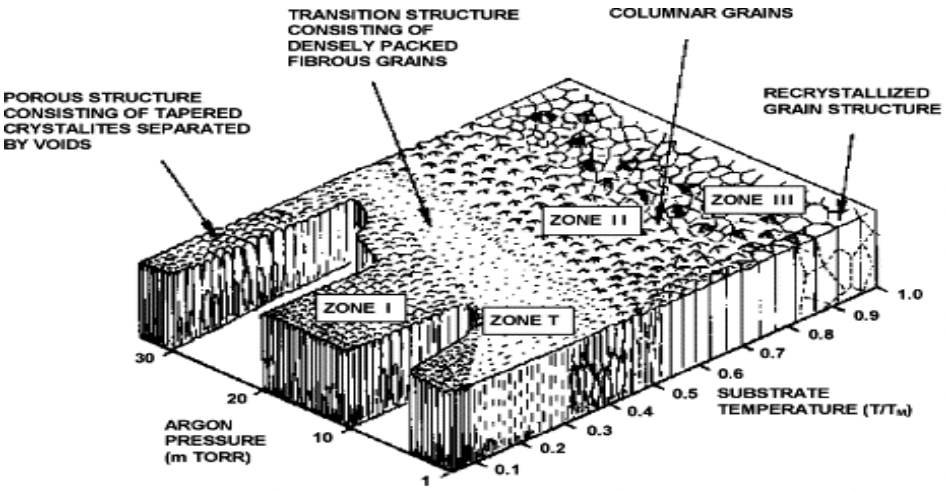


Figure 2.8 : Diagramme de Movchan et Demchishin (MD)

Structure Zone Models (SZM).

La zone T représente les paramètres correspondant aux dépôts d'AlN (et ZnO), la température de fusion de l'AlN étant de 2300°C et de 1975 pour le ZnO. Les zones I et T correspondent au cas où la surface de diffusion est petite, les grains sont petits et les colonnes sont de quelques nanomètres de diamètre, la surface et le volume de diffusion augmentent avec la température. Les zones II et III présentent les films dont le diamètre augmente avec la température normalisée en augmentant le taux de nucléation et la densité du film. Ce modèle ne prend pas en compte l'influence des ions incidents qui se trouvent en dehors des zones qui augmentent le taux de nucléation et la densité du film, diminuent la largeur du grain et ne conduisent pas à des structures colonnaires.

Dans le cas ou T_s/T_m est inférieur à 0.2-0.3, le film synthétisé est loin de l'équilibre thermodynamique. Le film se dépose d'une manière compétitive, expliqué par le modèle de Van Der Drift [12] dont l'orientation cristalline et la texture dépend se l'épaisseur du film. Au début de la croissance, l'orientation cristallographique des grains est fortement influencée par la nature du substrat.

2.3. PRINCIPE ET METHODOLOGIE DE LA PHOTOLITHOGRAPHIE POUR LA REALISATION DES DISPOSITIFS SAW

Les dispositifs à ondes élastiques de surface sont composés d'un substrat piézoélectrique sur lequel sont déposés deux transducteurs interdigités (Fig. 2.9). La réalisation des transducteurs nécessite différentes étapes technologiques qui sont les suivantes :

- Le dépôt d'un film métallique (aluminium dans notre cas).
- La lithographie et la gravure humide ou sèche.

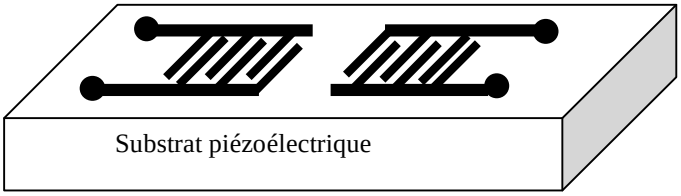


Figure 2.9 : Configuration basique d'un dispositif a onde élastique de surface

Il existe ainsi différentes lithographies : (photolithographie, lithographie électronique, lithographie ionique,..).

2.3.1. La lithographie

La photolithographie (lithographie optique) est la technique de base de fabrication des microstructures en utilisant résines photosensibles. Cette technique permet de transférer des motifs de taille micronique d'un masque à un substrat. La technique de la photolithographie s'apparente à la photographie, puisqu'elle comporte une étape d'insolation, de révélation puis de développement.

La réalisation de motifs impose l'utilisation de résines sensibles aux rayonnements des rayons X, rayons ultraviolets, électrons ou ions. L'interaction des rayonnements avec la résine à travers un masque induit une insolation ou une polymérisation ou une élimination de cette résine selon le type de rayonnement et de la résine utilisés.

2.3.2. Différents types de radiations

2.3.2.1. Radiation ionique

C'est une insolation utilisant soit un faisceau focalisé qui balaie l'échantillon, soit une méthode par projection où le faisceau frappe l'échantillon au travers d'un masque. Plus récemment, se développent des méthodes à base de sources d'ions focalisées avec des métaux liquides comme le gallium. Cette technique utilisée pour la réalisation de coupe en microscopie électronique à transmission TEM [24] commence actuellement être utilisée pour réaliser des gravures directes [25].

2.3.2.2. Radiation de type photonique

Bien qu'utilisant des longueurs d'onde très différentes des valeurs classiques et qui nécessitent une installation sous vide, la lithographie de type photonique (extrême UV) reste dans son principe, voisine des lithographies optiques conventionnelles. L'utilisation de très basses longueurs d'onde (13 nm) permet d'imprimer des motifs inférieurs à 50 nm avec des ouvertures numériques de l'ordre de 0,1 et des optiques à réduction réflectives. Parmi les avantages de cette technique, on peut citer la simplicité des masques.

Les points délicats de la lithographie extrême UV sont les suivants :

- L'absorption de la majeure partie des matériaux à ces longueurs d'onde impose des optiques par réflexion. Des empilements multicouches molybdène et silicium permettent d'obtenir des miroirs interférentiels avec des réflectivités de l'ordre de 70% en incidence quasi normale.
- Les contraintes imposées aux éléments optiques pour limiter le niveau des aberrations et pour avoir de bonnes réflectivités sont extrêmement sévères. Le contrôle de forme, d'uniformité et de rugosité des surfaces est de quelques angstrœms, aux limites des capacités de réalisations actuelles.
- Insolation par UV proches ou lointains émis par une lampe à vapeur de mercure ou par un laser respectivement,
- Insolation par rayons X par bombardement sous vide d'une source de palladium par des électrons, voir le tableau 2.1 [26].

La photolithographie met en jeu l'interaction des photons ayant une longueur d'onde dans la gamme 200-500 nm, et des résines (photoresist) sensibles à ces radiations.

Les machines les plus utilisées dans ce procédé sont appelées machines de duplication ou plus couramment machines d'alignement de masque. Le Tableau 2.2 présente les sources de lithographie par UV proches et lointains et leur limite d'utilisation.

	Photolithographie	Faisceaux d'électrons	Faisceaux d'ions [24, 25]	Rayons x [26]
Résolution	> 0,7µm (UV proche)	< 0, l µm	< 0, l µm	0,1 à 0,2 µm
	0,2um (UV lointain)			
Caractéristiques	Technique dominante, masques requis, vide non requis	Pas de masque requis, repérage excellent, vide nécessaire	Vide nécessaire, implantation intempestive dans les substrats	Difficulté de focaliser les rayons X

Tableau 2.1: Comparaison entre les différentes techniques de lithographie

Source		Longueur d'onde (nm)	Limite de résolution (nm)
Lampe Hg	raie « g »	436- 365	600- 400
	raie « i »		
Laser excimer KrF		248	200
Laser excimer ArF		193	150
Laser à azote		157	

Tableau 2.2 : Sources pour la lithographie par UV proches et lointains et limite de leur application

Il existe trois configurations différentes (figure 2.10.a) de radiations UV dans les machines d'alignement de masque. Chacune de ces méthodes présente des avantages et des inconvénients (voir tableau 2.3.). Par exemple, la technique par contact donne théoriquement la meilleure définition des motifs, nous oblige à une parfaite planéité des masques et des substrats ce qui peut détériorer le masque après chaque opération de masquage en raison des frottements importants à l'échelle microscopique. La projection semble a priori moins bonne en résolution, en raison des effets de diffraction de la lumière, mais permet d'effectuer une réduction; dans ce dernier cas, la fabrication du masque est plus simple puisqu'elle n'exige pas une définition au moins égale à celle du motif reporté sur la plaquette. Actuellement la fabrication dans tous les semi-conducteurs en technologie 0,18 µm se fait par projection. La figure 2.10.b montre la variation de l'intensité de la lumière au niveau de la résine photosensible après insolation par contact, par proximité ou par projection [18].

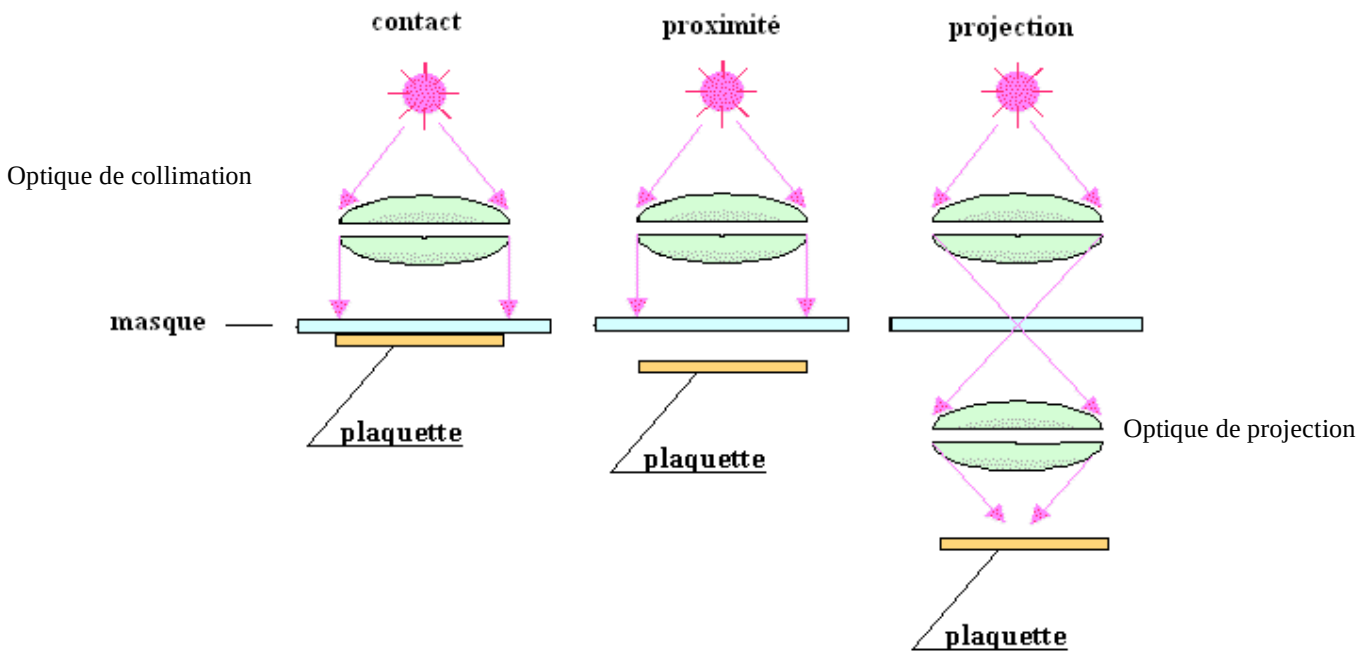


Figure 2.10.a : Différentes techniques d'insolation par contact, par proximité et projection.

Contact	proximité	Projection
Bonne résolution **Usure du masque** **Très sensible à la présence de la poussière entre le masque et le substrat**	**Résolution moyenne (3µm pour une distance de 10 µm)** **Pas d'usure de masque**	**Bonne résolution** **Projection avec balayage ou projection et répétition d'un motif élémentaire avec ou sans réduction**

Tableau 2. 3 : Comparaison des trois configurations d'irradiation UV

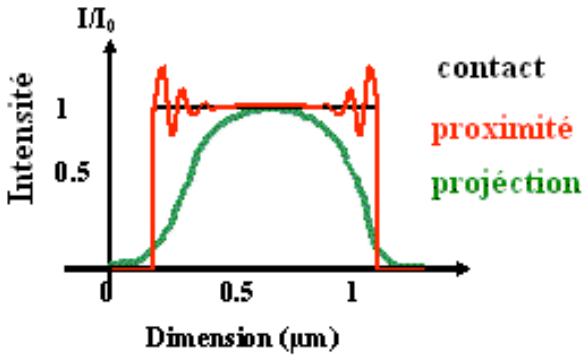


Figure 2.10.b : Intensité de la lumière au niveau de la résine photosensible après insolation par contact, par proximité ou par projection [18].

2.3.2.3. Radiation électronique

L'évolution technologique a entrainé la réduction de la taille des systèmes et par conséquent la mise au point de nouveaux procédés tels que la lithographie par rayons X, la lithographie par faisceau d'électrons (voir tableau 2.1.).

L'insolation est réalisée par balayage d'un faisceau électronique selon les motifs à tracer. Il s'agit ici d'un procédé dit « par écriture directe » qui nécessite la maîtrise constante du balayage du faisceau d'électrons réalisé par des plaques déflectrices. Ce procédé nécessite l'utilisation de résines électrosensibles comme le Poly Méthyl Métacrylate (PMMA), il de est long à réaliser comparativement à d'autres systèmes d'insolation plus collectifs (comme les radiations UV). Ce type d'insolation, du fait de la longueur d'onde submicronique des électrons utilisés (en général >30kV), est employé pour réaliser des motifs submicroniques.

Le microscope électronique à effet de champ (FESEM) auquel on intègre un déflecteur de faisceau est utilisé à cet effet. Les masques à lithographier sont dessinés à l'aide d'un logiciel spécifique. Néanmoins, cette technique nécessite une certaine expérience afin de focaliser le faisceau d'électrons par rapport à la surface de l'échantillon à exposer.

2.3.3. Le photo-masque

Un masque de photogravure est généralement fait sur une plaquette de verre recouverte d'une couche mince de chrome où d'oxyde de fer. Le substrat employé doit être homogène et d'une grande transparence optique au rayonnement utilisé.

Après le dépôt de la couche métallique, la plaquette est insolée suivant le masque puis révélée. Une telle méthode permet d'atteindre des motifs de l'ordre d'un micron. Pour des dimensions plus fines, une insolation électronique est nécessaire. Selon leur principe de fonctionnement, les masques de photogravure sont divisés en deux catégories :

- Masque binaire conventionnel dont la caractéristique de transmission est binaire, 1 pour le transparent et 0 pour l'opaque.
- Photo masque à déphasage, plus performant que le masque binaire du fait que dans ce cas l'amplitude et la phase sont employées pour stocker les informations concernant la transmission du masque.

Les masques que nous avons employés dans la plupart des technologies sont réalisés au Laboratoire d'Analyse et Architecture des Systèmes (LAAS). La figure 2.11 montre un exemple de masque utilisé dans nos procédés de réalisation de dispositifs à ondes élastiques de surface.

Figure 2.11 : Exemple de masques utilisés pour la réalisation des dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW)

2.3.3.1. Masque dur ou masque direct

Le masque dur est constitué d'un matériau optiquement quasi transparent comme le verre, et transparent à la lumière ultraviolette proche, ou comme le quartz, transparent à la lumière ultraviolette profonde. Le motif d'absorption du masque est réalisé en métal à la surface du verre ou du quartz. Un métal couramment utilisé pour cette application est le chrome, avec une épaisseur d'environ 80mm. Lors de l'exposition, le masque est mis en contact direct avec l'échantillon à lithographier. Cette technique présente l'inconvénient de provoquer une usure rapide des masques.

2.3.3.2. Masques proches sans contact

Les masques proches sont identiques aux masques durs, la seule différence avec la différence que le masque n'est pas en contact direct avec la résine de l'échantillon, il est maintenu à une distance de 10 à 20µm lors de l'exposition. L'avantage de cette méthode est l'allongement de la durée de vie.

2.3.4. Méthodologie de la photolithographie pour la réalisation de dispositifs SAW

Pour réaliser notre système à onde acoustique de surface, nous avons suivi les étapes de la photolithographie, dont les étapes sont les suivantes :

2.3.4.1. Dépôt de la résine

La résine photosensible permet de définir les zones de masquage pour la réalisation d´implantations ioniques, de gravures ioniques par canon (IBE) ou ioniques réactives (RIE), et de gravures humides. Elle permet aussi d´effectuer des dépôts métalliques de contact ou d´interconnexion. Elle constitue encore l´architecture de ponts d´air, ou peut simplement servir d´isolant.

Cette étape nécessite la préparation de l'échantillon par un traitement chimique. Ce traitement consiste à nettoyer l'échantillon dans un bain d'acétone soumis à des ultrasons pendant 5min, de le rincer avec de l'eau désionisée et enfin de le sécher avec de l'azote sec. Le rôle de ce traitement est d'éliminer toute particule ou polluant qui empêche la bonne adhérence de la résine sur l'échantillon. Après cette préparation chimique, on dépose une résine photosensible en film mince, uniforme, de grande qualité et fortement adhérente. Ces résines sont des

composés organiques (généralement des polymères thermoplastiques) dont la solubilité est affectée par le rayonnement UV.

Il existe deux types de résines (tableau 4) :

- Les résines positives pour lesquelles le rayonnement UV entraîne une rupture des macromolécules, d'où une solubilité accrue des zones exposées dans le révélateur.
- Les résines négatives pour lesquelles le rayonnement UV entraîne une polymérisation des zones exposées, conférant ainsi à ces zones une tenue particulière au solvant de révélation. Par contre, les parties non insolées disparaissent sélectivement dans ce solvant.

Ces résines sont plus sensibles que les résines positives donc nécessitent des temps d'exposition plus courts mais présentent deux inconvénients :

- Une sensibilité aux gaz d'oxygène et d'ozone produits lors de l'exposition aux UV
- Un problème de fluage de la résine, ce qui entraîne une limitation de la résolution.

Les résines photosensibles les plus utilisées sont :

- La PMMA (poly-methyl-méthacrylate), une résine photosensible à un composant sensible à l'UV lointain (longueur d'onde 220nm). Elle est utilisée notamment en lithographie électronique, lithographie rayons X et en lithographie ionique.
- La DQN (ester diazoquinone et résine novolak phénolique),t une résine positive à deux composants (La résine novolak phénolique (N) et ester diazoquinone (DQ)). C'est une résine sensible à l'UV proche. La résine nivolak absorbe la lumière en dessous de 300nm, l'addition de l'ester diazoquinone permet d'obtenir une absorption autour de 400nm.
- La bis(aryl) azide, une résine négative à deux composants, la matrice est composée de poly-cis-isoprène cyclique et le promoteur d'absorption est la bis(aryl)azide.

L'épaisseur de la résine après étalement est donnée par la formule empirique suivante :

$$T = \frac{K\, C^{\beta} \eta^{\gamma}}{\omega^{\alpha}} \qquad (2.5.)$$

K : est une constante globale de calibration,

C : la concentration du polymère,

η : la viscosité intrinsèque, ω la vitesse de rotation en nombre de tours par minutes et

α, β et γ : des facteurs empiriques.

Des ouvertures du masque entraînent la polymérisation des régions de résine proches aux ouvertures dans le masque. Ceci implique que l'ouverture réelle dans la résine est de dimension inférieure à celle du masque limitant la résolution des résines négatives. Dans le cas d'une résine positive, ou les chaînes moléculaires de la résine sont coupées lors de l'exposition, la diffraction de la lumière aux bords des ouvertures du masque entraîne la scission des chaîne moléculaires de la résine proches aux ouvertures dans le masque. Ceci implique que l'ouverture dans la résine est de dimension supérieure que celle du masque.

L'opération de dépôt de la résine photosensible s'effectue par centrifugation au moyen d'une tournette composée d'un système permettant la mise en rotation à grande vitesse de la plaque à enrésiner. Cette dernière est maintenue par aspiration à vide sur un support solidaire du plateau en rotation. L'épaisseur finale de la couche de résine est principalement fonction de la quantité de la résine déposée sur l'échantillon, de sa viscosité, et des conditions de rotation (accélération, vitesse, temps). Dans notre cas, on dépose une résine positive (Shipley 1818) pendant 30 secondes avec une vitesse de rotation de 3000tr/min. L'épaisseur de la résine obtenue est de l'ordre de 1µm.

Caractéristique	Résine positive	Résine négative
Adhésion sur Si	Bonne	Excellente
Contraste	2.2	1.5
Prix	Plus chère	Moins chère
Développeur	Solution aqueuse	Solvant organique
Fenêtre temporelle pour le développement	Etroite	Très large (insensible au surdéveloppement)
Largeur image/épaisseur résine	1 : 1	3 : 1
Sensible à O_2	Non	Oui
Lift-off possible	Oui	Non
Dimension minimale	0,5 µm et moins	±2µm
Poussières sur les parties transparentes du masque	Quasi insensible	Création de « pinholes »
Temps d'exposition	Plus long	Plus court
Nombre de « pinholes »	Plus élevé	Plus faible
« pinholes »>dans le masque	Reproduction des « pinholes »	Peu sensible à la reproduction des « pinholes »
Résistance à la gravure par plasma	Très bonne	Moyenne
Effet de proximité	Meilleurs résultats pour les trous et des fosses isolés	Meilleurs résultats pour des lignes isolées
Résidus après développement	<1 µm	Souvent problématique
Recouvrement de marches	Meilleur	Moindre
Enlèvement de la résine déposée sur un oxyde	Par un acide	Par un acide
Enlèvement de la résine déposé sur un métal	Par des solvants simples	Par de composés de solvants chlorés
Gonflement de la résine en immersion dans le développeur	Non	Oui
Stabilité thermique	Très bonne	Bonne
Résistance à la gravure humide	bonne	Excellente

Tableau 2.4 : Comparaison des avantages et désavantages de résines positives et négatives.

La figure 2.12 montre le spectre d'une lampe UV de mercure dans la gamme 200nm – 500nm.

Les résines qu'on utilisera doivent avoir un spectre de sensibilité compatible avec celui de la lampe à vapeur de mercure. Ces résines sont dites « i-line » et « g-line », sensibles aux deux raies (i et g) de la lampe à vapeur de mercure.

Sur le spectre de la lampe UV (voir figure 2.12) à vapeur de mercure (cas le plus fréquent), on distingue les 3 raies en proche UV : i : 365 nm, h : 405 nm, g : 436 nm.

Généralement, pour les résines négatives, la polymérisation induite par le rayonnement entraînent une augmentation du poids moléculaire. Ce phénomène de gonflement limite la résolution pendant l'étape de développement. Pour cette raison, les résines négatives sont remplacées par les résines positives lorsque la résolution des traits devient inférieure à 2µm. La résine positive présente de meilleures caractéristiques que la résine négative et une utilisation plus aisée. Par conséquent, la résine négative n'est utilisée que lorsque le procédé ne permet pas d'utiliser la résine positive ou du moins, quand l'utilisation de la résine négative s'avère plus pratique (cas du lift-off).

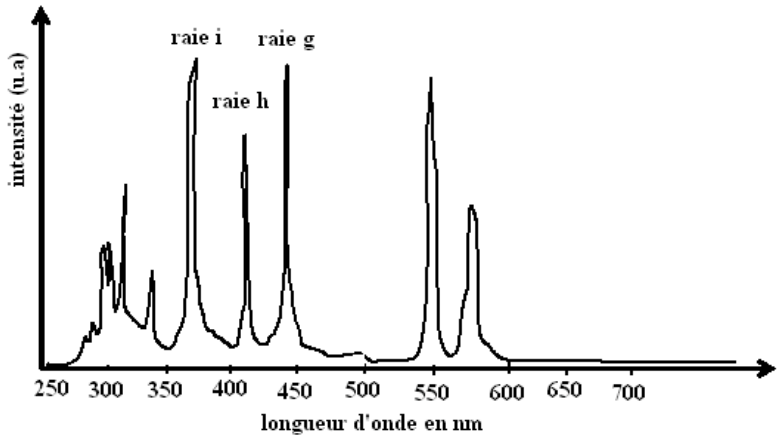


Figure 2.12 : Spectre d'une lampe UV à vapeur de mercure : les raies i, h et g ([19]).

Le dépôt de la résine s'effectue dans une tournette Gyrset (figure 2.13) qui, à l'inverse des tournettes conventionnelles, possède un couvercle permettant d'avoir une atmosphère saturée en solvant. En effet, lors du dépôt de résine, le solvant de celle-ci s'évapore, le couvercle de la Gyrset confine ce solvant et le garde en contact avec la couche de résine, ce qui permet

d'avoir un meilleur étalement par rapport à l'étalement de la résine dans une tournette conventionnelle.

L'épaisseur de la couche de résine déposée dépend de deux paramètres essentiels : la vitesse de la tournette pendant le dépôt et la viscosité de la résine. L'épaisseur est définie par la relation suivante :

$$e = \frac{K\ p^2}{\sqrt{V}} \qquad (2.6)$$

K ; une constante propre à la tournette, *P ;* la viscosité de la résine et *V ;* la vitesse de la tournette en (tours/minute).

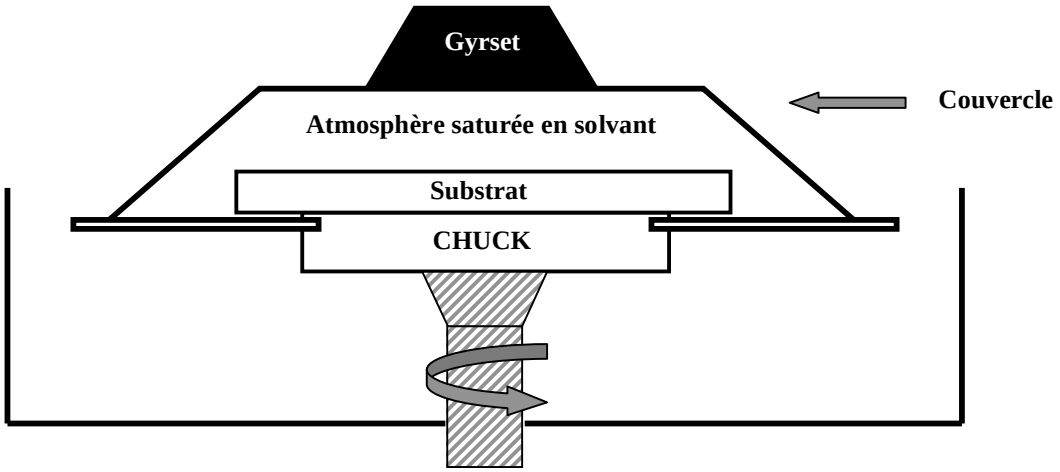


Figure 2.13 : Tournette Gyrset

A première vue, la projection constitue le cas le plus défavorable. Mais en exploitant le fait que la réponse de la résine à la lumière n'est pas linéaire, on peut améliorer la définition des motifs en jouant sur la quantité de photons reçus (intensité lumineuse, temps d'insolation).

Les procédés de photolithographie classiques utilisant des rayons lumineux dans les limites du domaine visible (proche Ultra Violet) ne permettent pas toujours d'atteindre une résolution suffisante pour les nouvelles technologies en développement. Ceci est essentiellement dû au phénomène physique de diffraction.

Au laboratoire nous avons utilisé une machine d'alignement de masque (KARLSUSS MA 750) par contact équipée d'une lampe à vapeur de mercure d'une puissance de 200W, de

porte substrat qui peuvent charger des substrats de 2, 3 pouces ou des fragments de tranche (figure 2.14).

La figure 2.15 montre les différentes étapes de photolithographie (lift-off et gravure)

Figure 2.14 : Machine d'alignement de masque (MA 750)

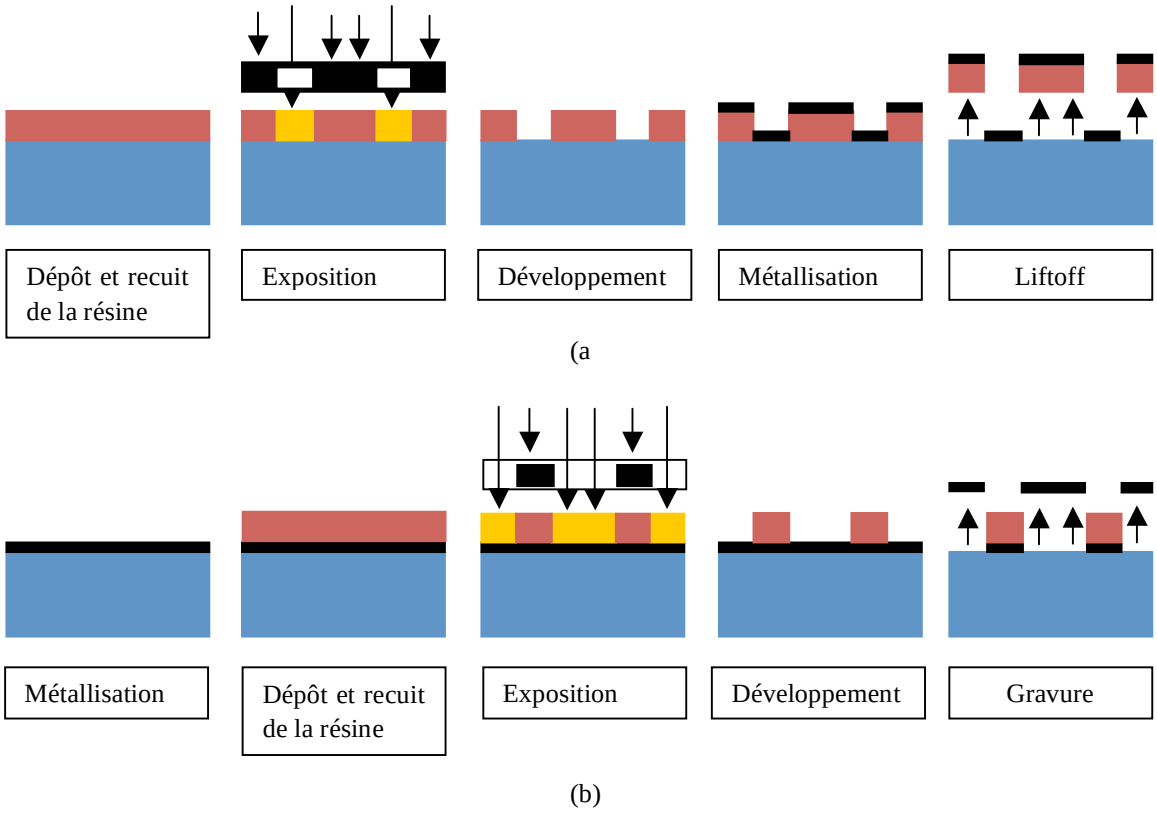


Figure 2.15 : Procédé de photolithographie. (a) Liftoff. (b) gravure.

2.3.4.2. L'insolation

L'alignement et l'insolation de motifs sur une couche se fait à l'aide de la machine d'alignement de masque MA750 (Fig. 2.14) par contact. L'échantillon est positionné avec précision par rapport au masque dans le microscope de la machine et ensuite mis en contact avec le masque par aspiration et est insolé pendant une durée de 4 à 10 secondes, selon l'épaisseur de résine et la réflexion du substrat. L'appareil comporte une lampe UV à vapeur de mercure (λ = 350 - 500 nm). La dimension du motif doit rester largement supérieure à la longueur d'onde pour éviter les phénomènes de diffraction, ce qui explique la raison pour laquelle l'insolation se fait avec une lumière ultraviolette. L'insolation de motifs du masque de dispositifs SAW dure 5 secondes, ce qui correspond à des énergies de 70mJ/cm^2.

La réalisation micro- ou nano-technologique requiert plusieurs étapes de fabrication, impliquant en moyenne une lithographie par étape. C'est à ce moment qu'intervient l'alignement. Comme les structures en couches minces et leur fonctionnalité sont aussi bien définies par leurs propriétés chimiques que par leur géométrie, il est nécessaire que chaque couche soit correctement disposée par rapport aux structures des couches adjacentes.

L'alignement permet de superposer avec précision les points de repère de chaque couche composant la structure. Cette étape se fait avec une aligneuse, outil de positionnement équipé d'une table mobile XY et d'un microscope. La précision d'un tel alignement avoisine le micron. Après le transfert du masque à l'échantillon, on procède à l'exposition.

2.3.4.3. L'exposition

L'exposition en lithographie optique se fait à l'aide d'une lampe Hg-Xe (Mercure-Xénon), soit en UV proche (ligne g à 436 mm, ligne i à 365 mm) ou en UV lointain, entre 150 et 300mm. Il est aussi possible d'utiliser d'autres sources de lumière comme par.exemple un laser KrF (Krypton-Fluor) dont la longueur d'on se situe vers 240 mm.

La dose de l'exposition D (J/cm^2) est donnée par :

$$D = IT_{exp} \qquad (2.7)$$

I étant l'intensité émise de la source (en W/cm^2) et T_{exp} étant le temps d'exposition.

L'énergie reçue par la résine photosensible (photoresist) sous forme de radiation induit des réactions chimiques en modifiant la solubilité du photoresist dans un solvant directement, ou par le biais d'un sensibilisateur, mais ce uniquement dans les régions exposées.

Un sensibilisateur, contenu dans la résine, modifie, sous l'influence de la radiation absorbée, les propriétés optiques de la résine même en la rendant transparente à la longueur d'onde de la lumière incidente. L'utilisation d'un sensibilisateur permet ainsi l'exposition de couches de résine épaisses en évitant une grande dégradation du motif lithographié.

2.3.4.4. Pré-recuit

La résine photosensible, visqueuse après son étalement sur l'échantillon, est alors durcie sur une plaque chauffante, de façon à éliminer toutes les traces du solvant avant son insolation. La température de chauffage doit être réglée avec précision afin d'éviter de détruire le composé photosensible. Cette étape est réalisée à une température de 115°C pendant un temps de 30 secondes.

2.3.4.5. Développement

La dernière étape consiste à développer la résine insolée en utilisant le développeur pendant une durée de temps qui dépend du temps d'insolation et de l'épaisseur de la résine. Ensuite on arrête le développement par un rinçage abondant avec de l'eau désionisée suivi par un séchage à l'azote sec. Dans notre cas nous utilisons un développeur de composé organique (l'acétone) pendant 40 secondes.

2.3.5. Gravure

La gravure consiste à éliminer de faibles épaisseurs d'un matériau dans des zones délimitées et de façon reproductible. Deux techniques sont couramment utilisées: la gravure sèche et la gravure humide.

Le procédé de gravure est défini en général par 4 paramètres qui sont [20] :

- La vitesse de gravure : elle dépend du procédé (notion d'anisotropie) et du matériau à graver (notion de sélectivité).
- La sélectivité : on définit la sélectivité de gravure du matériau qu'on désire graver aux matériaux qu'on ne désire pas graver par les rapports des vitesses de gravure entre ces derniers.
- L'uniformité : l'épaisseur du matériau à graver n'est pas toujours uniforme. Si le plasma ou l'agent (gravure humide) n'est pas uniforme, la vitesse de gravure ne l'est pas.

- L'anisotropie : un procédé de gravure est anisotrope lorsque la vitesse de gravure d'un matériau dépend de la direction de la gravure dans le matériau. On définit le degré d'anisotropie en fonction des vitesses de gravure latérale et perpendiculaire par le facteur *A*.

$$A = 1 - \frac{\textit{vitesse de gravure latérale}}{\textit{vitesse de gravure perpendiculaire}}$$

Une gravure totalement anisotrope donne un facteur égal à 1, vu que la vitesse de gravure latérale est négligeable devant celle de la gravure perpendiculaire. La figure 2.16 montre la différence entre une gravure isotrope et une gravure anisotrope.

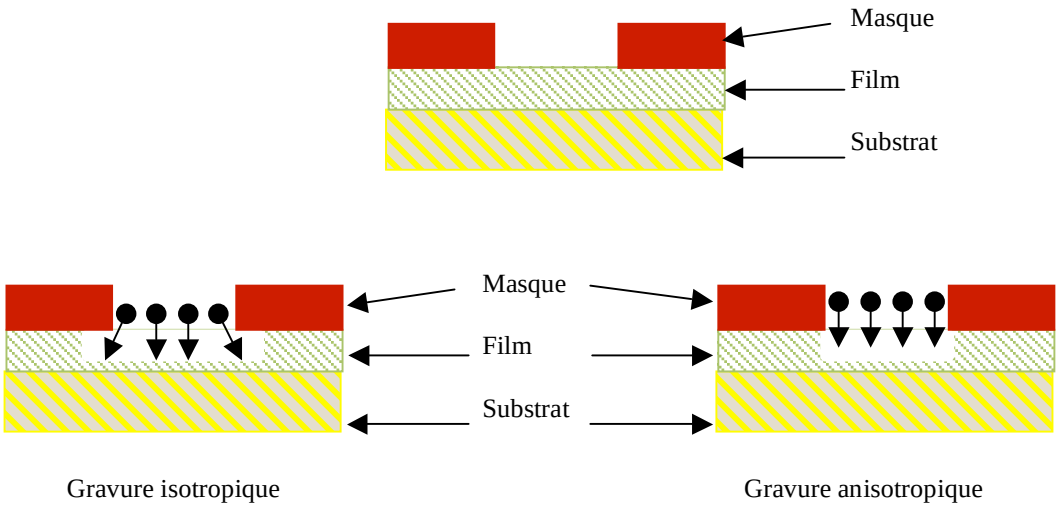


Figure 2.16: Différence entre gravure isotropique et anisotropique.

2.3.5.1. Gravure sèche

Le mécanisme de la gravure sèche (gravure ionique réactive) est physico-chimique, il résulte de la combinaison d'une attaque chimique et d'un bombardement ionique [21]. La superposition d'un bombardement ionique de faible énergie à une attaque chimique dans le plasma permet de contrôler l'anisotropie de la gravure en activant l'attaque sur les surfaces soumises au bombardement ionique (figure 2.17). Le principe repose sur une décharge

capacitive entre deux plateaux parallèles baignant dans un plasma réactif. Les substrats à graver se trouvent sur la cathode.

Sans polarisation particulière des électrodes, l'attaque est en général isotropique, c'est-à-dire identique suivant toutes les directions. Cependant, lorsque les matériaux à graver ont des orientations préférentielles, c'est le cas des cristaux semi-conducteurs, la gravure peut se faire préférentiellement suivant des plans réticulaires ou axes cristallographiques.

Le principe du procédé peut être résumé comme suit [22] :

1) Génération dans le plasma des espèces pouvant attaquer chimiquement la couche,
2) Transfert des espèces réactives du plasma vers la surface de la couche à graver,
3) Adsorption de l'espèce attaquante à la surface,
4) Réaction avec le matériau de surface. Le matériau produit par la réaction doit être volatile pour pouvoir quitter la surface,
5) Désorption du produit de réaction,
6) Diffusion dans l'environnement gazeux.

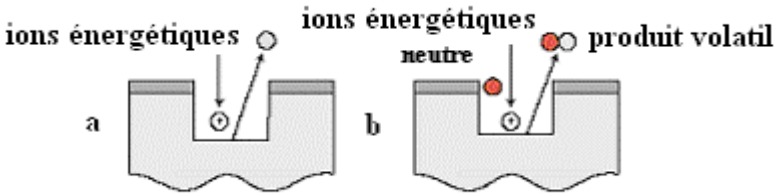


Figure 2.17 : illustration des mécanismes de gravure dans le cas de gravure sèche:

a) gravure par pulvérisation b) gravure ionique réactive

2.3.5.2. Gravure humide

La gravure dite par voie humide se fait par attaque chimique. L'échantillon est émergé dans une solution. Les zones non protégées sont dissoutes par la solution en un temps donné. On stoppe ensuite la gravure par un rinçage abondant avec de l'eau désionisée. Dans de très nombreuses filières technologiques, la gravure humide est utilisée car elle est relativement

simple à mettre en œuvre. C'est pour cela que nous avons adopté cette technique pour graver la couche d'aluminium de nos dispositifs SAW. En effet, après avoir développée la résine insolée, nous mettons l'échantillon dans la solution de gravure qui se compose de deux acides dilués avec les proportions suivantes : 600ml de H_3PO_4, 75ml de HNO_3 et 105ml H_2O. Ensuite on procède à la gravure qui dure 6 à 7 minutes et on élimine la résine par l'utilisation d'un « remover », suivie d'un rinçage à l'eau désionisée et un séchage à l'azote sec [23].

Cette solution de gravure d'aluminium ne peut pas être utilisée dans le cas où le dispositif SAW est composé de film de ZnO. Une autre solution de gravure d'aluminium. Composée de : 1g de KOH, 10g de $K_3Fe\ (CN)_6$ et 600ml de H_2O avec laquelle la vitesse de gravure est de l'ordre 0,2µm/min.

2.3.6. Le « lift-off »

Le « lift-off » est une autre technique de fabrication des électrodes de type IDT (voir figure 2.18), permettant de déposer de la matière de façon structurée sur un échantillon. L'idée est de se servir de la résine photosensible pour masquer les zones de l'échantillon où l'on ne désire pas avoir de matière. Après l'exposition et le développement, on dépose par exemple une couche de métal, dont l'épaisseur doit être inférieure à celle de la résine, sur toute la surface de l'échantillon, le métal recouvre alors toute la surface. Ce procédé permet de faire des dépôts de structures au profil arrondi, ceci est du à des effets d'ombrage lors de la déposition.

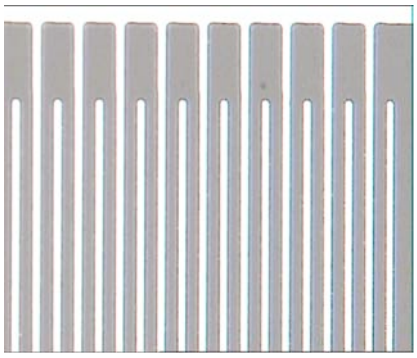


Figure 2.18: Image FESEM du transducteur interdigité

2.4. CONCLUSION

Ce chapitre a concerné l'aspect procédé dans lequel nous avons exposé quelques techniques de croissance des films minces. La technique de pulvérisation magnétron a été particulièrement détaillée. Nous avons abordé également les procédés technologiques intervenant dans la fabrication des systèmes acoustiques, en tenant compte des paramètres de photolithographie optimaux permettant de réaliser des dispositifs SAW sur des substrats de silicium avec de bonnes performances.

Dans ce chapitre nous avons vu qu'il existe différentes techniques de croissance de couches minces de nitrure d'aluminium mais que la technique la moins coûteuse, ne produisant pas de produits toxiques et ne nécessitant pas de hautes températures reste la pulvérisation cathodique.

Pour ce qui est de la technologie de fabrication des dispositifs à ondes acoustiques, la réalisation de systèmes performants nécessite un chois judicieux du masque, de la résine, etc.

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE 2

[1] J.D. MacKenzie, C.R. Abernathy, S.J. Pearton, V. Krishnamoorthy, S.Bharatan, K.S. Jones, R.G. Wilson, Appl. Phys. Lett. 67 (1995), 253.

[2] J.-H. Boo, S.-B. Lee, Y.-S. Kim, J.T. Park, K.-S. Yu, Y. Kim, Phys. Status Solidi (a) 176 (1999), 711.

[3] K. Ohnishi, Y. Hirokawa, T. Shiosaki, A. Kawabata, Jpn, J. Appl. Phys. 17 (1978), 773.

[4] K. Tsubouchi, K. Sugai, Mikoshiba. Proceeding IEEE Ultrasonics, (1980), 446.

[5] S. Bakalova, A. Szekeres , A. Cziraki, C.P. Lungu, S. Grigorescu, G. Socol, E. Axente, I.N. Mihailescu , Applied Surface Science 253 (2007), 8215.

[6] R.D. Vispute, J. Narayan, H. Wu, K. Jagannadham, J. Appl. Phys. 77(1995), 4724.

[7] C. Ciberta, F. Tetardb, P. Djemiab, C. Champeauxa, A. Catherinota, D.Tetarda, Superlattices Microstruct. 36 (2004), 409.

[8] T. Shiosaki, Proceeding IEEE Ultrasonics, (1978), 100.

[9]T. Hata, E. Noda, O. Morimoto, Proceeding IEEE Ultrasonics, (1979), 936.

[10] M-A. Dubois M, Muralt P. J Appl Phys 2001, 89.

[11] S. et al. Thin Solid Films (2003), 435.

[12] J.B. Lee, J.P. Jung, M.H .Lez and J.-S Park; "Effects of bottom electrodes on the orientation of AlN films and the frequency responses of resonators in AlN-based FBARs"Thin Solid Films, 2003.

[13] A. Richardt, A-M. Durand, « Les interactions ions énergétiques-solides », In Fine, (1997).

[14] M. Link, « Etude et réalisation des résonateurs à ondes acoustiques de volume (FBAR) montés sur miroir acoustique et exploitant le mode de cisaillement dans les couches minces d'oxyde de zinc (ZnO) à, axe c incliné: application aux capteurs gravimétriques en milieux liquides », Thèse de doctorat, Université Henri Poincaré, Nancy I, 2006.

[15] B. A. Movchan, A. V. Demchishin, Fiz. Met. 28 (1969), 83.

[16] J. A. Thornton, Ann. Rev. Mater. Sci. 7 (1977), 239.

[17] A. Van der Drift, Philips Res. Rep. 22, (1967), 267.

[18] J.G. Skinner, Proc. Kodak Interface 73, vol/ 53, 1973.

[19] M. B. Assouar ; « Etude de dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) à structure multicouche AlN/Diamant: croissance de matériaux en couches minces et technologie de réalisation », Thèse de doctorat, Université de Nancy I (2001).

[20] C. Cardinaux, « Couches minces », formation SFV-CNRS, Septembre 2000.

[21] J. P. Grandchamp, « Techniques de gravure sèche », Atelier d'initiation aux microtechnologies, formation CNRS, Juin 1999, Orsay. Atelier d'initiation aux microtechnologies, Juin 1999.

[22] F. Engelmark, « AlN and high –k thin films for IC and electroacoustic applications»

Dessertation, Uppsala University, (2002).

[23] A. Talbi, Mémoire de D.E.A, Université Henri Poincaré Nancy I, (2000).

[24] T.Yaguchi, T. Kamino, T. Ishitani, R. Urao, Microsc. Microanl. 5/5 (1999), 365.

[25] S. Matsui, Y. Ochiai, Nanotechnol. , 7/3 (1996), 247.

[26] P- N. Favennec, « Technologies pour les composants à semiconducreurs, principes physiques », Masson (1994).

CHAPITRE 3

Techniques de caractérisations structurales, morphologiques et optiques

3.1. INTRODUCTION

La réalisation de dispositifs à ondes acoustiques impose une grande maîtrise du mode d'élaboration des couches minces constituant la structure..

Les caractéristiques en surface sont différentes de celles du volume en raison de la faible concentration d'atomes en surface (~ 10^{15} atomes/cm^3 en surface et 10^{22} atomes/cm^3 en volume), la grande réactivité des atomes de surface et la possibilité de perturbation de la surface par les éléments d'analyse, il n'est donc pas toujours facile de caractériser une couche mince.

La diversité des propriétés des films minces permet la fabrication de microstructures présentant des caractéristiques différentes, il est donc important de connaître avec une très grande précision la taille des grains, l'orientation cristalline, la texture, l'épaisseur, etc.

La diffraction des rayons X, celle des électrons ou des neutrons découverts plus récemment, permettent de connaître, en plus de la composition et l'arrangement chimiques, les liaisons interatomiques et l'orientation des mailles de manière très précise. Les techniques expérimentales actuellement utilisées sont très élaborées et automatisées ; elles mettent en œuvre, en particulier, des outils de calcul électronique importants. Dans ce chapitre, nous allons aborder le principe de fonctionnement de quelques techniques de caractérisation utilisées pour analyser nos échantillons.

3.2. CARACTERISATIONS STRUCTURALES

3.2.1. Diffraction par les rayons X

3.2.1.1. Diffraction X en mode θ/2θ

En se basant sur le phénomène de diffraction sur des photons de type rayons X, il est possible de déterminer la structure cristalline des matériaux. C'est une méthode analytique permettant de connaitre les propriétés structurales, l'orientation cristallographique, et la taille des grains de l'AlN. Le principe de cette technique repose sur l'interaction du faisceau de rayons X avec un matériau qui donne naissance à une diffraction dans toutes les directions.

Pour un matériau cristallin, la condition d'interférence constructive est exprimée par la loi de Bragg [l] (voir figure 3.1.) :

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \qquad (3.1.)$$

d_{hkl} : distance interéticulaire d'une famille de plan (hkl) ;

θ : angle d'incidence du rayon incident par rapport à la surface de l'échantillon ;

n : ordre de grandeur de réflexion (nombre entier) ;

λ: longueur d'onde des rayons X.

Comme les plans cristallographiques peuvent être repérés par les indices de Miller (hkl}, on peut indexer les pics de diffraction selon ces indices.

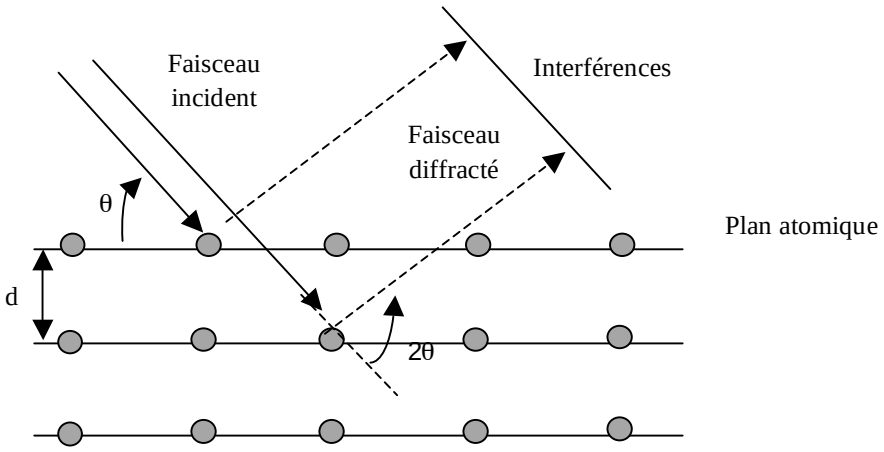


Figure 3.1 : Loi de Bragg donnant les directions où les interférences sont constructrices pour un matériau cristallin

Les films élaborés ont été caractérisés par le dispositif de diffraction de rayons X situé au laboratoire de Chimie du solide Minérale (LCSM) de l'université Henri Poincaré, Nancy- I. Le système utilisé est composé d'un goniomètre CGR type C, d'une source de rayon X produisant les radiations K_α et K_β du cuivre (CuK_α) d'une longueur d'onde λ = 0,15418 nm, d'un monochromateur qui élimine les radiations $K_{\alpha 2}$ et K_β et d'un détecteur.

3.2.1.2. La rocking curve

Pour déterminer la mosaïcité, nous avons procédé à des mesures de rocking-curve sur certains de nos films. Celle-ci est déterminée par la largeur à mi-hauteur (FWHM : full-width half maximum) de la courbe appliquée au pic de diffraction correspondant à l'orientation préférentielle de l'AlN (002). La taille des grains peut être aussi calculée à partir de la rocking curve.

Le principe de cette mesure consiste à fixer l'angle 2θ et de faire balayer l'angle ω (Fig. 3.2.). Les plans observés sont caractérisés par une distance interéticulaire pour un angle θ donné. Une forte désorientation donnera une rocking- curve large.

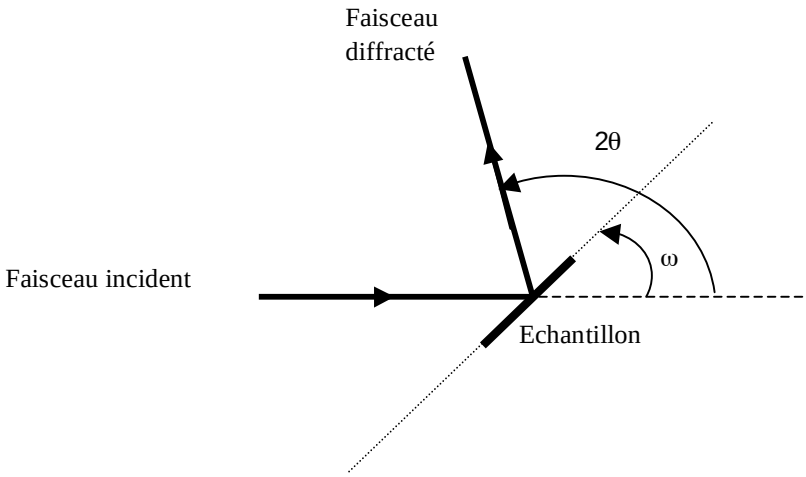


Figure 3.2 : schéma de principe de la mesure de rocking-curve

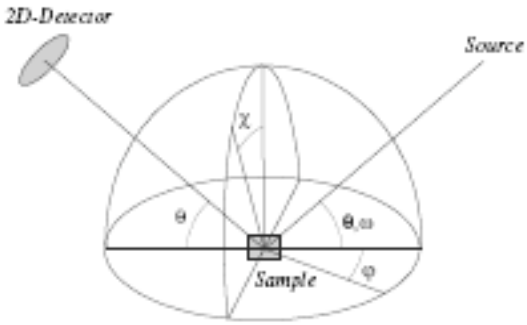
3.2.1.3 Mesure de la texture

3.2.1.3.1. Introduction

Le principe de base de la technique XRD peut être exploité de différentes façons en modifiant l'angle d'incidence du rayon X ou la position du substrat. Le mode θ/2θ ne permettant pas de connaître l'angle d'inclinaison de l'axe c, nous utiliserons une autre variante de la technique de diffraction X celle en mode χ. Cette technique permet de connaître la distribution des orientations cristallographiques d'un échantillon et de connaître l'orientation des grains en déterminant l'angle χ à un angle donné φ donné [2] (voir figure 3.3). Pour effectuer nos

mesures nous avons fixé l'angle φ à 34°. Les incertitudes concernant l'angle d'inclinaison de l'axe c son estimées à ± 2°.

La mesure des figures de pôle pour plusieurs familles {hkl} permet de calculer la fonction de distribution des orientations qui donnent une représentation tridimensionnelle de la texture.



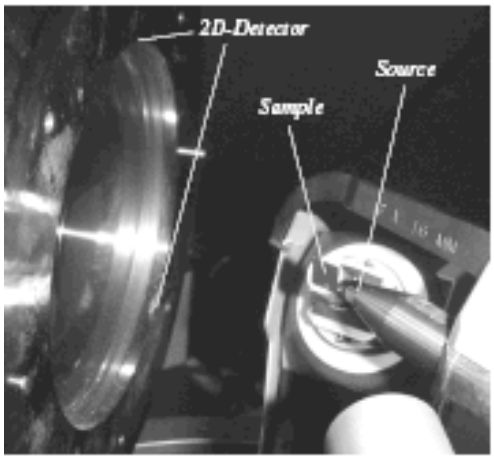


Figure 3.3 : Schéma d'un dispositif de diffraction x en mode χ

3.2.1.3.2. Les figures de pôles

Les orientations préférentielles ou textures sont reportées sur des figures de pôles, qui consistent à mesurer l'intensité diffractée par une famille de plans {hkl} dans toutes les directions et à donner une représentation bidimensionnelle sous la forme d'une projection stéréographique, nommée figure de pôle.

La lecture d'une figure de pôles fait appel à un abaque de Wulff (pas de 10), c'est un calque transparent sur lequel sont tracées les traces de plans en zone autour d'un axe horizontal.

On utilise fréquemment une figure de pôles (figure 3.4) pour représenter la structure d'un cristal. On choisit pour cela un plan de l'équateur, donc dont le pôle sera le centre de la figure (par exemple le plan (100) ou bien le plan (110)), puis on place les pôles des autres plans. Les indices de Miller sont indiqués pour chaque pôle. On met parfois en évidence des plans en zone en traçant les traces passant par les pôles.

Dans de la matière polycristalline, chaque monocristal (ou cristallite) a une orientation propre, on peut représenter l'orientation de chaque cristallite par les figures de pôles de deux plans. Afin de minimiser l'erreur de lecture, il faut que les orientations des plans choisis soient assez différentes.

Si le cristal possède des symétries de rotation, les plans choisis ne doivent pas être l'image l'un de l'autre par une telle rotation. Par exemple, pour des cristaux de symétrie cubique, les plans ne doivent pas appartenir à la même famille {hkl} ; on pourra par exemple choisir les plans {100} et les plans {110}.

L'orientation cristalline est en général déterminée par des techniques de diffraction. On choisit donc des plans dont les pics de diffraction ne sont pas superposés, c'est-à-dire ayant des distances inter-réticulaires différentes.

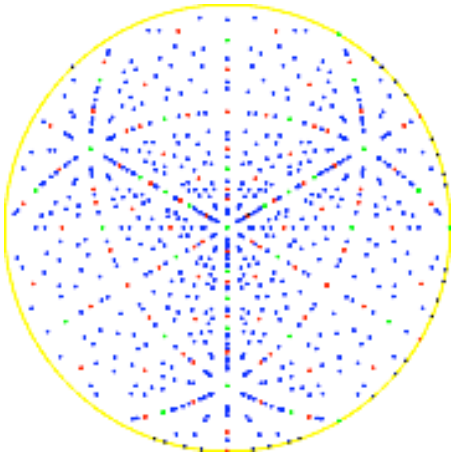


Figure 3.4. : Projection stéréographique de la figure de pôles d'un réseau cristallin de diamant selon l'axe (111) qui démontre la symétrie au long de la diagonale d'espace du cube élémentaire

3.3. CARACTERISATIONS MORPHOLOGIQUES

3.3.1. Microscopie électronique a effet de champ (FESEM)

Le microscope électronique à effet de champ est utilisé pour l'analyse morphologique des couches déposées. Il permet de caractériser en particulier leur section transversale et de déterminer l'épaisseur des différentes couches (SiO_2, AlN) composant le système.

3.3.1.1. Principe

Cette technique consiste à balayer un élément de surface de l'échantillon à l'aide d'une sonde électronique. Le principe du balayage consiste à explorer la surface de l'échantillon par lignes successives et à transmettre le signal du détecteur à un écran cathodique dont le balayage est exactement synchronisé avec celui du faisceau incident [3].

Sous l'impact du faisceau d'électrons accélérés, des électrons rétrodiffusés et des électrons secondaires émis par l'échantillon (figure 3.5.) sont recueillis sélectivement par des détecteurs qui transmettent un signal à un écran cathodique dont le balayage est synchronisé avec le balayage de l'objet.

Les microscopes à balayage utilisent un faisceau très fin qui balaie point par point la surface de l'échantillon à analyser par l'intermédiaire de bobines magnétiques. L'interaction de ce faisceau avec la surface à observer induit l'émission d'électrons secondaires, qui après détection de manière synchrone avec le balayage du faisceau d'électrons primaires, permet de photographier la surface analysée.

En pénétrant dans l'échantillon, le fin pinceau d'électrons diffuse peu et constitue un volume d'interaction dont la forme dépend principalement de la tension d'accélération et du numéro atomique de l'échantillon. Dans ce volume, les électrons et les rayonnements électromagnétiques émis permettent de former les images. La résolution spatiale qui représente la profondeur maximale de détection dépend de l'énergie des rayonnements.

En pénétrant dans l'échantillon, le fin pinceau d'électrons diffuse peu et constitue un volume d'interaction (poire d'interaction, figure 3.6) dont la forme dépend principalement de la tension d'accélération et du numéro atomique de l'échantillon. Dans ce volume, les électrons et les rayonnements électromagnétiques produits sont utilisés pour former des images ou pour effectuer des analyses physico-chimiques. Pour être détectés, les particules et les

rayonnements doivent pouvoir atteindre la surface de l'échantillon. La profondeur maximale de détection, donc la résolution spatiale, dépend de l'énergie des rayonnements. Chaque type d'électrons fournit une information particulière sur le système. Les électrons secondaires permettent d'obtenir la morphologie de la surface de l'échantillon, les électrons rétrodiffusés donnent des indications sur la nature chimique des éléments présents, et les rayonnements X permettent entre autre de déterminer la structure cristallographique de l'échantillon.

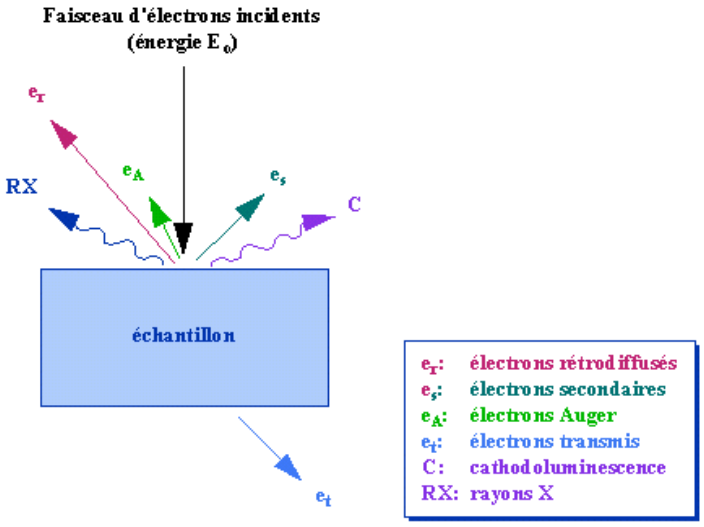


Figure 3.5 : Représentations schématique de l'interaction entre un faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon.

Emission d'électrons secondaires :

Certains électrons incidents de faible énergie (< 50 eV.) sont éjectés de l'échantillon sous l'effet du bombardement. Comme seuls les électrons secondaires produits près de la surface sont détectés, ils formeront des images avec une haute résolution (3-5 nm). Le contraste de l'image est surtout donné par le relief de l'échantillon mais on peut également observer un contraste chimique dans le cas de grandes différences de numéros atomiques.

Emission d'électrons rétrodiffusés :

Un parcours plus ou moins important dans la matière leur fait perdre une fraction de l'énergie des électrons qui pénètrent dans la matière. La trajectoire suivie est aléatoire et ils

peuvent revenir vers la surface. Ils sont alors détectés après leur sortie de l'échantillon. Du fait de leur plus grande énergie, les électrons rétrodiffusés peuvent provenir d'une profondeur plus importante et la résolution de l'image sera moins bonne qu'en électrons secondaires (6-10 nm). Suivant le type du détecteur utilisé, les électrons rétrodiffusés fournissent une image topographique (contraste fonction du relief) ou une image de composition (contraste fonction du numéro atomique).

Emission de rayons X :

Le faisceau d'électrons est suffisamment énergétique pour ioniser les couches profondes des atomes et produire ainsi l'émission de rayons X. La résolution spatiale d'analyse dépend de l'énergie de la raie X détectée, de la nature du matériau, de la fluorescence secondaire. Elle est en général supérieure au micromètre.

Emission d'électrons Auger :

Ce sont des électrons dont la faible énergie est caractéristique de l'élément émetteur (utilisés pour l'analyse élémentaire) et du type de liaison chimique.

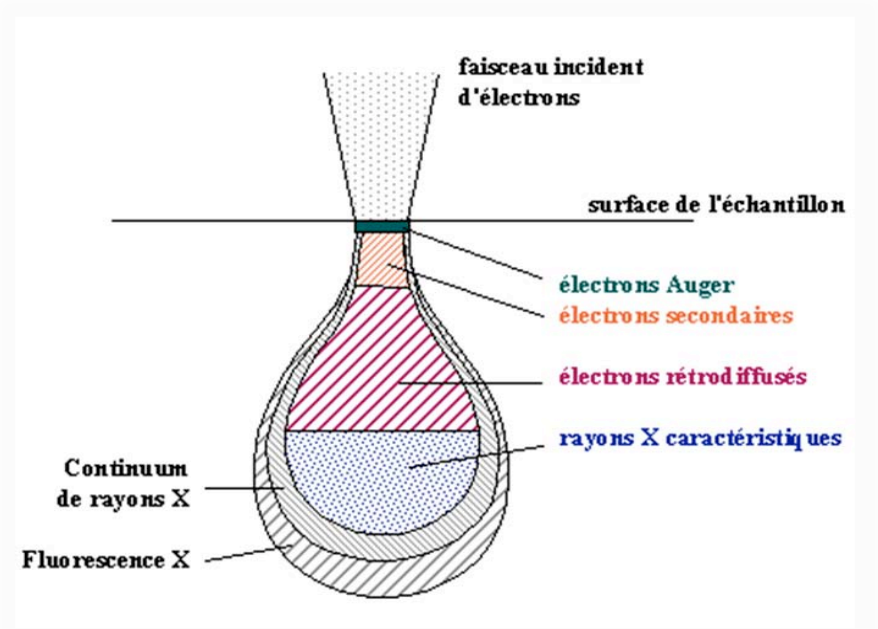


Figure 3.6 : Poire d'interaction électrons-matière expliquant le rôle de chaque type d'électrons dans le processus [17]

Cathodoluminescence :

Lorsque des matériaux isolants ou semi-conducteurs sont bombardés par le faisceau d'électrons, des photons de grande longueur d'onde (ultraviolet, visible) sont émis. Le spectre obtenu dépend du matériau étudié et de sa pureté.

Canalisation d'électrons :

La pénétration du faisceau d'électrons dans un cristal est fonction de son incidence par rapport à une famille de plans interréticulaires. Le contraste des images en électrons rétrodiffusés donnera des renseignements sur la structure cristalline du produit. La figure 3.7 montre un spectre de distribution d'énergie selon le type d'électron émis.

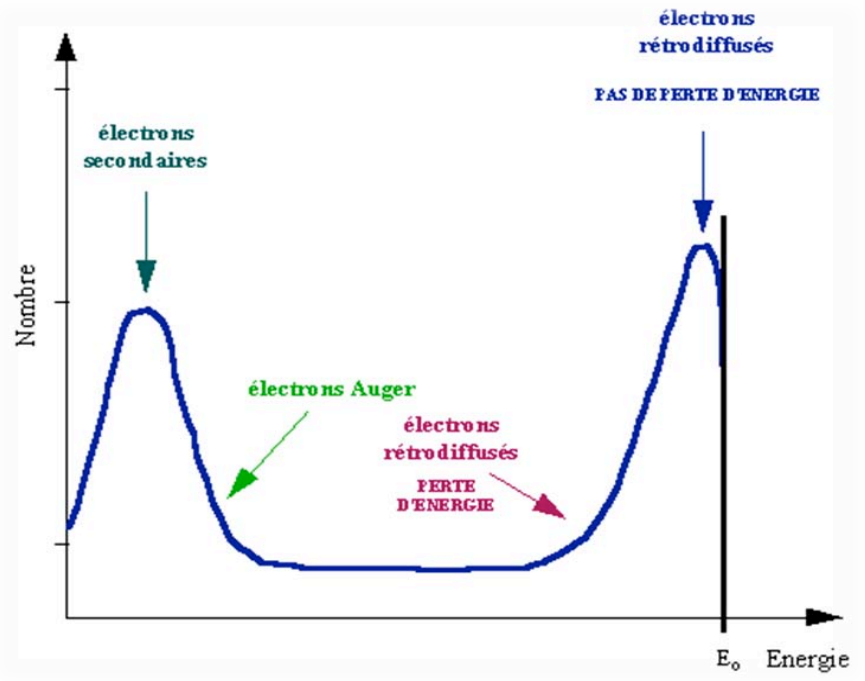


Figure 3.7 : Représentation schématique de l'énergie de distribution des électrons émis par un échantillon [17]

3.3.1.2. Les différents composants

Ce microscope se compose d'une colonne dans laquelle se trouvent (figure 3.8.) :

1. La source de rayonnement, un canon à filament de tungstène qui lorsqu'il est parcouru par un courant électrique émet des électrons qui ensuite sont accélérés par un champ électrique. Cette partie de la colonne se trouve sous ultra-vide, deux pompes ioniques installées au niveau de la pointe d'émission.

2. Un dispositif d'optique électronique permettant à l'aide de diaphragmes et de lentilles magnétiques de focaliser le faisceau et de corriger toutes les aberrations.

3. Un système de balayage permettant de commander le point d'impact des électrons sur l'échantillon grâce à des bobines déflectrices.

4. Deux plaques électrostatiques permettent également de dévier en un temps très court (de l'ordre de la microseconde) le faisceau électronique afin d'éviter l'insolation des zones non souhaitées. C'est le système d'escamotage du faisceau (beam blanker)

5. La colonne du microscope électronique est reliée à la chambre où se trouve le porte-échantillon. Il permet de déplacer l'échantillon selon les 3 directions (x, y, et z), ainsi que l'inclinaison (variation de l'angle d'incidence) et la rotation. Cette chambre est placée dans un vide secondaire conservé grâce à deux pompes à diffusion.

Ce microscope comprend également un sas de chargement permettant de conserver un vide secondaire dans la colonne.

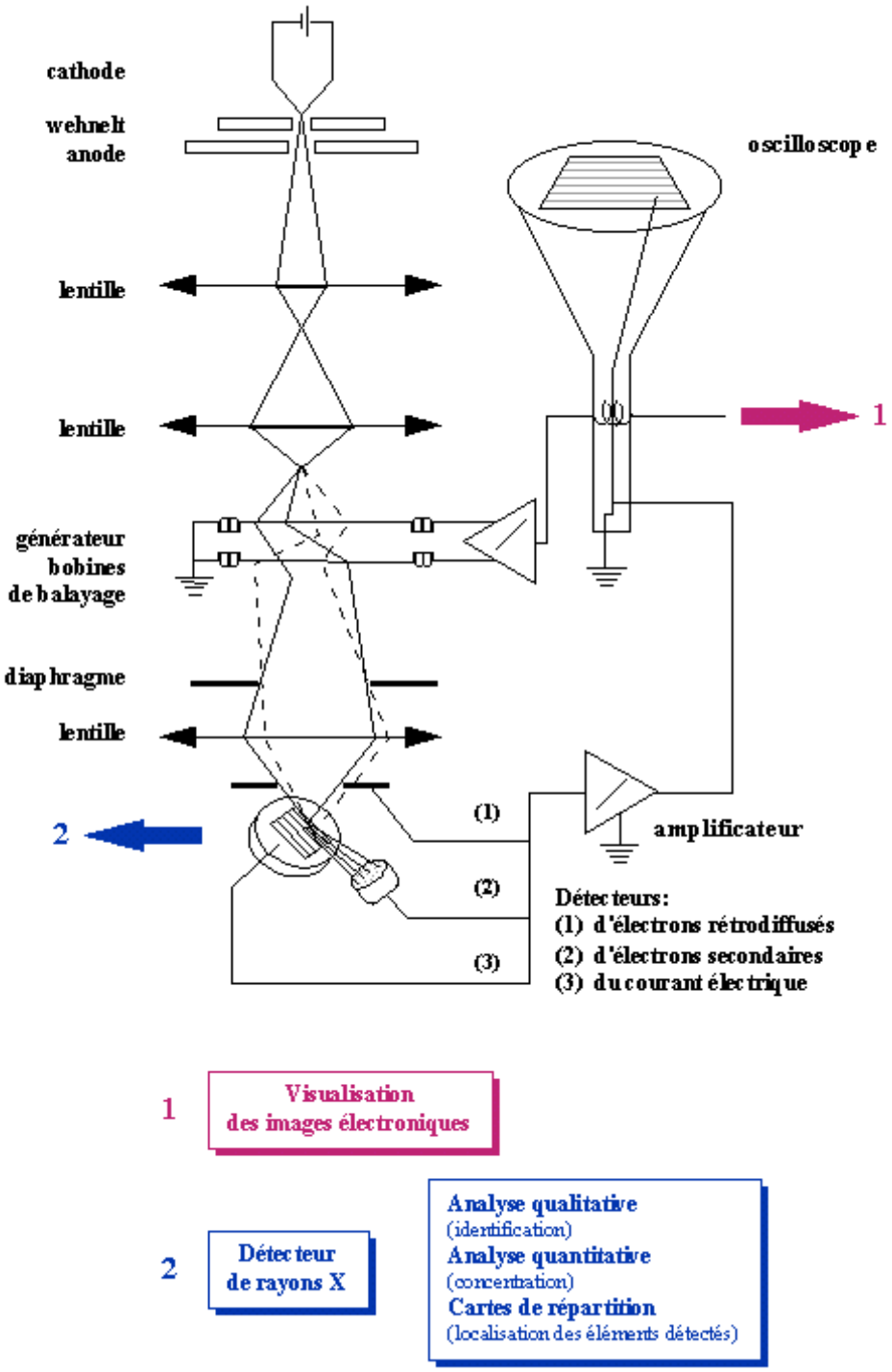


Figure 3.8 : Représentation schématique d'un microscope électronique à balayage équipé d'un système de microanalyse de rayons X [17].

3.3.2. Microscopie électronique à transmission (TEM)

La microscopie électronique en transmission (MET ou TEM en anglais pour Transmission Electron Microscopy) est une technique de microcopie basée sur le principe de transmission et de diffraction des électrons et pouvant atteindre un grossissement de 500 000.

Elle consiste à placer un échantillon suffisamment mince sous un faisceau d'électrons utilisé en faisceau cohérent, et de visualiser soit l'hologramme obtenu qu'est la figure de diffraction dans le plan focal de l'objectif, soit d'utiliser une autre lentille pour obtenir la figure transformée de Fourrier de la figure de diffraction observable par l'impact des électrons sur un écran fluorescent ou de l'enregistrer sur une plaque photo.

C'est le rayonnement utilisé qui diffère principalement dans les deux cas :

Le microscope électronique en transmission utilise les électrons comme sonde. Un système de lentilles magnétiques permet de dévier ou focaliser le rayon d'électrons sur un échantillon "extrêmement fin". L'image peut être vue sur un écran fluorescent, enregistrée sur un film photographique ou bien détectée par un capteur CDD.

Le microscope électronique en transmission a deux principaux modes de fonction suivant que l'on obtient une image ou un cliché de diffraction :

Un microscope électronique en transmission se compose de:

1. un système de pompes à vide
2. un système de refroidissement à azote
3. un canon à électrons composé d'une source d'électrons, d'un système de focalisation et d'un accélérateur d'électrons
4. une colonne optique électronique contenant les lentilles magnétiques et les diagrammes ;
5. un porte échantillon ;
6. un détecteur d'électrons ;

éventuellement d'autres éléments électroniques de mesure.

La préparation des échantillons pour une observation au microscope électronique en transmission est une phase très importante. C'est elle qui déterminera en partie la qualité des résultats obtenus. Le faisceau d'électrons devant traverser l'échantillon, son épaisseur doit être idéalement de l'ordre de quelques nanomètres. Suivant l'utilisation que l'on fait du MET (médecine ou science des matériaux), la technique de préparation des échantillons diffère.

3.3.2.1. Modes de diffraction

Au lieu de s'intéresser à l'image formée, on peut s'intéresser à la diffraction des électrons. En se plaçant dans le plan focal du faisceau et non plus dans le plan image (simplement en changeant la tension dans les lentilles électro-magnétiques), on obtient la figure de diffraction, semblable aux clichés de Laue obtenus en diffraction des rayons X. On peut ainsi visualiser les directions dans lesquelles vont les électrons et ainsi caractériser les cristaux (organisation des atomes, orientation...).

3.3.2.2. Mode en champ sombre

En sélectionnant un faisceau diffracté particulier pour former l'image, on obtient un contraste dit « en champ sombre » (dark field). Selon l'orientation locale d'un cristal, soit celui-ci laisse passer les électrons en ligne droite, auquel cas on a un contraste clair, soit il dévie les électrons et l'on obtient un contraste sombre.

Supposons que, pour un cristal, le faisceau soit presque en conditions de diffraction : le faisceau n'est pas dévié ; il traverse donc le cristallite sans encombre et celui-ci apparaît clair. Si la maille est localement distordue par un défaut (par exemple une dislocation), alors le faisceau se trouve localement en condition de diffraction et est dévié. Cette zone de défaut apparaît sombre.

3.3.2.3. Microscopie à haute résolution (HRMET)

Certains électrons sont déviés (diffractés), d'autres sont transmis en ligne directe. Si l'on fait interférer un faisceau transmis en ligne directe avec un faisceau diffracté, on obtient une figure d'interférence. Les contrastes sur l'image obtenue sont donc directement corrélés au potentiel projeté de l'échantillon. Suivant la défocalisation et la taille de l'échantillon, cette corrélation change. Une simulation de la figure d'interférence est alors nécessaire pour interpréter l'image obtenue et dire si les colonnes atomiques sont situées sur les points blancs, noirs ou entre les deux. Il ne faut pas croire qu'une image HRMET (de microscopie électronique à transmission en haute résolution) est une simple photographie où les points

blancs (ou noirs) sont des atomes. Ces images, après traitements, nous permettent également de tirer des informations sur l'organisation cristalline ainsi que les défauts qui s'y trouvent (joints de grain, dislocations...).

3.4. CARACTERISATION OPTIQUE

3.4.1. Ellipsométrie spectroscopique

3.4.1.1. Introduction

L'ellipsométrie est une technique de caractérisation non destructive et très sensible à la présence de couche mince en surface [4,5] permettant d'accéder à des monocouches atomiques [6,7]. Elle permet également de déterminer l'indice de réfraction des couches minces.

3.4.1.2. Principe physique

Lorsque la lumière, polarisée de façon rectiligne, entre en interaction avec une surface selon un certain angle d'incidence, elle peut être exprimée à travers ses composantes parallèles (s) et perpendiculaires (p). Après réflexion sur la surface, ces composantes changent : lors de leur recombinaison les composantes s et p résulteront en un faisceau polarisé elliptiquement.

Son principe de base est le changement de l'état de polarisation d'une onde électromagnétique incidente, après interaction (réflexion et transmission) avec le système à étudier [8] ; ce changement est représenté par une grandeur complexe ρ, rapport du coefficient de réflexion (r_p) d'une onde de polarisation rectiligne parallèle au plan d'incidence et du coefficient de réflexion (r_s) d'une onde de polarisation perpendiculaire au plan d'incidence.

L'équation fondamentale de l'ellipsométrie est [16] :

$$\rho(x,\Phi) = \tan g\Psi \exp(j\Delta) \qquad (3.2)$$

Avec

$$\tan g\Psi = \frac{|r_p|}{|r_s|} \qquad (3.3.)$$

$$\Delta = (\delta_p - \delta_s) \qquad (3.4.)$$

où Ψ et Δ sont les grandeurs ellipsométriques (angles qui représentent le module et la phase de ρ(x,Φ)).

Il existe plusieurs types d'ellipsomètres [8,9] citons par exemple l'ellipsomètre à polariseur ou à analyseur tournant, mais nous n'utiliserons que l'ellipsomètre à modulation de phase (EMP) Dont le principe de base a été donné par Jasperson et Schnatterly (1969) [10, 11]. La phase de l'onde incidente monochromatique polarisée linéairement est modulée à une fréquence f_0 (50kHz) de sorte que le déphasage :

$$\delta(\omega t) = A_m \sin(\omega t)$$
$$\omega = 2\pi f_0 \qquad (3.5.)$$

Après réflexion par la couche analysée, les mesures de la composante continue, de celle de la fondamentale et de la première harmonique (de fréquences respectives f_0 et $2f_0$) permettent de calculer ψ et Δ, qui représentent les grandeurs ellipsométriques.

L'ellipsomètre ne mesure pas directement l'indice de réfraction (n) ou l'épaisseur (t) de la couche intéressée, un algorithme doit être utilisé pour trouver une solution pour n et t relative aux valeurs Ψ et Δ mesurées. L'ellipsomètre est capable de mesurer Ψ et Δ pour beaucoup de structures complexes (figure 3.9.).

L'indice de réfraction n(λ) et k(λ) sont données par les équations suivantes [12]:

$$n(\lambda) = A + \frac{B}{\lambda^2};$$
$$k(\lambda) = A_m \exp\left\{-\left(\frac{\lambda - \lambda_0}{B_r}\right)^{2x}\right\} \qquad (3.6.)$$

Les trois paramètres de Cauchy [13, 14, 15] ne modifient pas beaucoup le fitage de l'indice de réfraction du film.

B_r représente la largeur du spectre, A_m l'amplitude de k(λ) pour la longueur d'onde λ_0=290nm.

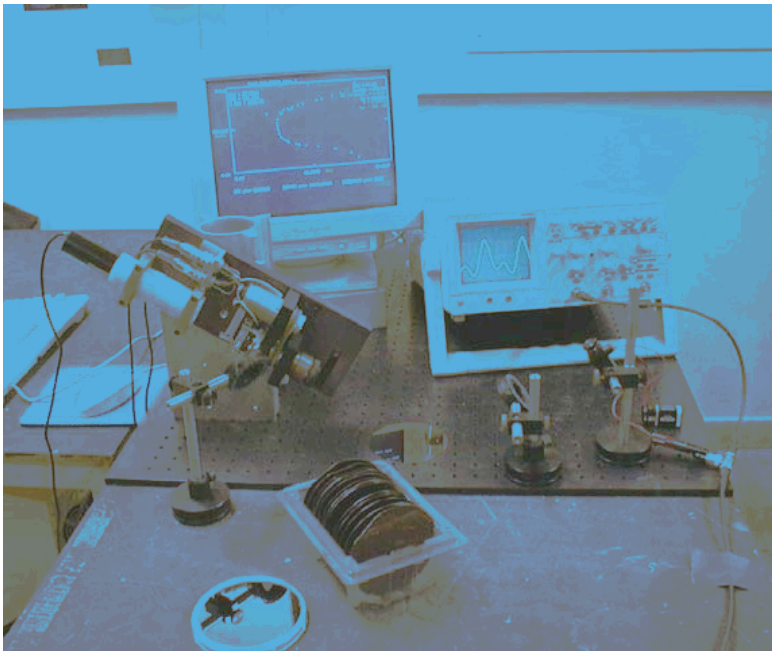


Figure 3.9: photo d'un ellipsomètre a biréfringent tournant

3.4.1.3. Les différents composants

Le dispositif expérimental utilisé dans nos expérimentations est constitué d'un goniomètre (figure 3.12) dont les deux bras se composent des composantes suivantes :

1. **Une source :**

La source choisie est une lampe de Xénon à arc de 75W ayant une intensité lumineuse suffisamment grande dans la gamme spectrale s'étalant entre l'UV proche et l'IR [0.2, 1]µm. L'arc de cette lampe est très petit (Φ≈0.3 mm) permettant d'obtenir un faisceau bien collimaté.

2. **Un monochromateur :**

Pour sélectionner la longueur d'onde choisie nous utilisons un monochromateur double. Il couvre la gamme spectrale 200 -800nm, sa résolution maximale est de 0.5 nm et son taux de lumière parasite est de 10^{-9} à 8 nm de raie laser 6328Å.

3. **Un polariseur et un analyseur :**

Le polariseur et l'analyseur sont des polariseurs de Glazebrook en calcite, utilisables dans la gamme 220nm à 3000nm, avec des taux d'extinction de 10^{-5}montés sur des platines de rotation présentant une précision d'une minute.

4. Un modulateur photoélastique :

Le modulateur est une lame de matériau diélectrique transparent isotrope, qui lorsqu'il est soumis à une contrainte uniaxiale (voir figure 3.10) devient biréfringeant. Son axe principal sera l'axe de la contrainte. Une lumière polarisée parallèlement à un de ses axes principaux (lignes neutres OX et OY) conserve sa polarisation après la traversée du modulateur. Si la lumière est polarisée dans une direction différente, les composantes E_{xi} et E_{yi} traverserons le barreau à différentes vitesses car les indices de réfraction n_x et n_y sont différents, ceci étant la conséquence de la biréfringence qui apparaît sous l'effet de la contrainte. Il s'en suit qu'après la traversée, chaque composante E_{xt} et E_{yt} présentera un déphasage φ_x et φ_y différent et la lumière sera polarisée elliptiquement. Si la contrainte varie sinusoïdalement en fonction du temps, la différence de phase qu'elle introduit entre les deux vibrations sera elle-même sinusoïdale. Une telle contrainte modulée, est obtenue en créant dans le barreau un système d'ondes acoustiques longitudinales de fréquence f_0. Le faisceau lumineux de faible dimension ($\Phi \approx 1$ à 2mm max) traverse le barreau de Silice à l'endroit où la contrainte est maximale. La différence de phase entre deux directions de polarisation X et Y, pour un modèle simplifié du modulateur, s'exprime par :

$$\Delta = \delta_x - \delta_y = \chi \sin \omega t \qquad (3.7.)$$

χ est l'amplitude de la vibration du barreau

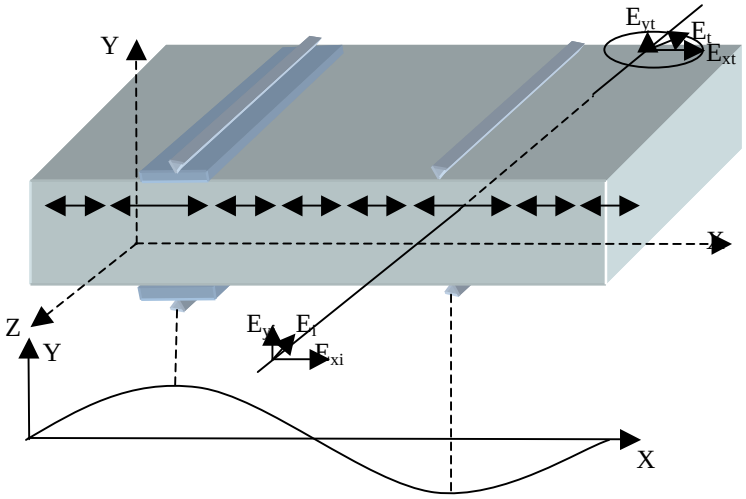


Figure 3.10 : Distribution de la contrainte dans le barreau de silice du modulateur photoélastique

5. Un photomultiplicateur :

Nous avons utilisé un photomultiplicateur (PM) à faible bruit sélectionné de fenêtre frontale Φ=12mm (185-800nm).

Mesure des paramètres Ψ et Δ :

L'expression du signal lumineux à la sortie de l'analyseur est :

$$I(t) = I_0 + I_S \sin\delta(t) + I_C \cos\delta(t) \qquad (3.8.)$$

$$I_0 = \left(\frac{r_s^2 + r_p^2}{4r_s^2}\right)[\{1 + \cos 2M\cos(P - M)\cos 2A\} - \cos 2\psi\{\cos 2A + \cos 2M\cos 2(P - M)\}$$
$$+ \sin 2\Psi\{\cos\Delta\sin 2(P - M)\sin 2A\sin 2M\}\ ]$$

(3.9)

$$I_S = \left(\frac{r_s^2 + r_p^2}{4r_s^2}\right)\left[\sin 2A\sin 2(P - M)\sin 2\Psi\ \sin\Delta\right] \qquad (3.10)$$

$$I_C = \left(\frac{r_s^2 + r_p^2}{4r_s^2}\right)\sin 2(P - M)[\sin 2M\sin 2A\sin 2\psi\cos\Delta + (\cos 2\psi - \cos 2A)\sin 2M]$$

M, *P* et *A* sont les angles des directions des lignes neutres du modulateur, polariseur et analyseur par rapport à la direction p de l'échantillon (parallèle au plan d'incidence). Les développements de fourrier de *sinδ(t)* et *cosδ(t)* sont :

$$\sin\delta(t) = 2\sum_{m=0}^{\infty} J_{2m+1}(\chi)\sin\{(2m+1)\omega t\} \qquad (3.11)$$

$$\cos\delta(t) = J_0(A) + \sum_{m=0}^{\infty} J_{2m}(\chi)\cos 2m\omega t \qquad (3.12.)$$

Ou $J_m(\chi)$ est la fonction de Bessel d'argument χ et d'ordre m. *I(t)* se met sous la forme

$$I(t) = I(0) + I_\omega \sin(\omega t + \varphi_1) + I_{2\omega}\cos(2\omega t + \varphi_2) \qquad (3.13)$$

Expérimentalement, on mesure $I(0)$, I_ω et $I_{2\omega}$ qui sont les amplitudes maximales des composantes du signal contenu, du signal fondamental (f_0) et du premier harmonique $2(f_0)$, $\varphi_1$et φ_2 rendent compte des bandes passantes de la détection électronique. Les paramètres ellipsométriques Ψ et Δ peuvent être déterminés en mesurant R_ω et $R_{2\omega}$, ce sont respectivement les rapports du signal fondamental I_ω et du premier harmonique $I_{2\omega}$ à la partie $I(0)$

$$R_\omega = \frac{I_\omega}{I(0)} = \frac{\pm 2J_1(\chi)I_S}{I_0 \pm J_0(\chi)I_C} \qquad (3.14.)$$

$$R_{2\omega} = \frac{I_{2\omega}}{I(0)} = \frac{\pm 2J_2(\chi)I_S}{I_0 \pm J_0(\chi)I_C} \qquad (3.15.)$$

Les signes ± seront fonctions de la configuration choisie. On simplifie ces relations en prenant la valeur de χ donnant $J_0(\chi) = 0$ (χ = 2.405rad) et en choisissant une configuration, par exemple P=45°, M=0 et A=-45°

$$R_w = 2J_1(\chi)\sin 2\Psi \sin\Delta \qquad (3.16)$$

$$R_{2w} = 2J_2(\chi)\sin 2\Psi \cos\Delta \qquad (3.17)$$

$$\Delta = \arctan\left(\frac{J_2(\chi)R_\omega}{J_1(\chi)R_{2\omega}}\right) \qquad (3.18)$$

$$\Psi = \frac{1}{2}\arcsin\left\{\frac{1}{2}\left[\left(\frac{R_\omega}{J_1(\chi)}\right)^2 + \left(\frac{R_{2\omega}}{J_2(\chi)}\right)^2\right]^{\frac{1}{2}}\right\} \qquad (3.19)$$

Le traitement numérique du signal se fait automatiquement et la mesure sur Δ et Ψ est de l'ordre de 1/10 de degré.

3.4.1.4. Détermination des constantes diélectriques a partir de Ψ et Δ

Considérons le modèle du substrat nu (représenté sur la figure 3.11.). Nous supposons dans ce modèle que le substrat est homogène, isotrope et sa surface parfaite, il forme une interface abrupte avec l'air.

Les coefficients de réflexion de Fresnel sont définis d'après les équations de maxwell par :

Facteur de réflexion complexe suivant p :

$$r_P = \frac{N\cos\theta_0 - \cos\theta}{N\cos\theta_0 + \cos\theta} \qquad (3.19)$$

Facteur de réflexion complexe suivant s

$$r_S = \frac{\cos\theta_0 - N\cos\theta}{\cos\theta_0 + N\cos\theta} \qquad (3.20)$$

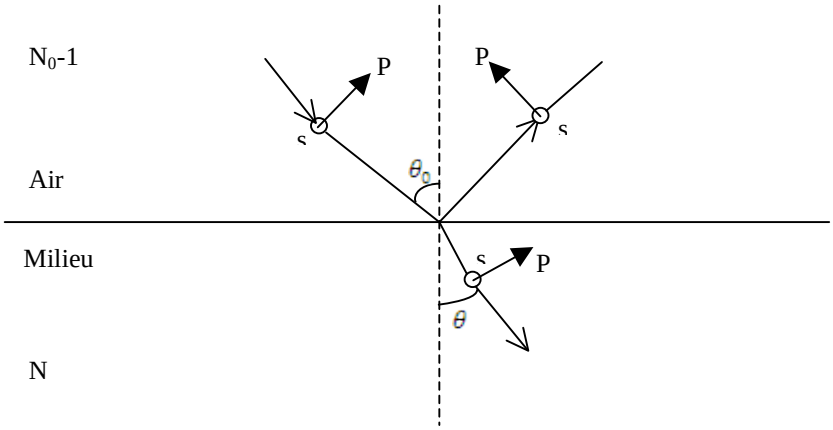


Figure 3.11 : Modèle d'un substrat nu

D'après la loi de Descartes on a :

$$\sin\theta_0 = N\sin\theta$$

Avec : $N = n - ik$ $\varepsilon_s = \varepsilon_r - i\varepsilon_i = N^2$ $\varepsilon_r = n^2 - k^2$ et $\varepsilon_i = 2nk$

D'après ces différentes relations nous pouvons en déduire ρ le rapport de r_s sur r_p.

$$r_p = \frac{tg(\theta_0 - \theta)}{tg(\theta_0 + \theta)} \qquad (3.21)$$

$$r_s = \frac{\sin(\theta_0 - \theta)}{\sin(\theta_0 + \theta)} \qquad (3.22)$$

$$\rho = \frac{r_p}{r_s} = \frac{\cos(\theta_0 - \theta)}{\cos(\theta_0 + \theta)} \qquad (3.23)$$

$$\frac{1-\rho}{1+\rho} = \frac{\cos\theta_0 \cos\theta}{\sin\theta_0 \sin\theta\,)} \qquad (3.24)$$

La fonction diélectrique complexe ε_s d'un substrat peut s'écrire :

$$\varepsilon_s = N^2 = (n - ik)^2 = \sin^2\theta_0 \left[1 + \left(\frac{1-\rho}{1+\rho}\right)^2 tg^2\theta_0\right] \qquad (3.25)$$

Ainsi la mesure de Ψ et Δ permet de déterminer ε_i et ε_r ou *n* et *k*. un spectre complet de 1.5eV à 6 eV s'effectue sur un temps de 5 minutes maximum.

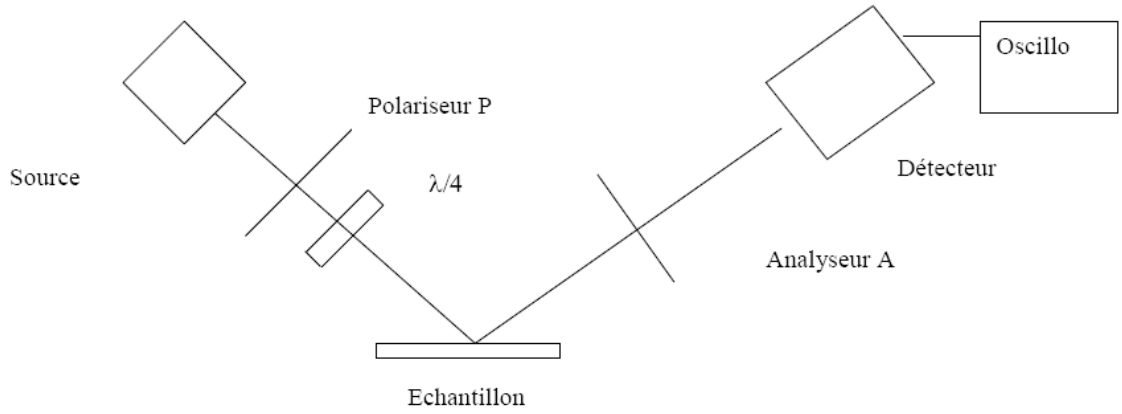


Figure 3.12: Les différents composants du système d'ellipsométrie spectroscopique

3.5. CONCLUSION

Dans ce chapitre nous avons abordé le principe physique de fonctionnement de quelques techniques de caractérisations structurales, morphologiques et optiques que nous utiliserons pour analyser les échantillons élaborés. Les propriétés cristallographiques des couches (structure de la maille élémentaire, l'orientation de l'axe c et des colonnes), l'épaisseur des couches, l'indice de réfraction et le coefficient d'extinction seront déterminées par les techniques présentées dans ce chapitre. On a décrit également les dispositifs utilisés couramment et leur principe de fonctionnement.

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE 3

[1] Charles Kittel, “Introduction to solid State Physics”, John Whiley and sons, 1996.

[2] M. Link, « Etude et réalisation des résonateurs à ondes acoustiques de volume (FBAR) montés sur miroir acoustique et exploitant le mode de cisaillement dans les couches minces d’oxydez de zinc (ZnO) à, axe c incliné: application aux capteurs gravimétriques en milieux liquides », Thèse de doctorat, Université Henri Poincaré, Nancy I, 2006.

[3] A. Rossi, Microanalyse par rayon X avec spectrométrie par dispersion d’énergie montée sur un Microscope Electronique à balayage, thèse, Montpellier 1997.

[4] B Drévillon, Thin Solid Films, 63 (1988), 167.

[5] H.J. Hwang, L.L. Chung,W.Y. Chein, FL Tan, Solid states Electronics,30 (1987), 973.

[6] Chandler-Horowiwitz, GA.Candela,Journal de physique,Colloque C10,Tome 44, 1983.

[7] P.S.Hauge, Surface Science 96, (1980), 108.

[8] R .M.A. Azzam, N. M. Basara, Ellipsometry and polarized light, North holland, Amsterdam, 1976.

[9] S.N. Jasperson, D.K. Burge, O. Handley, surface Science, 23 (1973), 548.

[10] S.N. Jasperson, S.E. Schnatterly, Rev. Sc. Inst, Vol. 40,N° 6, Juin 1969.

[11] B. Drévillon, C. Godet, S. Kumer, Appl. Phys. Lett, Vol. 50, N°23, Juin 1987.

[12] H.G. Tompkins and W.A McGahan, Spectroscopic Ellipsometry and reflectrmetry : A user’s guide Wiley; New York,1999.

[13] C.B. Labelle and K. K.Gleason, J. Vac. Sci. Technol. A 17(1999), 445.

[14] C.B. Labelle, R. Opilla and A. Kornblit, J. Vac. Sci. Technol. A 23, (2005), 190.

[15] K. S. Lau, J.A. Caulfield and K.K. Gleason, J. Vac. Sci. Technol. A 18, (2000), 2404.

[16] H.G. Tompkins and W.A. McGhan, Spectroscopic Ellipsometry and reflectometry: A Users guide (Wiley; New York, (1999).

[17] La microscopie électronique à balayage, Alain Duval, Anne Bouquillon, Laboratoire de recherche des musées de France, (doc. Web).

CHAPITRE 4

Elaboration et caractérisation de couches minces de nitrure d'aluminium à axe c incliné déposées par pulvérisation magnétron

4.1. INTRODUCTION

Le nitrure d'aluminium (AlN) et le nitrure de gallium (GaN) [1, 2, 3] représentent à l'heure actuelle les nitrures les plus attractifs dans différents domaines d'applications, leurs propriétés physico-chimiques permettent en particulier de réaliser des dispositifs microélectroniques et optoélectroniques.

L'AlN cristallisant dans la structure hexagonale avec un axe c incliné permet l'excitation et la propagation des ondes de cisaillement dans les dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) et de volume (BAW) vibrant à des fréquences allant jusqu'à 10GHz [4,5] avec une grande vitesse de propagation [6]. Pour générer les ondes de cisaillement dans ces systèmes avec un couplage électromécanique et un facteur de qualité élevés, l'angle d'inclinaison de l'axe c doit varier entre 5° et 30° [7, 8, 9, 10].

La pulvérisation réactive reste la méthode la plus appropriée au dépôt de nitrure d'aluminium à basse température par rapport à d'autres méthodes telles que la MBE ou la CVD, avec une surface peu rugueuse présentant les qualités requises à un bon fonctionnement dans les dispositifs à ondes acoustiques de surface et de volume. De plus, pour les mêmes paramètres affectant le rendement de pulvérisation (puissance, distance entre la cible et le substrat…), cette technique permet d'atteindre une vitesse de croissance plus importante que les autres techniques.

Les paramètres optimaux permettant de déposer des couches de nitrure d'aluminium avec un axe c perpendiculaire à la surface, par pulvérisation magnétron, ont déjà été déterminés au sein du laboratoire [11, 12]. Par contre, La modification de l'orientation de l'axe c s'est avérée assez difficile et a imposé la prise en compte d'un certain nombre de paramètres: les paramètres de croissance, l'état de surface, la position du substrat par rapport à la cible et la localisation sur le substrat, si on utilise des wafers de taille supérieure à 2 pouces.

Il existe différentes approches permettant de modifier l'orientation de l'axe c telles que :

- L'inclinaison du substrat en utilisant un support incliné [13, 32];
- Le décalage de l'axe du substrat par rapport à celui de la cible en raison de distribution angulaire du flux [14] ;

- L'utilisation d'un système de pulvérisation complexe composé de un ou plusieurs (jusqu'à 12) caches entre les électrodes (la cible et le substrat) sur des wafers de grande taille [16, 8].

L'inconvénient des deux premières techniques est la non uniformité de l'épaisseur en raison de la distribution cosinusoidale du flux [15] et la troisième approche nécessite l'utilisation de wafers de grande taille et une grande distance entre la cible e le substrat. Il est à noter que l'introduction de cache(s) dans notre système n'a pas conduit à l'inclinaison en raison de la petite taille des substrats (3 pouces), celui-ci a tendance à arrêter les particules incidentes provenant de la cible et à diminuer le taux de croissance des films.

Dans l'étude que nous avons menée, on utilise des substrats de silicium de 3 pouces de diamètre, la taille du porte substrat ne permettant pas de manipuler des wafers de taille supérieure. Dans notre approche expérimentale, on se base uniquement sur l'étude des paramètres de croissance suivant: la pression de pulvérisation, le taux d'azote dans le mélange (N_2, Ar), la puissance et la température. Aucune modification n'a été apportée à la géométrie du système de pulvérisation planaire préalablement utilisé pour la croissance des couches minces d'AlN avec axe c perpendiculaire [17].

Dans ce chapitre sera présentée la procédure expérimentale de croissance de couches minces d'AlN cristallisant dans la structure hexagonale et les différentes étapes de recherche des paramètres de croissance d'AlN à un axe c incliné : la préparation des substrats, l'influence des différents paramètres de croissance. Les propriétés structurales (orientation cristalline, texture,) seront étudiées par la technique de diffraction X (en mode $\theta/2\theta$, en mode χ) et la morphologie des couches (épaisseur des couches, inclinaison des colonnes…) sera étudiée par microscopie électronique à effet de champ (FESEM). Ces caractérisations permettront de déterminer les paramètres optimaux de croissance de couches d'AlN à axe c incliné dans notre système de pulvérisation.

4.2. PROPRIETES CRISTALLOGRAPHIQUES DU NITRURE D'ALUMINIUM

Le nitrure d'aluminium est un semi-conducteur piézoélectrique appartenant à la famille des nitrures pouvant cristalliser dans les conditions normales dans la phase hexagonale wurtzite de symétrie 6mm. C'est un matériau polycristallin dont les paramètres décrivant la structure sont le paramètre de maille a=3.11Å, la hauteur de la maille perpendiculairement au plan des hexagones correspondant à l'empilement de deux plans cristallins c=4.980 Å (avec c/a=1.633), et le paramètre u qui vaut 0.375 et en cas d'énergie minimum. La phase hexagonale (wurtzite) est stable lorsque l'attraction ionique est plus importante que la répulsion électrostatique entre liaisons covalentes. La phase wurtzite est liée à une forte ionicité et est observée dans les composés semiconducteurs dont l'anion (N^-) est léger. Cette structure peut être considérée comme deux arrangements hexagonaux compacts, l'un formé d'atomes d'aluminium et l'autre d'atomes d'azote décalés d'un vecteur u sur l'axe c (figure 4.1).

L'orientation préférentielle des couches minces de nitrure d'aluminium suit l'axe (001) [18].

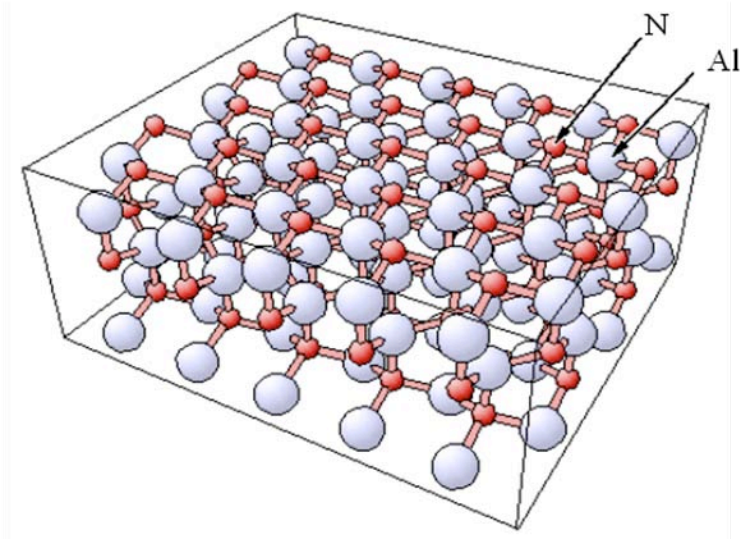


Figure 4.1 : Disposition des plans atomiques dans la structure hexagonale de l'AlN [20]

Le nitrure d'aluminium est caractérisé par un module de Young élevé (voir Tableau 4.1) et par conséquent par une grande vitesse du son (voir Tableau 4.2).

De nombreuses études ont montré que les couches minces de nitrure d'aluminium présentent une croissance colonnaire [11, 13] suivant laquelle il est possible de générer différents modes d'ondes acoustiques.

Propriété	Valeur
Dureté (Mohs)	**7**
Module de Young E (GPa)	**318**
Résistance à la flexion (σ_F) (MPa)	**300**
Densité ($g.cm^{-3}$)	**3.26**
Coefficient de poisson (ν)	**0.25**
Constante diélectrique ε_r	**9.2**
Résistance diélectrique ($kV\ mm^{-1}$)	**15**
Résistance électrique à 20°C (Ω.cm)	**$>10^{14}$**

Tableau 4.1: Propriétés élastiques du nitrure d'aluminium

	Quartz	AlN	ZnO	PZT
Courant diélectrique relatif	**455**	**8.5**	**8.8**	**350**
Densité (kg/m^2)	**2650**	**3260**	**5665**	**7480**
Vitesse acoustique en mode longitudinal (V_L)	**5968**	**11400**	**6330**	**4500**
Vitesse acoustique en mode transversal (V_S)	**3310**	**6630**	**2883**	**2200**
Couplage électromécanique en mode longitudinal (K_S)	**-**	**0.25**	**0.45**	**0.45**
Couplage électromécanique en mode transversal (K_L)	**0.07**	**0.16**	**0.32**	**-**

Tableau 4.2 : Comparaison des vitesses acoustiques de l'AlN avec d'autres matériaux piézoélectriques

4.3. PROCEDURE EXPERIMENTALE

La présente partie concerne les étapes de croissance des films minces présentant la caractéristique requise : du nitrure d'aluminium piézoélectrique cristallisant dans la structure hexagonale à axe c incliné. La figure 4.2.a montre la structure cristalline de l'AlN et la figure 4.2.b son diagramme de diffraction.

Ces étapes concernent la préparation des substrats de silicium, le dépôt de la couche de SiO_2 et la détermination des paramètres de croissance optimaux (la composition du mélange gazeux, la pression, la température et la puissance).

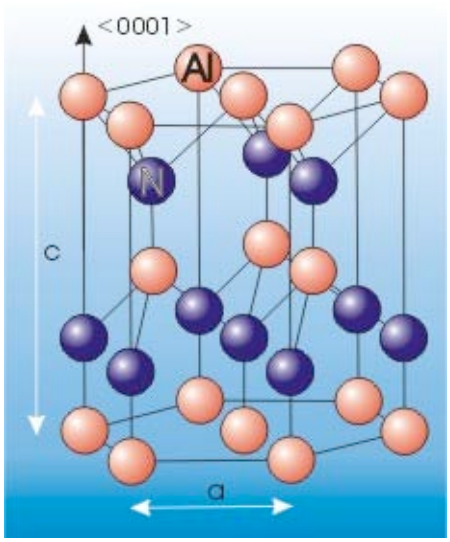


Figure 4.2.a: Phase hexagonale wurtzite du nitrure d'aluminium.

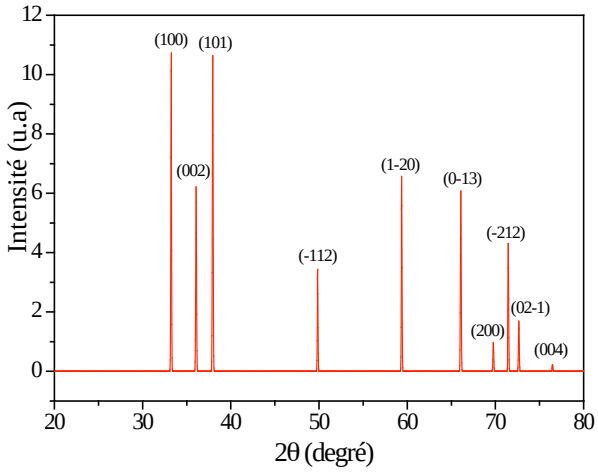


Figure 4.2.b : Diagramme de diffraction de l'AlN

La croissance de nos échantillons sera effectuée dans le système de pulvérisation magnétron réalisé par la société Alliance Concept appelé AC450 (voir figure 4.3.), installé dans la salle blanche du LPMIA. Ce bâti pouvant atteindre un vide secondaire de 2.10^{-7} mbar et dans lequel la distance entre la cible et le substrat est fixée à 8 cm (voir figure 2.7). Le dépôt de films d'AlN se fera sur des substrats de silicium Si (100), pur à 99.99%, de (76.2 ±0.5 mm) de diamètre, 450±25 µm d'épaisseur et de résistivité inférieure à 0.022 Ωm. Malgré un désaccord de paramètre de maille entre l'AlN et le silicium, ce dernier est considéré comme un bon substrat pour la croissance des nitrures. Une couche tampon de SiO_2 diélectrique est déposée au préalable afin de favoriser la « croissance inclinée ».

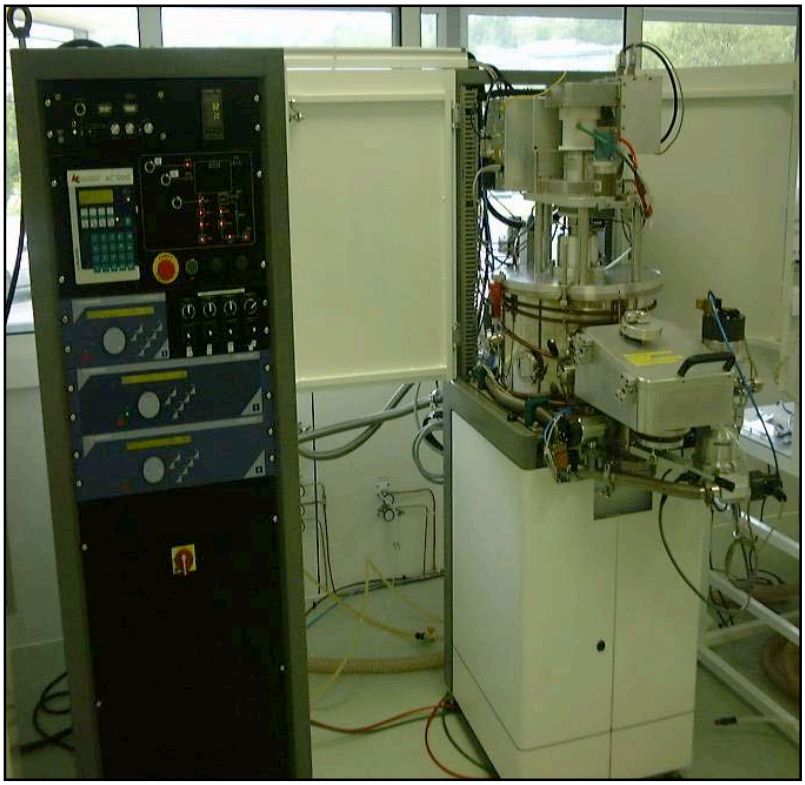


Figure 4.3 : Système de pulvérisation magnétron (ac450)

L'obtention de couches de nitrure d'aluminium de bonne qualité cristalline avec une orientation définie est ardue et nécessite un travail complexe. Chaque dispositif de croissance nécessite la mise au point de sa propre procédure.

4.3.1. Préparation des substrats de silicium

La technique de pulvérisation impose une préparation parfaite des substrats, la qualité de la couche dépend de l'état de surface et de la contamination ou non de celle-ci par des polluants. Aussi, un nettoyage à l'acétone et sous ultrasons a été appliqué à tous nos wafers de silicium avant le dépôt.

La phase nettoyage peut être effectuée à l'aide de certains solvants utilisés dans des conditions réglementées. On enchaine alors quelques opérations : nettoyage dans un bain d'acétone soumis à des ultrasons pendant 5mn, rinçage à l'eau désionisée et enfin séchage à l'azote.

La croissance des couches vient immédiatement après le nettoyage du substrat de silicium. Celui-ci est placé dans le SAS de chargement sur un porte-substrats, mis sous vide par un pompage primaire puis secondaire. A partir d'un vide de 5.10^{-5}mbar dans le SAS, le substrat est transféré vers la chambre de réaction par une vanne d'isolation. La chambre est ensuite mise sous vide. Le substrat doit ensuite être placé directement dans la chambre à vide immédiatement après l'opération de nettoyage, la température de l'enceinte étant à une température de 30°, et la pression étant de 10^{-7}mbar.

4.3.2. Dépôt d'une couche de SiO_2

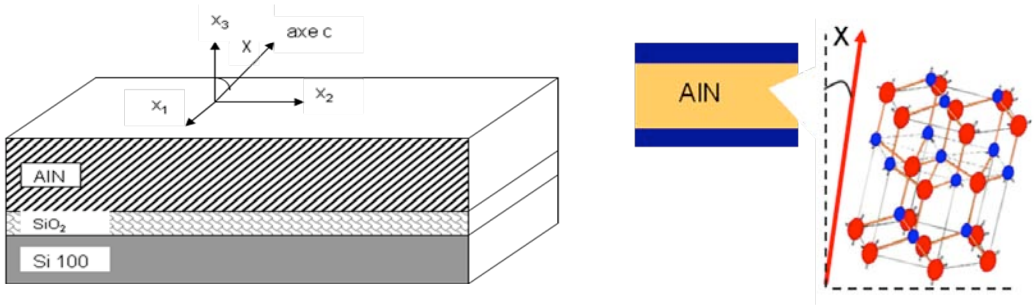
Avant de déposer l'AlN , on dépose sur le substrat de silicium une couche tampon diélectrique de SiO_2 d'environ 100 nm (figure 4.4.a). Cette couche amorphe, dont les atomes sont rangés de manière aléatoire permet de donner des orientations arbitraires à la surface du substrat.

Il existe différentes techniques de dépôt de SiO_2 :

- oxydation du silicium dans des fours à tunnels (nécessitant une température proche de 900°C), dépôt assisté par plasma PLD et (avec une température de 450°)
- évaporation par effet Joule ou par canons à électrons
- Pulvérisation magnétron.

Dans le cas présent, pour déposer des couches de grande qualité optique et acoustique, on procède par pulvérisation dans le même bâti (AC450) qui servira à la croissance des couches

de nitrure d'aluminium à axe c incliné (figure 4.4.b)dans le but d'éviter au maximum le dépôt d'impuretés en interface SiO_2/AlN et les réactions avec l'oxygène qui favorisent la croissance de l'alumine (Al_2O_3). Une cible de silicium de diamètre 4" dans une enceinte de 45 cm de diamètre a été pulvérisée, avec une puissance de 100W en mode RF. Le substrat de silicium a été placé sur un support de manière à ce que l'axe de la cible et celui du substrat soient parallèles et confondus. Une décharge a été effectuée dans un mélange gazeux d'argon et d'oxygène de 50% O_2 (20sccm) et Ar (20sccm) sous une pression de 6.10^{-3} mbar.



(a) **(b)**

Figure 4.4 (a): Schéma des couches formant l'échantillon **(b) :**Structure hexagonale à axe c incliné

4.3.3. Dépôt des couches de nitrure d'aluminium à axe c incliné : principe physique de croissance

La croissance des films minces d'AlN consiste en la pulvérisation d'une cible d'aluminium pur à 99,99% de 4" de diamètre sous une atmosphère gazeuse constituée d'argon et d'azote sous, un vide de l'ordre de 10^{-3} mbar. Le vide est produit grâce à un système de pompes (pompe primaire et pompe secondaire). Le vide poussé est effectué en deux étapes :

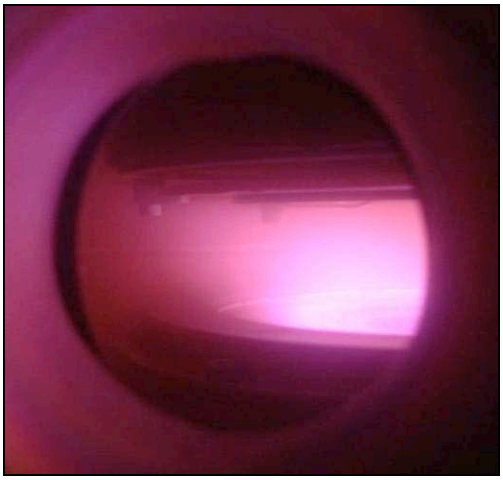
- Une étape dite primaire : elle est nécessaire pour atteindre une pression d'environ 10^{-3} mbar. Ce sont des pompes à palettes, présentes à l'extérieure de la salle blanche.

- Une étape dite secondaire : elle utilise des pompes nécessitant un prévidage pour fonctionner. Ces pompes amènent l'enceinte à de très basses pressions (10^{-3} jusqu'à 10^{-7} mbar). Pour le sas on utilise une pompe turbomoléculaire alors que pour l'enceinte on utilise une pompe à palette magnétique.

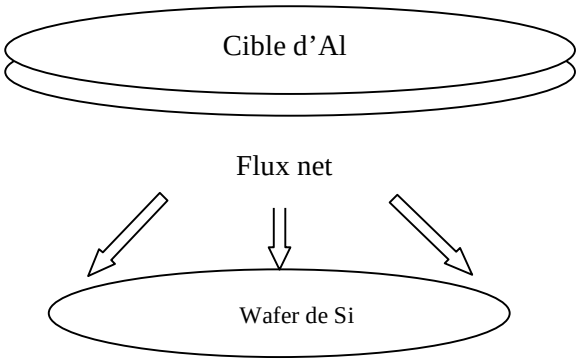
On peut réguler la pression grâce au laminage. Le laminage correspond à un principe d'ouverture ou de fermeture d'un volet qui permet d'évacuer les gaz présents dans la chambre de réaction, cela permet d'éviter la saturation des pompes.

Les ions du gaz réactif peuvent réagir avec les particules éjectées de la cible à proximité de la cible, dans le plasma (figure 4.5) ou à proximité du substrat pour former l'alliage par liaisons covalentes. La condensation à la surface du substrat permet de former la couche mince mais ils n'arrivent pas avec suffisamment d'énergie à la surface du substrat pour y diffuser.

Un plasma est défini comme un gaz partiellement ionisé contenant un nombre égal de charges positives et négatives. On utilisera un plasma composé d'un gaz inerte, c'est-à-dire non réactif chimiquement et si nécessaire d'un gaz réactif.



(a)



(b)

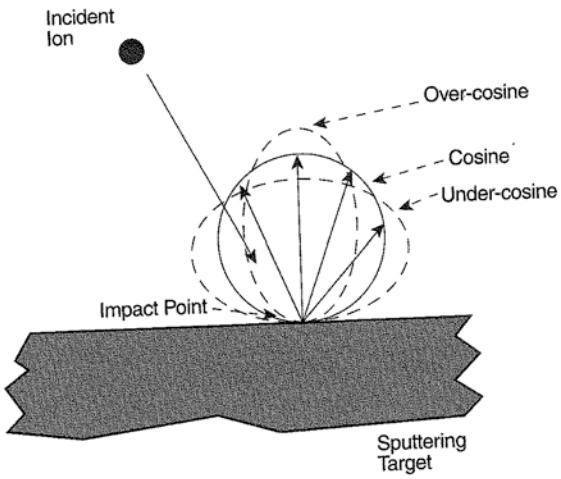
Figure 4.5.a : Image d'un plasma d'argon et d'azote, **figure 4.5.b** : direction du flux reçu par le substrat

La formation de la couche d'AlN provient principalement de la nitruration de la surface de la cible pulvérisée (Al) et partiellement de la recombinaison des atomes d'aluminium éjectés et des atomes d'azote dans le plasma.

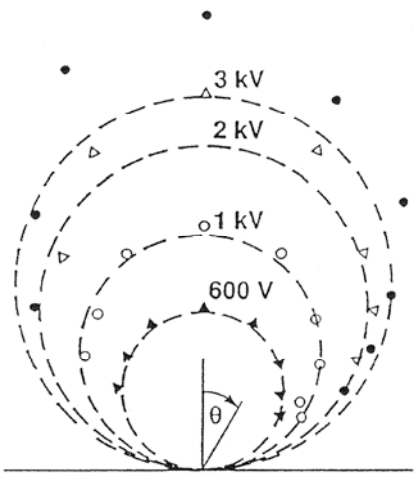
Les ions du plasma sont accélérés par un champ électrique vers la surface de la cible (la cible est reliée à la cathode). Pour accélérer le processus de croissance du substrat, un aimant est placé en dessous de la cathode générant des lignes de champs magnétiques permettant de confiner les électrons prés de la surface de la cible.

La trajectoire des électrons est alors cycloïdale, Ces électrons s'éloignent et se rapprochent de la cible et peuvent alors ioniser les atomes d'argon ou du gaz réactif ce qui permet d'augmenter la densité d'ions et donc le nombre de particules éjectées de la cible.

La trajectoire des atomes pulvérisés dépend également de leur énergie (voir figure 4.6.). Les atomes pulvérisés de faibles énergies ont une distribution « under-cosine », et les atomes de hautes énergies ont une distribution « over-cosine ».



(a)



(b)

Figure 4.6 (a, b) : Distribution et énergie angulaire des atomes pulvérisés

L'équation du flux incident [23] est donnée par l'équation:

$$\Phi_i \propto \int_{cible} dA \frac{\cos\beta}{\left|\vec{r}_T - \vec{r}_i\right|^2} K\left(\vec{r}_T, \vec{r}_i\right) \cos\left[\vartheta\left(\vec{r}_T, \vec{r}_i\right)\right] \qquad (4.1.)$$

- $K\left(\vec{r}_T, \vec{r}_i\right)$: caractérise la visibilité entre la cible et le substrat (égale à 0 ou 1), lié à l'effet d'ombrage
- $\cos\left[\vartheta\left(\vec{r}_T, \vec{r}_i\right)\right]$: est une composante nécessaire pour obtenir la composante normale du flux qui est proportionnelle au taux de croissance.
- Cos β : représente la loi d'émission du flux de la cible.

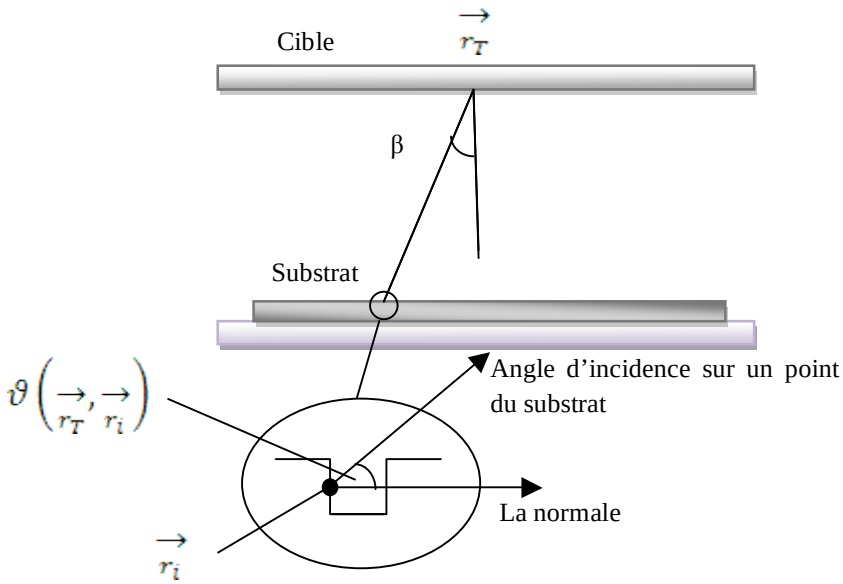


Figure 4.7: Distribution cosinusoïdale du flux provenant de la cible.

Pour résumer, le dépôt par pulvérisation magnétron s'effectue en quatre étapes :

1. des ions sont générés et accélérés vers la cible.
2. les ions pulvérisent les atomes de la cible.
3. les atomes éjectés se recombinent avec certaines espèces présentes dans le plasma et diffusent vers le substrat.
4. une partie des atomes pulvérisés se condense à la surface du substrat pour former une couche mince.

4.4. INFLUENCE DES PARAMETRES DE CROISSANCE SUR L'ORIENTATION DE L'AXE C

De nombreuses études ont étudié l'influence de la position du substrat [23] et les paramètres de croissance (mélange gazeux, pression, température, pression, puissance) sur l'orientation des couches, ainsi que l'influence de l'épaisseur de la couche sur l'orientation cristallographique de cette dernière [30].

En effet, il a été montré [31] qu'il est possible d'obtenir des films à axe c incliné par une bonne adaptation du mélange gazeux, un plasma inhomogène est la cause d'une densité variable de particules pulvérisées, ce qui conduit à la formation d'une texture inclinée par la migration des atomes.

La pression de dépôt influe sur l'orientation des films déposés : à de fortes pressions, les orientations cristallines (100) et (110) sont plus favorables pour se produire, les atomes subissent plus de collisions et donc possèdent moins d'énergie cinétique [21,13].

En augmentant la température du porte substrat on améliore la cristallisation des grains d'AlN. Cependant, à des températures plus élevées, le film contient plus de défauts pouvant conduire à la croissance inclinée des films.

4.4.1. La pression de pulvérisation

La première étude concerne l'effet de la pression sur l'orientation de l'axe c. Nous avons effectué une série de dépôts en faisant varier la valeur de la pression entre 4.10^{-3}mbar et 2.10^{-2} mbar à différentes concentrations d'azote (entre 60 et 100%) tout en maintenant la température constante à 200°C et la puissance de la décharge à 200 W (voir Tables 4.3 à 4.6).

Pour connaître l'orientation des plans des films élaborés, nous avons d'abord procédé à la caractérisation par diffraction X en mode $\theta/2\theta$ ensuite l'étude de la texture (diffraction X en mode χ). l'étude de la section transversale a été effectuée par microcopie électronique effet de champ (FESEM).

N2 (%)	Pression (10^{-3} mbar)	Puissance (w)	température (°)	N°Echantillon ()
60	4	200	200	1
	6	200	200	2
	8	200	200	3
	10	200	200	4

Table 4.3 : Conditions expérimentales à 60% N_2

N2 (%)	Pression (10^{-3} mbar)	Puissance (w)	Température (°)	N°Echantillon
70	4	200	200	5
	6	200	200	8
	8	200	200	19
	10	200	200	29

Table 4.4 : Conditions expérimentales à 70% N_2

N_2 (%)	Pression (10^{-3} mbar)	Puissance	Température	N° Echantillon
80	4	200	200	6
	6	200	200	18
	8	200	200	10
	10	200	200	30

Table 4.5 : Conditions expérimentales à 80% N_2

N2 (%)	Pression (10^{-3} mbar)	Puissance	température	N° Echantillon
100	4	200	200	7
	6	200	200	14
	8	200	200	11
	10	200	200	31

Table 4.6 : Conditions expérimentales à 100% N_2

4.4.1.1. Caractérisation par diffraction X en mode θ/2θ et en mode χ

Pour analyser toutes les zones du wafer, nous avons clivé le substrat en plusieurs échantillons de taille 1.5×1.5 cm^2 (figure 4.8).

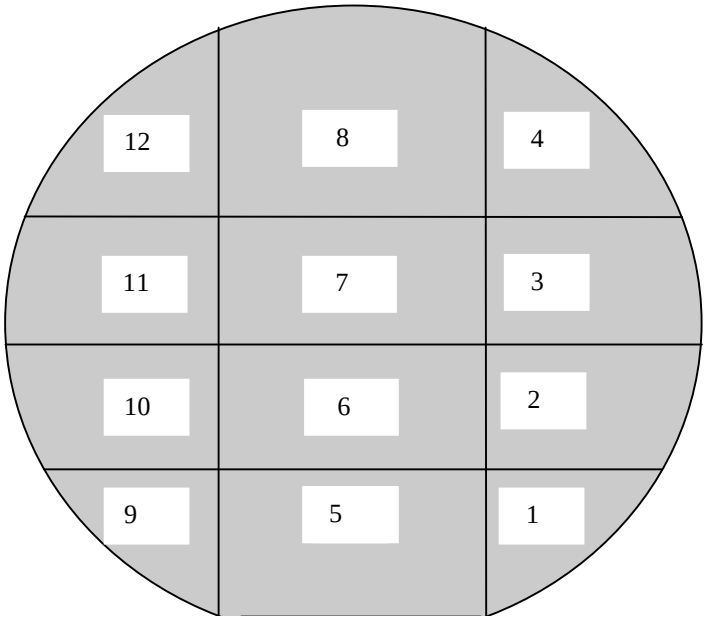
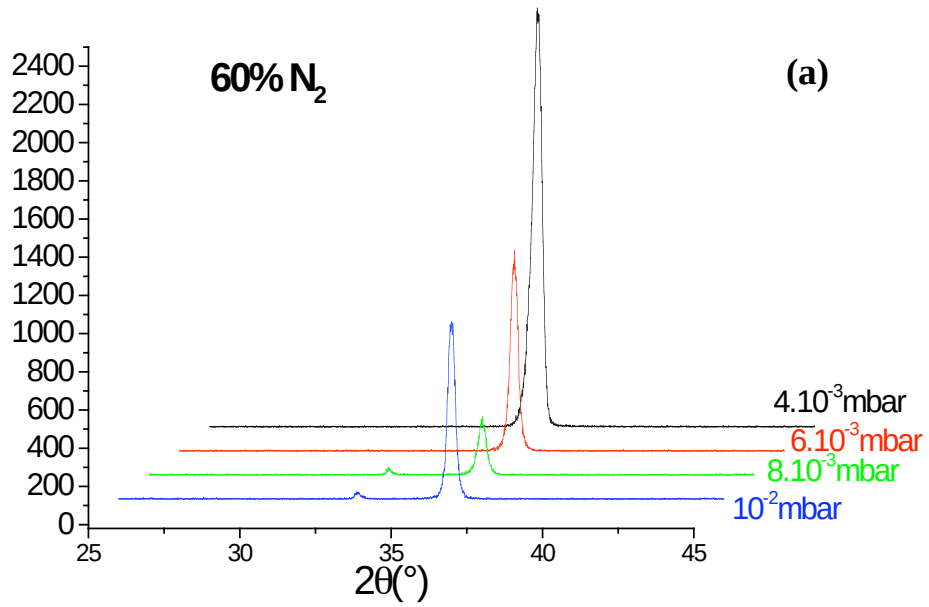
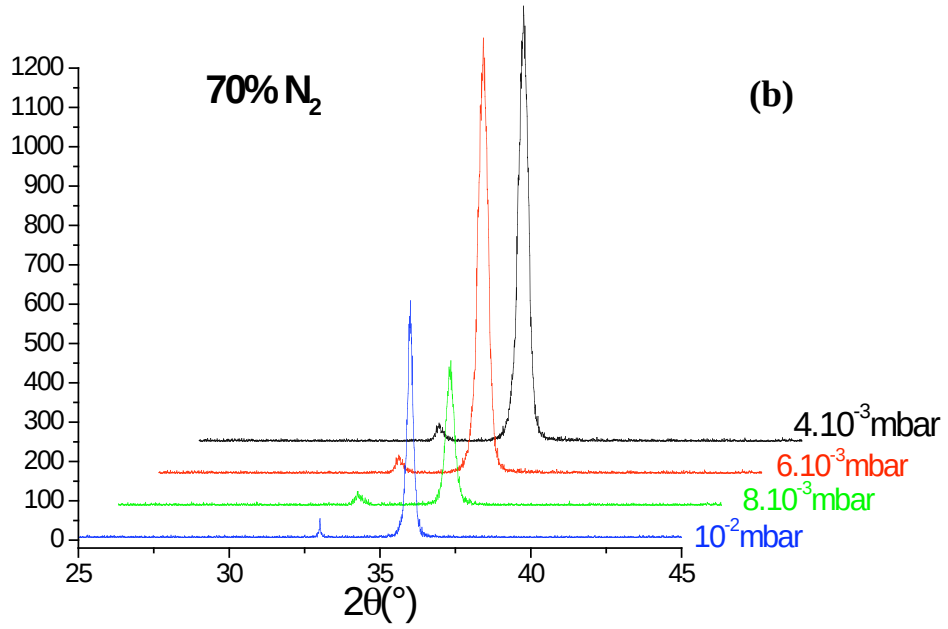


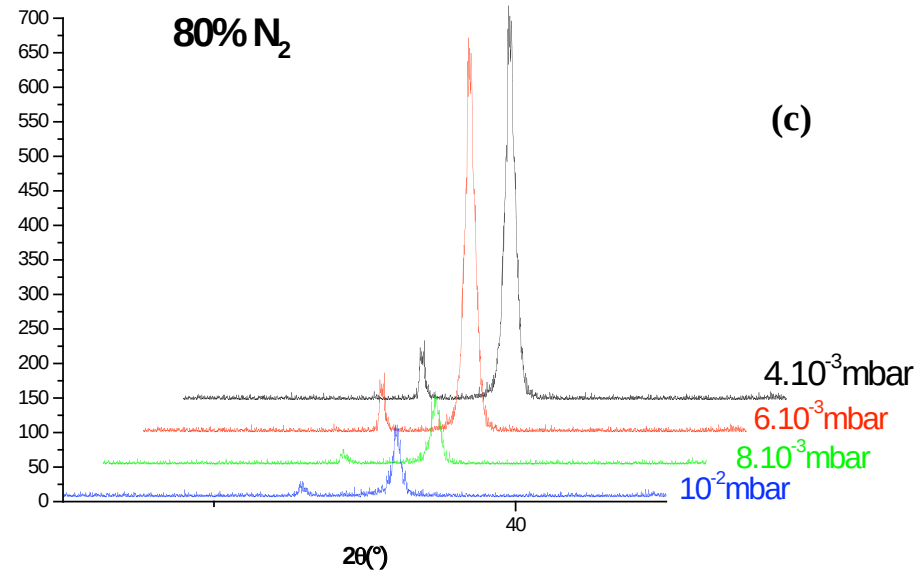
Figure 4.8 : Cartographie du wafer de Si(100) de 3 pouces.

Les échantillons de la zone centrale estimée à 2 cm de diamètre dont nous ne présenterons pas les clichés présentent une orientation suivant l'axe (002) uniquement. Les caractérisations structurales et morphologiques concernent donc essentiellement les échantillons de la zone 2.

Les clichés de diffraction X représentés par les figures 4.9 (a, b, c, d) des échantillons de la zone 2 montrent que tous les films présentent un pic de diffraction à 2θ= 36° relatif au plan (002) dont l'intensité diminue lorsqu'on augmente la pression. Nous avons également observé sur les échantillons déposés à des hautes pressions (supérieure à 6.10^{-3}mbar) le pic d'orientation (100) à 2θ= 33°, ce qui signifie que ces films cristallisent dans la structure hexagonale avec une certaine inclinaison de l'axe c. Le pic (002) étant beaucoup plus intense que le pic (100) signifie que l'orientation préférentielle est suivant l'axe (002). D'autre part, nous avons observé sur les clichés XRD que les couches déposées à basse pression (4.10^{-3}mbar) présentent un artefact de 0.26° pouvant être attribué à une grande compression en comparaison avec les autres échantillons déposés à haute pression [25].


60% N2
(a)
2400
2200
2000
1800
1600
1400
1200
1000
800
600
400
200
0
25
30
35
40
45
2θ(°)
4.10-3mbar
6.10-3mbar
8.10-3mbar
10-2mbar


70% N2
(b)
1200
1100
1000
900
800
700
600
500
400
300
200
100
0
25
30
35
40
45
2θ(°)
4.10-3mbar
6.10-3mbar
8.10-3mbar
10-2mbar



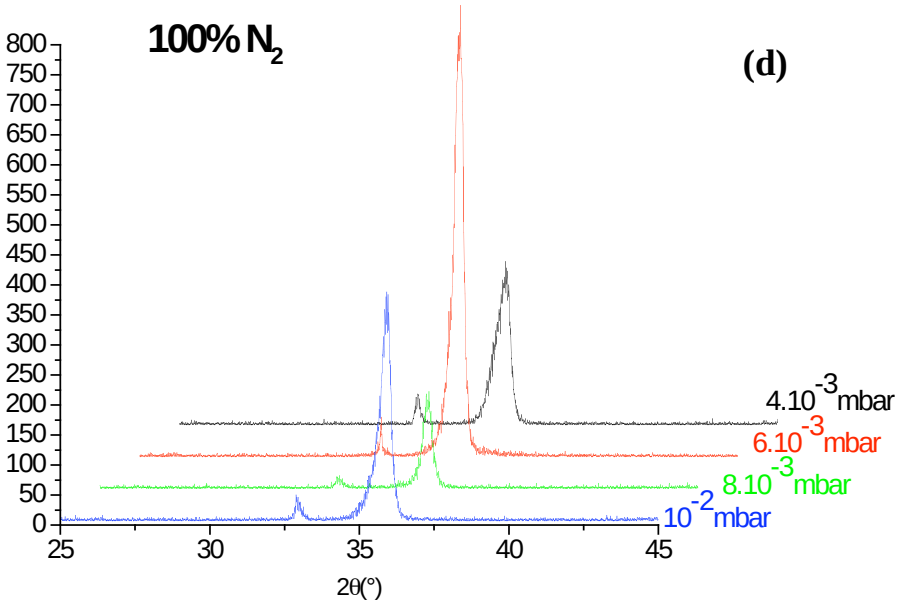


Figure 4.9 (a, b, c, d) : Clichés de diffraction X des échantillons déposés à des pressions variables avec une puissance de 200W et une température de 200°C à 60%, 70%, 80% et 100% N_2.

On remarque donc que lorsqu'on diminue la pression, l'intensité du pic (002) augmente. Cette observation peut être interprétée par l'augmentation de l'énergie des espèces dans le plasma qui revient à la l'augmentation du libre parcours moyen à basse pression. Par conséquent, les particules bombardent la surface de la couche, conduisant à l'augmentation de la mobilité des atomes de surface pour former une couche orientée (002) avec axe c perpendiculaire.
D'autre part, L'énergie de surface dans la structure hexagonale dépend de l'énergie de liaison. Dans la structure wurtzite hexagonale, l'AlN est composé de liaisons covalentes (entre deux atomes de même type Al-Al) et de liaisons ioniques (entre deux atomes différents Al-N) (figure 4.10). Les films orientés (002) avec axe c perpendiculaire ont pour plan de base, un plan constitué soit d'atomes d'aluminium, soit d'atomes d'azote caractérisés par une énergie de surface faible mais nécessitant une grande énergie cinétique nécessitant donc une très basse pression.

L'orientation (001) nécessite 4 atomes dans la configuration tétraédrique, 3 atomes avec la liaison (Al-Al) et un atome avec la liaison (Al-N). Les plans (100) sont composés seulement de liaisons ioniques, ils ont pour plan de base un plan formé d'un mélange d'atomes nécessitant moins d'énergie cinétique et donc une pression plus élevée.

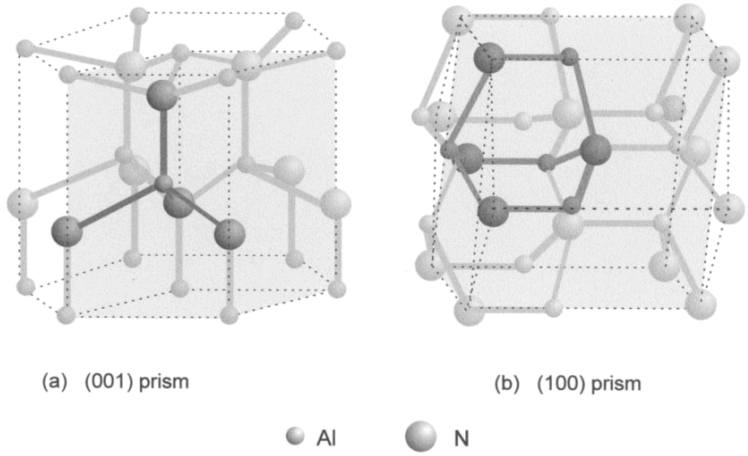


Figure 4.10 : Schéma de croissance des films d'AlN de type (001) et (100).

La diffraction X en mode θ/2θ ne permettant pas de quantifier l'angle d'inclinaison de l'axe c, nous avons procédé à des analyses de diffraction X en mode χ (étude de la texture).

La Figure 4.11 montre la figure de pôle (002) de l'échantillon déposé à 6.10^{-3}mbar et 70%N_2 avec un profil d'inclinaison à φ=30° On remarque que les cercles concentriques qui représentent la présence des différentes populations de grains sont légèrement décalés par rapport au centre, ce qui signifie que l'axe c n'est pas parallèle à l'axe (002) dans la structure hexagonale mais qu'il présente une certaine inclinaison par rapport à celui-ci. La figure 4.12. montre l'allure de la courbe typique de diffraction en mode χ pour une couche d'AlN à axe c incliné pour une inclinaison de 10°.

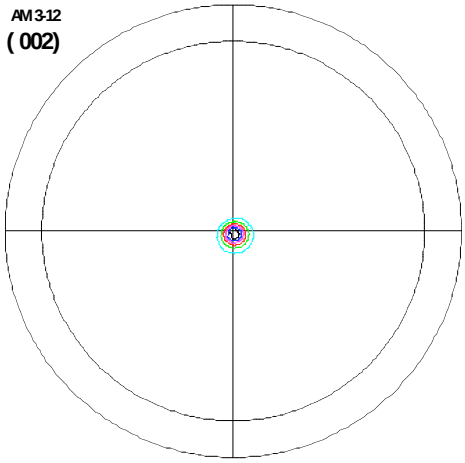


Figure 4.11 : Profil d'inclinaison à φ=30°. Mesure sur l'échantillon déposé à 6.10^{-3}mbar et 70%N_2, figure de pôle (002) (inclinaison de 8°)

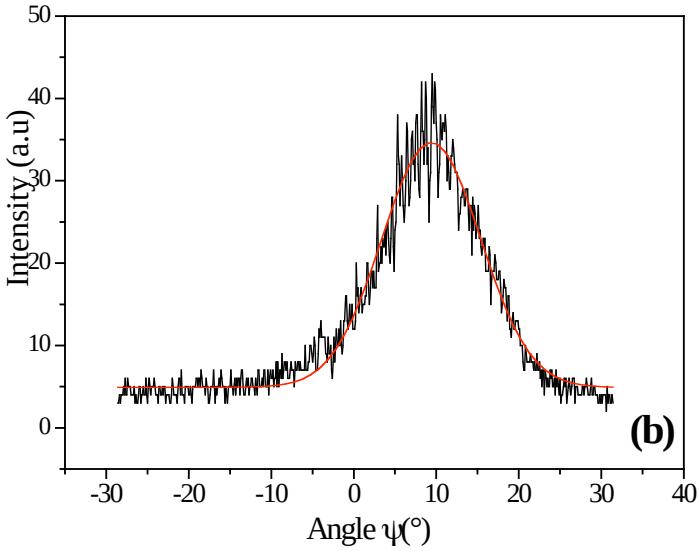


Figure 4.12: Allure de la courbe typique de diffraction en mode χ pour une couche d'AlN à axe c incliné : inclinaison de 10°

La variation de l'inclinaison en fonction la pression est représentée par la figure 4.13, en tenant compte des différentes zones du substrat. Celle-ci montre que l'angle d'inclinaison de l'axe c varie en fonction de la pression. A basse pression (4.10^{-3}mbar), les grains restent en position verticale (2° d'inclinaison) par rapport à la surface et lorsqu'on augmente la pression, l'angle d'inclinaison passe à 10°±2° (8.10^{-3}mbar) sous une puissance de 200W et une température de 200° en précisant que le pourcentage d'azote était de 70%. Au centre du substrat, aucune inclinaison n'a été enregistrée

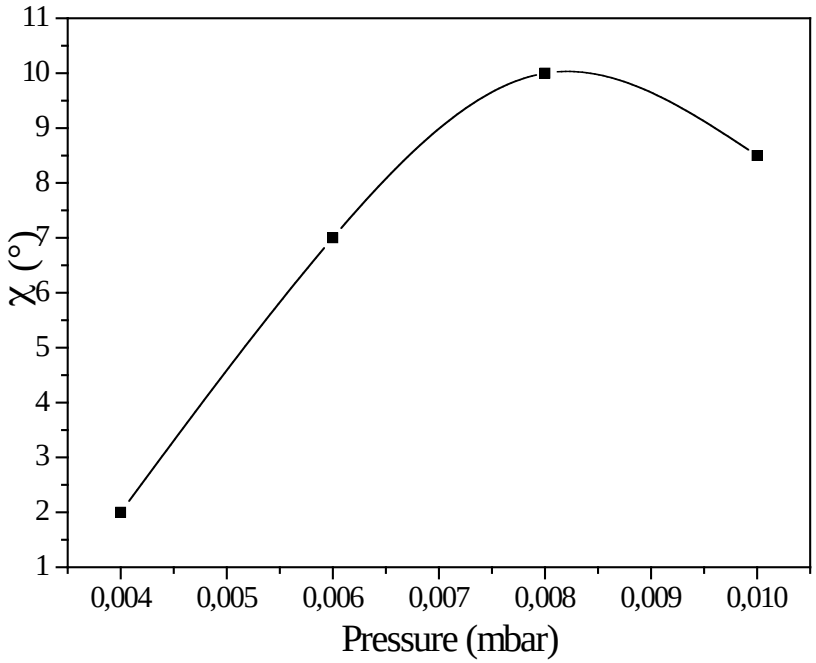


Figure 4. 13: Variation de l'angle d'inclinaison de l'axe c de l'AlN en fonction de la pression pour des échantillons appartenant à la zone 2 du substrat (qui n'inclue pas la zone centrale).

4.4.1.2. Caractérisation morphologique par FESEM

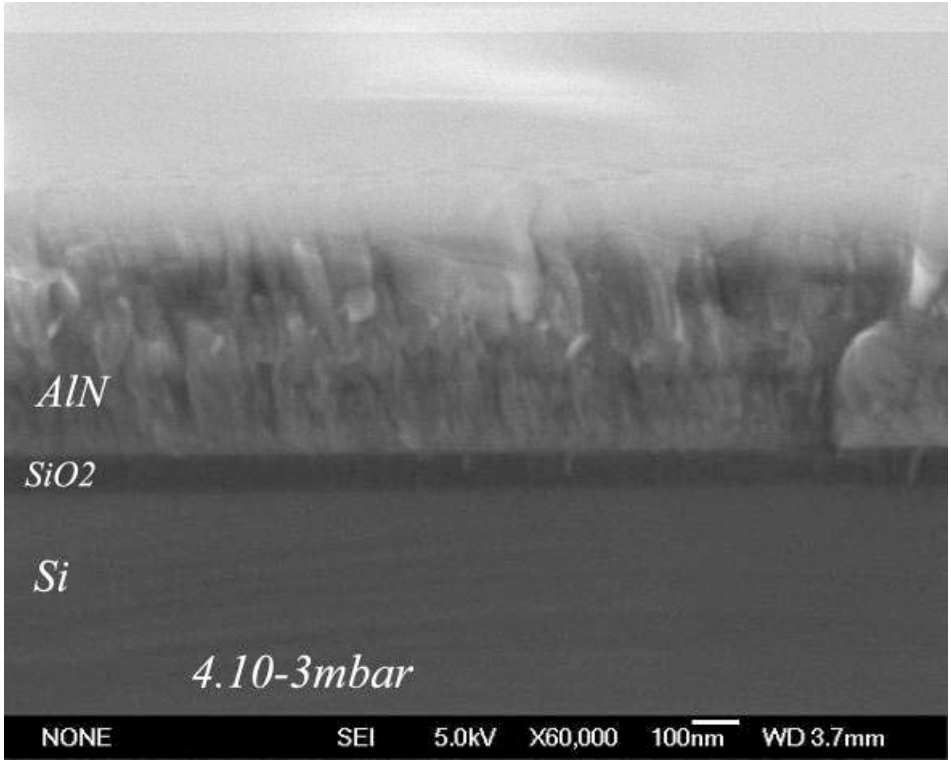
Différents échantillons ont été observés par microscopie électronique à effet de champ (figure 4.14).

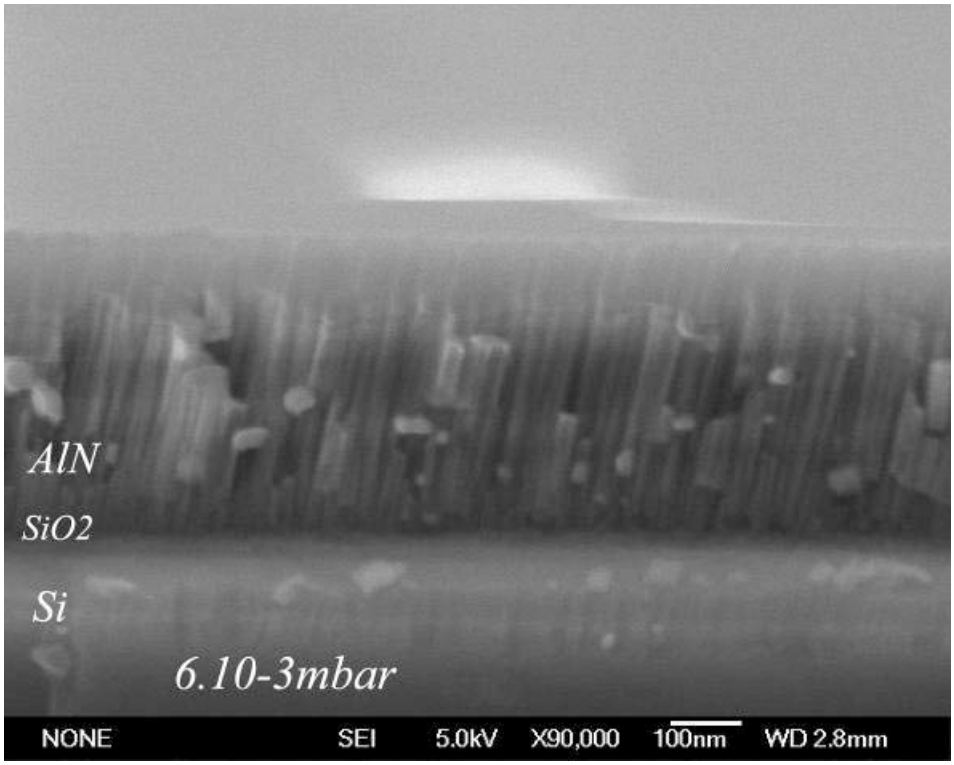
Figure 4.14 : Photo du microscope électronique a effet de champ.

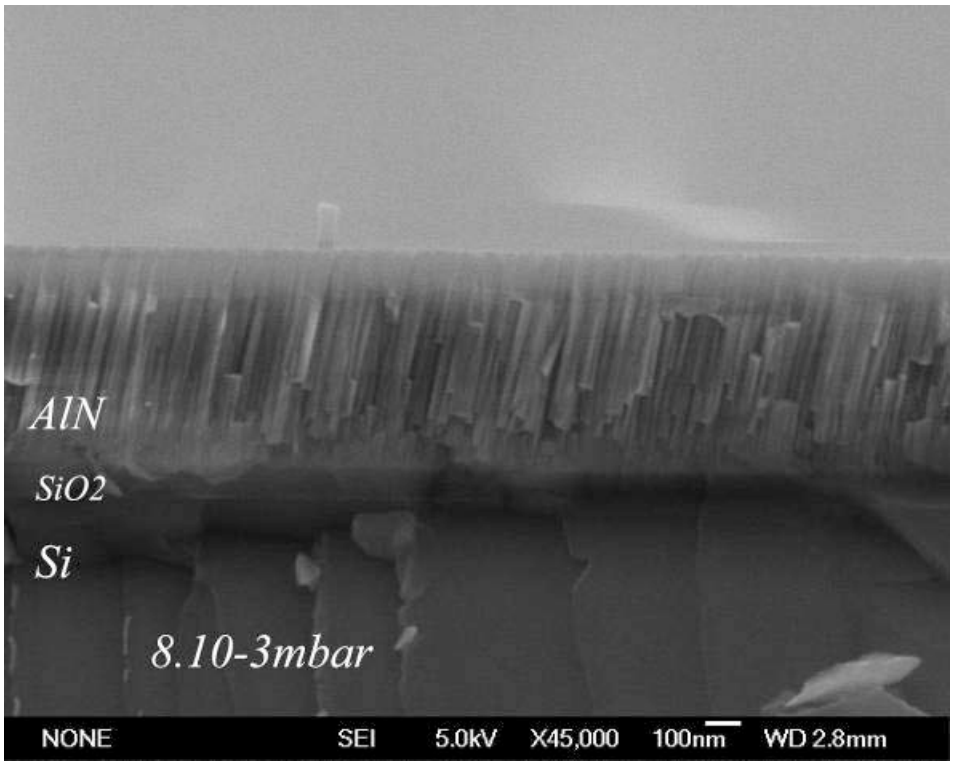
.

Les analyses par FESEM ont permis d'abord de déteminer l'épaisseur des différentes couches composant la structure. L'épaisseur de la couche de SiO_2 est de 100nm ; pour un temps de pulvérisation de 12mn et l'épaisseur de l'AlN est de 500nm quelque soit la pression dans l'enceinte.

L'analyse de la section transversale des échantillons déposés à différentes pressions montre leur aspect colonnaire. Les sections transversales (figures 4.15 (a, b, c, d)) des films élaborés montent une variation de l'inclinaison des colonnes en fonction du paramètre pression. L'inclinaison des colonnes représentent une conséquence de l'inclinaison des plans (002) et par conséquent de l'inclinaison de l'axe c. Ce qui signifie que l'augmentation de la pression conduit à un changement du taux de croissance.


AlN
SiO2
Si
4.10-3mbar
NONE SEI 5.0kV X60,000 100nm WD 3.7mm


AlN
SiO2
Si
6.10-3mbar
NONE SEI 5.0kV X90,000 100nm WD 2.8mm



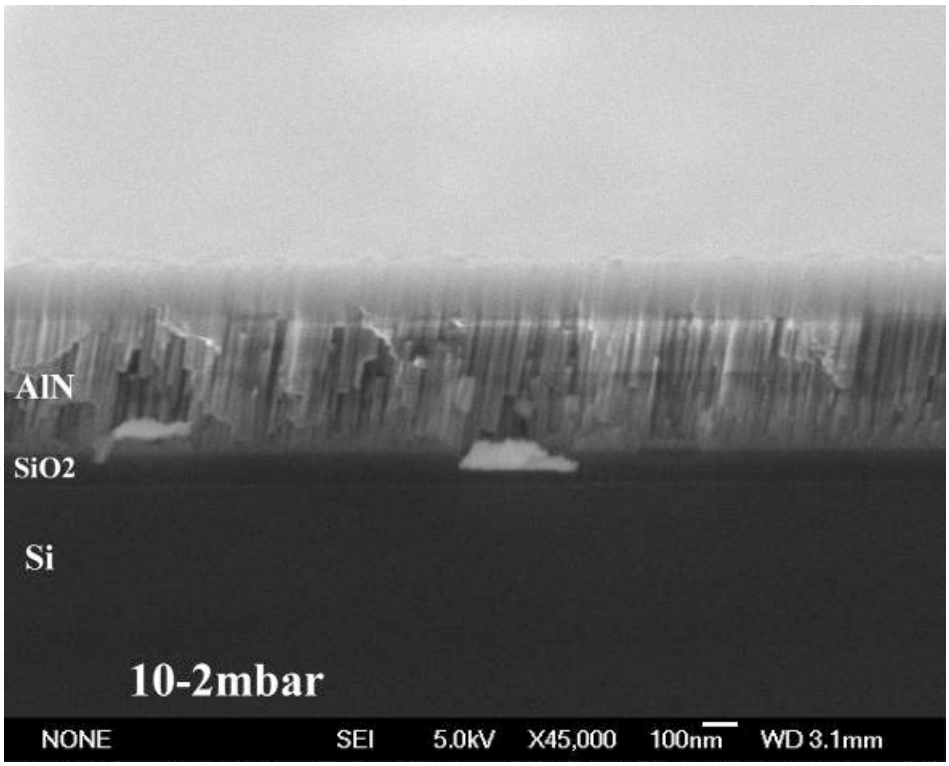


Figure 4.15 (a, b, c, d) : Images FESEM de la section transversale des films d'AlN déposés à différentes pressions de pulvérisation

4.4.2. La quantité d'azote dans le mélange gazeux

La deuxième étude concerne l'effet de l'azote sur l'orientation de l'axe c. Pour aborder l'influence de la quantité d'azote injectée sur l'orientation cristalline de nos films, nous avons effectué plusieurs séries de dépôts à différents pourcentages d'azote et à différentes pressions et températures dont nous ne présentons ici que l'essentiel (voir tables 4.7 à 4.10).

Pression (10^{-3} mbar)	N_2 (%)	Puissance (w)	température (°)	N° Echantillon
4	60	200	200	1
	70	200	200	5
	80	200	200	6
	100	200	200	7

Table 4.7 : Conditions expérimentales à une pression de 4.10^{-3}mbar

Pression (10^{-3} mbar)	N_2 (%)	Puissance (w)	température (°)	N° Echantillon
6	60	200	200	2
	70	200	200	8
	80	200	200	18
	100	200	200	14

Table 4.8: Conditions expérimentales à une pression de 6.10^{-3}mbar

Pression (10^{-3} mbar)	N_2 (%)	Puissance (w)	température (°)	N° Echantillon
8	60	200	200	3
	70	200	200	9
	80	200	200	10
	100	200	200	11

Table 4.9 : Conditions expérimentales à une pression de 8.10^{-3}mbar

Pression (10^{-3} mbar)	N_2 (%)	Puissance (w)	température (°)	N° Echantillon
10	60	200	200	4
	70	200	200	29
	80	200	200	30
	100	200	200	31

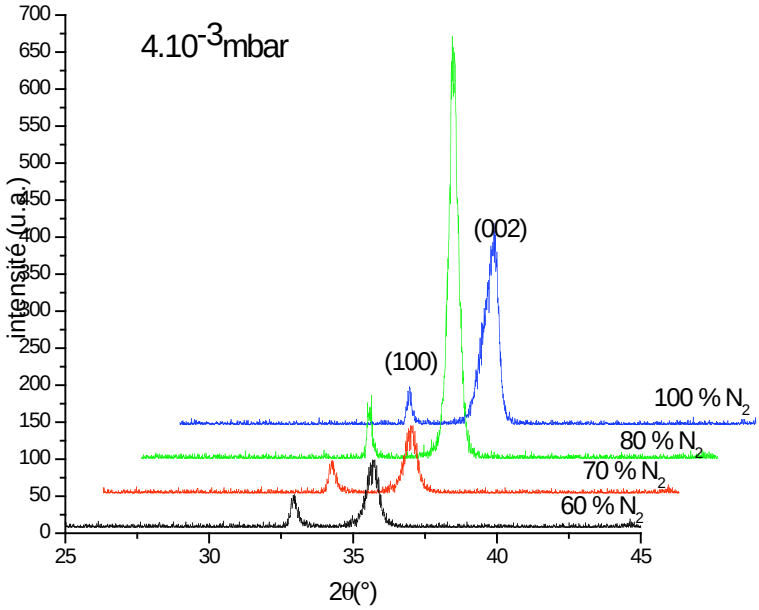
Table 4.10 : Conditions expérimentales à une pression de 10^{-2} mbar

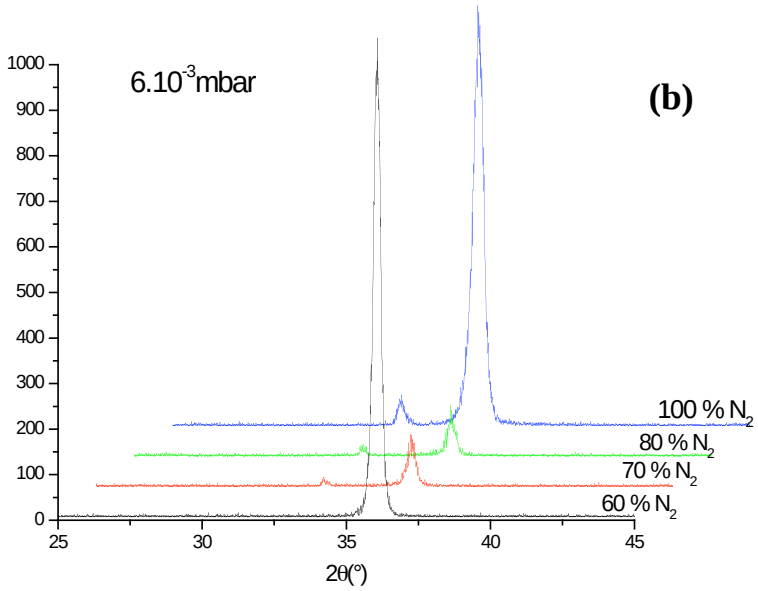
4.4.2.1. Caractérisation par diffraction X en mode θ/2θ et en mode χ

Les figures 4.16 (a, b, c et d) montrent le spectre de diffraction X en mode θ/ 2θ des films élaborés seulement dans les conditions présentées dans le tableau 4.9. (à 8.10^{-3} mbar). Nous constatons que tous les films présentent un pic de diffraction à 2θ= 36° qui signifie la présence du plan (002). Nous observons également le pic (100) à 2θ = 33° pour tous les films déposés à 8.10^{-3}mbar. On remarque que pour un pourcentage d'azote de 70%, le pic (002) est le moins intense.

L'analyse par la texture a permis de voir que ces films sont texturés suivant la direction (002) et d'étudier la variation de l'angle d'inclinaison en fonction de la concentration d'azote (figure 4.17). On remarque que la plus grande inclinaison (10°±2°) est obtenue à 70% N_2, 8.10^{-3}mbar et 200 W.

(a)





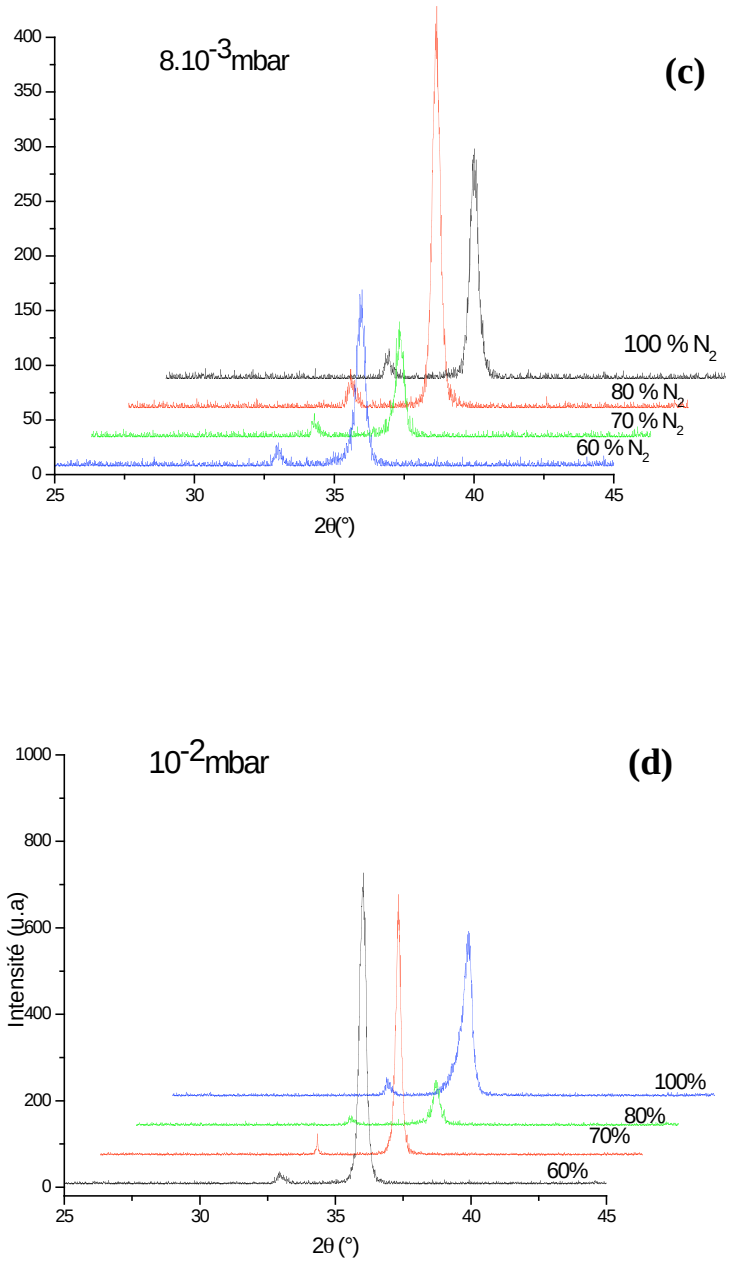


Figure 4.16 (a, b, c, d) : Spectre de diffraction X des films de nitrure d'aluminium élaborés à différentes pourcentages d'azote à 4.10^{-3}, 6.10^{-3}, 8.10^{-3}, 10^{-2} mbar.

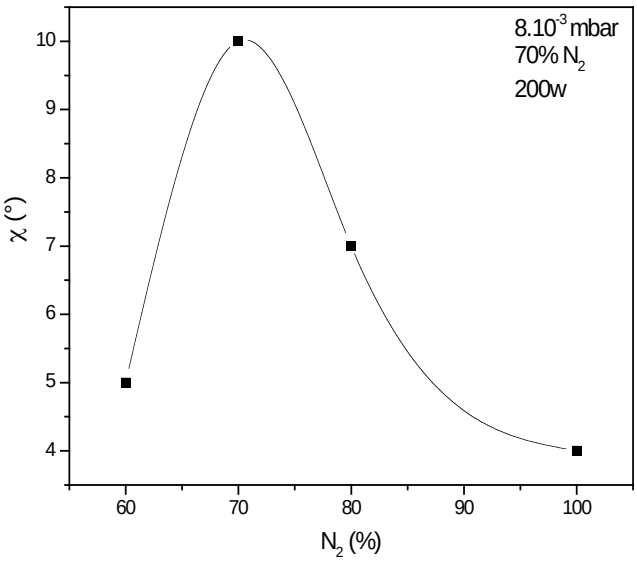


Figure 4.17 : Variation de l'angle d'inclinaison χ (°) de l'axe c en fonction de la concentration d'azote à 8. 10^{-3}mbar, 70% N_2, 200W et 200°C.

L'étude structurale des échantillons par diffraction x dans les deux modes a montré qu'en raison de la distribution angulaire du flux provenant de la cible [22, 23, 24], la présence le wafer contient décomposé en 3 zones différentes. Une zone centrale (zone1) de 2cm de diamètre environ qui reçoit uniquement le flux perpendiculaire caractérisée par l'uniformité de son épaisseur, d'une zone intermédiaire ou de transition caractérisée par une grande inhomogénéité et de la zone 2 dans laquelle la croissance provient principalement du flux oblique (figure 4.18).

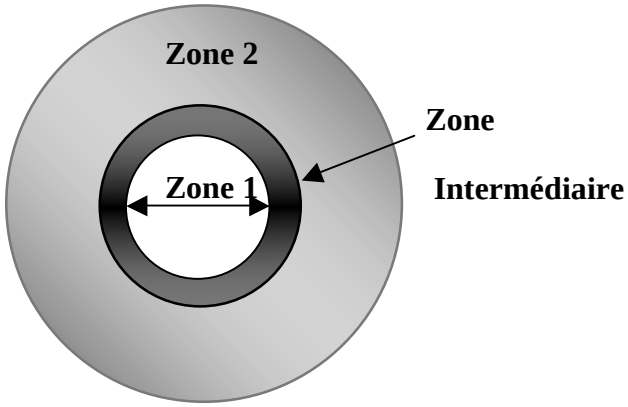
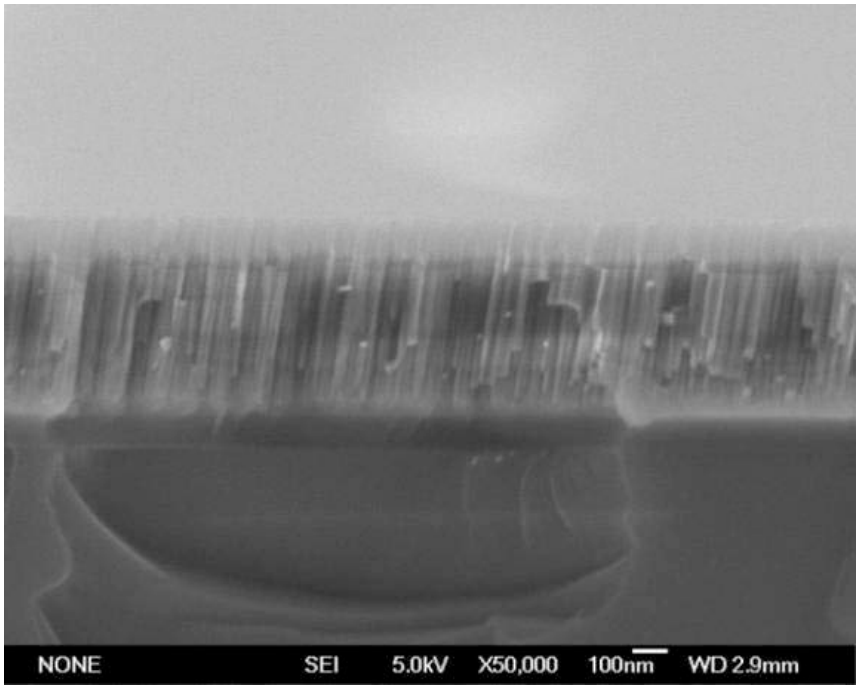


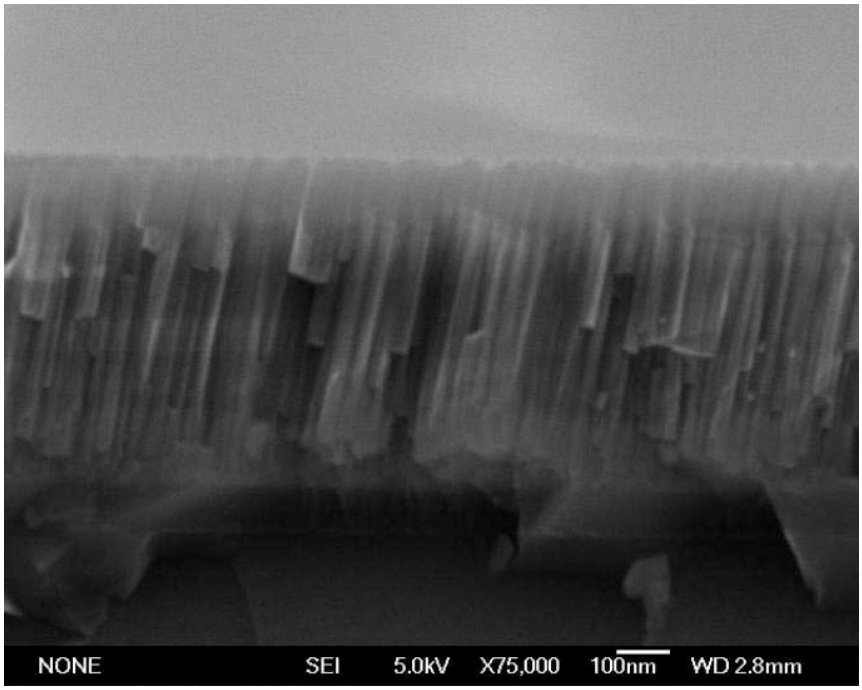
Figure 4.18 : Différentes zones d'un substrat exposé à la pulvérisation d'une cible circulaire

4.4.2.2. Caractérisation morphologique par FESEM

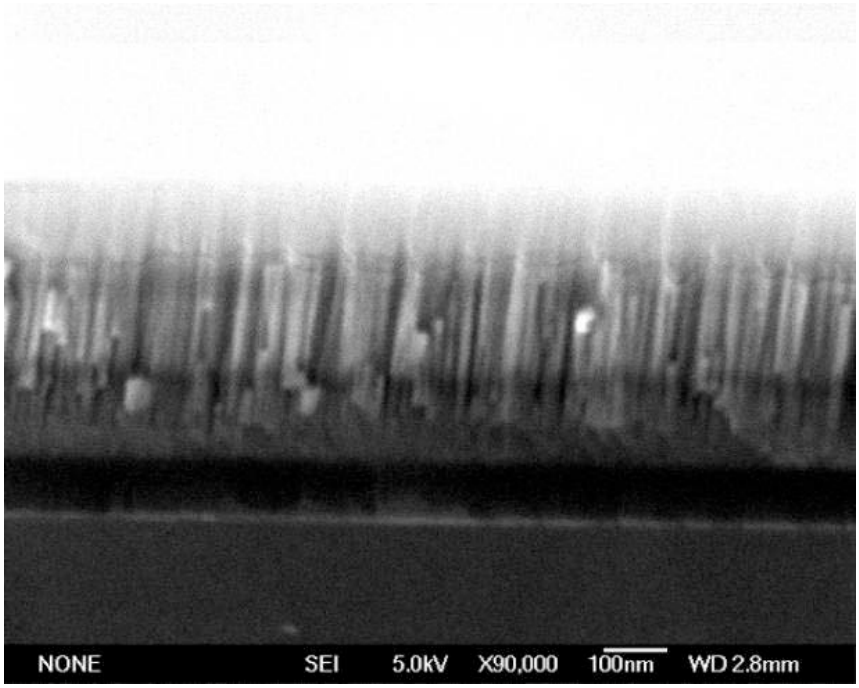
Les observations par microscope électronique à effet de champ (FESEM) ont été effectuées sur la section transversale des couches élaborées à 8.10^{-3} mbar et à des pourcentages d'azote différents. Les images sont présentées par les figures 4.19 (a, b, c, d).



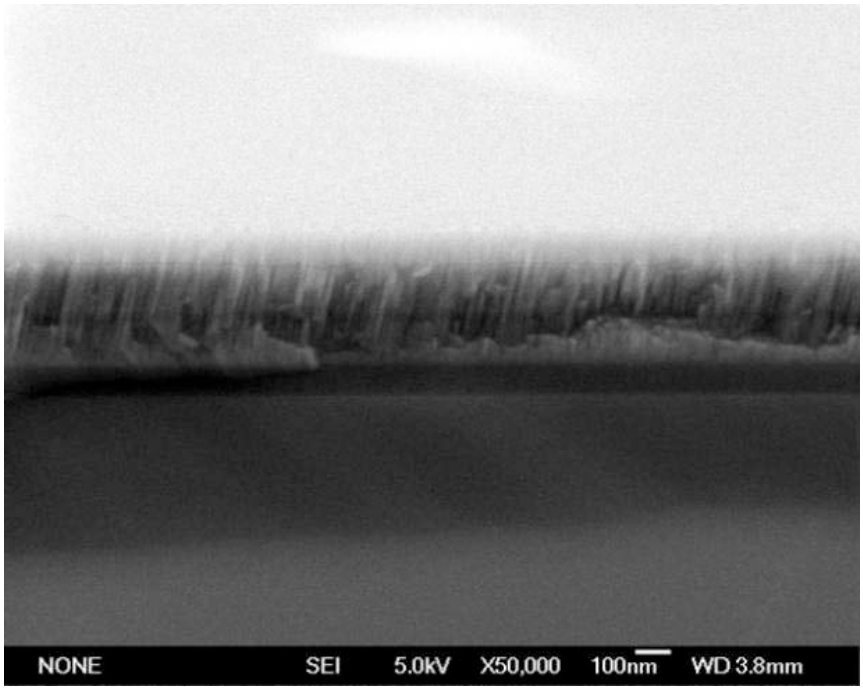
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 4.19 (a, b, c, d) : Section transversale des couches d'AlN élaborées à 8.10^{-3}mbar et différents pourcentages d'azote (a) 60% N_2, (b) 70% N_2 et (c) 80% N_2 et (d) 100% N_2.

On remarque que le taux d'azote dans l'enceinte pendant la pulvérisation induit une modification de l'orientation des colonnes. Nous avons également étudié la variation de l'épaisseur des couches en fonction de ce paramètre.

On remarque que lorsqu'on augmente le taux d'azote dans le mélange Ar/ N_2, l'épaisseur diminue et que la vitesse de croissance la plus grande est obtenue à 70% N_2.

La formation du composé AlN se fait particulièrement au niveau de la surface de la cible, la cible d'aluminium se nitrure sous l'effet de la décharge Ar/N_2

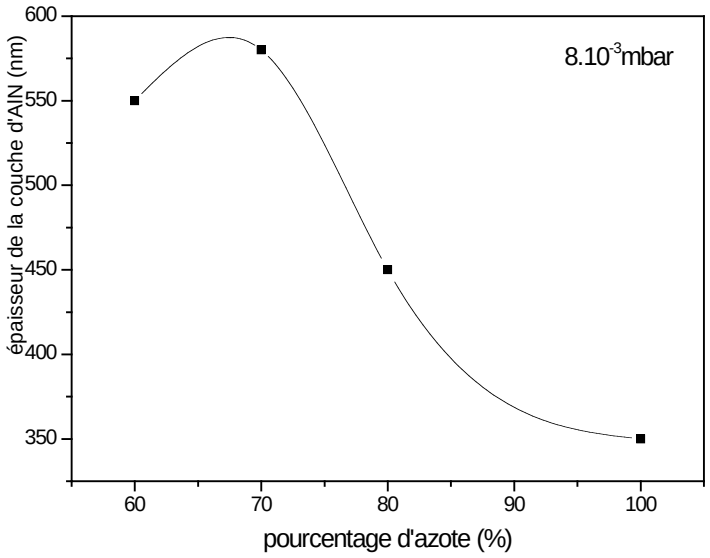


Figure 4.20 : Variation de l'épaisseur des couches en fonction du pourcentage d'azote

L'azote a pour effet de nitrurer la surface de la cible, le taux de pulvérisation d'une cible d'aluminium nitrurée est nettement inférieure à celui d'une cible non nitrurée, il en résulte une diminution de l'épaisseur à forte concentration d'azote (figure 4.20). La masse moléculaire de l'argon est plus grande que celle de l'azote, par conséquent, le taux de pulvérisation dû aux ions d'argon est plus important et la substitution des atomes d'argon par ceux de l'azote diminue donc la vitesse de croissance des couches (échantillons de la zone 2).

4.4.3. La température du porte-substrat

Pour étudier l'effet de la température sur l'angle d'inclinaison de l'axe c, nous avons effectué un grand nombre de dépôts (environ 40) dont nous ne présentons ici que l'essentiel. La série présentée est celle qui a donné les meilleurs résultats (voir table 4.11).

Pression (10^{-3} mbar)	N_2 (%)	Puissance (w)	température (°)	N° Echantillon
8	70	200	100	51
		200	200	9
		200	300	52
		200	400	50

Tableau 4.11: Conditions expérimentales de croissances des films d'AlN à différentes températures.

4.4.3.1. Caractérisation par diffraction X en mode θ/2θ et en mode χ

Le cliché XRD des films élaborés, prélevés de la zone 2 du wafer, à différentes températures dans les conditions citées dans le tableau (4.11) montre la présence des deux orientations cristallines (100) et (002) à toutes les températures. L'orientation (002) augmente pour les échantillons déposés entre 100° et 200° puis diminue considérablement à des températures supérieures à 200°C. La présence de la direction (100) est importante pour les échantillons déposés entre 200° et 300° (figure 4.21).

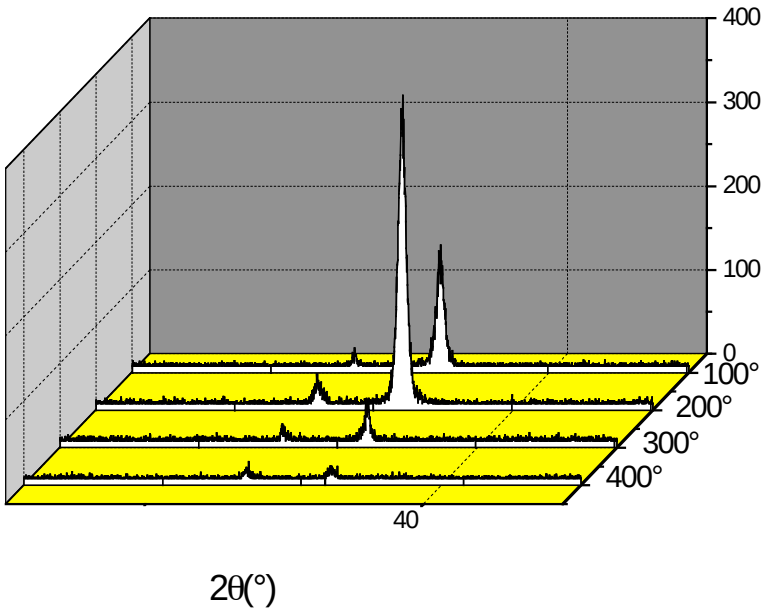


Figure 4.21 : Clichés de diffraction des échantillons déposes a différentes températures

Pour déterminer la valeur de l'angle d'inclinaison de l'axe c à chaque température, nous avons procédé à des mesures de diffraction en mode χ. La figure 4.22 montre la variation de l'angle d'inclinaison en fonction de la température. Celle-ci montre clairement que l'inclinaison de l'axe c varie en fonction de la température et que l'inclinaison la plus importante (13°±2°) correspond à l'échantillon déposé à 300° (voir table 4.11). La figure 4.23 montre l'allure de cliché XRD en mode χ de l'échantillon déposé présentant l'inclinaison la plus importante. La figure 4.24 représente les figures de pôle des échantillons (à 2 et 3 dimensions) déposés à 300°C

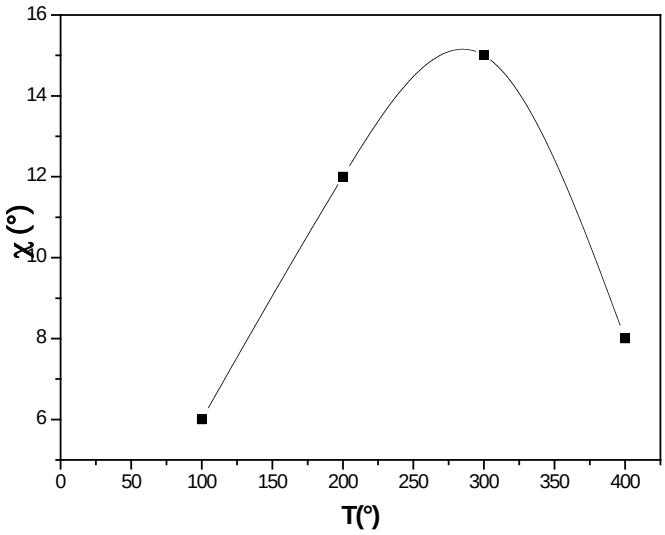


Figure 4.22 : Variation de l'inclinaison en fonction de la température

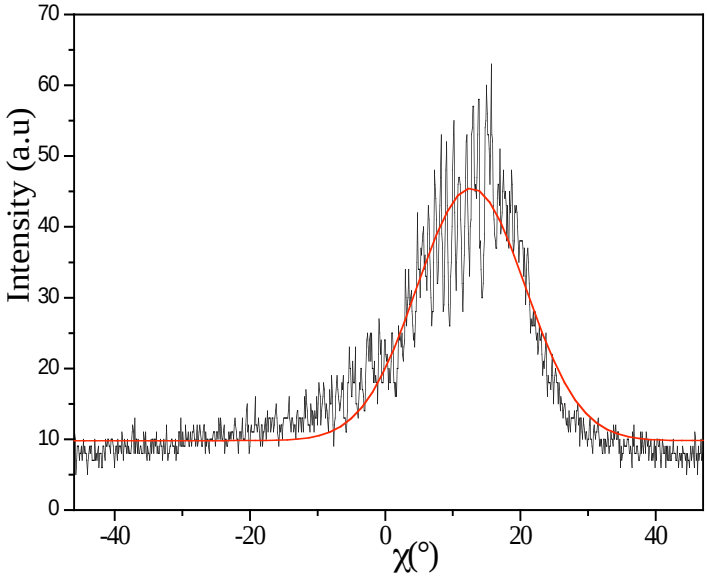


Figure 4.23 : Allure de la courbe typique de diffraction en mode χ du film d'AlN présentant une inclinaison de 13° ± 2°.

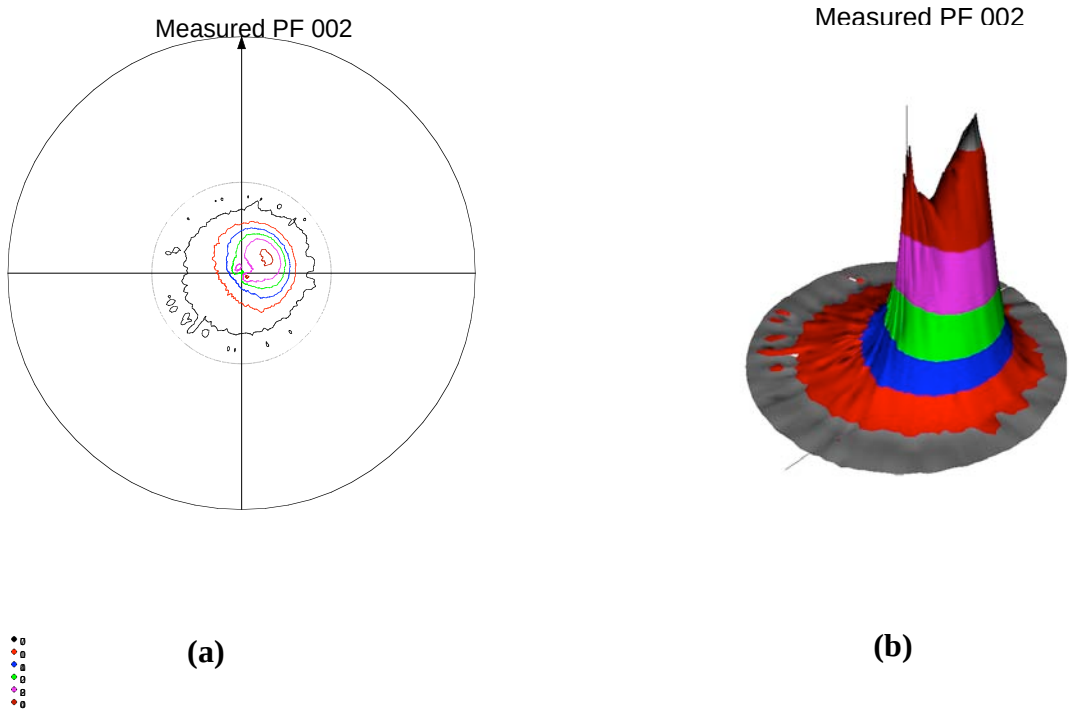


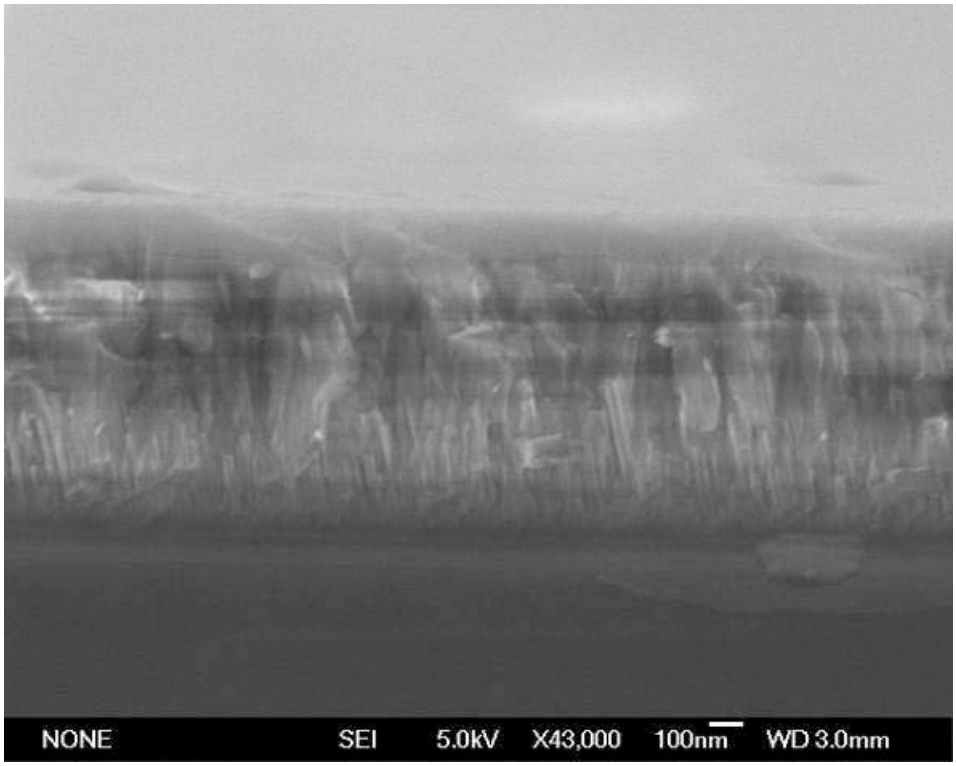
Figure 4.24 (a, b) : Figures de pôles en 2D et 3D de l'échantillon ayant présenté une inclinaison de 13° ± 2°.

4.4.3.2. Caractérisation morphologique par FESEM

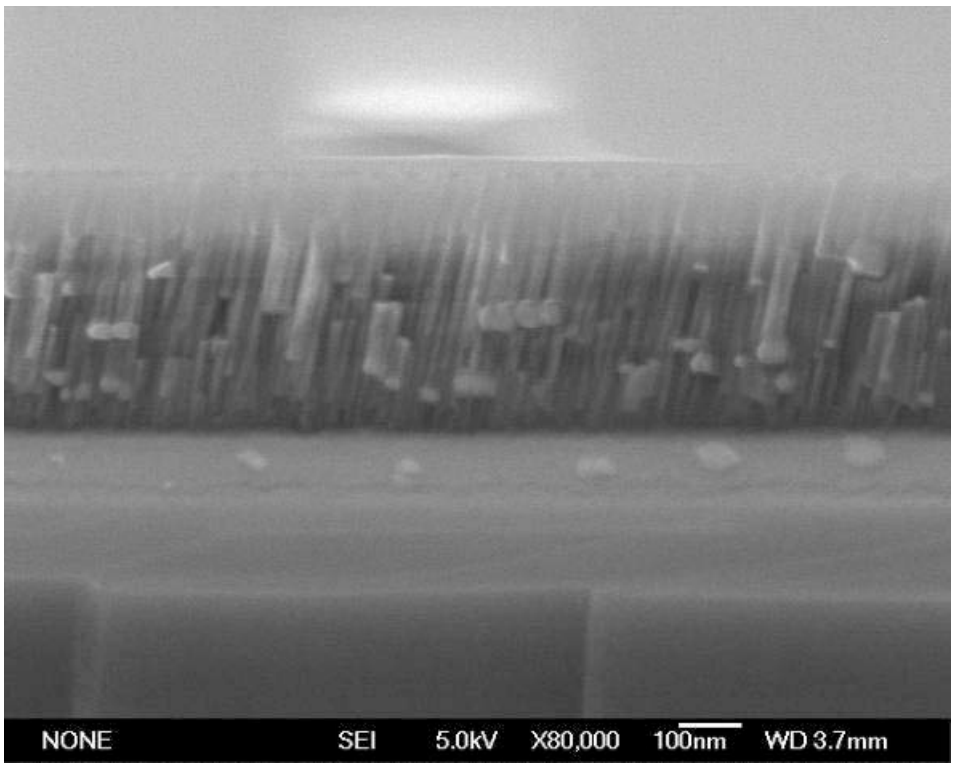
Des analyses morphologiques ont également été effectuées par FESEM sur la section transversale des films (voir figure 4.24 (a, b, c, d)). L'image prise par microscope électronique à effet de champ montre bien que les colonnes présentent une certaine inclinaison et que cette inclinaison est prononcée dans le cas où la croissance est effectuée à des températures qui se situent entre 200° et 300°.

Il faut mentionner qu'en général et dans le cas présent, l'inclinaison des colonnes qui est déterminée par l'étude de la morphologie ne correspond pas à l'inclinaison de l'axe c qu'on détermine par l'étude de la texture.

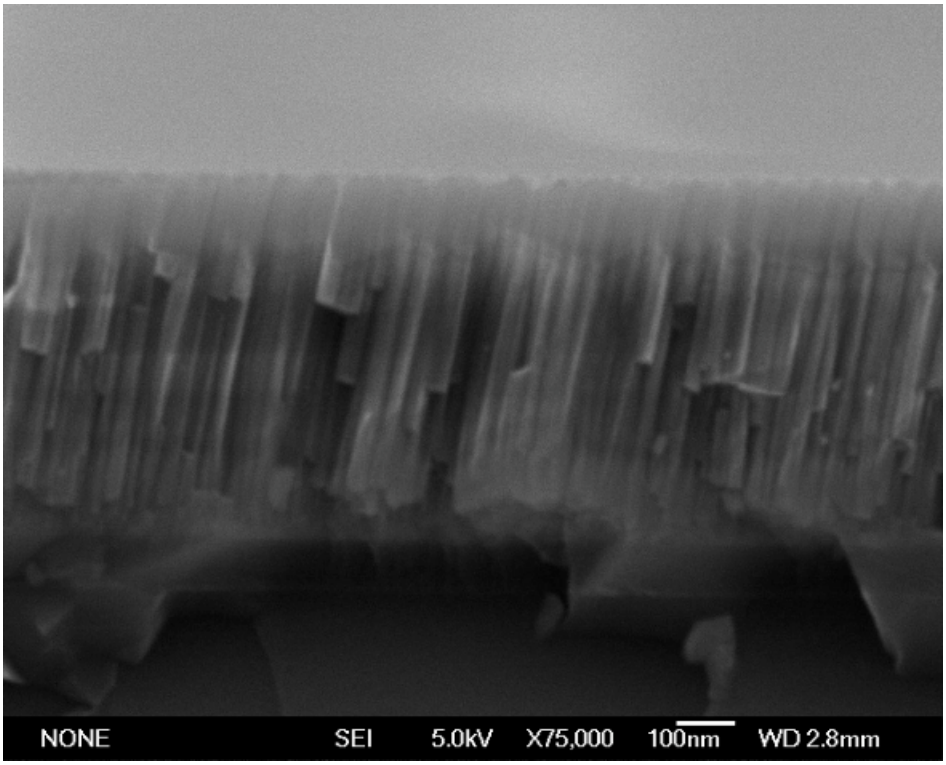
En augmentant la température du porte substrat on améliore la cristallisation des grains d'AlN. Cependant à des températures plus élevées, le film contient plus de défauts ce qui peut conduire à la dégradation des films


NONE
SEI
5.0kV
X43,000
100nm
WD 3.0mm

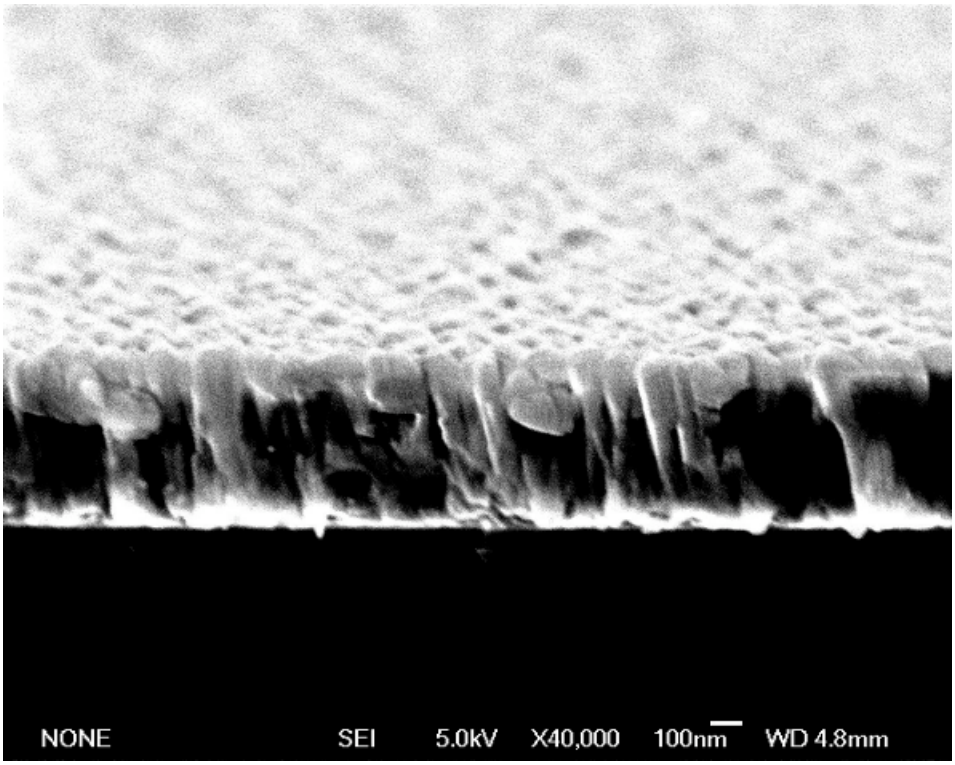
(a)


NONE
SEI
5.0kV
X80,000
100nm
WD 3.7mm

(b)



(c)



(d)

Figure 4.24 (a, b, c, d) : Images FESEM de la section transversale des films d'AlN déposées à différentes températures : (a) 100°C, (b) 200°C et (c) 300°C et (d) 400°C.

4.4.4. Effet de la puissance de la décharge

Pour étudier l'influence de la puissance sur l'orientation cristalline des films élaborés, nous avons également effectué un grand nombre de dépôts en faisant varier les paramètres expérimentaux (dont nous ne présentons ici que les résultats les plus intéressants). Les valeurs de la pression, du pourcentage d'azote et de la température ont été fixées en se basant sur les résultats présentés précédemment.

Pression (10^{-3} mbar)	N_2 (%)	Puissance (w)	Température (°)	N° Echantillon
8	70	100	200	36
		150	200	37
		200	200	9
		250	200	38
		300	200	39

Tableau 4.6: Conditions expérimentales des échantillons déposés à des puissances différentes

4.4.4.1. Caractérisation par diffraction X en mode θ/2θ et en mode χ

Le cliché XRD des films élaborés, prélevés de la zone 2 du wafer, à différentes puissances dans les conditions citées dans le tableau (4.6) montre la présence du pic (002) si la puissance est supérieure à 150W. Les deux orientations cristallines (100) et (002) sont présentes lorsque la puissance injectée est proche de 200W. Si la puissance est supérieure à 200W, le pic (002) est intense et le pic (100) n'est pas observé (figure 4.25). Ceci signifie que si la puissance est élevée, les films se déposent avec axe c perpendiculaire.

L'étude de la texture montre que l'angle d'inclinaison de l'axe c dépend également de la puissance de décharge (figure 4.26), elle augmente lorsqu'on augmente la puissance entre 100 et 200W puis diminue lorsqu'on augmente la puissance jusqu'à 300W. L'inclinaison la plus

prononcée est donc observée à 200W (13±2°), c'est donc la valeur optimale de la puissance permettant aux particules de suivre la direction du flux incident.

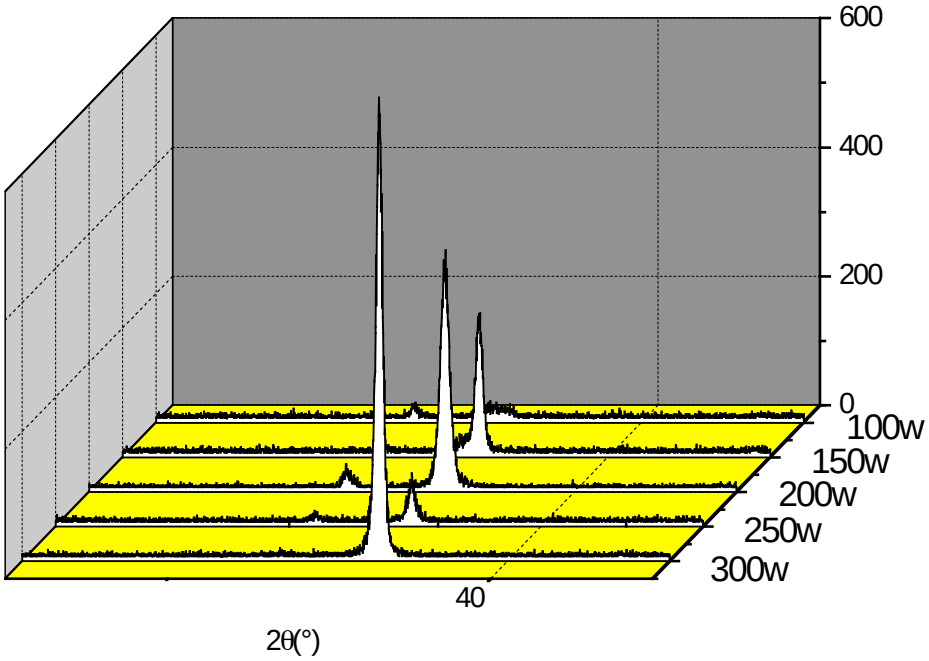


Figure 4.25 : Clichés de diffraction par XRD des films déposés à différentes puissances 8.10^{-3} mbar et 70% N_2 et 200°C

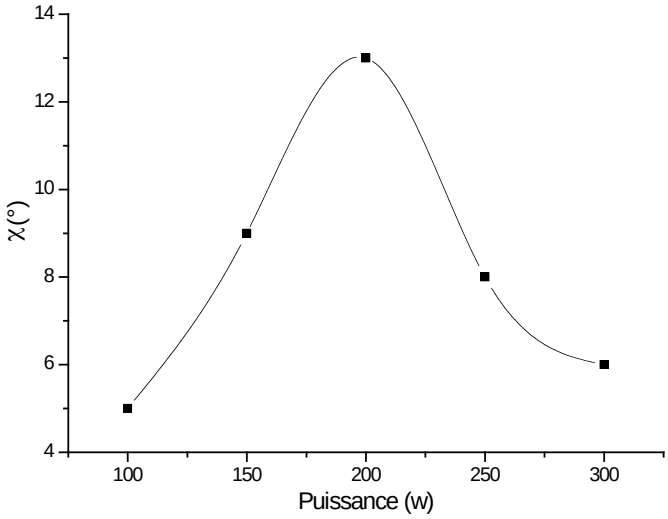


Figure 4.26 : Variation de l'inclinaison de l'axe c en fonction de la puissance de décharge obtenues par diffraction X en mode χ.

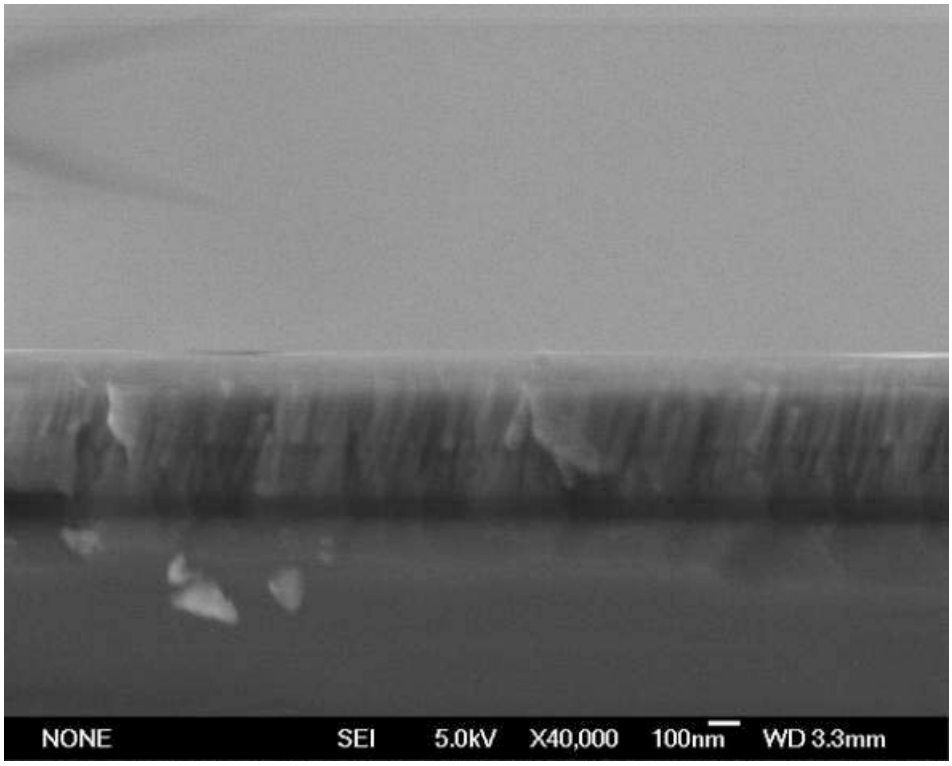
4.4.4.2. Caractérisation morphologique par FESEM

Les images de la section transversale des couches d'AlN déposées montrent la présence de colonnes inclinées pour des puissances entre 150 et 250W (figure 4.27). Ces colonnes sont inclinées si la puissance est entre 150 et 250W. Avec une puissance de 300W, la vitesse de croissance augmente mais les colonnes ne présentent pas d'inclinaison.

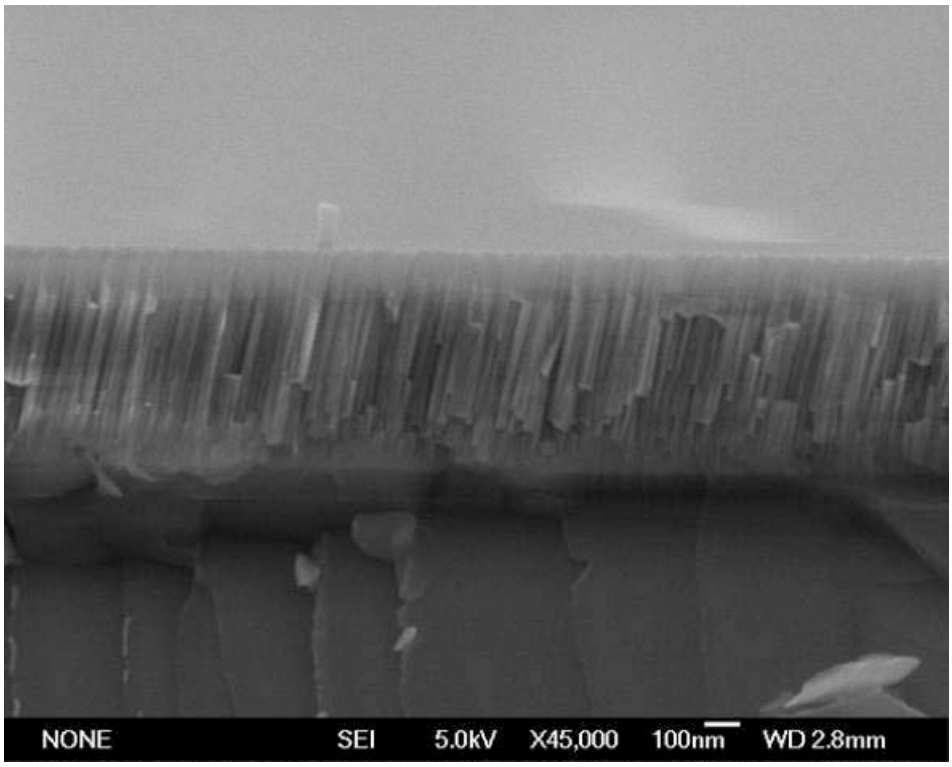
Actuellement, on considère que l'inclinaison de l'axe c de l'AlN est différente de l'inclinaison des colonnes [26, 27], Löbel et al. [27] ont proposé un mécanisme de croissance pour expliquer ceci. En cas d'inclinaison, les colonnes ne sont pas perpendiculaires au plan (002). En effet, il existe deux cas :

Le premier concerne le cas ou l'angle d'inclinaison est faible, on se trouve donc dans la zone centrale du wafer et l'inclinaison provient de l'effet d'ombrage [29, 16] uniquement et l'angle d'inclinaison de l'axe c est faible et les colonnes sont orientées principalement suivant l'axe (002) (figure). Dans le second cas, c'est-à-dire si l'angle d'incidence du flux provenant de la cible est important, les plans cristallins cristallisent avec une certaine inclinaison, avec un angle inférieur à l'angle d'inclinaison des colonnes.

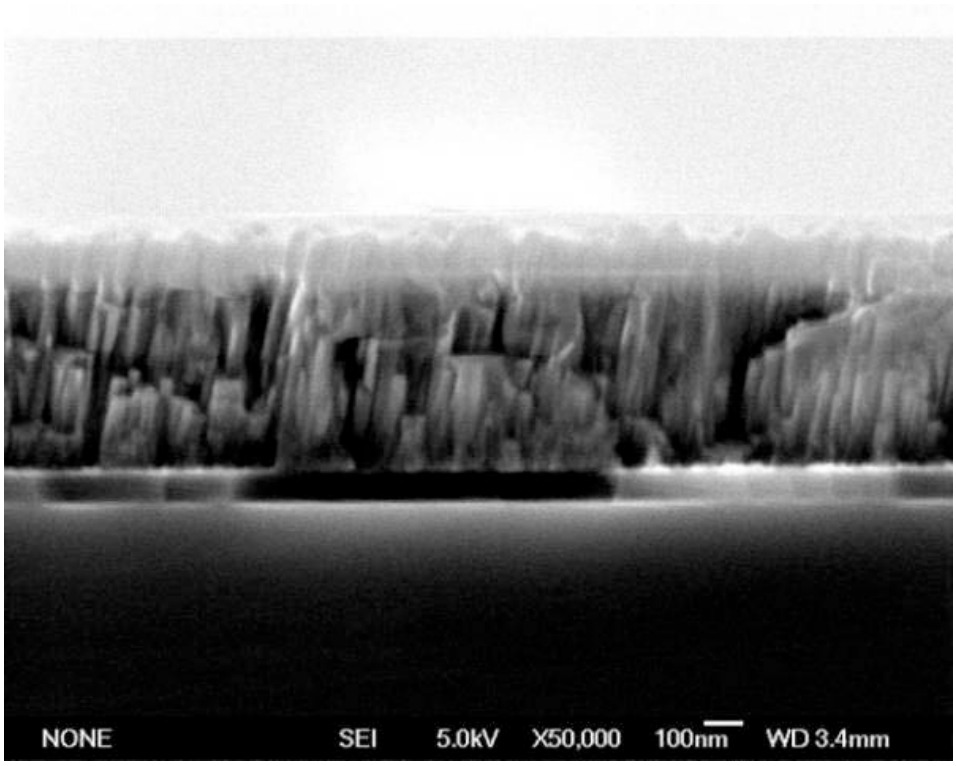
La vitesse de croissance de ces couches a également été étudiée, elle est d'environ 550nm/h au centre du wafer (zone 1) et de 520nm/h aux bords de celui-ci (zone 2) si la puissance est de 200W. La mesure de l'épaisseur par FESEM montre une non-uniformité de ± 5%. La vitesse de croissance de nos couches est inferieure à celle trouvée par Bjuström et al [28] pour lesquels la vitesse de croissance a été estimée à 2.5 µm/h pour une puissance de décharge de 900W et avec un diamètre de cible de 6" et une distance entre la cible et le substrat de 5.5cm. Link et al. [21] ont pu déposer des couches de ZnO à axe c incliné par pulvérisation magnétron avec une vitesse de 245nm/h.


NONE
SEI
5.0kV
X40,000
100nm
WD 3.3mm

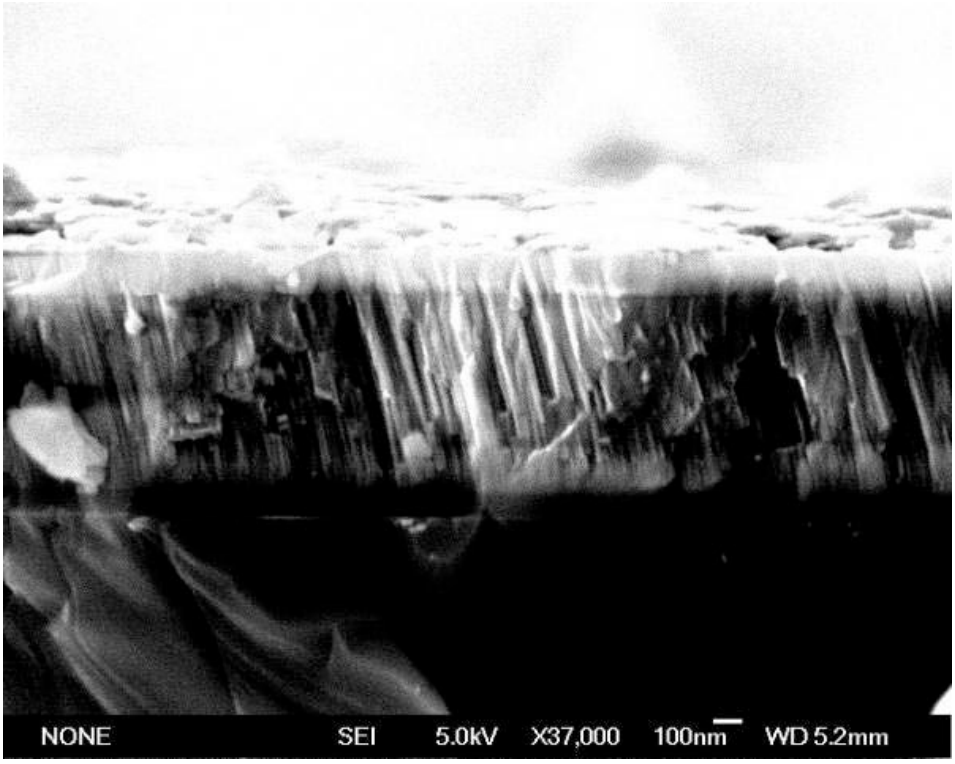
(a)


NONE
SEI
5.0kV
X45,000
100nm
WD 2.8mm

(b)



(c)



(d)

Figure 4.27 (a, b, c, d): Images FESEM de la section transversale des couches d'AlN déposées respectivement à 150, 200, 250 et 300W

4.5. MECANISME DE CROISSANCE

4.5.1. Distribution cosinusoïdale et effet d'ombrage

Nous avons pu constater, suite à l'étude des caractérisations structurales et morphologiques des couches élaborées dans différentes conditions, que la direction du flux incident influe sur l'inclinaison de l'axe c et des colonnes ainsi que sur l'épaisseur des couches. Si on considère les mêmes conditions de croissance (pression, température, puissance et taux d'azote) et pour un même wafer, on remarque des différences d'épaisseur suer les différentes zones du substrat. Ces différences entre les différentes zones proviennent de la distribution cosinusonïdale du flux incident. Le diamètre du wafer étant de 3 pouces (~7.5cm) et la distance entre la cible et le substrat de 8 cm, l'angle formé entre la normale à la surface et l'angle d'incidence au bord du wafer est d'environ 25.46°, ce qui explique pourquoi au centre du wafer l'axe c est verticales et incliné au bord.

La croissance inclinée est également attribuée au flux de particules asymétriques aux bords du wafer par effet d'ombrage.

L'effet d'ombrage est observé lors de la synthèse de certains matériaux en couches minces caractérisés par une croissance colonnaire (figure 4.28). Lorsque la croissance s'effectue sur le bord du wafer, disposé obliquement par rapport au flux des espèces déposées, l'effet d'ombrage, du à la présence de particules asymétriques, permet de former des colonnes inclinées par rapport à la normale à l'échantillon et largement séparées les unes des autres.

Chen et al. [26] ont proposé un second mécanisme de croissance, qui mentionne que les plans cristallins se déposent perpendiculairement à la normale dans le but de minimiser l'énergie de surface et que l'inclinaison revient seulement à l'effet d'ombrage.

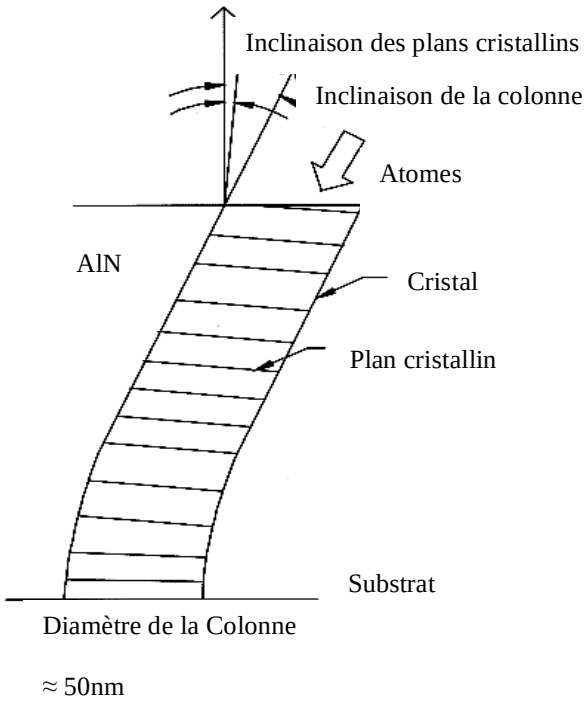


Figure 4.28: Visualisation de la croissance d'AlN dans le cas où l'angle d'incidence n'est pas nul : Inclinaison des cristallites plus rapide que pour les plans cristallins [4]

4.5.2. Rôle de la couche de SiO_2

L'état de surface a également une grande influence sur la direction de croissance des colonnes. En effet, les dépôts effectués sans la couche de SiO_2 nous ont permis d'obtenir des couches de nitrure d'aluminium avec un axe c perpendiculaire à la surface. Le rôle de cette couche est de conférer différentes directions à la surface de silicium et par conséquent de favoriser les croissances des facettes orientées suivant le flux oblique des particules émanant de la cible (figure 4.29). L'inclinaison des colonnes représente une conséquence de l'inclinaison des plans réticulaires.

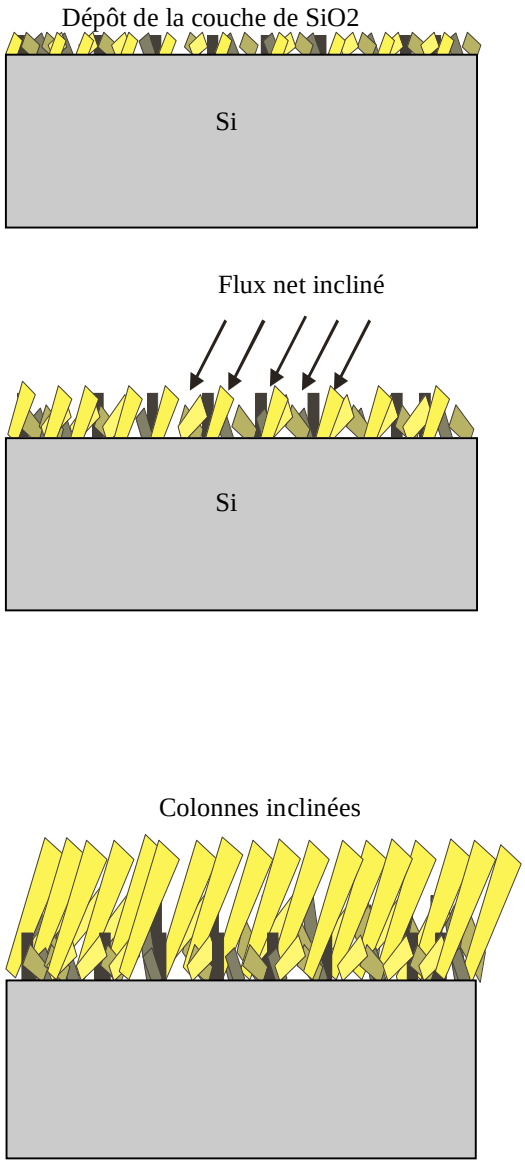


Figure 4.29 : Mécanisme de croissance des couches minces de $AlN/SiO_2/Si$

4.6. CONCLUSION

Le système de pulvérisation magnétron, initialement prévu à la croissance de films minces d'AlN piézoélectrique cristallisant dans la structure hexagonale à axe c perpendiculaire, nous a également permis de déposer des couches minces de nitrure d'aluminium à axe c incliné. La recherche des paramètres optimaux permettant de contrôler l'orientation de l'axe c s'est avérée longue et difficile en considérant qu'il n'était pas question de modifier le système en insérant un porte substrat incliné ou de caches par souci de ne pas obtenir des couches d'épaisseur uniforme .

Dans ce chapitre est présentée une synthèse des résultats de recherche des paramètres expérimentaux permettant d'obtenir une inclinaison de l'axe c avec une grande de vitesse de croissance, en comparaison avec d'autres techniques de croissance des couches minces. Les différentes caractérisations structurales et morphologiques ont été effectuées sur différentes zones de wafers de 3 pouces, sachant que la direction du flux émanant de la cible obéit à une loi cosinusoidale. On a remarqué que la zone 2 du wafer qui n'inclue pas la zone centrale, c'est-à-dire la région du wafer qui reçoit uniquement le flux oblique, est caractérisée par une inclinaison prononcée de l'axe c et par conséquent celle des colonnes pression est élevée (8.10^{-3}mbar) et le pourcentage d'azote proche de 70%.

Les caractérisations structurales essentiellement basées dans ce chapitre sur la diffraction X (en mode $\theta/2\theta$ et en mode χ) ont montré la possibilité de croissance de films minces d'AlN présentant une inclinaison de 13°±2° à un température de 300°C, une pression de pulvérisation de 8.10^{-3}mbar et une puissance de 200W. Les caractérisations morphologiques par microscope électronique à effet e champ (FESEM) ont montré l'aspect colonnaire de la couche piézoélectrique, la relation entre les paramètres de croissance et l'inclinaison des colonnes et la corrélation entre la vitesse de croissance et les paramètres de dépôt.

Il est important de noter que les systèmes modifiés auxquels on a ajouté un porte substrat incliné, décalé le substrat ou ajouté un ou de plusieurs caches, ont permis d'augmenter considérablement l'inclinaison de l'axe c.

Les paramètres optimaux de croissance ont été retenus pour réaliser des dispositifs à ondes élastiques de surface.

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE 4

[1] W. Yang, S. A. McPherson, Z. Mao, S. McKernan and C Barry Carter, Journal of crystal growth, 204 (1999), 270.

[2] H. Aynaou, V.R. Velasco, A. Nougaoui, E.H. El Boudouti, D. Bria and B. Djafari-Rouhani, Surface Science, Volume 590, Issues 2-3 (2005), 224.

[3] A.F. Wright, J. Appl. Phys. 82 (6), (1997), 2833.

[4] H. P. Lőebl, M. Klee C. Metzmache, W. Brand, R. Milsom and P. Lok, Materials chemistry and physics, volume 79, Issues 2-3, 2003, 143.

[5] R. Jakkaraju, G. Henn, C. Shearer, M. Harris, N. Rimmer and P. Rich, Materials for advanced metallisation, volume 70, 2003, 143.

[6] J. S. Wang, K.M. Lakin and A. R. Landin, Ultrasonics Symposium (1983), 491.

[7] M. Link, J. Weber, M. Schreiter, W. Wersing, O. Elmazria, P. Alnot, Sensors and Actuators B: Chemical Vol. 121 Issue 2 (2007), 372.

[8] F. Martin, M. Jan, S.Rey-Mermet, B. Belgacem, D. Su, M. Cantoni, and P. Muralt ; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, vol. 53, no. 7, July 2006.

[9] G. Wingqvist, J. Bjurström, L. Liljeholm, V. Yantchev, I. Katardjiev, Sensors & Actuators B Chemical 123(1) (2007), 466.

[10] V. Yanchev, J. Enlund, J. Biurstrom, I. Katardjiev, Utrasonics 45(2006), 208.

[11] M. B. Assouar, O. Elmazria, M. El Hakiki, P. Alnot, Journal of Vacuum Science and Technology B. 22 (2004) 1717.

[12] M.B. Assouar, M. Elhakiki, O. Elmazria, P.Alnot,C. Tiusan, Diamond and related Materials 13 (2004), 1111.

[13] F.Martin, M.-E. Jan, B. Belgacem, M.-A. Dubois, P. Muralt, Thin Solid Films 514 (2006) 341.

[14] H. Tsuge, S. Esho, J. Applied Phys. 52(7), July 1981.

[15] K. Umeda, M. Takeuchi, H.Yamada, R. Kubo, Y. Yoshino, Surface Engineering, Surface Instrumentation and Vacuum Technology 80,(2006), 658. [16] M. Link, M. Schreiter, J. Weber, D. Pitzer, R. Primig, M. B. Assouar, O. Elmazria, Proceeding of IEEE International Ultrasonics Symposium (2005), 202.

[17] M. B. Assouar, Thèse de doctorat, LPMIA, UHP Nancy I, (2001).

[18] R. Lanz, M-A. Dubois, P. Muralt, Proceeding of IEEE Ultrasonics 2001, 843.

[19] F. Medjani, R. Sanjinès, A. Allidi, A. Kaimi, Thin Solid Films 515 (2006), 260.

[20] M. Hakiki, Etude tehéorique et expérimentale des dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) à base de structures multicouches :ZnO/quatz, Aln/diamant et ZnO/AlN/diamant, thèse de doctorat, Université Henri Poincaré, Nancy I, 2003.

[21] M. Link, Etude et réalisation des résonateurs à ondes acoustiques de volume (FBAR) montés sur miroir acoustique et exploitant le mode de cisaillement dans les couches minces d'oxyde de zinc (ZnO) à, axe c incliné: application aux capteurs gravimétriques en milieux liquides, Thèse de doctorat, Université Henri Poincaré, Nancy I, 2006.

[22] Y. You, D. Kim ; Thin Solid Fims 515 (2007), 2860.

[23] E. Bär, J. Lorenz, H. Ryssel, Microelectronic Engineering 64 (2002), 321.

[24] N.S. Dellas, J.M.E. Harper ; Thin Solid Films 515 (2006), 1647.

[25] M.-A. Dubois, P. Muralt. Journal of Applied Physic (2001) 89/11, 6389.

[26] C-S Chen, B-H Hwang, H-Y Lu, T-C Hsu. J. Phys. D. Appl. Phys. (2002) Vol. 35, 2608.

[27] H. P. Löbl, M. Klee, R. Milsom, R. Dekker, C. Metzmacher, W. Brand, P. Lok. Journal of the European ceramic Society (2001), Vol. 21, 2633.

[28] J. Bjurström, G. Wingqvist, I. Katardjiev., IEEE Proceeding. Ultrasonics (2005), 321.

[29] F. Martin, M-E. Jan, S. Rey-Mermet, B. Belgacem, D. Su, M. Cantoni, P. Muralt, IEEE Trans. Ultras. Ferro. Freq. Contr. 53/7 (2005), 1339.

[30] Y.E. Lee, J.B. Lee, Y.J. Kim, H. K. Yang, J.C. Park, H.J. Kim Vac. Sci. Technol.A14 (1996), 1943.

[31] A.G. Veseslov, A.S Dzhumaliev, Techn. Physi. 45(2000), 497.

[32] S. Bensamaine, L. Le Brizoual, O. Elmazria, J.J. Fundenberger, B. Benyoucef, " The effects of sputtering deposition parameters of ZnO thin films on their structural parameters", Journal of Electron Devices, Vol.5, 2008, 104.

CHAPITRE 5

Excitation et caractérisation du mode de cisaillement dans un dispositif à onde acoustique de surface

5.1. INTRODUCTION

Dans ce chapitre, nous présenterons une étude approfondie des propriétés structurales et morphologiques des films d'AlN à axe c incliné par des techniques autres que celle présentées en chapitre 4, on présentera les résultats de caractérisation par microscopie électronique à transmission (TEM et HRTEM), et la réponse fréquentielle relative à l'excitation des ondes de cisaillement par des films de nitrure d'aluminium dans un dispositif à ondes élastiques de surface.

5.2. CARACTERISATION PAR MICROSCOPE ELECTRONIQUE A TRANSMISSION (TEM)

Nous avons analysés des échantillons présentant une inclinaison de l'axe c par microscopie électronique à transmission déposés dans les conditions suivantes : 6.10^{-3}mbar, 200W, 70% et 200°.

Pour obtenir des résultats précis par cette technique et pour permettre son utilisation, l'épaisseur des couches d'AlN étudiées a été fixée à 250nm et l'épaisseur de SiO_2 à100nm. Les mesures ont été effectuées sur.

Le système $AlN/SiO_2/Si$ a été analysé par microscopie électronique en transmission TEM et HRTEM au laboratoire CEMES à l'université de Toulouse.

5.2.1. Préparation des échantillons

Les échantillons ont été préparés pour des observations en section-transverse en découpant 2 bandes de 2mm de large à 90° l'une de l'autre parallèlement aux côtés des échantillons. Ceci permet l'étude dans les 2 directions du plan. Les 2 bandes sont collées l'une sur l'autre puis découpées en tranches avant les polissages mécanique et ionique (figure 5.1). On dispose ainsi d'échantillons pouvant être observés selon 2 axes de zones à 90° l'un de l'autre.

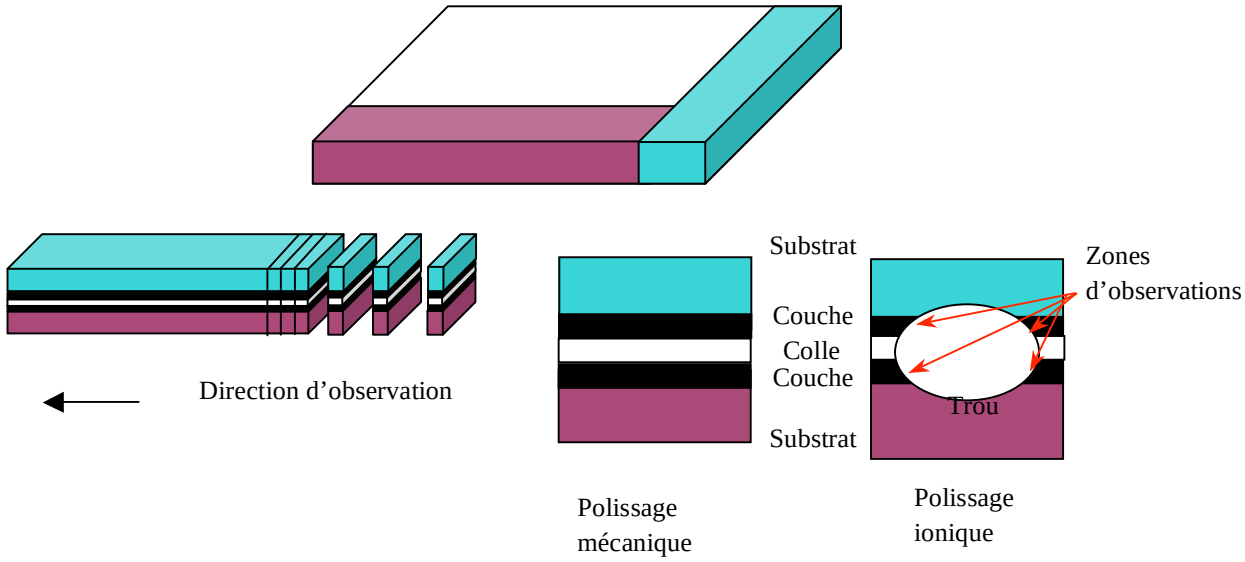
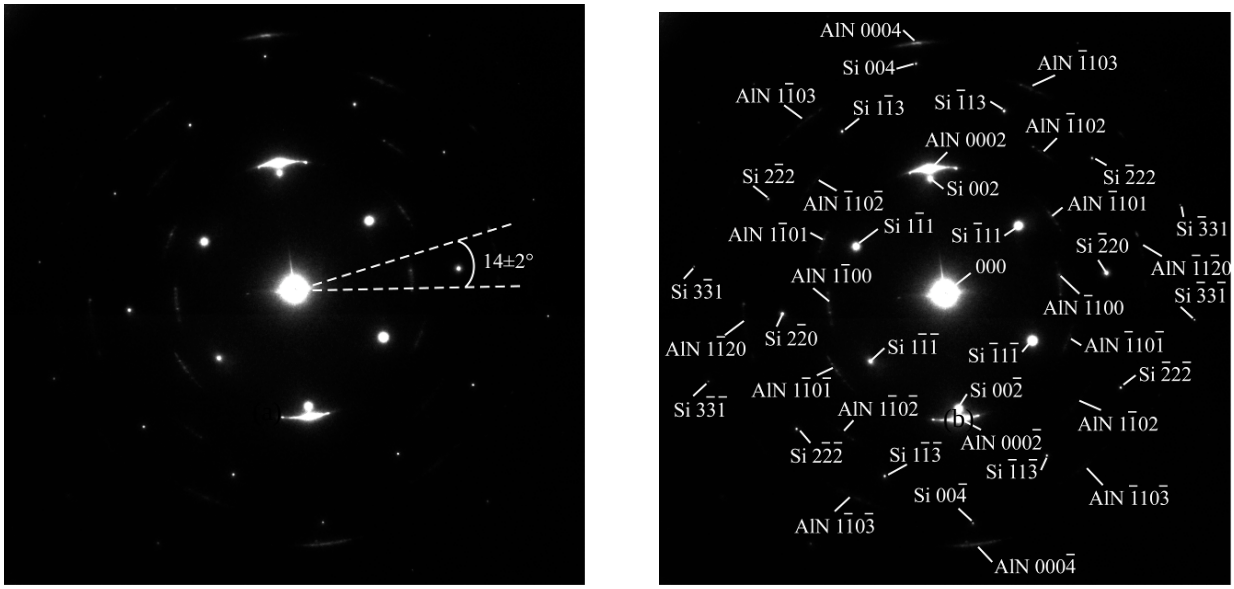


Figure 5.1 : Mode de préparation des échantillons d'AlN caractérisés par TEM

5.2.2. Etude de la structure

La microscopie électronique en transmission permet de déterminer la structure et la morphologie des couches : la texture, la composition de la microstructure, l'épaisseur et la direction des colonnes, etc. Le cliché (figure 5.2.) montre que la couche d'AlN est texturée selon la direction [0001] sur SiO_2 avec une désorientation comprise entre -7 et +7° (±1°) par rapport à la direction [100] du silicium, cette dernière étant perpendiculaire aux surfaces et interfaces du système. L'indexation de ce cliché suit les axes de zone est donc [110] et [-110].



(a) **(b)**

Figure 5.2 : Diffraction électronique : (a) sans indexation, (b) avec indexation

Lorsqu'on est en champ clair et en champ sombre, on retrouve très clairement la croissance colonnaire de l'AlN et la rugosité due aux colonnes.

La Figure 5.3 montre la présence d'une couche intercalaire de SiO_2 entre AlN et Si(100). Cette couche est pratiquement transparente car il n'y a aucune « perte d'intensité » du faisceau par diffraction puisqu'il s'agit d'un amorphe. Lorsque l'on réalise un champ clair et un champ sombre dans les mêmes conditions que précédemment (Figure 5.4), on retrouve très clairement la croissance colonnaire de l'AlN, et la rugosité due aux colonnes. Toutes les colonnes ne sont pas visibles en champ sombre. Les mesures d'épaisseur déduites de ces clichés (et effectuées sur beaucoup d'autres) donnent une épaisseur de SiO_2 égale à 52nm (±2 nm) et une épaisseur d'AlN de 245nm (±2 nm).

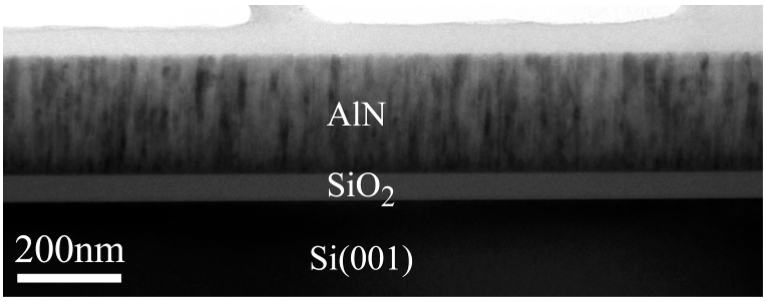
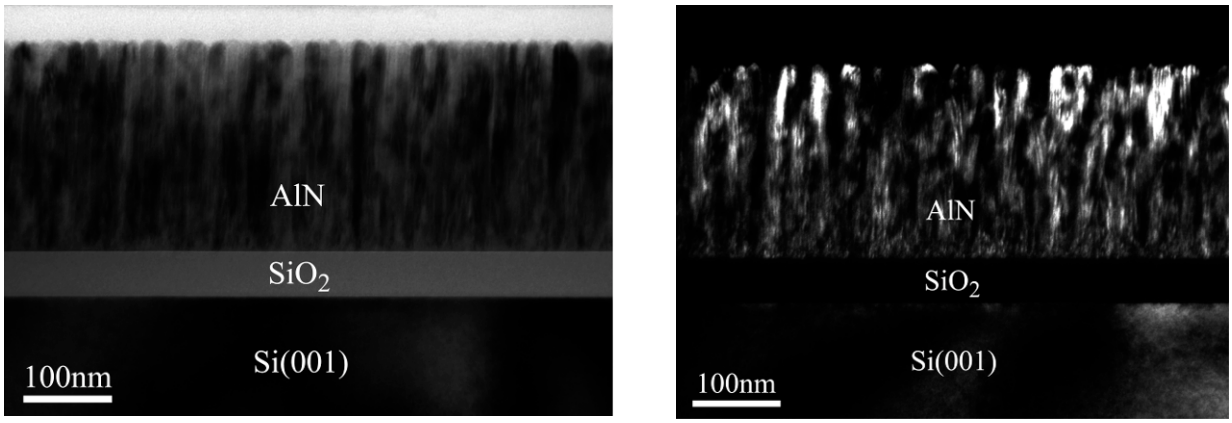


Figure 5.3 : Les observations réalisées par tem conventionnelle montre la présence des différentes couches

Dans le champ sombre de la Figure 5.4, le silicium apparaît un peu en clair car le diaphragme dans le plan focal a pris une petite partie de la réflexion (002) de Si (cette dernière étant très proche de la réflexion 0002 d'AlN). Toutes les colonnes ne sont pas visibles sur le champ sombre à cause de la dispersion angulaire de la texture.



(a) **(b)**

Figure 5.4 : (a) Champ clair ; (b) Champ sombre

Néanmoins, si on défocalise pour faire apparaître plus clairement les colonnes, on constate que celles-ci sont toutes inclinées suivant la même direction (figure 5.5.), et ceci quelque soit la zone étudiée de l'échantillon pour cet axe de zone. Il est possible de mesurer pour quelques colonnes leur inclinaison et de faire une moyenne.

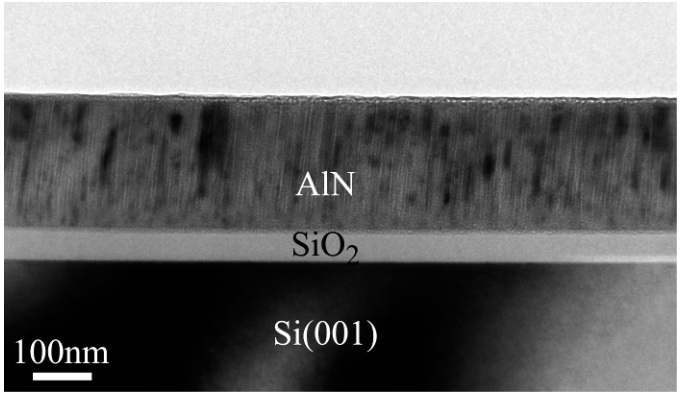


Figure 5.5 : Champ clair défocalisé.

Il est cependant intéressant d'étudier l'axe de zone à 90° pour deux raisons : la première est de savoir si les colonnes ont la même largeur (anisotropie de forme des colonnes), et la seconde est de mesurer l'angle d'inclinaison afin de déduire l'angle d'inclinaison total et sa direction. En effet, l'image que nous obtenons n'est qu'une projection de la zone selon une direction (appelée pour cela axe de zone). Pour faire une mesure en 3D, nous devons disposer d'au moins deux images obtenues selon 2 axes de zones différents (Figure 5.6.).

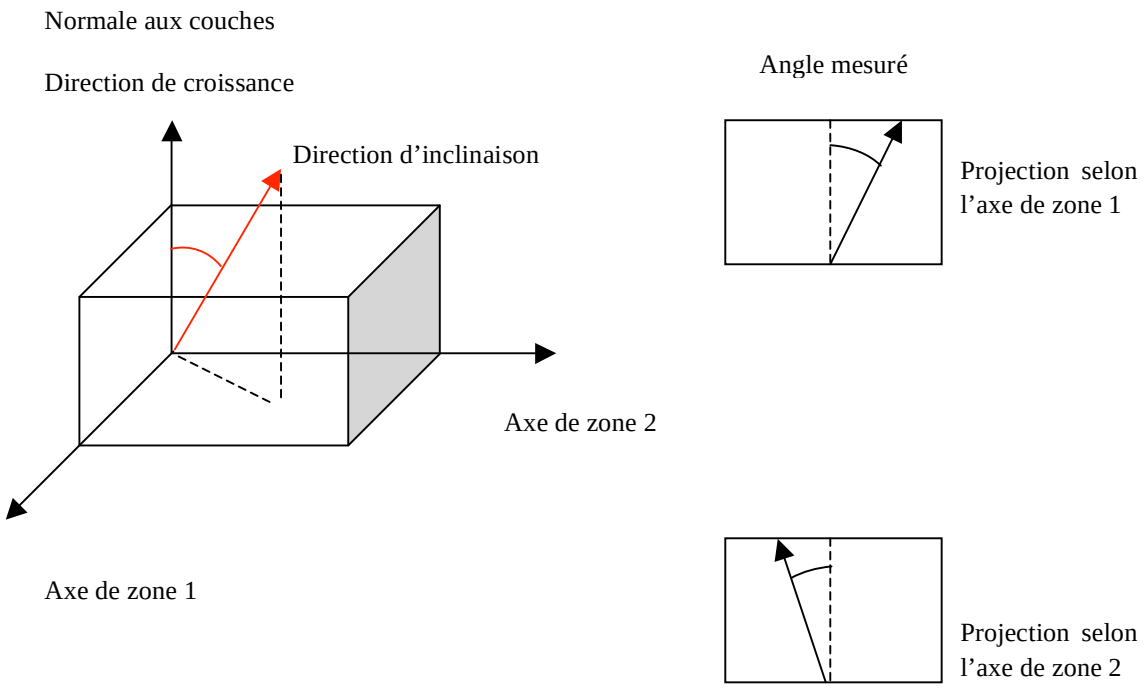


Figure 5.6 : Les différents axes de zone.

Une autre technique, plus rapide, plus globale et plus fiable, basée sur la transformée de Fourrier (TF) de l'image (figure 5.7) ; elle consiste à mesurer sur celle-ci l'angle entre la ligne assez « fine » issue de la rupture de contraste due à la présence des couches (A) et le contraste plus flou dû à la présence des colonnes (B). Toutes les mesures effectuées sur différentes images donnent le même résultat : on observe une désorientation de 6° (±3°) des colonnes. La désorientation existe bien et semble très homogène.

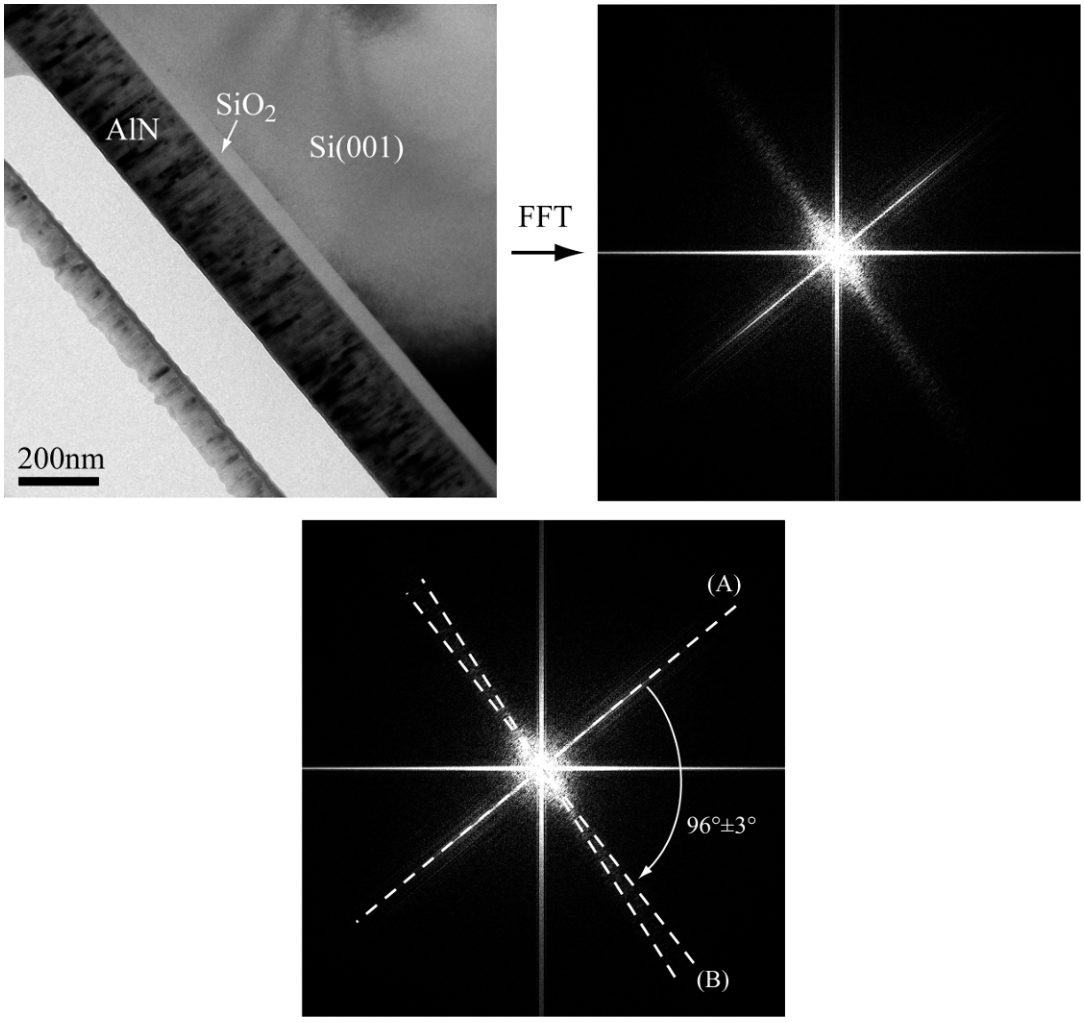


Figure 5.7 : Images tem selon différents axes de zone (a droite et a gauche de l'axe c).

Un des clichés pris selon cet autre axe de zone est présenté par la Figure 5.8. L'angle d'inclinaison des colonnes mesuré est de 6° (±3°). A partir de ces 2 mesures identiques réalisées selon 2 axes de zone différents, il est possible d'en déduire la valeur de l'inclinaison

totale par rapport à la normale des couches et la direction de l'inclinaison : 8,5° ((±2.8°) selon une direction de type {100} dans le plan de Si.

La largeur des colonnes est par contre identique d'un axe de zone à l'autre, laissant supposer que les colonnes présentent plutôt une forme arrondie.

Un des clichés pris selon cet autre axe de zone est présenté par la figure 5.8. L'angle d'inclinaison des colonnes mesurées avec la même technique que celle décrite précédemment est toujours de 6° (±3°). A partir de ces 2 mesures identiques réalisées selon 2 axes de zones différents, il est possible d'en déduire la valeur de l'inclinaison totale par rapport à la normale des couches et la direction de l'inclinaison : 8,5° (±2.8°) selon une direction de type {100} dans le plan de Si.

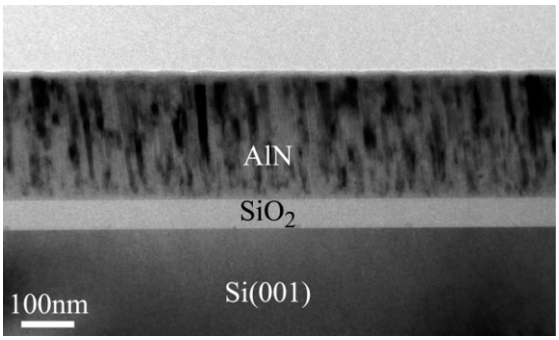


Figure 5.8 : Cliché suivant le deuxième axe de zone

Les mesures effectuées par TEM nous ont permis de trouver des résultats identiques à ceux trouvés par la texture (même angle d'inclinaison : 7°). La largeur des colonnes est par contre identique d'un axe de zone à l'autre, laissant supposer que les colonnes présentent plutôt une forme arrondie.

Enfin, l'observation en haute-résolution n'amène pas beaucoup plus d'information, la couche d'AlN étant toujours polycristalline et le système possédant de plus une couche de SiO_2 amorphe. Néanmoins, on peut remarquer sur la figure 5.9 que les interfaces sont planes, homogènes et franches.

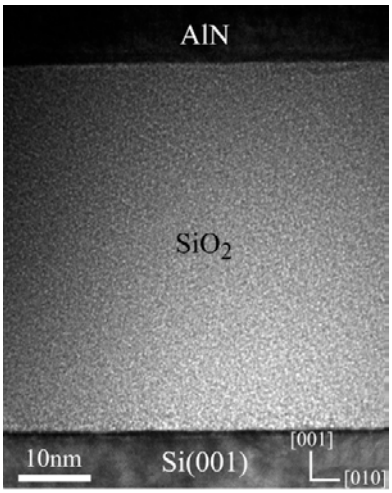


Figure 5.9: Cliché haute-résolution montrant les interfaces AlN/ SiO2 et SiO2/Si(001).

5.3. CARACTERISATION PAR ELLIPSOMETRIE SPECTROSCOPIQUE

Nous avons également utilisé la technique de l'ellipsométrie pour déterminer l'indice de réfraction des couches d'AlN à axe c incliné (13±2°). Les couches analysées ont été déposées aux conditions d'inclinaison optimale (8.10^{-3}mbar, 300°, 200w, 70% N_2).

Pour déterminer quelques propriétés optiques de nos échantillons (indice de réfraction, épaisseur, etc.) et les comparer à des échantillons d'AlN ne présentant pas d'inclinaison de l'axe c, nous avons effectué quelques mesures sur des échantillons avec des angles d'inclinaison différents.

Dans notre cas, l'acquisition des spectres ellipsométriques $\psi(\lambda)$ et $\Delta(\lambda)$ a été effectuée avec un ellipsomètre multi-longueur d'onde de type Woollam (à analyseur tournant). L'angle d'incidence est fixe et vaut φ =75° (voir chapitre 3), les longueurs d'onde de la lumière provenant de la source varient entre 290 et 615nm, valeurs standards pour les échantillons de type SiO_2/Si. La lumière est dirigée à travers un polariseur pour produire un faisceau de polarisation rectiligne ; puis à travers un compensateur pour produire de la lumière polarisée de manière circulaire. Le faisceau entre finalement en contact avec la surface de l'échantillon avec un angle d'incidence bien défini. La Figure 5.10. montre la comparaison entre le modèle théorique et expérimental.

La taille et la position des courbes dépendent des constantes optiques, de la nature du substrat, et de l'angle d'incidence. Donc, pour un indice de réfraction donné, chaque set Ψ/Δ représente

une certaine épaisseur “périodique”. Ce qui veut dire que pour un indice de réfraction donné, l’épaisseur suit sa courbe ellipsométrique spécifique périodique.

Si la mesure doit se faire sur un échantillon contenant des structures, il faudra isoler une région sans structures suffisamment large pour le spot lumineux de l’ellipsomètre. La tache du rayon sur l’échantillon est au mieux de 10x35µm. Les mesures de Ψ et Δ seront aussi affectées par des films rugueux ou non uniformes qui pourront induire de sérieuses erreurs dans les résultats.

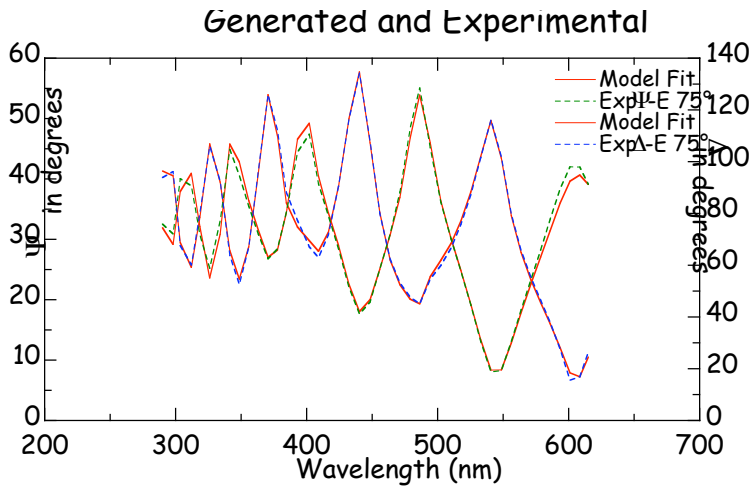


Figure 5.10 : Modèle théorique et expérimental

Un polariseur en rotation permanente suivi d’un photodétecteur (produisant un signal sinusoïdal transféré au PC du système) fait l’analyse de l’état de polarisation.

Le signal de sortie est enregistré à l’aide d’une diode de silicium de très haute amplification. Les transformées de Fourier pour les deux courbes sont calculées (paramètres MCS). Ψ et Δ peuvent être obtenus via deux sets de paramètres MCS. Le graphique de Ψ en fonction de Δ résulte d’une courbe périodique pour chaque valeur de l’indice de réfraction (si le matériau est transparent avec k=0).

La technique de l’ellipsométrie nous a permis de mesurer l’épaisseur des différentes couches qui composent notre dispositif : la couche de SiO_2 et d’AlN et de déterminer l’indice de réfraction de l’AlN.

Il est important de noter que nos échantillons sont cristallisés ce qui signifie qu'ils sont isotropes alors que l'ellipsomètre utilisé est plutôt destiné à effectuer des mesures sur des échantillons anisotropes.

Le modèle (l'algorithme) choisi nous a permis de déterminer avec précision les valeurs expérimentales des angles ellipsométriques Ψ et Δ.

La Figure 5.11. montre la variation de l'indice de réfraction et du coefficient d'extinction du film de nitrure d'aluminium incliné. Pour ce qui est de l'épaisseur de la couche d'AlN, on remarque qu'il y a une différence entre les valeurs trouvées par les différentes techniques (480nm) en microscope électronique à effet de champ et (400nm) due à la présence d'une couche d'oxyde d'aluminium Al_2O_3 de18nm environ.

L'indice de réfraction déterminé est de n=2.27 (figure 5.11), qui représente une valeur plus grande que les valeurs trouvées dans les études précédentes, ce qui signifie que ces couches sont moins absorbantes.

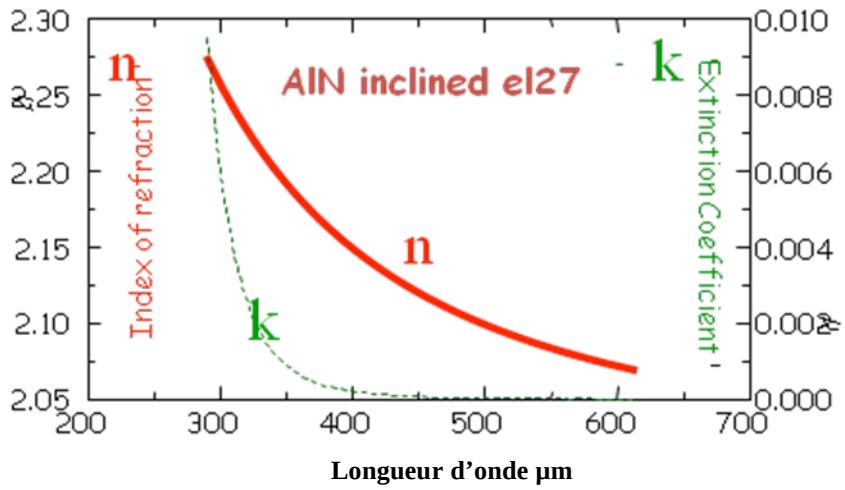


Figure 5.11 : Variation de l'indice de réfraction et du coefficient d'extinction du film de nitrure d'aluminium à axe c incline

5.4. LA ROCKING CURVE

Nous avons étudié également la rocking-curve de quelques films d'AlN à axe c incliné. La figure 4.15 correspond au film ayant présenté une inclinaison de 10°). La position du pic du rocking-curve donne des informations sur la distribution de l'orientation sur le plan.

Les cristaux ont une "mosaïcité " : les grains cristallins sont désorientés les uns par rapport aux autres par des rotations autour de l'axe c (twist) et des inclinaisons par rapport à c (tilt) [1]. La mosaïcité est représentée par la largeur à mi-hauteur du pic (FWHM) de la rocking curve.

Pour éviter les ambiguïtés concernant la rocking curve, lors de la caractérisation, le wafer est parallèle au plan de diffraction et pour les mesures de χ, la direction radiale du wafer est perpendiculaire au plan de diffraction.

La largeur du pic à mi-hauteur FWHM, montre que les colonnes présentent une faible désorientation par rapport à l'axe (002). Après un fit gaussien, on trouve une FWHM du rocking curve qui est de 5.5° (voir figure 5.12). Ceci signifie que les axes c des différents cristallites ne sont pas tous parallèles mais qu'ils présentent une inclinaison symétrique proche de 5.5°. On peut observer également que l'intensité du pic correspondant à ω se trouve à 28.4°, ce qui signifie que l'angle d'inclinaison de l'axe c est proche de 10°. Ceci vient confirmer les mesures effectuées par la texture. Par conséquent, le coefficient de couplage électromécanique K_{eff}^2 du mode de cisaillement, pour une telle inclinaison, en tenant compte des résultats de Martin et al. [2] serait de 0.8%.

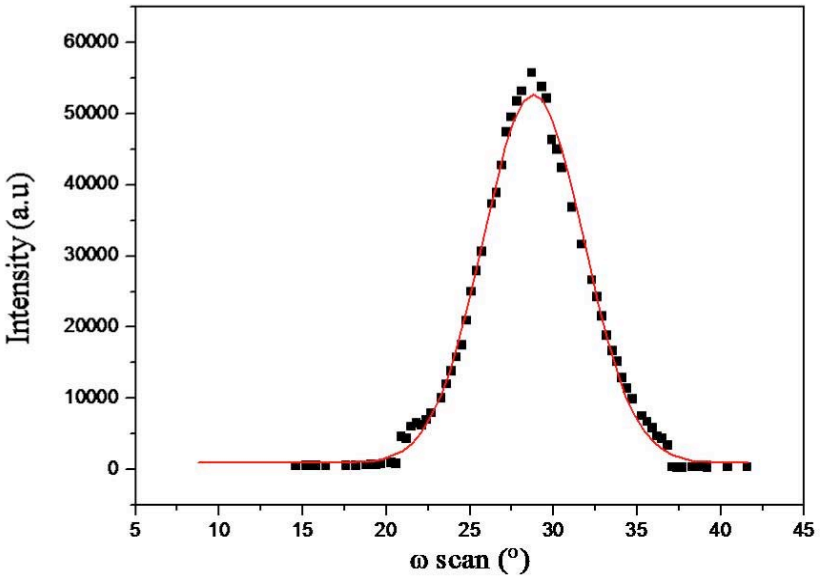


Figure 5.12 : La rocking curve du film d'AlN a axe c incline (10°)

5.5. ETUDE DE L'INCLINAISON EN FONCTION DE LA DISTANCE PAR RAPPORT AU CENTRE DU SUBSTRAT

L'uniformité de l'inclinaison de l'axe c a également été étudiée. Nous avons observé une zone de transition dans la zone 2 évaluée à 0.5cm présentant une non-uniformité de l'épaisseur et de l'inclinaison. La région de transition montre une variation de l'inclinaison entre 2° et 7°±1°, c'est la raison pour laquelle nous avons considéré uniquement 74% du wafer qui a présenté une uniformité de l'inclinaison (10°±1°). La figure 5.13 montre la variation de l'inclinaison en fonction de la distance par rapport au centre du substrat. L'échantillon considéré a été déposé à 8.10^{-3} mbar, 70% N_2, 200W et 200°.

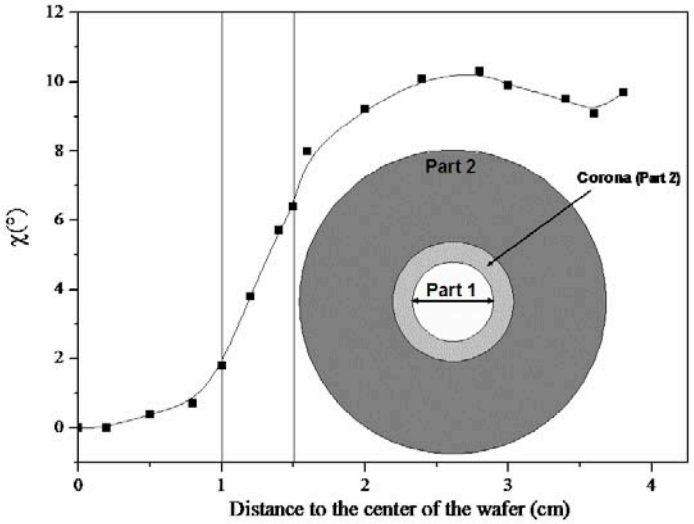


Figure 5.13 : Variation de l'angle d'inclinaison de l'axe c de l'AlN en fonction de la pression appartenant a la zone 2 du substrat.

Le passage de la croissance avec un axe c quasi-vertical à la croissance incliné (supérieure à 10°) dans la zone 2 peut être expliqué par la diminution de la mobilité des atomes de surface due à la basse température de dépôt et à l'effet d'ombrage dû à la haute pression [3, 4]. La faible mobilité des espèces ne permet pas le réarrangement pour former des couches avec axe c perpendiculaire. L'augmentation de l'énergie des espèces dans le plasma qui revient à l'augmentation du libre parcours moyen n'est possible qu'à basse pression.

L'inclinaison des colonnes représente une conséquence de l'inclinaison de l'axe c. A hautes pressions, les particules de faible énergie arrivant sur le substrat contribuent à la croissance des couches à axe c incliné d'une part et d'autre part, l'effet d'ombrage prédominant à haute pression.

5.6. CARACTERISATION DES PARAMETRES FONCTIONNELS DE DISPOSITIFS SAW

Dans cette partie, nous présenterons les méthodes expérimentales de caractérisations de dispositifs SAW qui consistent à mesurer la fréquence de fonctionnement et donc la vitesse de phase (V) et le coefficient de couplage électromécanique (K^2). Cette caractérisation validera l'inclinaison de l'axe c si l'excitation des ondes de cisaillement est confirmée.

5.6.1. Mesure de la vitesse de phase

Généralement, la vitesse de phase se détermine indirectement à partir de la réponse fréquentielle du dispositif SAW qui se comporte comme un filtre passe bande avec une fréquence centrale égale à la fréquence de synchronisme. Après l'application d'une tension sinusoïdale aux bornes du transducteur interdigité, un champ électrique est crée, celui-ci engendre des vibrations mécaniques par effet piézoélectrique inverse. Les déplacements mécaniques émis par chaque paire de doigts s'ajoutent de façon constructive lorsque la longueur d'onde acoustique du signal est égale à deux fois la distance séparant deux doigts adjacents [5] soit la période spatiale de l'interdigit (IDT). Cet effet cumulatif correspond à une fréquence d'excitation tel que :

$$f_0 = \frac{V}{\lambda} \qquad (5.1)$$

Où : V est la vitesse de propagation dans le substrat

λ est la longueur d'onde acoustique égale à la période spatiale des IDT.

La mesure de la fréquence de synchronisme (d'excitation) sera réalisée par le testeur sous pointes (Karl Suss PM 5) et l'analyseur de réseau HP8752A/B. Le testeur sous pointes est équipé d'un porte-substrat « chuck » de diamètre 6", permettant d'accueillir des substrats de nature et de tailles diverses. Deux micropointes RF sur micromanipulateurs permettent d'établir un contact électrique sous observation à l'aide d'un microscope. Des mouvements multiples du porte-substrat, du microscope et des pointes dans les trois axes sont possibles (Fig. 5.14).

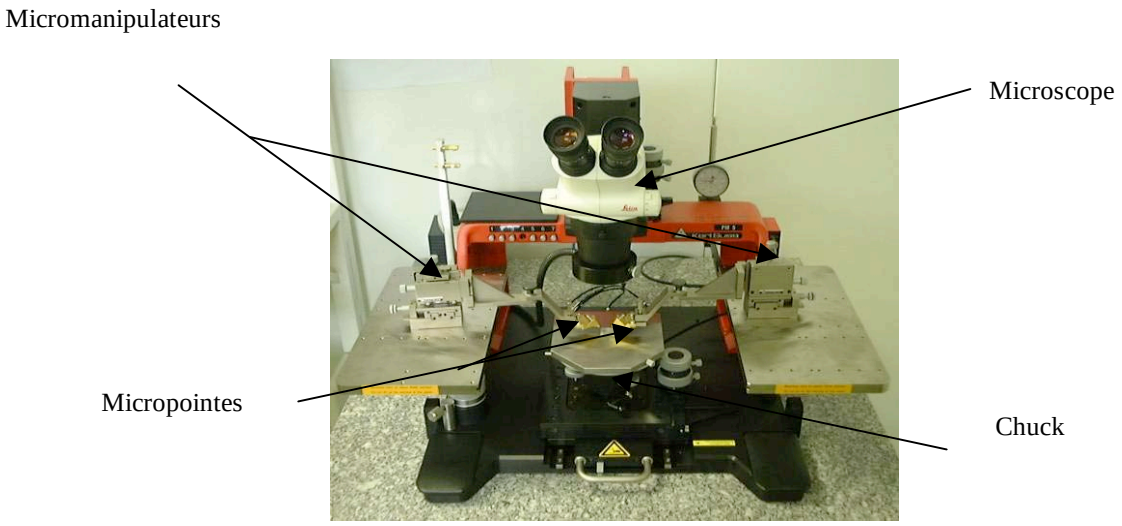
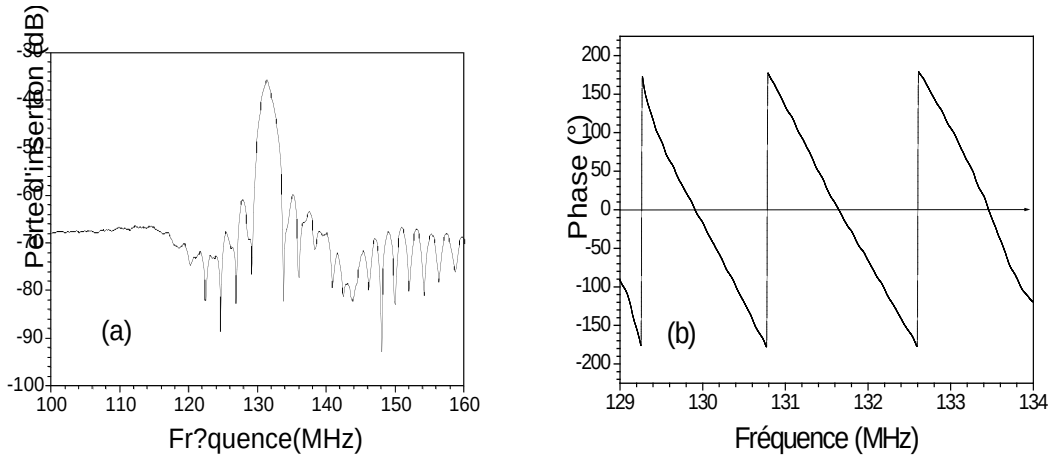


Figure 5.14 : Testeur sous pointes Karl Suss PM 5

La figure 5.15 ((a) et (b)) donne la réponse en transmission S_{21}, en gain et en phase, d'un filtre SAW réalisé sur un substrat de quartz Y-X (coupe Y direction de propagation suivant X), d'une longueur d'onde égale à 24µm et d'un taux de métallisation égale à 33%. Ce filtre présente une fréquence centrale égale à 131,5 MHz, une perte d'insertion égale a -35 dB, une réjection égale à 25 dB et une phase linéaire dans la bande passante. La vitesse de phase expérimentale déduite à partir de la formule 5.1 est égale à 3156 m/s ce qui est proche de la valeur théorique (3158 m/s).



(a) **(b)**

Figure 5.15 : Réponse fréquentielle d'un filtre SAW à base de quartz Y–X : (a)gain, (b) phase dans la bande passante

Nous pouvons également mesurer la vitesse de phase à partir de la réponse impulsionnelle. En effet, l'application d'une impulsion dont la durée est inférieure au temps de transit de la vibration entre deux doigts interdigités d'un transducteur à N paires de doigts (émetteur), implique l'émission d'une onde élastique avec une période spatiale égale à quatre fois l'épaisseur d'un doigt (4d). La durée de cette onde (χ) égale à la longueur active du transducteur (L = 4Nd) divisée par la vitesse de propagation dans le substrat. Si on met en face du transducteur émetteur, un transducteur identique afin de convertir l'onde élastique en une onde électrique, alors la réponse impulsionnelle globale sera fonction d'autocorrélation dont la durée est égale à 2χ (Fig. 5.16).

$$\chi = \frac{L}{V} \qquad (5.2)$$

On peut également exprimer la durée de l'onde acoustique χ en fonction du retard $\tau = \frac{l}{V}$ que met l'onde acoustique pour atteindre le premier intervalle interdigital du récepteur :

$$\chi = \frac{L}{l}\tau \qquad (5.3)$$

avec L : la longueur active du transducteur.

l : la distance qui sépare le transducteur émetteur et le transducteur récepteur

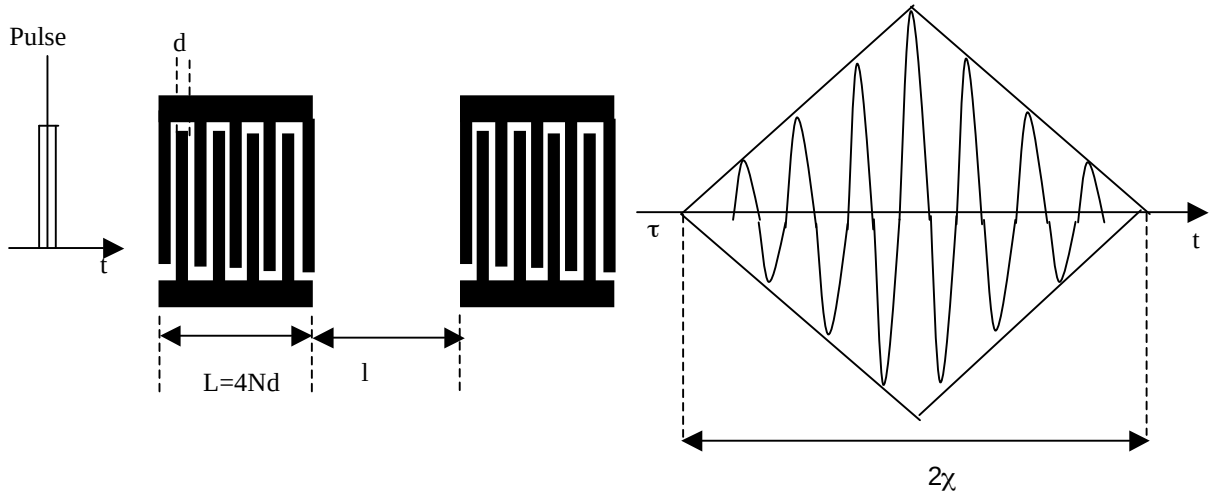


Figure 5.16 : Réponse impulsionnelle d'un dispositif SAW à deux transducteurs identiques.

5.6.2. Réalisation du dispositif SAW à base d'AlN à axe c incliné

Dans cette partie, nous allons présenter les étapes de photolithographie et gravure permettant de transférer les motifs de dispositifs SAW par l'intermédiaire d'un masque sur un film métallique d'aluminium déposé sur le substrat piézoélectrique.

5.6.2.1. Dépôt de la couche d'aluminium

Les transducteurs interdigités sont, en général, réalisés à partir d'une couche d'or ou d'aluminium. Dans notre cas et pour des raisons pratique et économique, nous avons opté pour l'aluminium. En effet, l'utilisation de la couche d'or nécessite d'ajouter une couche d'accrochage (chrome ou de titane/tungstène) afin d'assurer son adhésion. Ceci implique une autre étape supplémentaire dans le procédé de fabrication.

Le dépôt d'aluminium est réalisé par pulvérisation DC magnétron dans un bâti le même bâti utilisé pour le dépôt d'AlN à savoir l'AC450. La description technique de ce bâti est décrite dans le chapitre précédent et le choix des paramètres de dépôt d'aluminium (tableau 5.1) ont été détaillés dans les travaux de thèse de B. Assouar [12].

Ar (débit sccm)	Pression (mbar)	Puissance (W)	Temps de dépôt (s)	Vitesse de dépôt (nm/min)
16	$3\ 10^{-3}$	100	95	100

Tableau 5.1. Paramètres de dépôt d'aluminium

5.6.2.2. Réalisation du dispositif SAW à base d'AlN à axe c incliné

a- Dépôt de la résine

Après le nettoyage de l'échantillon sur lequel a été déposée une couche d'aluminium, on dépose une résine photosensible en film mince, uniforme, de grande qualité et fortement adhérente.

L'opération de dépôt de la résine photosensible s'effectue par centrifugation au moyen d'une tournette composée d'un système permettant la mise en rotation à grande vitesse de la plaque à enrésiner. Cette dernière est maintenue par aspiration à vide sur un support solidaire du plateau en rotation. L'épaisseur finale de la couche de résine est principalement fonction de la quantité de la résine déposée sur l'échantillon, de sa viscosité, et des conditions de rotation (accélération, vitesse, temps). Dans notre cas, on dépose une résine positive (shipley 1818) pendant 30 secondes avec une vitesse de rotation de 3000tr/min. L'épaisseur de la résine obtenue est de l'ordre de 1µm.

b- Pré-recuit

Pour l'étalement de la résine photosensible, visqueuse sur l'échantillon, procéde à son durcissement sur une plaque chauffante, de façon à éliminer toutes les traces du solvant avant son insolation. Cette étape est réalisée à une température de 115°C pendant un temps de 30 secondes.

c- Développement

Les paramètres à préciser pour cette commande sont le modèle utilisé et le temps de développement Dans notre cas nous utilisons un développeur de composé organique (l'acétone) pendant 40 secondes.

d- Gravure

Ensuite on procède à la gravure qui consiste à éliminer la résine par l'utilisation d'un « remover ». Cette opération dure 6 à 7 minutes, suivie par un rinçage à l'eau déionisée et un séchage à l'azote.

5.6.3. Caractérisation fréquentielle

Pour montrer l'excitation des ondes de cisaillement dans une couche piézoélectrique d'AlN, nous avons réalisé un dispositif à ondes acoustique de surface (SAW) constitué d'une couche piézoélectrique de nitrure d'aluminium à axe c incliné déposé sur un substrat de Si et sur laquelle nous avons réalisé des électrodes de transducteurs interdigités (IDT) (figure 5.17) en aluminium par la technique de lithographie optique avec une période spatiale de l'IDT correspondant à une longueur d'onde λ de 12µm.

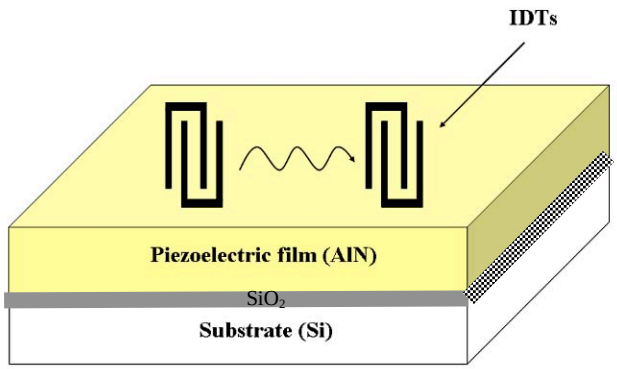


Figure 5.17 : Schéma d'un dispositif a onde acoustique de surface

La figure 5.18. montre la réponse fréquentielle du dispositif AlN/SiO_2/Si obtenue à 486.2 MHz. En tenant compte de la longueur d'onde, la vitesse de propagation des ondes de cisaillement est égale à environ 5835m/s. La vitesse obtenue est inférieure à celle trouvée dans les références [13, 14] qui est de (6330m/s), ceci revient à la nature du substrat utilisé. Le silicium présente en effet, une vitesse de propagation en mode de cisaillement moins importante (5800m/s) que celle de l'AlN (11400m/s).

La réponse fréquentielle présente des pertes d'insertion importantes, ceci s'explique par le facteur de couplage électromécanique dont la valeur est de 0.014% pour une structure à base d'AlN avec une inclinaison de l'axe c de 13° [15].

Actuellement, l'identification du mode cisaillement n'est possible que par la vitesse de propagation. En tenant compte des différences de vitesses entre le substrat Si et le film AlN, la détermination de la vitesse de cisaillement de la structure ne pourra se faire qu'à l'aide de programme de simulation complexe dans l'utilisation ne fait pas partie du cadre de ce travail. Nous avons donc procédé à une validation expérimentale en caractérisant un autre dispositif à base d'AlN à axe c perpendiculaire dans un dispositif dans lequel seules les ondes de Rayleigh sont excitées. L'échantillon testé provient de la zone centrale du wafer (zone 1) et présente la même épaisseur d'AlN que l'échantillon à axe c incliné.

La figure 5.19 montre la réponse fréquentielle d'un dispositif à base d'AlN avec axe c perpendiculaire. La réponse fréquentielle est obtenue à 423.56 MHz. Cette fréquence, en tenant compte de la longueur d'onde qui est de 12 µm correspond au mode de Rayleigh dont la vitesse de propagation est de 5082.72 $m.s^{-1}$, cette valeur est inférieure à la vitesse de

propagation des ondes de cisaillement excitées dans des échantillons provenant de la zone 1ou 2 du substrat.

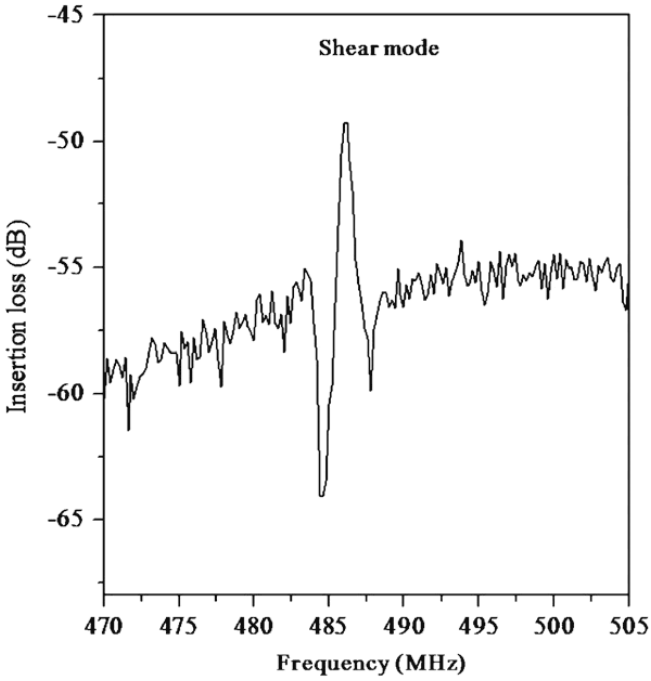


Figure 5.18: Réponse fréquentielle du dispositif SAW à base de l'AlN à axe c incliné vibrant en mode de cisaillement provenant de la zone 2 du wafer.

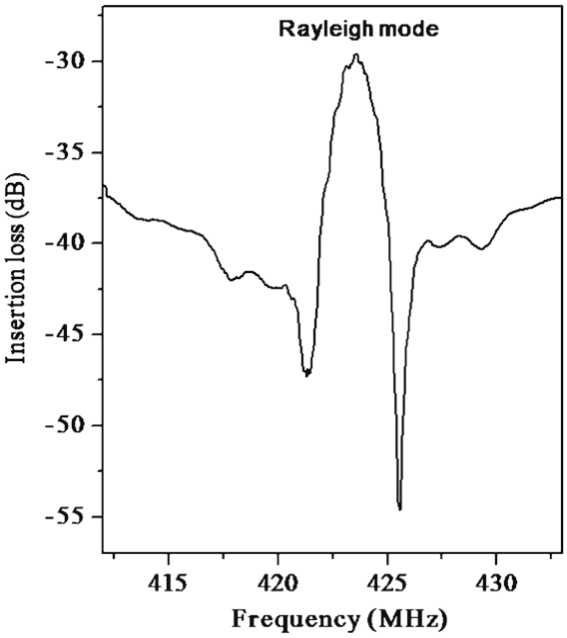


Figure 5.19 : Réponse fréquentielle d'un dispositif à base d'AlN à axe c perpendiculaire à la surface provenant de la zone 1 du wafer.

La différence de réponse fréquentielle observée sur les deux dispositifs montre clairement que les ondes excitées sont différentes. La comparaison avec des travaux antérieurs nous permet d'affirmer que l'excitation des ondes de cisaillements est bien obtenue avec l'échantillon réalisé avec AlN à axe c incliné. Des travaux de modélisation en cours permettront de valider ces observations mais également d'optimiser les épaisseurs des films d'AlN et la longueur d'onde pour réaliser des dispositifs avec des forts facteurs de couplage électromécaniques et de meilleures performances.

5.7. CONCLUSION

Ce dernier chapitre comprend deux parties, la première consiste à effectuer des analyses sur des échantillons d'AlN ayant présenté une inclinaison prononcée de l'axe c par Microscopie Electronique à Transmission. Cette technique a permis d'étudier la structure (texture, inclinaison de l'axe c) ainsi que la morphologie (l'aspect colonnaire, la largeur et l'inclinaison des colonnes, la composition de la microstructure). La technique de l'ellipsométrie a permis de déterminer l'indice de réfraction d'AlN des couches présentant une inclinaison de 13°±2°. Ces analyses ont permis de fournir des informations supplémentaires su les caractéristiques des films déposés et d'aboutir à des résultats similaires à ceux trouvées par diffraction X et par microscopie électronique FESEM, présentés dans le chapitre précédent.

Dans la deuxième partie, après avoir abordé les étapes que nous avons suivies pour la fabrication d'un dispositif à onde acoustique de surface à base d'AlN à axe c incliné, nous avons montré la possibilité d'excitation et de propagation des ondes de cisaillement provenant de la zone 2 qui représente environ 74% de la surface du substrat de 3 pouces.

La réponse fréquentielle pour le mode de cisaillement est de 486.2 MHz avec une vitesse de propagation d'environ 5835m/s. Pour s'assurer du résultat, nous avons également procédé à l'excitation des ondes de Rayleigh sur un échantillon d'AlN à axe c perpendiculaire de même épaisseur d'AlN que l'échantillon à axe c incliné dans lequel une réponse fréquentielle a est obtenue à 423.56 MHz avec une vitesse de propagation est de 5082.72 $m.s^{-1}$.

La vitesse de propagation des ondes de cisaillement peut être nettement améliorée si on utilise un substrat présentant une vitesse de propagation des ondes supérieure et en éliminant la couche amorphe de SiO_2 afin de réduire au maximum les pertes acoustiques. De plus, une meilleure maitrise de la technologie de fabrication des dispositifs à ondes

acoustiques de volume pourrait rendre possible leur utilisation comme capteurs de liquides, les dispositifs à ondes acoustiques de surface ne permettant leur utilisation uniquement que pour les milieux gazeux.

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE 5

[1] Gérald Roosen, « Matériaux semi-conducteurs III-V, II-VI et nitrures pour l'optoélectronique », Lavoisier 2003.

[2] F. Martin, M.-E. Jan, B. Belgacem, M.-A. Dubois, P. Muralt. Thin Solid Films (2006), 341.

[3] C. Deger, E. Born, H. Angerer, O. Ambacher, M. Stutzmann, J. Hornsteiner, E. Riha, G. Fischerauer, Appl. Phys. Lett. 72 (1998), 2400.

[4] F. Martin, M-E. Jan, S. Rey-Mermet, B. Belgacem, D. Su, M. Cantoni, P. Muralt, IEEE Trans. Ultras. Ferro. Freq. Contr. (2006), 53/7, 1339.

[5] D. Royer et E. Dieulesaint "Ondes élastiques dans les solides" Tome 2 MASSON, 1999.

[6] Eric L. Adler "SAW and PSAW Properties Using Matrix Methods" lEEE Transactions on Ultraonics Ferroelectrics and Frequency control, Vol. 41 N° 6 (1994), 876.

[7] D. Harmon, D. Morency, W. Soluch, J.F. Vetelino and S.D. Mittleman "Experimental determination of the SAW properties of X-Axis Boule cuts in Berlinite" Ultrasonics Symposium (1978), 594.

[8] W. Richard Smith, Henry M. Gérard, Jeffrey H. Collins, Thomas M. Reeder and Herbert J. Shaw "Analysis of inertdigital surface wave transducer by use of an equivalent circuit model" IEEE Trans. on microwave Theory and techniques, MTT-17 (11) (1969), 856.

[9] D. P. Morgan, "Surface acoustic wave devices and applications" Ultrasonics 11(1973), 121.

[10]F. Jungnickel and H. –J. Frohlich. "Determination of transducer equivalent circuit and the coupling coefficient in SAW structures" Acoust. Ultrason, (1998), 89.

[11] J. H. Hines and D. C. Malocha "A simple Transducer Equivalent Circuit Parameter Extraction Technique" Ultrasonics Symposium (1993), 173.

[12] B. Assouar, « Etude de dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) à structure multicouche nitrure d'aluminium / Diamant : croissance de matériaux en couches minces et technologie de réalisation »,Thèse de l' Université Henri Poincaré, Nancy I, 2001.

[13] C. Deger, E. Born, H. Angerer, O. Ambacher, M. Stutzmann, J. Hornsteiner, E. Riha, G. Fischerauer. Appl. Phys. Lett. 72 (1998), 2400.

[14] J. Xu, J. S. Thakur, F. Zhong, H. Ying, G. W. Auner. J. Appl. Phys. 96 (2004), 212.

[15] F.Martin, M.-E. Jan, B. Belgacem, M.-A. Dubois, P. Muralt, Thin Solid Films 514 (2006), 341.

Conclusion Générale et perspectives

L'objectif de ce travail était de déposer des couches minces de nitrure d'aluminium cristallisant dans la structure hexagonale à axe c incliné en vue de l'excitation et de la propagation des ondes de cisaillement dans un système à ondes acoustiques de surface. L'approche choisie a été d'utiliser un système de pulvérisation cathodique servant à déposer des couches minces d'AlN à axe c perpendiculaire, dans un système planaire (cible et substrat parallèles) ne comportant aucune modification, de type inclinaison ou décalage du porte substrat ou insertion de cache (s) mais en se basant seulement sur les paramètres de croissance. De plus, il était nécessaire que la température reste basse afin de rendre possible leur intégration dans des circuits électroniques à base de silicium.

Nous avons entrepris, à cet effet, un grand nombre de dépôts afin de déterminer l'effet des paramètres de croissance sur l'angle d'inclinaison de l'axe c et d'obtenir avec précision les conditions de croissance permettant d'obtenir l'inclinaison la plus prononcée. L'objectif visé s'est avéré difficile à atteindre car la forte tendance de ce matériau est de cristalliser dans la structure hexagonale à un axe c perpendiculaire au plan de base.

Malgré cette difficulté, il a été possible de déposer des couches d'AlN à axe c incliné dans le système AC450 du laboratoire en se basant sur les paramètres de croissance (pression, température, puissance et pourcentage d'azote), le traitement de surface et le positionnement sur le porte substrat.

Dans le premier chapitre, nous avons d'abord montré l'intérêt de déposer des couches piézoélectriques d'AlN à axe c incliné et leur rôle dans l'excitation des ondes élastiques de cisaillement dans des microsystèmes électro-mécaniques. Les configurations des microsystèmes à ondes acoustiques de surface (SAW) et de volume (BAW) ainsi que leur principe de fonctionnement ont été expliqués. Ensuite, nous avons présenté une étude détaillée sur la propagation des ondes élastiques dans ces structures en se basant sur la relation fondamentale de la dynamique et les équations de Maxwell. Nous avons traité explicitement les conditions aux limites mécaniques et électriques pour déterminer théoriquement les principaux paramètres caractérisant un dispositif SAW (coefficient de couplage électromécanique K^2, facteur de qualité Q,…). Nous avons également appliqué l'équation de la piézoélectricité à un dispositif à onde acoustique de volume de type FBAR à base d'AlN à axe c incliné.

Dans le second chapitre, nous avons abordé les différentes techniques de croissance des couches minces. Nous avons montré que la technique la plus appropriée à la croissance

des couches d'AlN présentant les propriétés requises à basse température est la pulvérisation magnétron. Nous avons, ensuite, abordé la technologie de fabrication des microsystèmes et déterminé les paramètres optimaux permettant la réalisation de tels systèmes.

Le troisième chapitre concerne le principe physique de fonctionnement des systèmes utilisés pour les caractérisations structurales, morphologiques et optiques utilisés dans notre étude.

Dans le quatrième chapitre, nous avons d'abord expliqué le procédé et présenté ensuite les principaux résultats. La variation de l'angle d'inclinaison en fonction des différents paramètres de croissance a été étudiée d'une manière détaillée. Les caractérisations effectuées sur des échantillons de 1.5 cm de côté, prélevés de wafers de 3 pouces, ont montré l'existence de 3 zones : une zone centrale de 1cm de diamètre (zone 1) recevant le flux de la cible perpendiculairement, une zone intermédiaire de 0.5cm environ, la zone restante (zone 2) recevant le flux oblique et représentant 74% de la surface du substrat utilisé. Nous avons montré que l'inclinaison de l'axe c, des échantillons de la zone 2, varie en fonction des paramètres de croissance. L'inclinaison la plus prononcée (13°±2°) a été observée sur les échantillons déposés avec une pression de 8.10^{-3} mbar, un pourcentage d'azote de 70% N_2, une puissance de 200W et une température de 300°C.

L'uniformité de la largeur et de l'inclinaison des colonnes a également été observée. Nous avons montré que l'inclinaison des couches dépend principalement de la pression de pulvérisation, de la température et de l'incidence oblique des particules incidentes. Il est donc clair que l'utilisation des wafers de plus grande taille permettrait d'atteindre des inclinaisons plus grandes.

Dans le cinquième chapitre, nous avons montré la possibilité d'exciter l'onde de cisaillement dans un dispositif à ondes acoustique de surface constitué d'une couche d'AlN de 500nm sur une couche de SiO_2 de 100nm déposée dans les conditions optimales et présentant un angle d'inclinaison de 13±2°. Nous avons démontré, en effet, la possibilité d'exciter les ondes de cisaillement dans un dispositif SAW de type AlN/$Si0_2$/Si à la fréquence de 486.2 MHz avec une vitesse de propagation d'environ 5835m/s et un facteur de couplage électromécanique de 0.014% pour une structure à base d'AlN avec une inclinaison de l'axe c de 13°±2°. La réponse électrique est intéressante si on tient compte du substrat utilisé (le silicium) dont la vitesse de propagation est faible (5800m/s) en comparaison avec elle de

l’AlN (11400m/s). Il est possible d’améliorer nettement les caractéristiques électriques en utilisant le diamant comme substrat.

Cette étude avait comme objectif en premier lieu de déposer des couches minces à axe c incliné en vue de la réalisation de dispositifs à ondes acoustiques de volume (FBAR ou SMR) fonctionnant en mode de cisaillement pour des applications en milieux liquides. Mais, il a due être légèrement dévié en raison de la non- disponibilité de la technologie requise. En, revanche, la grande maitrise acquise par l’équipe du laboratoire de la technologie de fabrication des dispositifs à ondes acoustiques de surface a permis de fabriquer un système avec une couche d’AlN à axe c incliné vibrant en mode cisaillement.

Comme perspectives de ce travail, nous proposons d’étudier l’influence d’autres paramètres sur l’orientation de l’axe c, sans modification du système de pulvérisation, comme la distance entre la cible- substrat sur les différentes zones du substrat ou la polarisation du porte-substrat. Si on désire apporter des modifications au système AC450, introduire un porte-substrat de plus grande taille ou modifier de la géométrie du magnétron.

D’autre part, la technologie de dépôt des couches minces et d’analyses morphologiques et structurales utilisées pour l’amélioration des propriétés fréquentielles dans les dispositifs électo-acoustiques peuvent être transférées à des recherches liées à l’amélioraion du rendement des cellules photovoltaïques et par conséquent à celui des installations solaires.

PUBLICATIONS

1. Fardeheb-Mammeri, M.B. Assouar, O. Elmazria, J.J. Fendenberger and B. Benyoucef " Growth and characterisation of c-axis inclined AlN film for shear wave devices" Semiconductor Science and Technology 23, (2008), 095013.
2. Fardeheb-Mammeri, M.B. Assouar, O. Elmazria, C. Gatel, J.J. Fendenberger and B. Benyoucef " C-inclined AlN film growth in planar system film for shear wave devices", Diamond and Related Materials 17, (2008), 1770.
3. Fardeheb-Mammeri, M.B. Assouar, O. Elmazria, J.J. Fendenberger and B. Benyoucef " Growth of inclined c-axis AlN films in planar system for BAW devices", Journal of Electron Devices, Vol. 5, 2007, 132. (JelDev).

COMMUNICATIONS

- Fardeheb-Mammeri, M. B. Assouar, O. Elmazria, C. Gatel, J-J. Fundenberger and B. Benyoucef**, ″**C-axis inclined AlN film growth in planar system for shear wave devices″, Diamond 2007, 8 -12 septembre 2007, Berlin, Allemagne.
- Fardeheb-Mammeri, M. B. Assouar, J-J. Fundenberger, O. Elmazria, B. Benyoucef « Dépôt de films minces de nitrure d'aluminium à axe c incliné par pulvérisation magnétron en vue de la réalisation de dispositifs à ondes acoustiques de volume ». Ecole doctorale Energie Mécanique Matériaux (EMMA), 10 mai 2007, Université de Nancy, France
- Fardeheb-Mammeri, M. B. Assouar, J-J. Fundenberger, O. El Mazria, B. Benyoucef, ″Growth of inclined c-axis AlN films in planar system for BAW devices″, 25-27 Mai 2007, ICRECD_07, Tlemcen (Algérie).
- A. Fardeheb-Mammeri, M. B. Assouar, J-J. Fundenberger, O. Elmazria, B. Benyoucef, ″Inclined c-axis AlN films deposition in planar system for BAW devices″ Hasselt Diamond Workshop SBDD XII, 28 février - 02 mars 2007, Hasselt, Belgique.
- Fardeheb-Mammeri, M. B. Assouar, O. Elmazria, B. Benyoucef ″Growth of inclined c-axis AlN films in planar system for FBAR devices″, Workshop N° 3: "Nanosciences & Nanotechnologies", 21-22 Septembre 2006, Luxembourg.