



HAL
open science

Étude, élaboration et caractérisation d'hétérostructures "auto-protégées" à base d'ondes élastiques

Ouarda Legrani

► **To cite this version:**

Ouarda Legrani. Étude, élaboration et caractérisation d'hétérostructures "auto-protégées" à base d'ondes élastiques. Autre [cond-mat.other]. Université de Lorraine, 2012. Français. NNT : 2012LORR0186 . tel-01749602

HAL Id: tel-01749602

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01749602v1>

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.



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>

Thèse présentée pour l'obtention du titre de
Docteur de l'Université de Lorraine
Spécialité : Physique

Par **Ouarda LEGRANI**

Etude, élaboration et caractérisation d'hétérostructures « autoprotégées » à base d'ondes élastiques

Soutenue le 14 novembre 2012

Membres du Jury:

Rapporteurs :

| | |
|-----------------------|---|
| M. Adulfas ABRUTIS, | Professeur, Université de Vilnius, Lituanie |
| M. Dominique REBIERE, | Professeur, Université de Bordeaux 1 |

Examineurs:

| | |
|------------------------|---|
| M. Sergei ZHGOON | Professeur, Power Engineering Institute de Moscou |
| M. Abdelkrim TALBI | Maitre de conférences, IEMN de Lille |
| M. Omar ELMAZRIA | Professeur, Université de Lorraine Directeur de thèse |
| Mme Ausrine BARTASYTE, | Maitre de conférences, Université de lorraine Co-directrice de thèse |

*À ma mère,
À mon père,
À mon frère et à mes sœurs.*

Remerciements

Ce travail a été réalisé à l'Institut Jean Lamour (IJL) de l'Université de Lorraine au sein du département Physique et Matériaux dans l'équipe Micro et Nano-Système.

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude envers mes deux directeurs de thèse : Monsieur Omar Elmazria, Professeur et Directeur de l'équipe Micro et Nano-Système ainsi que Madame Ausrine Bartasyte, Maître de conférence à l'IJL pour avoir encadré l'ensemble de ma thèse durant ces trois années mais aussi et surtout pour leur optimisme, leurs conseils avisés et leur disponibilité. Je tiens également à les remercier vivement pour la confiance qu'ils m'ont témoignée en me donnant une grande liberté et autonomie dans mon travail. Bien évidemment, je n'oublierai pas les dernières semaines avant le jour fatidique où ils ont su rester zen et confiant même dans les moments les plus critiques m'encourageant ainsi à ne pas désespérer et donner le meilleur.

Sincères remerciements aux membres du jury pour avoir accepté de juger mon travail : à Monsieur Dominique Rebière, Professeur à l'Université de Bordeaux 1 et à Monsieur Adulfas Adulfas, Professeur à l'Université de Vilnius pour avoir accepté d'être rapporteur de mon manuscrit ; à Monsieur Sergei Zhgoon, Professeur à Power Engineering Institute (Russie) qui a su me communiquer, avec douceur et patience, son savoir-faire dans le domaine de la modélisation COMSOL Multiphysics. Un merci également pour ses idées lumineuses qui m'ont permis de parfaire la qualité des dispositifs expérimentaux, à Monsieur Abdelkrim Talbi, Maître de conférences à l'IEMN de Lille pour l'intérêt qu'il a témoigné pour mon travail.

Je souhaiterais aussi remercier l'équipe de Monsieur Adulfas Abrutis que j'ai pu rencontrer lors de mon séjour en Lituanie qui a su m'accueillir généreusement, me former ainsi que me communiquer pendant ces deux semaines leurs connaissances à la technique de dépôt par MOCVD.

Un merci à Monsieur Philippe Pigeat, Chargé de recherche CNRS à l'IJL, qui a su, toujours dans la bonne humeur (avec une pointe de sarcasme☺), m'aiguiller, m'écouter, me conseiller et partager ses compétences dans le domaine de la croissance des matériaux et en particulier de l'AIN. Qu'il accepte ces remerciements gage d'une profonde reconnaissance et de respect.

Je tiens à remercier Monsieur Jaffar Ghanbaja, Ingénieur microscopiste à l'IJL, pour toutes les connaissances qu'il a pu me communiquer en microscopie à transmission ainsi que pour les analyses effectuées (Toujours aussi parfait !!) mais surtout pour sa profonde amitié, sa gentillesse et sa bienveillance.

J'aimerais ensuite remercier le responsable, Monsieur François Montaigne, et les ingénieurs de la plateforme pour les Micro- et Nanotechnologies CC-Minalor que j'ai eu plaisir de côtoyer tout au long de ma thèse lors de mes multitudes manipulations en salle blanche. Un merci à : Monsieur Stefan McMurtry pour sa sympathie et son aide apportée et à Madame Gwladys Lengaigne pour m'avoir formé à la gravure IBE et pour

ses conseils. Un immense remerciement à Monsieur Laurent Bouvot qui a su être conciliant, généreux courtois et disponible tout au long de ma thèse et surtout au début lorsque je ne savais pratiquement rien faire et qu'il a dû me former à plusieurs appareils. Qu'il voit donc en ces quelques mots l'expression de ma profonde gratitude.

Je n'oublierais pas de remercier Messieurs Jean-Georges Mussot, Dominique Mulo, Jean-et François Pautex, des ateliers mécaniques et électroniques de l'IJL, pour leur aide technique, leurs disponibilités, leur efficacité mais aussi pour leur générosité et leur grande sympathie.

Je remercie également : Madame Sylvie Robert et Monsieur Pascal Boulet pour leurs aides, leurs conseils et leurs expériences dans le domaine de l'analyse XRD ; Madame Christine Gendarme pour m'avoir formé au MEB ; Madame Sylvie Migot pour les observations TEM effectuées à la fin de ma thèse ; Messieurs Abdelkrim Talbi et David Troadec pour les découpes FIB ; Monsieur Jean Pierre Arnoult pour m'avoir formé à la technique de « scratch test » ; Monsieur Lacour et Hanna Riahi pour leur aide précieuse dans la réalisation des images AFM ; Monsieur Sylvain Weber pour les analyses SIMS mais également pour toutes ses explications et sa gentillesse.

Un grand merci à toutes les personnes, techniciens, secrétaires, informaticiens, ingénieurs, doctorants et chercheurs qui m'ont apporté leur aide et se sont présentés disponibles au cours de ce projet : Martine Gaulier, Christine Sartori, Damien Engeldinger, Michel Hehn, Luc Moreau, Julien Martin, Marcos Grégory, Ahmad Hamdan, Jérémy Legrand, Aurélie Inglebert. Spécial remerciement à Anne-Sophie Latreille qui comme toujours c'est montré souriante et disponible malgré mes multiples sollicitations.

Tous les membres de l'équipe 105 de l'IJL que j'ai pu rencontrer tout au long de ces trois années : Messieurs Brice Vincent, Didier Rouxel, Denis Beyssen, Mourad Oudich, Thierry Aubert, Gérard Prieur, Abdelhamid M'Jahed, Rachid Hadji, Ismail Ben-Youssef, Badreddine Assouar. J'aimerais remercier plus spécialement Messieurs Frédéric Sarry et Thibault Roux-Marchant pour leur amitié et surtout pour les jours malheureux passés à réparer et à nettoyer les diverses galères provoquées par le bâti de dépôts (Y en a marre de la DP !!). Petite *aparté* pour Eloi Blampain qui s'est investi dans mon projet et a su me prêter main forte au dernier moment de ma thèse. Je n'oublierais pas de saluer mon collègue et doctorant Son Nguyen (J'ai perdu mon pari : t'as soutenu avant moi finalement !). Je tiens enfin à rendre un hommage solennel à Monsieur Patrick Alnot, décédé le 12 septembre 2009, qui était entre autre Professeur des Universités à l'Université Henri Poincaré-Nancy 1 mais aussi directeur de l'équipe Micro et Nano-système.

Je voudrais maintenant témoigner ma profonde gratitude à mes parents sans qui je ne serais jamais parvenue jusqu'ici : ils m'ont toujours encouragé et donné les moyens de réussir. Je tiens à remercier aussi mon frère et mes sœurs qui m'ont soutenue moralement tout le long de ce travail et pour leur aide apportée. Un dernier petit clin d'œil à mon neveu qui m'a permis ; l'espace de quelques temps ; de me déconnecter de la réalité (Petit chenapan !!!).

« Entre ce que je pense, ce que je veux dire, ce que je crois dire, ce que je dis, ce que vous avez envie d'entendre, ce que vous entendez, ce que vous comprenez... il y a dix possibilités qu'on ait des difficultés à communiquer. Mais essayons quand même... »

Bernard Werber

Table des matières

| | |
|--|-----------|
| Liste des abréviations | 13 |
| Introduction | 15 |
| Chapitre I | |
| Les dispositifs à ondes acoustiques de surface | 19 |
| PARTIE A | |
| Les dispositifs à ondes acoustiques de surface : généralités | 20 |
| I.A.1. Dispositifs à ondes acoustiques de surface : définition | 21 |
| I.A.2. L'effet piézoélectrique | 21 |
| I.A.3. Matériaux piézoélectriques | 22 |
| I.A.4. Les ondes élastiques - Onde de Rayleigh | 23 |
| I.A.5. Le transducteur à peignes interdigités | 26 |
| I.A.6. Sensibilité des dispositifs SAW - Applications capteur | 29 |
| PARTIE B | |
| Les dispositifs à ondes acoustiques de surface : de l'encapsulation aux systèmes « autoprotégés » | 32 |
| I.B.1. Encapsulation : du laboratoire à l'industrie | 32 |
| I.B.2. Vers les systèmes « autoprotégés » | 36 |
| I.B.2.1. Description théorique de la propagation des ondes dans les hétérostructures | 36 |
| I.B.2.2. Systèmes « autoprotégés » pour les applications SAW en environnements néfastes | 41 |
| I.B.2.3. Systèmes « autoprotégés » pour les applications SAW en environnements hostiles | 45 |
| Intérêt et objectif de la thèse | 47 |
| Bibliographie | 48 |

| | |
|----------------------------------|-----------|
| Chapitre II | |
| Techniques expérimentales | 55 |

| | |
|---|-----------|
| II.1. Dépôt des couches de ZnO et d'AlN par pulvérisation réactive magnétron..... | 57 |
| II.1.1. Principe général..... | 58 |
| II.1.2. Mécanismes de formation d'une couche mince..... | 59 |
| II.1.3. Bâties de dépôts utilisés et diagnostic in-situ de l'épaisseur..... | 61 |
| II.2. Techniques de caractérisation des matériaux..... | 65 |
| II.2.1. Diffraction des rayons-X..... | 65 |
| II.2.2. Microscopie électronique à transmission..... | 70 |
| II.2.3. Spectrométrie de masse à ionisation secondaire..... | 71 |
| II.2.4. Caractérisation mécanique par « scratch test »..... | 72 |
| II.2.5. Autres techniques..... | 73 |
| II.3. Procédé de fabrication des IDTs - Lithographie UV..... | 73 |
| II.4. Caractérisation électrique..... | 75 |
| II.4.1. Caractérisation <i>ex-situ</i> sous pointes..... | 75 |
| II.4.2. Mesures <i>in-situ</i> : Calibration, préparation et intégration des échantillons dans le réacteur à magnétron..... | 76 |
| Bibliographie..... | 80 |

| | |
|--|-----------|
| Chapitre III | |
| Réalisation de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si | 85 |

| | |
|--|-----------|
| PARTIE A | |
| Optimisation de la croissance des couches de ZnO/Si par pulvérisation RF magnétron..... | 87 |
| III.A.1. Position du substrat par rapport au magnétron..... | 88 |
| III.A.2. Pression partielle en O ₂ dans le mélange gazeux O ₂ /Ar..... | 90 |
| III.A.3. Puissance injectée dans le plasma..... | 94 |
| III.A.4. Température de dépôt..... | 96 |

PARTIE B**Croissance de couches épaisses d'AlN sur ZnO par pulvérisation RF**

| | |
|---|------------|
| magnétron | 101 |
| III.B.1. Problématique : Adhésion des films d'AlN sur ZnO ?..... | 101 |
| III.B.2. Solution : Utilisation de film « rugueux » de ZnO | 103 |
| III.B.3. Propriétés structurales des films d'AlN | 107 |
| III.B.4. Stabilité de l'hétérostructure à haute température (700°C) | 110 |

PARTIE C**Vers une amélioration de l' hétérostructure AlN/ZnO/Si 112**

| | |
|-------------------------|------------|
| Conclusion | 114 |
|-------------------------|------------|

| | |
|----------------------------|------------|
| Bibliographie | 116 |
|----------------------------|------------|

Chapitre IV**Les hétérostructures «autoprotégées » pour les applications****SAW 121****PARTIE A****Hétérostructure « auto-protégée » AlN/IDT/ZnO/Si contre les agressions environnementales 124**

| | |
|---|------------|
| IV.A.1. Modélisation COMSOL Multiphysics | 124 |
|---|------------|

| | |
|--|------------|
| IV.A.2. Résultats expérimentaux | 133 |
|--|------------|

PARTIE B**Hétérostructure « autoprotégée AlN/IDT/AlN/Saphir pour les environnements hostiles (T≤ 1000°C)..... 144**

| | |
|--|------------|
| IV.B.1. Procédure expérimentale | 144 |
|--|------------|

| | |
|--|------------|
| IV.B.2. IDT/AlN/Saphir VS AlN/IDT/AlN/Saphir : stabilité à 800°C - 1000 °C | 145 |
|--|------------|

| | |
|-------------------------|------------|
| Conclusion | 160 |
|-------------------------|------------|

| | |
|----------------------------|------------|
| Bibliographie | 162 |
|----------------------------|------------|

| | |
|--|------------|
| Conclusion générale et perspectives | 166 |
| Annexes | 169 |
| Liste des publications | 186 |

Liste des abréviations

Par ordre alphabétique

| | |
|------------------|---|
| 2D | 2-Dimensions |
| AFM | Atomic Force Microscope |
| CI | Circuit imprimé |
| CMOS | Complementary Metal Oxide Semiconductor |
| CVD | Chemical Vapor Deposition |
| DC | Décharge continu |
| DRX | Diffraction des rayons-X |
| FEM | Finite Element Method |
| FIB | Focused Ion Beam |
| FVM | Frank-van der Merwe |
| FWHM | Full Width at Half Maximum (en français Largeur à mi-hauteur) |
| HT | Haute Température |
| IBE | Ion Beam Etching |
| IDTs | Transducer interdigité |
| ILAW | Isolated Layer Acoustic Wave |
| K ² | Couplage électromécanique |
| MBE | Molecular Beam Epitaxy |
| MEB | Microscopie électronique à balayage |
| MEMS | Micro ElectroMechanical Systems |
| RC | Rocking-curve |
| RC(002) | Rocking-curve de la réflexion (002) |
| RMS | Root Mean Square |
| RF | Radio fréquence |
| SAW | Surface Acoustic Wave |
| SIMS | Secondary Ion Mass Spectrometry |
| SK | Stranski-Krastanov |
| STM | Scanning Tunneling Microscope |
| T _{amb} | Température ambiante |
| TCF | Temperature Compensated Temperature |
| T _D | Température de dépôt |
| TEM | Microscopie électronique à transmission |
| TTI | Triple Transit Interference |
| V | Vitesse |
| VW | Volmer-Weber |
| WLAW | Waveguiding Layer Acoustic Wave |

Introduction

Les dispositifs SAW, dont le principe est basé sur la propagation des ondes acoustiques de surface sont bien connus depuis les années 60. Ils sont principalement employés comme filtres, résonateurs ou lignes à retard dans les systèmes de communication. Leurs extrêmes sensibilités aux perturbations environnementales ont fait qu'ils se sont imposés, à l'heure actuelle, en tant que capteurs (température, pression, humidité...). Néanmoins, cette sensibilité des dispositifs SAW peut devenir un inconvénient majeur dans l'utilisation quotidienne et à long terme. En effet, l'oxydation, la poussière, la moisissure et l'humidité ambiante sont susceptibles de causer des effets indésirables et d'affecter leurs performances tels que la vitesse, la distance de parcours, le mode de propagation des ondes acoustiques, et peuvent provoquer la perte totale de leurs fonctionnalités. C'est pourquoi, les dispositifs SAW sont encapsulés dans des boîtiers pour les protéger des effets néfastes de leurs environnements. Cependant, le boîtier représente à lui seul le principal encombrement du dispositif final, l'encapsulation étant, par ailleurs, une étape complexe et très coûteuse. Une alternative permettant de s'affranchir complètement de l'utilisation de ces boîtiers serait donc de confiner l'énergie de l'onde au sein de l'hétérostructure. De cette façon, l'onde restera insensible à la surface ce qui permettrait ainsi de réaliser des systèmes « autoprotégés » (*packageless*). Les hétérostructures à ondes de Stoneley (ondes d'interface) paraissent à première vue la première solution dans la mesure où elles permettent de confiner naturellement l'onde dans une zone de restriction. Cependant, l'utilisation d'onde d'interface pour la réalisation d'hétérostructures « autoprotégées » semble assez limitée, car en effet, elle requiert une combinaison de matériaux adéquats pour pouvoir la générer. Nous nous sommes donc intéressés aux travaux de Bhattacharjee et *al.* qui proposent de confiner une onde au sein d'une couche à faible vitesse acoustique entre deux matériaux à grande vitesse acoustique. Ceci ayant donc abouti, au sein du laboratoire, à une première étude théorique sur des hétérostructures à base de diamant. Du fait de son coût élevé, sa mauvaise compatibilité avec la technologie CMOS et sa mise en œuvre difficile (température de dépôt entre 700°C-1000°C), le diamant s'est avéré être un mauvais candidat pour notre étude. Le silicium est, quant à lui, le matériau de référence dans le domaine de l'électronique et de la microélectronique.

La seconde problématique est l'utilisation des dispositifs SAW dans les milieux à température élevée puisqu'il subsiste des limitations concernant les composantes des dispositifs : stabilité chimique des matériaux, interdiffusions, phénomènes d'agglomération des IDTs. Ainsi, le choix des matériaux constitutifs des IDTs (*Interdigital transducer*) en condition de haute température semble très important. Les travaux menés à l'heure actuelle, ont montré une limitation dès 800°C avec une détérioration considérable des IDTs due principalement à des phénomènes d'agglomération.

L'objectif de cette thèse est donc de réaliser, dans un premier temps, des dispositifs « auto-protégés » contre les effets néfastes de leur environnement, réalisables en laboratoire et compatibles avec l'industrie des semi-conducteurs, et par la suite des hétérostructures pour des applications à haute température (1000°C) et donc de trouver des solutions de protection afin d'augmenter la durée de vie des IDTs et/ou de limiter les effets de la température.

*
* *

Ce manuscrit de thèse s'organise en quatre chapitres qui synthétisent tous les travaux effectués depuis la problématique générale jusqu'aux premiers tests réalisés.

Le premier d'entre eux est consacré d'une part, aux généralités concernant les dispositifs SAW et, d'autre part, aux méthodes classiques d'encapsulation, les problématiques associées et les alternatives vers les systèmes « autoprotégés ». Nous présenterons, pour finir, la motivation et l'objectif de ce travail de thèse.

Le deuxième chapitre est dédié à la description des matériels et méthodes expérimentales employés au long de la thèse dans la réalisation d'hétérostructures « auto-protégées ». Il y traite, également le développement et la mise en œuvre d'une technique de caractérisation *in-situ* des dispositifs ayant permis d'observer directement l'évolution de la réponse fréquentielle parallèlement à l'augmentation de l'épaisseur des dépôts.

Le troisième chapitre présente les études réalisées pour l'élaboration de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si contre les agressions environnementales. Les relations pouvant exister entre les paramètres de dépôt et les propriétés structurales, morphologiques et électriques des couches de ZnO et d'AlN sont discutées. Une première partie est consacrée, d'une part, à la synthèse des couches de ZnO/Si par la technique de pulvérisation par RF magnétron et, d'autre part, à une étude de l'influence de chacun des paramètres sur les propriétés des couches déposées. La seconde partie est dédiée à la croissance des couches d'AlN fortement épaisses (>15µm) sur le ZnO préalablement optimisé, par la technique de pulvérisation RF magnétron. Nous discuterons également des problèmes d'adhésion pouvant exister entre le ZnO et l'AlN et proposerons une méthode pour augmenter leur adhérence. Nous finirons par vérifier la stabilité des hétérostructures à haute température (700°C).

Le dernier chapitre est également scindé en deux parties. La première partie est consacrée à l'étude théorique et expérimentale des propriétés physiques de l'hétérostructure « autoprotégée » AlN/IDT/ZnO/Si pour les environnements néfastes. L'étude théorique a été menée à l'aide du logiciel COMSOL Multiphysics par la méthode d'éléments finis et nous a permis d'étudier à la fois la faisabilité de ce projet et d'établir les conditions optimales pour les applications expérimentales. La réalisation expérimentale de l'hétérostructure avec une comparaison des propriétés obtenues au moyen de la simulation a finalement été effectuée. La seconde partie traite de

l'élaboration de l'hétérostructure AlN/IDT/AlN(1 μ m)/Saphir dans les environnements hostiles et plus particulièrement les très hautes températures. Nous décrirons, par ailleurs, le protocole expérimental et discuterons, par la suite, des limites de la couche protectrice d'AlN et de la stabilisation des IDTs sur les performances des dispositifs SAW dans le but de définir le seuil de son champ d'application.

Chapitre I

Les dispositifs à ondes acoustiques de surface

PARTIE A

| | |
|--|-----------|
| Les dispositifs à ondes acoustiques de surface : généralités..... | 21 |
| I.A.1. Dispositifs à ondes acoustiques de surface : définition..... | 21 |
| I.A.2. L'effet piézoélectrique..... | 21 |
| I.A.3. Matériaux piézoélectriques..... | 22 |
| I.A.4. Les ondes élastiques - Onde de Rayleigh | 23 |
| I.A.5. Le transducteur à peignes interdigités | 26 |
| I.A.6. Sensibilité des dispositifs SAW - Applications capteurs..... | 29 |

PARTIE B

| | |
|---|-----------|
| Les dispositifs à ondes acoustiques de surface : de l'encapsulation aux systèmes « autoprotégés »..... | 32 |
| I.B.1. Encapsulation : du laboratoire à l'industrie..... | 32 |
| I.B.2. Vers les systèmes « autoprotégés » | 36 |
| I.B.2.1. Description théorique de la propagation des ondes dans les hétérostructures | 36 |
| I.B.2.2. Systèmes « autoprotégés » pour les applications SAW en environnements néfastes | 41 |
| I.B.2.3. Systèmes « autoprotégés » pour les applications SAW en environnements hostiles | 45 |

| | |
|--|-----------|
| Intérêt et objectif de la thèse | 47 |
|--|-----------|

| | |
|---------------------------|-----------|
| Bibliographie..... | 48 |
|---------------------------|-----------|

Chapitre I

Les dispositifs à ondes acoustiques de surface

PARTIE A

Les dispositifs à ondes acoustiques de surface : généralités

I.A.1. Dispositifs à ondes acoustiques de surface : définition

Lorsque l'on parle de dispositifs à ondes élastiques de surface (Surface Acoustic Wave – SAW), on parle bien souvent de ses applications, de son principe de fonctionnement, de son intérêt, ou même de ses avantages ou inconvénients mais on ne lui donne que très rarement une définition claire et précise [1] [2]. Il est vrai qu'il est relativement difficile de donner une définition des dispositifs SAW puisqu'il est la combinaison de plusieurs concepts physiques et technologiques. Ainsi, pour savoir ce qu'est réellement un dispositif SAW il faut tout d'abord comprendre et intégrer les concepts qui l'entourent, à savoir la piézoélectricité, les ondes élastiques et les transducteurs interdigités.

Dans ce chapitre nous allons donc expliquer et illustrer de façon succincte ces trois concepts pour préciser le but et l'intérêt scientifique de ce manuscrit.

I.A.2. L'effet piézoélectrique

Historiquement, ce sont les frères Jacques et Pierre Curie qui, en 1881, ont démontré aussi bien théoriquement qu'expérimentalement l'existence de l'effet piézoélectrique direct dans certains cristaux comme le quartz [3] [4]. L'effet piézoélectrique tel qu'ils l'ont découvert est la capacité que possède un matériau de se polariser électriquement sous l'action d'une contrainte mécanique. Dans l'année qui suit cette découverte, le physicien G. Lippmann prédit la réciproque : ces mêmes matériaux devraient se déformer lorsqu'on leur applique un champ électrique. Cette hypothèse fut immédiatement démontrée par les frères Curie [4] [5].

Les recherches sur la piézoélectricité n'ont atteint leur essor qu'avec la première guerre mondiale avec l'invention du sonar. Dans le quotidien, les applications faisant appel à l'effet piézoélectrique sont diverses avec notamment, en matière de piézoélectricité directe, le briquet et les capteurs de pression piézoélectrique servant dans le domaine de l'automobile pour la mesure de pression des pneus.

L'effet piézoélectrique inverse est surtout employé dans la conception d'actionneur que l'on retrouve dans les montres à quartz, dans les autofocus d'appareil photo ou encore dans les mécanismes de vitres électriques des voitures. Le mécanisme des actionneurs est également utilisé pour le positionnement des têtes de lectures de disque durs ou CD et DVD, mais aussi dans les systèmes d'analyses AFM (*Atomic Force Microscope*) et STM (*Scanning Tunneling Microscope*) qui tirent parti de l'extrême précision de positionnement permise par les actionneurs piézoélectrique. D'autres applications usent

des deux effets à la fois comme par exemple le sonar, l'échographie ou encore les filtrages acoustiques.

Avant d'expliquer comment exploiter de façon simple la piézoélectricité des matériaux, donnons, tout d'abord, quelques exemples de matériaux piézoélectriques couramment utilisés en industrie.

I.A.3. Matériaux piézoélectriques

Certains cristaux comme le quartz présentent des propriétés piézoélectriques ce qui n'est pas le cas de tous les matériaux. En effet, la piézoélectricité ne se manifeste que pour certaines classes de symétrie cristalline. Elle est spécifique aux matériaux dit « non centro-symétriques » c'est à dire qui ne possèdent pas de centre de symétrie. En réalité sur les 21 classe cristallines non centro-symétrique seule la classe cristalline 432 n'est pas piézoélectrique du fait de sa haute symétrie. Le quartz, la topaze, la tourmaline, la berlinite ou encore le saccharose ont été les premiers matériaux utilisés pour mettre en évidence le phénomène de piézoélectricité. Cependant, mis à part le quartz, ces cristaux ont des propriétés très peu attrayantes et sont donc rarement exploités en industrie. D'autres familles de matériaux piézoélectriques possèdent des propriétés de plus en plus performantes comme le LiNbO_3 , LiTaO_3 , ZnO , AlN . On distingue cinq grandes familles de matériaux piézoélectriques : les monocristaux, les céramiques massifs, les couches minces, les polymères ainsi que les piezocomposites (Tableau I-1). Chaque matériau a ses propres propriétés physiques, élastiques, optiques et thermiques définies par des constantes et coefficients spécifiques tels que les constantes élastiques et le coefficient de couplage électromagnétique.

Les constantes élastiques dépendent du milieu de propagation et de sa coupe cristallographique. Ainsi, chaque matériau est défini par ses propres constantes élastiques.

Le coefficient de couplage électromécanique K^2 caractérise l'efficacité de la conversion entre énergie électrique et mécanique. Un fort K^2 est en général désiré pour une meilleure réponse électrique possible. Il est en général exprimé en pour cent et peut être mesuré à partir de la formule suivante :

$$K^2 = 2 \cdot \frac{V_0 - V_m}{V_0}$$

Où V_0 et V_m représentent les vitesses des ondes acoustiques de surface sur surface libre et métallisée, respectivement.

Tableau I-1: Exemples de matériaux piézoélectriques classés en cinq grandes familles et leurs propriétés électroacoustiques associées.

| | Matériaux | K ² (%) | Avantages | Inconvénients |
|---|---|--------------------|--|--|
| Monocristaux | Quartz [1] [6] (Coupe-ST) | 0,11 | <i>Peu coûteux, TCF=0</i> | <i>Faible couplage</i> |
| | LiNbO ₃ [6] (Coupe- 128Y) | 5,5 | <i>Fort couplage, faible niveau d'atténuation</i> | <i>TCF élevée Fort effet pyroélectrique</i> |
| | LiTaO ₃ [1] (Coupe-36Y) | 4,7 | <i>Fort couplage, bon compromis TCF/K²</i> | <i>Fragile</i> |
| | Langasite [8] | 8 | <i>Utilisation à très haute température</i> | <i>fortes pertes en propagation à haute température</i> |
| Céramiques massives | PZT [7] | 0,31 | <i>Fort d₃₃</i> | <i>Gravure difficile Besoin de polariser pour observer l'effet piézoélectrique</i> |
| Films minces <i>Peuvent être déposés sur des substrats non piézoélectriques et obtenus par différentes techniques de dépôt.</i> | AlN/Saphir [9] AlN (massif) [10] [11] | 0,3 6,5 | <i>Isolant électrique Travail à haute fréquence et température élevée. Compatible CMOS</i> | <i>Faiblement piézoélectrique</i> |
| | ZnO/Si [12] ZnO (massif) [10] [11] | 3 8,5 | <i>Bon couplage</i> | <i>Conducteur à haute température</i> |
| Polymères | PVDF [13] | 11 | <i>Flexible</i> | <i>forte atténuation des ondes</i> |
| Piézocomposites <i>Poudres de matériaux piézoélectriques dispersées dans un polymère.</i> | PVDF(TrFe) [8] | 7 | <i>Flexible</i> | <i>forte atténuation des ondes</i> |

I.A.4. Les ondes élastiques - Onde de Rayleigh

Une onde est définie comme étant une modification de l'état physique d'un milieu matériel ou immatériel qui se propage à la suite d'une action locale, avec une vitesse finie, déterminée par les caractéristiques des milieux traversés. On distingue deux grands types d'ondes : les ondes mécaniques ainsi que les ondes électromagnétiques. Nous nous ciblerons ici exclusivement sur les ondes de type mécanique.

On parle d'ondes mécaniques lorsqu'une déformation se propage dans un milieu élastique. Un milieu élastique est un élément qui peut se déformer sous l'action d'une contrainte mécanique et reprend sa forme initiale lorsque cette contrainte disparaît.

Lorsque l'on soumet un matériau à une déformation, on génère au sein de celui-ci des contraintes entraînant la propagation d'une onde mécanique. La perturbation se transmet de proche en proche dans le milieu. Elle transfère de l'énergie sans transfert de matière. Ce sont par exemples : les ondes sonores, les vagues ou encore les ondes sismiques. Il existe différentes sortes d'ondes élastiques et chacune d'entre elles se déplace de façon distincte. Cette onde peut être de deux natures différentes : elle est de volume si elle se propage au sein d'un matériau, et de surface si sa propagation reste confinée en surface. La Figure I-1 montre la structure des ondes élastiques et l'ondulation de la surface provoquée par leur propagation. On distinguera deux types d'ondes de volumes (Figure I-1(a)) : les ondes de compression ou longitudinales, et les ondes de cisaillement, dites aussi latérales ou transversales, et nommées respectivement en sismologie onde P et onde S. L'onde longitudinale se déplace en un mouvement de compression-étirement, parallèlement à la direction de propagation de l'onde entraînant un déplacement d'avant en arrière des particules [14]. L'onde de cisaillement se propage beaucoup plus lentement que l'onde de compression (deux fois moins). Elle ne traverse pas les liquides et se déplace dans le plan perpendiculaire à la direction de propagation induisant un déplacement latéral des particules [14].

Les ondes de surface sont des ondes guidées (Figure I-1(b)). Elles sont moins rapides que les ondes de volume mais leur amplitude est généralement plus forte. Il existe plusieurs ondes de surface : nous verrons ici les plus connues à savoir les ondes de Love et de Rayleigh. Les ondes de Love, décrites mathématiquement par le britannique A.E.H. Love en 1911 [15] [16] [17], se déplacent comme un serpent, provoquant un ébranlement horizontal du matériau. Les ondes de Rayleigh portent le nom de Lord Rayleigh qui a prédit mathématiquement l'existence de ce type d'onde en 1885 [18] [19] [20]. Les ondes de Rayleigh ont un déplacement assez complexe puisqu'il est à la fois vertical et horizontal. Il s'agit en fait d'une combinaison des ondes transversales et longitudinales, on dit alors qu'elle possède une polarisation elliptique.

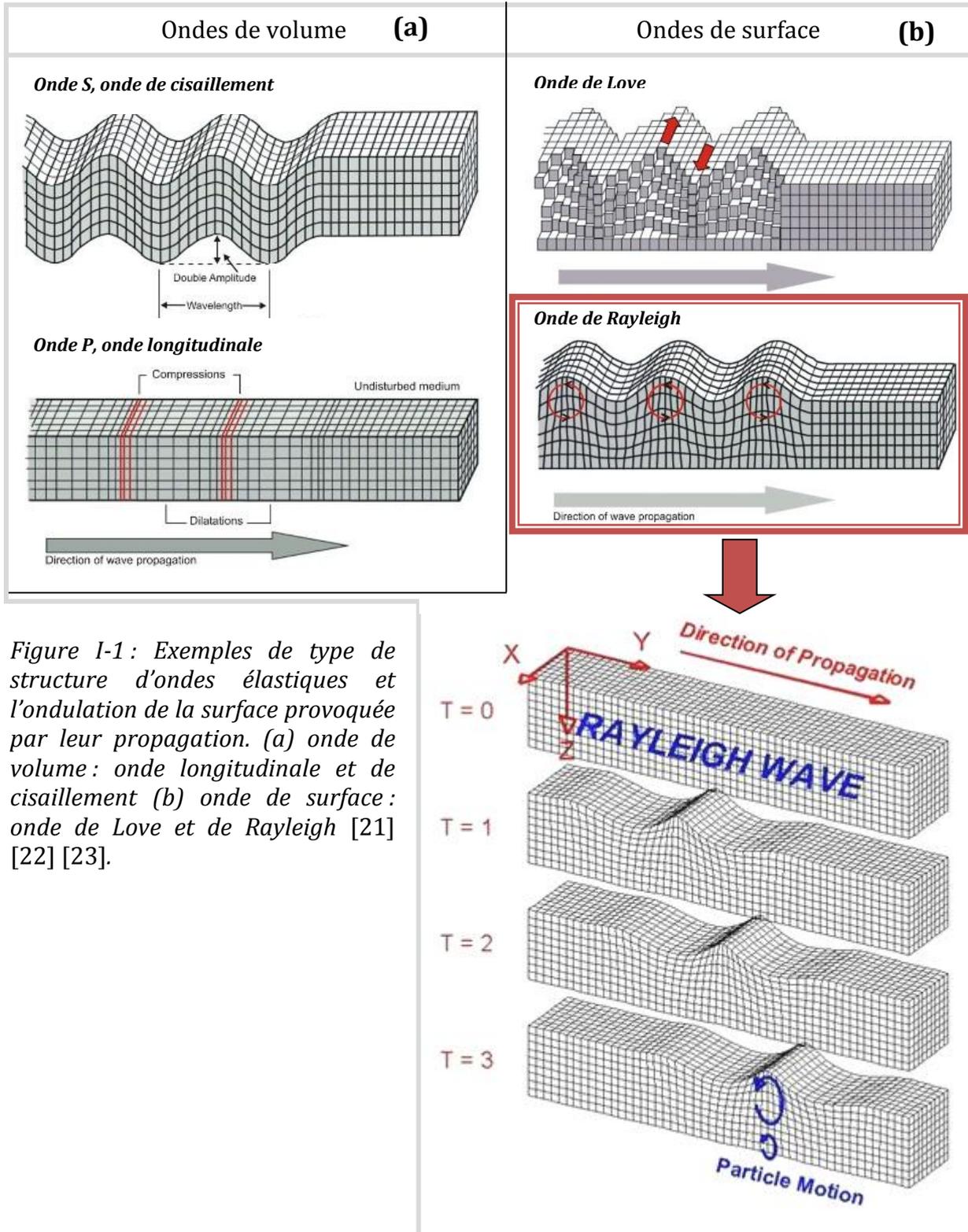


Figure I-1: Exemples de type de structure d'ondes élastiques et l'ondulation de la surface provoquée par leur propagation. (a) onde de volume: onde longitudinale et de cisaillement (b) onde de surface: onde de Love et de Rayleigh [21] [22] [23].

Il faut noter que les propriétés ondulatoires, que ce soit la vitesse de propagation ou bien les pertes en propagation dépendent des caractéristiques physiques des milieux traversés, comme leurs masses volumiques ou leurs constantes élastiques. Les ondes de Rayleigh sont très employées dans la réalisation de dispositifs SAW car il est

relativement simple de les engendrer et de les détecter à la surface des cristaux piézoélectriques.

I.A.5. Le transducteur à peignes interdigités

Bien que l'existence des ondes élastiques de surface a été décrite théoriquement par Lord Rayleigh en 1885, c'est seulement à partir de 1965 que l'histoire des dispositifs à ondes élastiques de surface débute avec l'invention des transducteurs à peignes interdigités grâce à White et Voltmer [24]. En effet, cette invention a permis une avancée fulgurante dans le domaine des télécommunications et plus récemment dans le domaine de la mesure (capteurs...). Avec le phénomène de piézoélectricité, les transducteurs à peignes interdigités sont les éléments clés des dispositifs SAW puisque c'est par leurs biais que les ondes élastiques de surface sont générées et détectées.

Ils permettent d'exploiter de façon simple les propriétés des matériaux piézoélectriques et de faire le lien entre piézoélectricité directe et indirecte. Les électrodes vont à la fois produire et recevoir les ondes de surface.

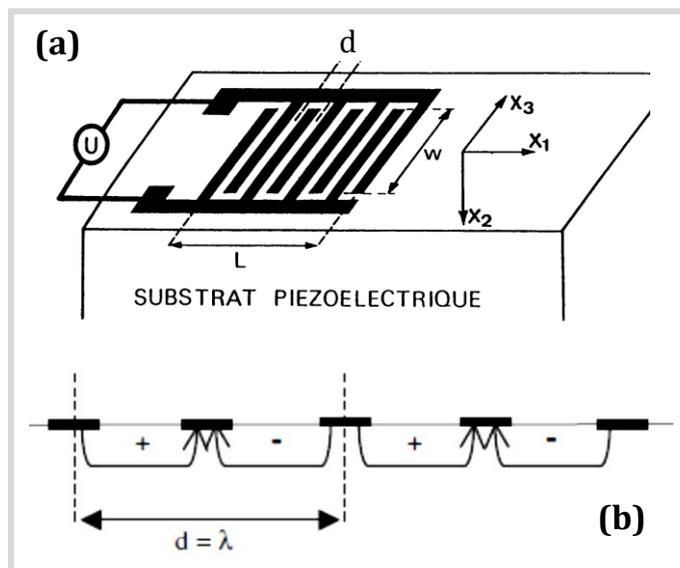


Figure I-2 : Transducteurs interdigités (a) lignes de champs au voisinage de la surface du solide (b) [25].

Les transducteurs interdigités, souvent abrégés par IDTs, sont déposés en fine couche métallique (de l'ordre d'une centaine de nanomètres) sur des substrats piézoélectriques. Un IDT est composé de deux électrodes en forme de peignes portées alternativement à des potentiels positifs (+VE) et négatifs (-VE) pour la création des ondes de surface (Figure I-2(b) et Figure I-3(b)). Notons qu'il existe différentes

configurations et géométries possibles des dispositifs SAW pour la détection des ondes de surface : transducteurs DART, SPUDT, résonateurs, lignes à retard... [1] [2]

[25] [26]. Nous développerons exclusivement les dispositifs de type ligne à retard dont les caractéristiques sont résumées sur la Figure I-3.

Les lignes à retard sont typiquement constituées de deux paires d'électrodes, l'une servant à l'émission du signal (IDT d'entrée) et l'autre à la réception du signal (IDT de sortie). Les deux IDTs séparés d'une distance g (gap) sont définie par leur période spatiale λ entre deux doigts consécutifs d'un même peigne (Figure I-3(a)). Afin d'éviter les phénomènes de rémission dues aux multiples réflexions des ondes acoustiques de

surface entre les IDTs d'entrée et de sortie, des absorbeurs sont déposés de part et d'autre du dispositif [25].

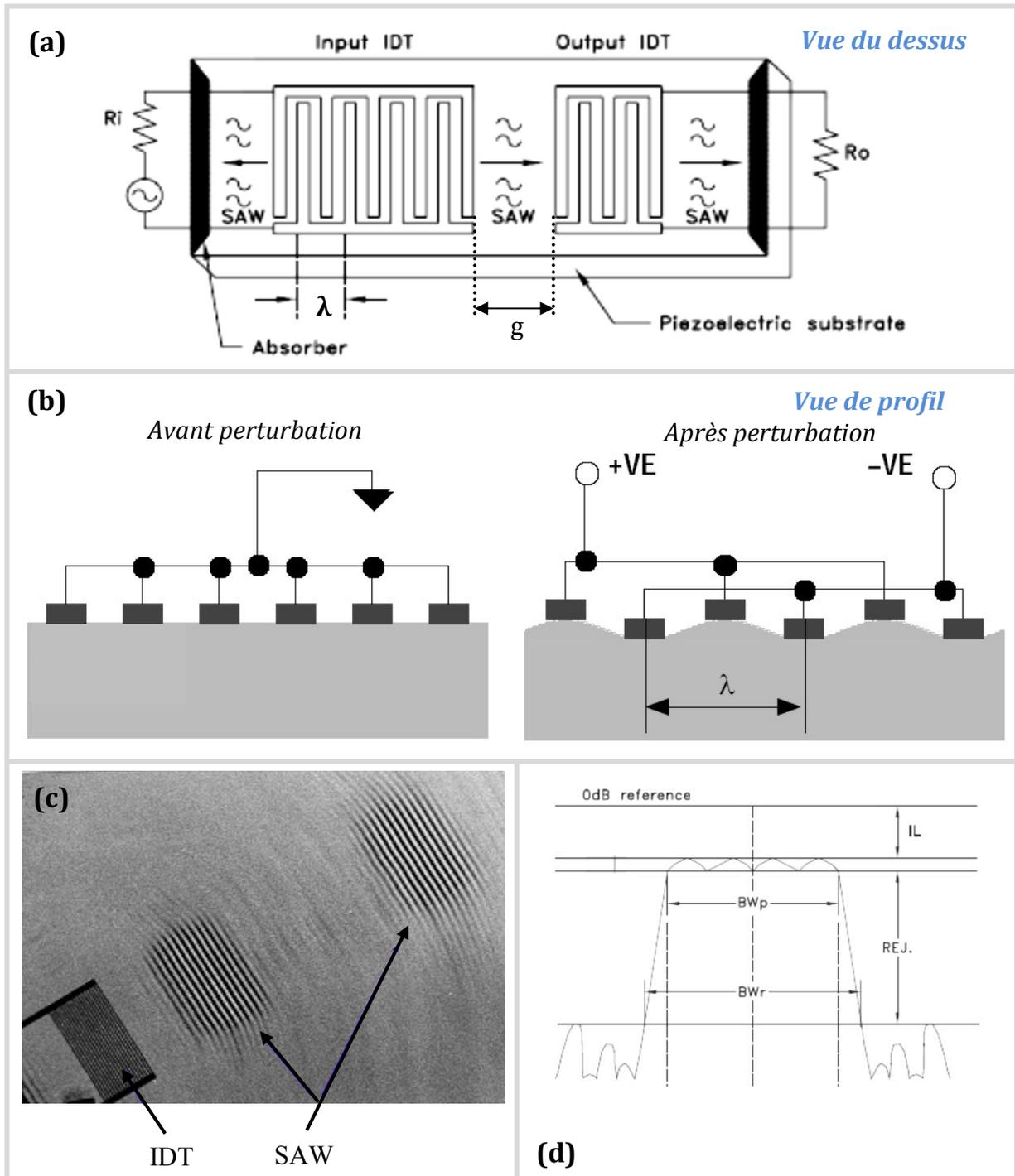


Figure I-3 : Principe de fonctionnement d'un dispositif SAW vue du dessus (a), vue de profil (b) vue par MEB [27] (c) et la réponse fréquentielle caractéristique d'un filtre SAW avec IL : pertes d'insertions, BW : bandes passantes, REJ : taux de réjection(d).

Le principe de fonctionnement d'un dispositif SAW est simple. Il s'agit d'appliquer un champ électrique alternatif sur l'IDT émetteur qui va exciter le matériau, engendrant par effet piézoélectrique inverse une onde mécanique de déformation qui induit alors des zones de compression et de dilatation au voisinage de la surface (Figure I-3(b, c)). Cette onde est ensuite récupérée par l'électrode réceptrice qui la convertie, par effet piézoélectrique directe, en un champ électrique (Figure I-3 (d)). La réponse caractéristique d'un dispositif à onde élastique de surface dépend de plusieurs paramètres et est très sensible comme des propriétés du matériau piézoélectrique, du gap, de la géométrie des transducteurs interdigités, de l'état de surface des matériaux, de l'environnement, etc. La fréquence privilégiée de ces réponses est donnée par la formule :

$$f = \frac{V_{SAW}}{\lambda} = \frac{V_{SAW}}{2d} \quad \text{(Eq. I-1)}$$

Où f , V_{SAW} et d représentent, respectivement, la fréquence de fonctionnement du dispositif SAW, la vitesse de propagation des ondes de Rayleigh et la période spatiale des IDTs.

Notons que chaque paire de doigts d'un transducteur peut être considérée comme une source discrète pour la génération des ondes de surface [28]. La tension U_1 appliquée entre les doigts est ainsi directement liée au potentiel électrique associé aux ondes générées dans chaque direction par une fonction de transfert [29].

$$\varphi_{\mp} = \mu_s \times U_1 \quad \text{(Eq. I-2)}$$

Avec μ_s , une constante dépendante du matériau piézoélectrique
 φ_{\mp} , le potentiel associé à l'onde se propageant à droite (φ_+) et à gauche (φ_-).

La réponse fréquentielle du transducteur résultant principalement des interférences entre contribution des doigts, la constante μ_s peut-être considérée comme indépendante de la fréquence.

Ainsi, lorsque le champ électrique est appliqué sur le transducteur, le potentiel associé à l'onde se propageant à droite φ_+ est la somme des contributions de chaque doigt et s'écrit donc sous la forme :

$$\varphi_+(z) = \mu_s \sum_{n=0}^{N_f-1} U_n e^{jk(z-z_n)} \quad \text{(Eq. I-3)}$$

Avec z_n , la position du nième doigt existé à la tension U_n
 N_f , le nombre total de doigts

La réponse fréquentielle du dispositif est proportionnelle à la transformée de Fourier de chaque contribution des doigts de l'IDT [30]. Ainsi, si les N_f doigts sont espacés de façon périodique et excités à des tensions alternatives $U_n = (-1)^n U_0$, l'équation (Eq-I.3) devient :

$$\varphi_+(z) = \mu_s U_0 \sum_{n=0}^{N_f-1} (-1)^n e^{\frac{-jnkz}{2}} \quad (\text{Eq. I-4})$$

L'expression (Eq.I-4) représente une série géométrique dont les éléments s'additionnent constructivement lorsque $\frac{kd}{2} = m\pi$ (m entier impair).

Cette condition définit la relation entre la longueur d'onde λ des dispositifs SAW et la période du transducteur d .

Les IDTs excitent les harmoniques impaires et les multiples impairs. La réponse fréquentielle s'écrit alors :

$$|\varphi_{\mp}(f)| = N \left| \frac{\sin X}{X} \right| \quad \text{Avec} \quad X = N_f \pi \frac{f-f_0}{f_0} \quad (\text{Eq. I-5})$$

Avec f_0 , la fréquence centrale

$N = \frac{N_f}{2}$, le nombre de pair de doigts

I.A.6. Sensibilité des dispositifs SAW - Applications capteurs

Simple d'utilisation, robustes, discrets et peu coûteux, les dispositifs à ondes élastiques de surface se sont implantés dans presque tous les domaines aussi bien dans la médecine, la biologie, la physique et la chimie que dans l'ingénierie. Son application la plus connue est encore l'utilisation en tant que filtres et résonateurs dans les systèmes de télécommunication. En plus de leurs propriétés ergonomiques, les dispositifs SAW offrent une meilleure précision par rapport à d'autres filtres plus conventionnels. Notons de plus que l'énergie acoustique des dispositifs SAW est concentrée en surface dans une épaisseur d'une longueur d'onde, ce qui lui confère une sensibilité aux perturbations environnementales définie par la relation [31] :

$$S_m = -K(\sigma) \frac{2}{\rho\lambda} \quad (\text{Eq. I-6})$$

ρ , la masse volumique du matériau

λ , la longueur d'onde de Rayleigh

$K(\sigma)$, constante dépendant du coefficient de Poisson du matériau piézoélectrique (comprise entre 1 et 2 pour la plupart des solides).

Les dispositifs SAW réagissent à trois types de perturbation : la variation de la température, la déformation du milieu de propagation, et l'effet de masse résultant par exemple d'un dépôt d'espèces gazeuses, liquides ou solides en surface.

Ils présentent également la particularité d'être totalement passifs et interrogeables à distance, ce qui implique qu'ils ne nécessitent aucune source d'alimentation ou électroniques embarquées pour leur fonctionnement et permet leurs exploitations en milieux sévères (haute température, milieux radiatifs, ...) ainsi que sur des objets d'accès difficile en déplacement ou en rotation. Bien sur toutes ces applications implique une stabilité des matériaux à ces conditions et donc un choix minutieux des matériaux constitutifs des dispositifs ou la recherche de nouvelles combinaisons de matériaux.

De par ces caractéristiques les dispositifs SAW se sont naturellement imposés en tant que capteurs (température, pression, humidité...).

Le concept de capteur à ondes acoustiques mettant à profit l'effet de masse a vu le jour avec Sauerbrey en 1959 [32] qui a quantifié cet effet sur un dispositif à ondes de volume (micro balance à quartz). La première application à la détection de vapeur organique a été proposée en 1964 par King par micro balance à quartz [33], après quoi le domaine des capteurs à ondes acoustiques n'a cessé de se développer.

Développons d'un point de vue théorique le principe la sensibilité des caractéristiques des SAW à la température.

Sous l'effet d'une variation de température dans un milieu matériel, deux phénomènes peuvent se produire : soit le matériau se dilate, soit il se contracte témoignant ainsi d'une évolution des propriétés physiques du matériau caractérisées notamment par les coefficients élastiques, piézoélectriques et de permittivité. Cette variation des coefficients du matériau est donnée sous la forme d'une série de Taylor.

Dans le cas des constantes élastiques C_{ijkl} , on obtient :

$$C_{ijkl}(T) = C_{ijkl}(T_0) + \frac{dC_{ijkl}}{dT}(T - T_0) + \frac{1}{2} \frac{d^2 C_{ijkl}}{dT^2}(T - T_0)^2 + \dots \quad (\text{Eq. I-7})$$

$$C_{ijkl}(T) = C_{ijkl}(T_0) + \theta_1^c(T - T_0) + \theta_2^c(T - T_0)^2 + \dots$$

Avec :

$$\theta_1^c = \frac{1}{C_{ijkl}} \frac{dC_{ijkl}}{dT} \text{ et } \theta_2^c = \frac{1}{2} \frac{1}{C_{ijkl}} \frac{d^2 C_{ijkl}}{dT^2}, \text{ les coefficients de température du 1}^{\text{er}} \text{ et 2}^{\text{nd}} \text{ ordre}$$

T_0 , la température de référence

La connaissance des paramètres θ nous permet de remonter aisément aux nouvelles valeurs des coefficients élastiques (C_{ijkl}), piézoélectriques (e_{ijk}) et de permittivité (ϵ_{ij}) en fonction de la température. La sensibilité de la vitesse de l'onde à la température peut être ainsi exprimée par le coefficient S_T (ppm/K) :

$$s_T(T_0) = \frac{1}{V_0} \frac{V-V_0}{T-T_0} = \frac{1}{V_0} \frac{\Delta V}{\Delta T} \quad \text{(Eq. I-8)}$$

Cette sensibilité des dispositifs SAW que l'on a présenté jusqu'à présent comme un atout peut néanmoins devenir un inconvénient majeur dans l'utilisation quotidienne et à long terme. En effet, l'oxydation, la poussière, la moisissure et l'humidité ambiante sont susceptibles de causer des effets indésirables et d'affecter les performances des dispositifs telles que la vitesse, la distance de parcours ou encore le mode de propagation des ondes acoustiques jusqu'à la perte totale de ses fonctionnalités.

Afin de remédier à ce problème, les industriels ont développé des techniques d'intégration de ces dispositifs dont le principe général est de les encapsuler dans des « boîtiers » les protégeant ainsi des effets néfastes de leurs environnements (*packaging*). Cependant le boîtier conçu pour l'encapsulation reste un dispositif très encombrant et requiert par ailleurs un processus de réalisation complexe et très coûteux représentant jusqu'à 80 % du coût total d'un produit [34].

De nombreuses études se poursuivent encore à l'heure actuelle afin d'optimiser l'encombrement et améliorer le rendement de ces boîtiers car il reste évident que leur utilisation est indispensable pour conserver les dispositifs à l'abri de toute contamination extérieure. La nécessité de l'encapsulation limite cependant la possibilité d'une forte miniaturisation de ces dispositifs qui permettrait pourtant de rendre le produit plus attractif d'un point de vue économique mais également du point de vue design à l'image des nouvelles technologies IPADs. Il existe néanmoins une alternative permettant de s'affranchir complètement de l'utilisation de boîtiers : agir directement sur les dispositifs et les rendre autoprotégés (*packageless*).

Les dispositifs à ondes acoustiques de surface : de l'encapsulation aux systèmes « autoprotégés »

I.B.1. Encapsulation : du laboratoire à l'industrie

L'étude en laboratoire et en industrie sont indissociables. En effet, les laboratoires se limitent en général à la recherche de nouvelles solutions, à l'élaboration ainsi qu'aux premiers tests des dispositifs permettant uniquement de valider les techniques et procédés. Il est très courant qu'au cours de la conception des dispositifs, les aspects de son conditionnement industriel soient négligés ou très rarement évoqués. Les dispositifs à ondes acoustiques doivent pourtant satisfaire de nombreuses contraintes industrielles. Ils doivent pouvoir résister à de multiples sollicitations tant au niveau de sa fabrication (contraintes thermomécaniques, vibrations, chocs...), de sa distribution (transport, manutention, stockage...) et de sa manipulation par les éventuels usagers (variations de température, choc thermique-mécanique, vibration, humidité, poussière...). Les dispositifs SAW se doivent de suivre l'évolution des technologies parallèles pour répondre aux besoins des usagers de plus en plus exigeants. Cette quête de performance ne date pas d'hier puisque qu'elle remonte à la célèbre loi de Moore énoncée dès 1965 par Gordon Moore [35]. Cette loi conjecturait le doublement à coût constant tous les 18 mois des performances des circuits intégrés et donc une augmentation de l'intégration des composantes de ces circuits sous-entendu une réduction de leurs dimensions. En sortie de laboratoire le procédé technologique doit donc être facilement réalisable en industrie. Cependant, contrairement aux *packagings* des circuits intégrés, il n'existe pas de procédé standard pour la mise en boîtier des dispositifs SAW. Les technologies proposées par les industries ne recouvrent pas nécessairement tous les besoins et ne sont pas toujours conformes aux applications visées.

La performance d'un système est en partie liée à la qualité des interconnexions. En effet, la propagation des signaux à travers l'ensemble du dispositif ne doit présenter aucune discontinuité électrique sous peine de dégradation. La qualité des interconnexions dépend notamment du mode de connexion (soudure, contact par pression, antenne), de la méthode de réalisation (fil, circuit imprimé souple ou rigide, circuit hybride, connecteur, boîtier...) ou encore du dimensionnement. Deux types de techniques d'intégration sont proposés par les industries : le wire-bonding ou l'encapsulation de type flip-chip [36] [37] [38] [39] [40].

Packaging par microcâblage ou « Wire-bonding »

Le wire-bonding [41] est une méthode de microcâblage par pontage qui se fait à partir d'un fil fin d'or ou d'aluminium pouvant atteindre 20 à 30 μ m de diamètre. L'interconnexion se fait par inter-diffusion entre les atomes du fil et du plot métallique

(« pad »). L'interdiffusion peut se faire par énergie ultrasonique, par thermo-compression et /ou par thermo-sonique. Il existe deux techniques de base de wire-bonding : le *ball-bonding* et le *wedges-bonding* dont les principes sont schématisés dans la Figure 3. Notons que le ball-bonding est la technique de collage la plus largement utilisée, principalement parce qu'elle est la plus commode et la plus rapide.

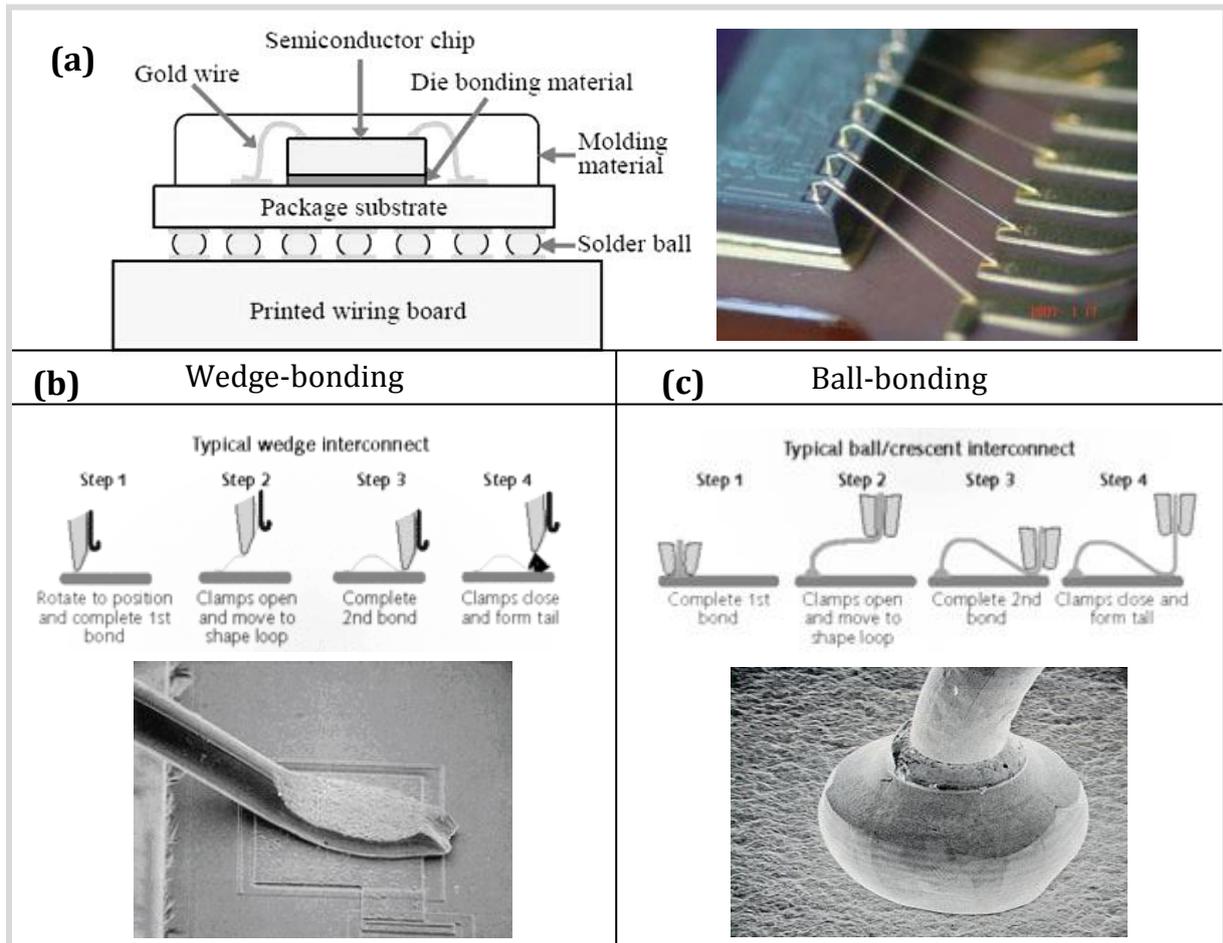


Figure 1.4: (a) Schémas d'un dispositif utilisant le principe du wire bonding packaging – exemple d'illustration [42] [43] (b) Description de la méthode du wedge-bonding - image MEB d'une connexion de type wedge-bonding, (c) Description de la méthode du ball-bonding- image MEB d'une connexion de type ball-bonding [44] [45] [46].

Une fois les interconnexions réalisées, les structures sont protégées de l'humidité et de la corrosion par une couche de passivation très fine sur la puce ou par un emballage hermétique. Il est cependant difficile de diminuer la surface de l'encombrement du boîtier (puce céramique et fils de connexions) au-delà de $3 \times 3\text{mm}^2$ et la hauteur d'insertion en dessous de 1mm. De ce fait, dans les années 2000, de nombreux fabricants de composants SAW se sont tournés vers la technologie Flip-Chip. La nécessité de réduire les dimensions et la limitation des performances causée par l'inductance des fils

de connexion, sont autant de raisons qui justifient cet intérêt pour l'emballage de type flip-chip.

Packaging de type Flip Chip

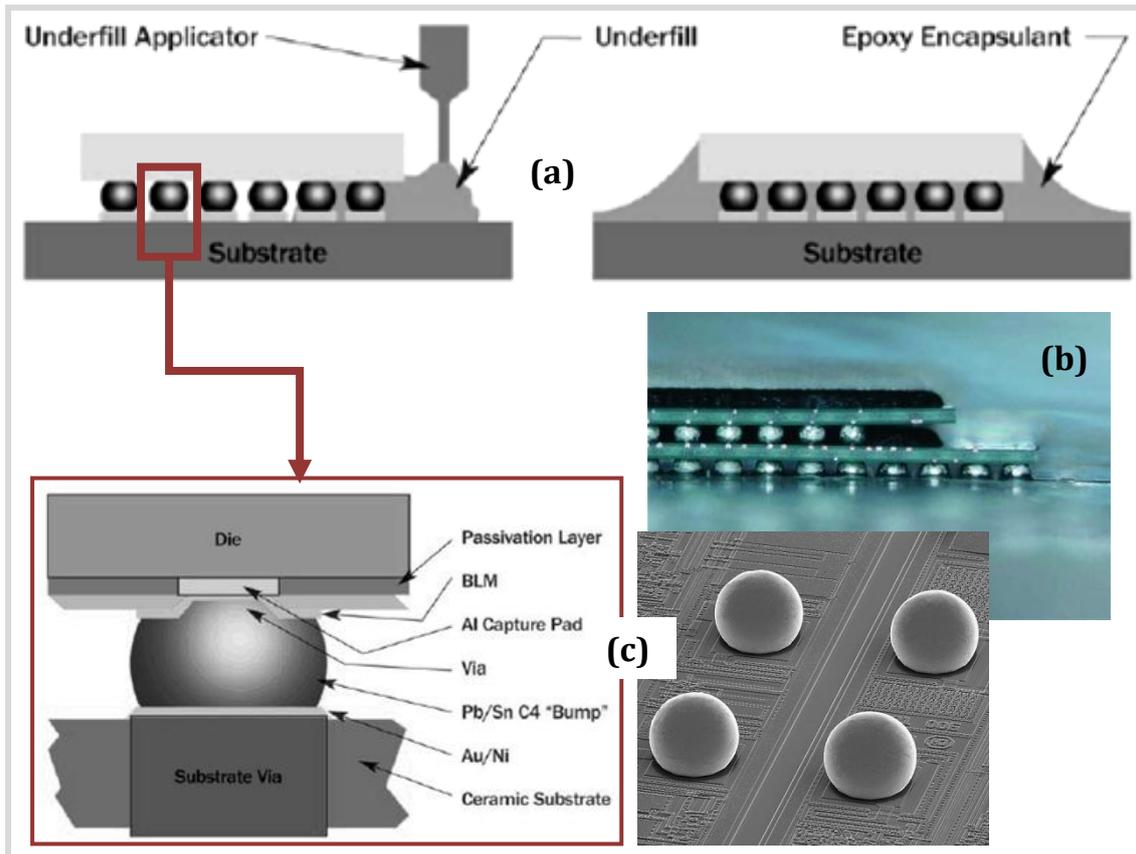


Figure I-5 : (a) Schémas et (b) illustration du procédé dit à puce retournée (Flip Chip) [47] [48] [49] (c) Schémas descriptif et (d) images MEB des plots métalliques (« bumps »). Les Bumps sont fabriqués avec des métaux (Au, In, alliages eutectiques ...) ou en polymères. L'underfill est un matériau à base de polymère et/ou d'adhésif, permettant une protection chimique et mécanique de la soudure en limitant les contraintes thermiques rapportées par la différence de coefficient de dilatation. Il s'applique par injection ou en utilisant la capillarité suivie d'une réticulation (activation thermique ou UV).

L'assemblage de type Flip-Chip (ou puce retournée) [50] [51] est une technologie clé pour l'emballage de pointe de circuits micro-électroniques (Figure I-5). Développée pour la première fois dans les années 1960 par la société IBM, on lui donnait le nom de C4 ; acronyme de Connexion Collapse Chip Controlled.

La technique de montage sur puce retournée est une connexion directe au boîtier éliminant ainsi les fils de liaison. Elle est basée sur l'utilisation d'une jonction par plots métalliques (bump) de faible dimension qui permet de diminuer les pertes et d'augmenter la compacité et la densité réduisant ainsi la taille et le poids en

comparaison avec les traditionnels microcâblages. La puce retournée est directement soudée sur le substrat par l'intermédiaire des plots métalliques préalablement réalisés (Figure I-30). Ce procédé offre d'autres avantages avec notamment une amélioration des performances électriques ainsi qu'une meilleure exécution dans les applications hautes fréquences en raison de la réduction non négligeable de la longueur du chemin de connexion. Enfin, le *Flip Chip* ne présente qu'un seul niveau de connexion entre la puce et le circuit imprimé induisant une meilleure fiabilité.

Cette technique a connu une croissance fulgurante ces dernières années mais elle reste encore d'usage assez limitée. De nos jours, les dispositifs à puce retournée sont beaucoup répandus dans les MEMS (Micro ElectroMechanical Systems) équipant de plus en plus des objets grand public tels que les montres électroniques, téléphones cellulaires, agendas électroniques, appareils photo, écran LCD, et de nombreux autres produits.

D'autres méthodes d'intégration se sont développées en parallèle, comme le *Package on Package* [52] [53] [54] qui combine plusieurs procédés d'encapsulation. C'est un système hybride d'empilement de deux ou plusieurs *packages* combinant à la fois les techniques filaires et flip chip et ayant une interface standard pour acheminer les signaux entre eux ce qui permet d'intégrer de plus grande densité de composants dans un même dispositif.

Malgré le haut niveau de performance atteint chaque année dans le domaine de la mise en boîtier, les techniques proposées par l'industrie ne peuvent satisfaire à elles seules tous les besoins. D'ailleurs la commercialisation de certaines technologies est parfois retardée essentiellement en raison de ce type de problèmes. En revanche, la flexibilité des dispositifs SAW permet toujours d'améliorer et de rechercher de nouveaux procédés et technologies d'emballage à l'image du nombre considérable de méthodes d'encapsulation répertoriés dans la littérature. Plusieurs techniques se sont développées pour pallier aux limites de l'industrie et ainsi surmonter les différents problèmes inhérents à la réalisation de *packaging* tels que la sensibilité aux vibrations [55], les problèmes du vieillissement [56] [57], la stabilité du circuit électrique ou encore la réduction des pertes d'insertion [58] [59]. L'un des exemples le plus connu est le *All-Quartz-Package* (AQP), proposé en 1985 par Parker *et al.* [60] [61] [60], qui fut essentiellement développé pour limiter les problèmes de vieillissement et de stabilité fréquentielle des dispositifs. Différents groupes ont tenté de réduire le coût de fabrication avec notamment l'encapsulation sous vide "Vacuum encapsulation" initié par Cullen puis Mariani [62] [63], mais des progrès restent encore à faire en terme de miniaturisation.

Par ailleurs, la tenue des composants des boîtiers vis-à-vis de la température est altérée à partir de 200°C réduisant alors considérablement son champ d'application. Le développement d'une nouvelle génération de dispositifs SAW « autoprotégés » devient alors incontournable pour pousser les limites de la miniaturisation encore plus loin mais aussi pour élargir des applications en environnements hostiles.

I.B.2. Vers les systèmes « autoprotégés »

Les systèmes *packageless* ont, certes, pour but d'éliminer l'usage des boîtiers de protection mais ne remettent pas en question le besoin qu'ont les dispositifs à ondes acoustiques de surface de se protéger des facteurs néfastes de leur environnement. Le *packageless* est donc, au même titre que les boîtiers, une méthode de protection qui permet de remplacer le boîtier par une ou plusieurs couches de matériaux. Il est donc impératif de connaître la théorie de la propagation des ondes élastiques dans des structures multicouches et en particulier bi-couche et tri-couche.

I.B.2.1. Description théorique de la propagation des ondes dans les hétérostructures

[64] [65] [66] [67]

Les paramètres décrivant le comportement du solide lorsqu'il subit des déformations peuvent être représentés par le tenseur des déformations (S_{ij}) et le tenseur de contraintes (T_{ij}). Le tenseur de déformations rend compte des différentes déformations que subit le solide dans les trois directions (X_1, X_2, X_3) d'un repère orthonormé. Le tenseur des contraintes représente les forces internes du solide et est composé de vecteurs forces par unité de surface appliqués à chacune des faces d'un volume élémentaire.

Le tenseur de déformation est lié au vecteur déplacement U , qui représente le déplacement des particules dans le solide, par l'expression :

$$S_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad \text{avec } i, j = 1, 2, 3 \quad \text{(Eq. I-9)}$$

Dans le cas d'un solide non piézoélectrique les tenseurs de contraintes et de déformations sont liés par la loi de Hooke :

$$T_{ij} = c_{ijkl} S_{kl} \quad \text{avec } c_{ijkl} \text{ représente le tenseur des rigidités.} \quad \text{(Eq. I-10)}$$

Grâce à la symétrie de ces différents tenseurs, l'écriture peut être allégée par la convention de Voigt selon l'expression:

$$T_\alpha = c_{\alpha\beta} S_{\alpha\beta} \quad \text{avec } \alpha, \beta = 1, 2, \dots, 6$$

Notons que l'expression du tenseur de déformations peut être également simplifiée :

$$S_{ij} = \frac{\partial u_i}{\partial x_j}$$

Propagation d'ondes dans les solides non piézoélectriques

La description mathématique de la propagation d'une onde plane dans un solide se base sur les équations du mouvement qui résultent de la relation fondamentale de la dynamique.

Lorsque les forces s'exerçant sur le volume du solide sont négligées, l'équation électrodynamique des milieux solides s'écrit sous la forme:

$$\frac{\partial T_{ik}}{\partial x_k} + f_i = \rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} \quad \text{(Eq. I-11)}$$

Avec :

ρ , la masse volumique

T_{ik} , les contraintes internes

u_i , le déplacement des particules suivant l'axe x_i

f_i , la densité de force extérieure par unité de volume suivant l'axe x_i

t , le temps.

En introduisant la loi de Hooke, l'équation du mouvement dans un solide anisotrope et non piézoélectrique se traduit par:

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = c_{ijkl} \frac{\partial^2 u_m}{\partial x_j \partial x_k} \quad \text{avec } i, j, k, m = 1, 2, 3 \quad \text{(Eq. I-12)}$$

La résolution de cette équation dans le système considéré permet de décrire entièrement les caractéristiques de l'onde élastique susceptible de se propager.

Propagation d'ondes dans les solides piézoélectriques

Dans le cas d'un cristal piézoélectrique, il faut tenir compte en plus des grandeurs mécaniques, des grandeurs électriques telles que le champ électrique (\vec{E}) et le champ magnétique (\vec{B}). L'interdépendance des ces grandeurs implique un couplage entre les ondes élastiques et les ondes électromagnétiques. Les solutions de l'équation de propagation sont alors des ondes élastiques de vitesses de phase V_p accompagnées d'un champ électrique et des ondes électromagnétiques de vitesse $c \cong 10^5 \times V_p$ accompagnées d'une déformation mécanique. Notons néanmoins que le champ magnétique associé aux ondes élastiques, créé par le champ électrique (se déplaçant à la vitesse V_p qui est très inférieur à la vitesse c des ondes électromagnétiques) est quasi-nul et pourra donc être négligé. De plus, la vitesse des ondes électromagnétiques étant très supérieure à celle des ondes élastiques et donc très différentes, leur interaction est faible. Leur propagation respective peut donc se traiter de façon indépendante, celle des

ondes élastiques dans un cristal piézoélectrique sera donc étudiée dans l'approximation quasi-statique qui considère que le champ électrique est statique vis-à-vis des phénomènes de propagation électromagnétique.

Dans ce sens, les équations de Maxwell se réduisent donc à :

$$\text{rot} \vec{E} = -\frac{\delta \vec{B}}{\delta t} \cong 0 \quad \text{soit} \quad \vec{E} = -\text{grad} \varphi \quad \text{où } \varphi \text{ est le potentiel électrique}$$

Afin de tenir compte des grandeurs électriques, la loi de Hooke est modifiée et devient **(Eq.I-10)**:

$$T_{ij} = c_{ijkl} S_{km} - e_{kij} E_k \quad \text{où } e_{kij} \text{ est la composante du tenseur piézoélectrique}$$

En utilisant l'expression (I.9) de la déformation et l'expression du champ électrique quasi-statique $E_k = -\frac{\partial \varphi}{\partial x_k}$, on arrive à l'expression :

$$T_{ij} = c_{ijkl} \frac{\partial u_m}{\partial x_k} + e_{kij} \frac{\partial \varphi}{\partial x_k} \quad \text{(Eq. I-13)}$$

En combinant les équations (I-11) et (I-13) on obtient l'équation du mouvement :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = c_{ijkl} \frac{\partial^2 u_m}{\partial x_j \partial x_k} + e_{kij} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_j \partial x_k} \quad \text{(Eq. I-14)}$$

Par ailleurs, l'induction électrique D s'écrit :

$$D_j = e_{ijk} \frac{\partial u_m}{\partial x_k} - \varepsilon_{jk} \frac{\partial \varphi}{\partial x_k} \quad \text{avec } \varepsilon_{jk} \text{ les composantes des tenseurs de permittivité.} \quad \text{(Eq. I-15)}$$

Pour un solide isolant, l'équation (I-15) satisfait à l'équation de Poisson : $\frac{\partial D_j}{\partial x_j} = 0$

$$e_{ijk} \frac{\partial^2 u_m}{\partial x_j \partial x_k} - \varepsilon_{jk} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_j \partial x_k} = 0 \quad \text{(Eq. I-16)}$$

Ainsi, dans le cas général, pour un solide anisotrope piézoélectrique, le système d'équation décrivant la propagation de l'onde est le suivant :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = c_{ijkl} \frac{\partial^2 u_m}{\partial x_j \partial x_k} + e_{kij} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_j \partial x_k} \quad \text{(Eq. I-17)}$$

$$e_{ijkm} \frac{\partial^2 u_m}{\partial x_j \partial x_k} - \varepsilon_{jk} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_j \partial x_k} = 0$$

Ces équations doivent être résolues pour chaque milieu de la structure multicouche.

Propagations des ondes dans les structures multicouches

Considérons une hétérostructure composée d'un substrat semi-infini et de plusieurs couches piézoélectriques. L'onde élastique se propage suivant la direction (OX_1) et pénètre dans le substrat suivant la direction ($-OX_3$) (Figure I-7).

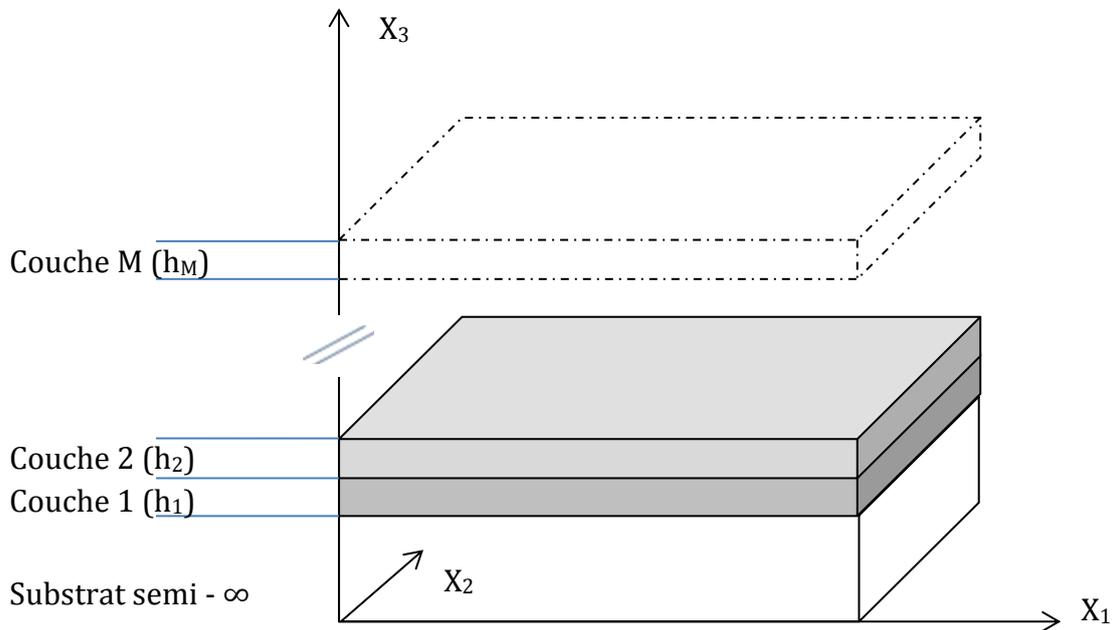


Figure I-7 : Représentation schématiques d'une structure multicouche à M couches dans un repère orthonormé $(0, X_1, X_2, X_3)$.

La solution du système d'équation (Eq.I-17) peut être décrite comme suite :

$$u_j = \alpha_j e^{-ik(b_i x_i - vt)} \quad i, j = 1, 2, 3 \quad \text{(Eq. I-18)}$$

$$\varphi = \alpha_4 e^{-ik(b_i x_i - vt)}$$

Les ondes planes qui se propagent dans la couche piézoélectrique, parallèles au plan sagittal (X_1, X_3) et vérifiant le système d'équation (Eq.I-17) sont obtenues à l'aide d'une combinaison linéaire des ondes planes partielles pondérées par les coefficients α_n .

$$U_1^C = \sum_{n=1}^8 \alpha_n^C A_1^{C(n)} e^{-jkb^{C(n)}x_3} e^{jk(V(t-x_1))}$$

(Eq. I-19)

$$U_4^C = \varphi^C = \sum_{n=1}^8 \alpha_n^C A_4^{C(n)} e^{-jkb^{C(n)}x_3} e^{jk(V(t-x_1))}$$

Avec : U_i^C ($i = 1, 2, 3$), les déplacements mécaniques

φ , le potentiel électrique

α_n^C ($n = 1, 2, \dots, 8$), le coefficient de combinaison linéaire

$A_1^{C(n)}$, l'amplitude mécanique de l'onde dans la couche piézoélectrique

$b^{C(n)}$, la troisième composante complexe de la direction de propagation

De la même façon, les solutions générales, mécaniques et électriques de l'onde élastique qui se propage dans le substrat sont définies par :

$$U_1^S = \sum_{n=1}^4 \alpha_n^S A_1^{S(n)} e^{-jkb^{S(n)}x_3} e^{jk(V(t-x_1))}$$

(Eq. I-20)

$$U_4^S = \varphi^S = \sum_{n=1}^4 \alpha_n^S A_4^{S(n)} e^{-jkb^{S(n)}x_3} e^{jk(V(t-x_1))}$$

Avec : U_i^S ($i = 1, 2, 3$), les déplacements mécaniques

φ , le potentiel électrique

α_n^S ($n = 1, 2, \dots, 8$), le coefficient de combinaison linéaire

$A_1^{S(n)}$, l'amplitude mécanique de l'onde dans le substrat

$b^{S(n)}$, la troisième composante complexe de la direction de propagation

Les paramètres V , K^2 et le TCF de la structure bicouche se déterminent par les conditions aux limites mécaniques et électriques.

- Structure de type bi-couche/Substrat

La difficulté des hétérostructures multicouches réside dans le fait que la propagation de l'onde dépend des propriétés électroacoustiques des différents matériaux composant la structure et peut-être défini comme :

$$U_1^C = \sum_{n=1}^8 \alpha_n^C A_1^{C(n)} e^{-jkb^{C(n)}x_3} e^{jk(V(t-x_1))}$$

(Eq. I-21)

$$U_4^C = \varphi^C = \sum_{n=1}^8 \alpha_n^C A_4^{C(n)} e^{-jkb^{C(n)}x_3} e^{jk(V(t-x_1))}$$

I.B.2.2. Systèmes « autoprotégés » pour les applications SAW en environnements néfastes

La réalisation d'hétéro-structure ou de multicouches est loin d'être une nouveauté, bien au contraire. La combinaison et l'empilement des couches sont devenus dans le domaine des dispositifs SAW une alternative pour l'amélioration des propriétés électroacoustiques ou thermiques des matériaux ; alternative devenue d'ailleurs une nécessité pour certaines applications comme pour le contrôle du TCF par exemple [68] [69] [70] [71] [72]. De par la rareté ou même l'inexistence de matériaux pouvant combiner à la fois de bonnes propriétés électro-acoustiques (fort K^2 ...) et une stabilité en température, cet axe de recherche s'est largement étendu.

Les multicouches sont également utilisées pour créer ce que l'on appelle des ondes d'interface (boundary-waves ou onde de Stoneley) [73] [74] [75]. Ces ondes correspondent à une variante des ondes de Raleigh : elles résultent de la combinaison d'un déplacement longitudinale (L) et de cisaillement verticale (VS) et se propagent à l'interface de deux milieux semi-infinis. L'énergie de l'onde est ainsi concentrée à la frontière des deux solides. Découvertes théoriquement en 1924 par R. Stoneley [76] dans le cas du contact parfait pour des solides élastiques anisotropes, elles ont inspiré beaucoup d'auteurs. En effet, K. Sezawa et K. Kanai [77] et J. G. Scholte [78] ont ainsi esquissé de façon théorique le domaine d'existence de ces ondes tandis que d'autres ont discuté et tenté de définir les conditions pour certains couples de matériaux [79] [80] [81] [82] [83]. La Figure I-8 représente un exemple de déplacement typique des ondes de Stoneley dans l'interface W-Al [64]. Tout comme le principe de compensation en hétérostructure la création de cette onde permet d'améliorer les propriétés des dispositifs mais surtout de diminuer l'encombrement des boîtiers hermétiques avec notamment une possibilité de diminution considérable de la cavité « surface-couche » ce qui simplifie la méthode d'encapsulation tout en satisfaisant les conditions de mise en boîtier proposées par les industriels. Néanmoins, en raison de la gamme très restreinte de l'existence de l'onde de Stoneley [78] et de la difficulté à trouver des combinaisons adéquates de matériaux [83], l'utilisation d'ondes d'interface pour la réalisation de structure *packageless* semble assez limitée.

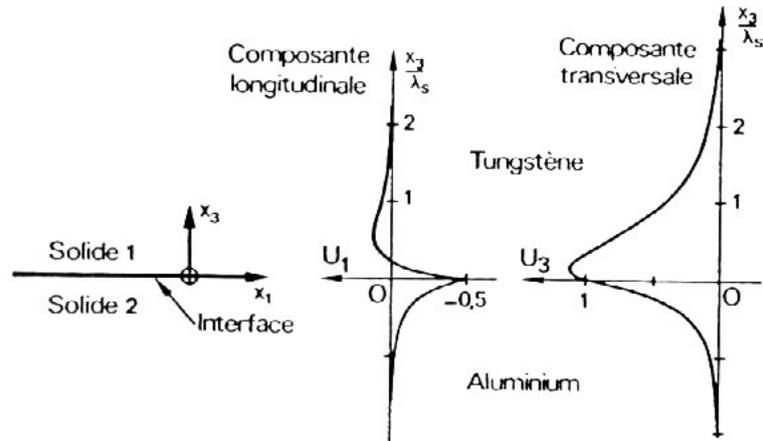


Figure I-8 : Exemple de déplacement acoustique d'une onde de Stoneley dans l'interface tungstène-aluminium [64].

Récemment, Bhattacharjee et *al.* [84] ont proposé une nouvelle approche pour la réalisation de structure auto-protégée pour notamment les applications filtres RF et duplexeurs. Ils définissent leurs principes en proposant deux concepts dérivés mais différents : l'une à base d'onde isolée ILAW (Isolated Layer Acoustic Wave, Figure I-9(a)) et l'autre à base d'onde guidée WLAW (Waveguiding Layer Acoustic Wave, Figure I-9(b)).

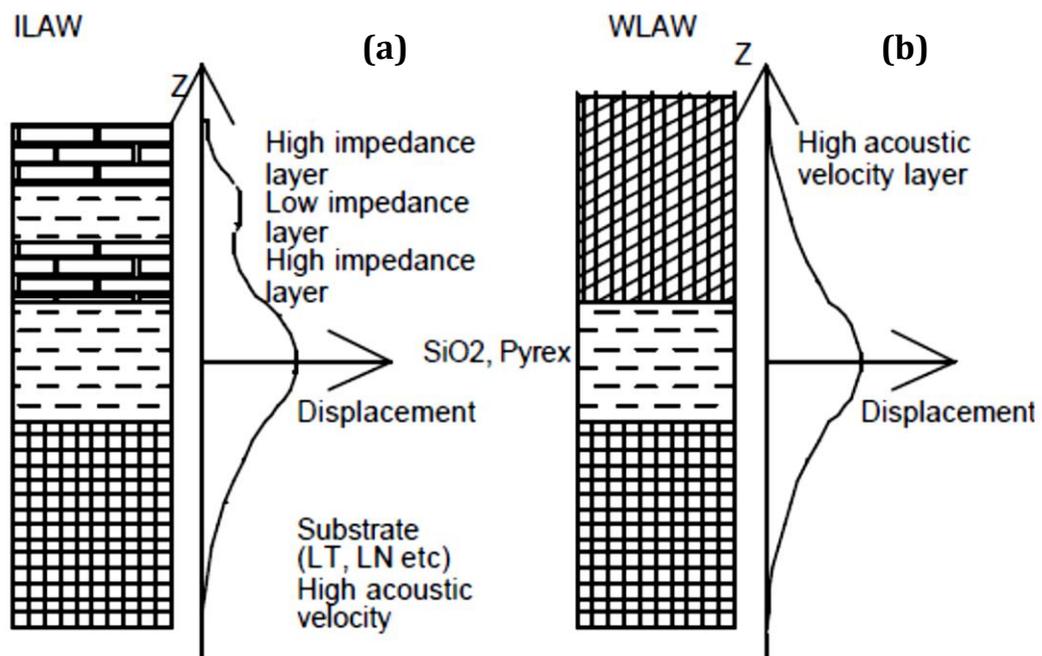


Figure I-9 : Schématisation des concepts ILAW (a) et WLAW (b) tels qu'ils sont décrits dans la publication [84].

Dans le cas du premier concept (Figure I-9(a)), la couche de support est un substrat piézoélectrique recouvert d'une couche relativement épaisse de SiO_2 ou Pyrex, elle-même recouverte d'un matériau de plus grande impédance acoustique. Une telle combinaison donne lieu à une couche d'isolement d'onde acoustique (ILAW) avec une amplitude de déplacement des particules considérablement atténuée sur la surface supérieure. Cette configuration peut être largement améliorée en alternant plusieurs niveaux de couche de faible et de forte impédance acoustique formant ainsi une structure de type miroir de Bragg dont le principe est plus ou moins analogue aux cristaux phononiques 1D.

La seconde approche (Figure I-9(b)) consiste à confiner l'onde dans une couche à faible vitesse acoustique (SiO_2 ou Pyrex) entourée de part et d'autre de matériaux à grande vitesse acoustique : le substrat étant ici du LiTaO_3 ou du LiNbO_3 et la couche supérieure de Al_2O_3 , Si_3N_4 ... Ce concept peut être ainsi plus ou moins assimilé au principe de guide d'onde diélectrique ou à celui des fibres optiques.

En résumé, la différence d'impédance ou de vitesse a pour but de « ralentir » voire « stopper » la propagation de l'onde dans une zone de restriction et ainsi créer une couche d'isolement (ILAW) ou de guidage (WLAW).

Bien au-delà de ces nouveaux systèmes de confinement d'ondes, Bhattacharjee et al. suggèrent également des combinaisons plausibles de matériaux et démontrent tant théoriquement qu'expérimentalement leur faisabilité avec notamment les structures $\text{Yb}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2/\text{LiTaO}_3$, $\text{W}/\text{SiO}_2/\text{W}/\text{SiO}_2/\text{LiTaO}_3$ et $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2/\text{LiTaO}_3$ respectivement associées aux concepts ILAW, ILAW à miroir de Bragg et WLAW. Suite à ces travaux, plusieurs configurations et combinaisons de matériaux ont été exploitées [85] [86] permettant d'apporter une meilleure connaissance de ces types d'hétérostructures. Le Tableau I-2 donne les valeurs d'impédance, de densité et de vitesse acoustique pour quelques matériaux susceptibles d'être utilisés dans les concepts ILAW et/ou WLAW.

Outre les conditions de vitesse imposées dans le choix des matériaux pour la réalisation de structure de type WLAW ou ILAW, il suffit en réalité, qu'un seul parmi leurs trois constituants soit de nature piézoélectrique. Ainsi, de façon simplifiée, les structures ILAW ou WLAW sont constituées de trois niveaux : le substrat, la couche de guidage et la (ou les) couche(s) de confinement. Le substrat de support doit avoir une vitesse acoustique la plus élevée possible et peut être de nature piézoélectrique ou non. Le deuxième niveau correspond à la couche de guidage de l'onde qui va « accueillir » l'onde lors de son processus de confinement et joue donc un rôle primordial dans les caractéristiques de l'onde de propagation. Elle peut présenter ou non des propriétés piézoélectriques et doit être, par ailleurs, choisie de façon minutieuse. La (ou les) couche(s) supérieur(es) n'a pas pour fonction d'aider à la propagation de l'onde mais peut être choisi selon les commodités ou selon les applications. Sa fonction première est de rendre le dispositif final *packageless* et par conséquent, de piéger ou confiner l'onde à l'intérieur de la structure la rendant totalement insensible aux perturbations extérieures. Tout comme le substrat cette couche doit présenter une vitesse acoustique élevée, par rapport à la couche de guidage, et peut être ou non piézoélectrique. Afin

d'atteindre un confinement notable de l'onde ainsi qu'une performance convenable des dispositifs, les IDTs doivent, quant à eux, se situer soit à la première interface soit à la deuxième mais aussi à proximité du matériau piézoélectrique.

Tableau I-2: Impédance, densité et vitesse acoustique des matériaux utilisables dans les systèmes de type WLAW et/ou ILAW [87] [88] [89].

| Matériaux | Impédance acoustique Pa.s/m. | Densité kg/m ³ | Vitesse acoustique m/s |
|--------------------------------|---------------------------------|------------------------------|---------------------------|
| Aluminium | 8,17 | 2,7 | 6420 |
| Tungstène | 54,17 | 19,3 | 5174 |
| Platine | 36,04 | 21,4 | 2680 |
| Tantale | 33,7 | 16,6 | 3400 |
| Or | 23,18 | 19,3 | 1740 |
| Verre | 13 | 2,5 | 5300 |
| Diamant | 63,2 | 3,52 | 20000 |
| Silicium | 12,40 | 2,32 | 8433 |
| SiO ₂ | 8,2 | 2,2 | 3430 |
| Al ₂ O ₃ | 26,28 | 3,97 | 6000 |
| ZrO ₂ | 40 | 6 | 3300 |
| LiNbO ₃ | 19 | 4,7 | 3488 |
| ZnO | 15,88 | 5,61 | 2500 |
| AlN | 34,55 | 3,29 | 5600 |

Les deux principes de confinement d'ondes énoncés ci-dessus ne sont pas si éloignés de celui des structures à onde de Stoneley. Leurs avantages résident essentiellement dans le fait que la génération d'onde n'est pas soumise à des conditions spécifiques et peut s'avérer être de nature variée (onde de love, Rayleigh...) offrant ainsi la possibilité de réaliser diverses configurations avec un libre choix de matériaux constitutifs. D'un point de vue critique, bien que les deux concepts se valent en performance, la structure WLAW semble être plus commode dans sa réalisation. En effet, afin d'atteindre un confinement notable de l'onde ainsi qu'une performance convenable des dispositifs, les IDTs doivent être enterrés à l'interface des deux couches supérieures et se situer à proximité du matériau piézoélectrique. L'empilement des couches dans les structures de type miroir de Bragg rend ainsi complexe le processus d'acheminement des signaux électriques.

Les deux nouveaux concepts (2007) de confinement d'ondes décrits précédemment sont susceptibles d'être portés à maturation. C'est pourquoi, notre laboratoire, déjà spécialisé dans les nano et microsystemes, s'est intéressé de près à ces concepts et en a fait un sujet d'étude. Une première collaboration mise en place avec l'un des initiateurs du

projet s'est portée sur une première étude théorique sur l'hétérostructure AlN/ZnO/diamant de type WLAW [90]. Cette structure regroupe, à première vue, toutes les conditions nécessaires pour la réalisation de structures WLAW. En effet, avec son fort coefficient de couplage piézoélectrique ($K^2 > 3\%$) et sa vitesse acoustique relativement faible (2500m/s), le ZnO est l'un des matériaux idéals pour cette utilisation, il est d'ailleurs, désormais, utilisé abondamment comme matériau dans les dispositifs à ondes acoustiques de surface [91] [92] [93]. L'AlN, quant à lui, est employé en tant que couche de confinement principalement pour sa vitesse acoustique élevée mais aussi pour ses propriétés de résistance à l'oxydation, à l'abrasion et à l'humidité. Néanmoins, l'AlN est un matériau piézoélectrique présentant un faible couplage électromécanique (0,3%), même s'il reste plus avantageux que les matériaux non piézoélectriques (Al_2O_3). De plus, le dépôt de couches minces et en particulier pour le ZnO et l'AlN se fait facilement et avec des techniques variées. Ces deux matériaux ont, de plus, l'avantage de se réaliser facilement, à moindre coût et peuvent se déposer à température ambiante ce qui est un paramètre non négligeable pour la croissance de multicouches et la préservation des IDTs. Loin d'être un inconvénient, les matériaux en couches minces présentent un intérêt majeur puisque grâce à eux, les propriétés du substrat peuvent être modifiées en vue de leur fournir une fonction particulière (propriétés électriques, optiques et mécaniques..). Pour finir, en raison de sa vitesse acoustique élevée, le diamant semble être le substrat le plus adapté pour la réalisation de structures de confinement d'ondes de type WLAW mais celui-ci présente des inconvénients majeurs liés notamment à son coût élevé ainsi qu'à sa mauvaise compatibilité avec la technologie CMOS. De plus, la croissance de diamant se fait à haute température (700°C-1000°C) pouvant induire des contraintes non négligeables dans l'hétérostructure. C'est pourquoi les hétérostructures à base de diamant (diamant/(...)/diamant ou (...)/(...)/diamant) restent peu appropriées pour une production de masse.

I.B.2.3. Systèmes « autoprotégés » pour les applications SAW en environnements hostiles

Les matériaux usuels sont très peu appropriés pour des applications en environnements hostiles. En effet, le quartz, est limité dans la gamme de température de 200°C-500°C du fait de la transition de phase qu'il subit à 573°C diminuant ainsi ses propriétés piézoélectriques [99]. Le $LiNbO_3$ et le $LiTaO_3$ présentent, quant à eux, un fort effet pyroélectrique qui rend le matériau fragile [100]. D'autres matériaux, moins conventionnels comme la langasite et le $GaPO_4$ semblent plus prometteurs pour des applications hautes températures. Le $GaPO_4$ subit comme le quartz une transition de phase mais à une température de 930°C [101]. Néanmoins, ce matériau étant très peu utilisé dans la littérature, son comportement à haute température reste peu connu ; les rares études relèvent des températures de fonctionnement jusqu'à 700°C [102]. Pour finir, la langasite ne subit pas de transition de phase en dessous de sa température de fusion (1470°C) [103] mais sa limitation se trouve plutôt dans l'augmentation des pertes

en propagation avec la fréquence [99] [104] [105] et la température [106]. Bien évidemment, la problématique du travail à hautes températures ne se limite pas simplement à la sélection des matériaux composant la structure mais passe aussi et surtout par la sélection des matériaux constitutifs des électrodes qui doivent répondre eux aussi à des exigences : être un bon conducteur électrique, avoir une température de fusion élevée (par rapport à la température de travail) et être chimiquement inerte. Bien que l'aluminium soit devenu le métal le plus commun pour la fabrication des IDTs, il reste très limité pour des applications à hautes températures : Avec une température de fusion de l'ordre de 660°C, il apparaît à partir de 300°C des phénomènes dits « d'électromigration » accélérant irrémédiablement la détérioration des IDTs [114]. En réalité, seul les métaux nobles tels que l'or, le platine ou le palladium regroupent toutes les caractéristiques nécessaires. De par sa très bonne inertie dans l'air à hautes températures, le platine se présente comme le meilleur matériau pour ses applications. Il ne présente d'ailleurs aucune variation de masse même soumise à une température de 1000°C (à l'air) [115]. Notons tout de même que les métaux nobles possèdent une grande inertie chimique les empêchant de former des liaisons solides avec les oxydes (ZnO) et les nitrures (AlN) ce qui se traduit par une mauvaise adhésion entre les films et les IDTs [116]. C'est pourquoi, une couche supplémentaire dite « d'adhésion » d'une dizaine de nanomètres est souvent déposée à l'interface couche/IDT (métaux noble). Là encore, pour des applications hautes températures, le métal constituant la couche d'adhésion doit répondre à certaines conditions, notamment être réfractaire. Plusieurs couples de matériaux ont été testés dans la littérature [117] [118]. La recherche et l'élaboration de nouveaux matériaux ou combinaison de matériaux deviennent donc inévitable pour réaliser des dispositifs stables et performants fonctionnant à haute température.

Notre équipe s'est d'ailleurs investi depuis quelques années dans la recherche de nouvelles combinaisons de matériaux pour les applications en environnements hostiles avec en particulier l'utilisation de l'hétérostructure IDT(Ta-Pt)/AlN/Saphir qui a fait l'objet d'une étude approfondie dans le cadre de la thèse de Thierry Aubert [98]. Avec sa vitesse élevée (5600m/s) et sa bonne tenue à haute température, l'hétérostructure AlN/Saphir présente de meilleur potentiel en tant que capteur pour des applications en environnements hostiles [98]. Cependant, il en ressort clairement à l'issue de cette étude que ces dispositifs ne sont pas adéquates à des utilisations à long terme et dans des milieux riches en oxygène. En effet, l'oxydation de l'AlN est avérée dès 700°C [107] [108] [109] ce qui impacte directement sur la morphologie des couches d'AlN et sur ses propriétés électro-acoustiques. De plus, la durée de vie maximale du couple Ta(couche d'adhésion)/Pt pour des utilisations en environnements hostiles avec une bonne résistance des IDTs a été estimée à une heure à l'air libre pour une température de 900°C [98]. Au-delà de ces temps de recuit, le platine subit des phénomènes d'agglomération et de délaminage avec apparition de « cloques » et d'excroissances [98] [119]. Pour des applications SAW la stabilité des composants doit être maîtrisée.

Intérêt et objectif de la thèse

L'objectif de cette thèse est de réaliser des hétérostructures *packageless* par l'intermédiaire d'une couche protectrice contre les environnements atmosphériques néfastes tels que l'oxydation et l'humidité mais aussi dans les milieux agressifs à hautes températures.

La première hétérostructure envisagée dans cette étude utilise le principe des ondes isolées. Le silicium a été employé en combinaison avec le ZnO car il offre de bonnes propriétés électroacoustiques mais aussi la possibilité de travailler à de hautes fréquences [94] [95] [66]. Ainsi, cette configuration AlN/IDT/ZnO/Si a été principalement choisie pour des applications en environnements néfastes et intégrable dans la technologie CMOS. Par ailleurs, une couche de protection d'AlN permettra à l'onde de se confiner dans la couche active de ZnO et de rester insensible à la surface mais sensible à la température. Le ZnO étant toutefois conducteur à haute température (> 400°C), cette hétérostructure reste peu applicable en milieux sévères à haute température. C'est pourquoi une seconde hétérostructure *packageless* utilisant comme base l'IDT/AlN/Saphir a été étudiée dans ce manuscrit. Il s'agit donc de protéger les IDTs par un film mince contre les phénomènes d'agglomération des électrodes à hautes températures (1000 °C).

Bibliographie

- [1] C.K. Campbell, *Surface Acoustic Wave Devices for Mobile and Wireless Communications*, Academic press, 1998.
- [2] D.P. Morgan, *Surface Wave Devices for Signal Processing*, Elsevier , 1991.
- [3] P. et J. Curie, *C. R. Acad. Sc. Paris*, vol. 91, p. 294, 1880.
- [4] P. et J. Curie, Notice sur les travaux scientifiques, Archives de l'académie des sciences, Paris: Archive de l'Academie des sciences de l'institut de France, 1902.
- [5] P. et J. Curie, *C. R. Acad. Sc. Paris*, vol. 93, p. 1137 , 1881.
- [6] P. Hartemann, *Revue de physique appliquée* , vol. 12, p. 843, 1977.
- [7] J. Cho, M. Anderson, R. Richards, D. Bahr et C. Richards, *J. Micromech. Microeng.*, vol. 15 , p. 1797, 2005.
- [8] J. Tichý, J. Erhart, E. Kittinger et J. Prívratská, *Fundamentals of Piezoelectric Sensorics: Mechanical, Dielectric, and Sensorics*, Berlin: Springer, 2010.
- [9] C. Caliendo, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 92, p. 033505 , 2008.
- [10] T. Pensala, «These de doctorat,» Université d'Aalto, Finlande, 2011.
- [11] K.M. Lakin, *TFR Technologies*, 6 1 2001.
- [12] O. Legrani, O. Elmazria, S. Zhgoon, P. Pigeat et A. Bartasyte, *IEEE Sensors*, 2012 (in press).
- [13] J. Fraden, *Handbook of Modern Sensors: Physics, Designs, and Applications*, New-York: Springer, 2010.
- [14] M. Brissaud, *Matériaux piézoélectriques: Caractérisation, modélisation et vibration*, Lausanne: Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 2007.
- [15] E. H. Love, *Some problems of geodynamics*, New York : Dover: Cambridge Univ. Press., 1967.
- [16] M.B. Dobrin, «Dispersion in Sismiques Surface Waves,» chez *Géophysics* 16, 1951, p. 63.
- [17] A. Victorov, *Surface acoustic waves in solids*, Moscow : Nauka, 1981.
- [18] L. Rayleigh, *Proc. London Math. Soc.*, vol. 17, p. 4, 1885.
- [19] N.T. Wells, L. Rayleigh et JohnWilliam Strutt, «Types and Properties of Surface Acoustic Waves in Solids,» *IEEE Trans. UFFC*, vol. 54, 2007.
- [20] G. W. Farnell, New York: Springer-Verlag, 1978.
- [21] <http://fr.lamit.ro/systeme-avertissement-seisme.htm>. [En ligne].
- [22] <http://www.esgsolutions.com/english/view.asp?x=857>. [En ligne].
- [23] <http://ulisse.sissa.it/immagini/Uimg070615x004/view>. [En ligne].
- [24] R.M. White et F.W. Voltmer, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 7, p. 314, 1965.
- [25] D.Royer et E. Dieulesaint, *Ondes élastiques dans les Solides TOME 2*, Paris: Masson, 1996.
- [26] T. Kadoma, H. Kawabata, Y. Yasuhara et H. Sato, *Proc. IEEE Ultrason. Symp.* , p. 314, 1986.
- [27] H. Trézéguet, «Les filtres à ondes de surface,» *Net Electronique*, Mars 2005.

- [28] D. S. Ballantine, R. M. White, S. J. Martin, A. J. Ricco, E. T. Zellers, G. C. Frye et H. Wohltjen, *Acoustic wave sensors: theory, design and physico-chemical applications*, Elsevier science, 1997.
- [29] S. Datta, *Surface acoustic wave devices*, Prentice-Hall: Englewood. Cliffs NJ, 1986.
- [30] D. K. Frederick et A. B. Carlson, *Linear Systems in Communication and Control*, New York: Wiley, 1971.
- [31] S.W. Wenzel et R.M. White, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 54, p. 1976, 1989.
- [32] G. Sauerbrey, *Z. Phys.*, vol. 155, p. 206, 1959.
- [33] W.H. King, *Anal. Chem.*, vol. 36, p. 1735, 1964.
- [34] L. Nicolas et al., «Micro et nano-technologies, électronique, photonique, électromagnétisme, énergie électrique,» *Rapport CNRS*, 2010.
- [35] G.E. Moore, «Cramming More Components Onto Integrated Circuits,» *Electronics*, 19 avril 1965.
- [36] R. Mahajan, K. Brown et V. Atluri, «The Evolution of Microprocessor Packaging,» *Intel Technology Journal Q3*, 2000.
- [37] R.R. Tummala, E.J. Rymaszewski et A.G. Klopfenstein, *Microelectronics Packaging Handbook: Subsystem packaging*, McGraw-Hill Prof Med/Tech, 2002.
- [38] Tai-Ran HsuBhansali et Ameet S, *Mems Packaging*, London: The Institution of Engineering and Technology, 2004.
- [39] Hwaiyu Geng, *Semiconductor Manufacturing Handbook*, New-York: McGraw-Hill, 2005.
- [40] A.S. Bhansali et al, «Wire bonding surface and bonding method,» *Etat-Unis Brevet 6265300*, 2001.
- [41] <http://www.pathways.cu.edu.eg/ec/Text-PDF/Part%20D-23.pdf>. [En ligne].
- [42] http://ft.newhonestgroup.com/newEbiz1/EbizPortalFG/portal/html/GeneralContentShow.html?GeneralContentShow_DocID=c373e91c7382a97b8ffeed8c83814. [En ligne].
- [43] <http://www.empf.org/empfasis/2007/June07/wedge.html>. [En ligne].
- [44] D. J. Beck et A. C. Perez, «The Great Debate: Ball vs. Wedge,» *Palomar Technologies*, 2007.
- [45] http://www.westbond.com/ball_bond_guide.htm, [En ligne].
- [46] Packaging, Intel's Packaging Databook Chapter 14: Ball Grid Array.
- [47] J. R. Wilcox, chez *Package Interconnects. Tech.*, IBM Corporation.
- [48] <http://www.google.fr/imgres?q=flip+chip+bump&um>, [En ligne].
- [49] Flynn Carson, «Innovations Push Package on Package into new Markets,» *Semiconductor International*, 2010.
- [50] Intel's Packaging Databook Chapter 15: The Chip Scale Package .
- [51] <http://www.norana.com.tr/MicroAssembly.htm>, [En ligne].
- [52] <http://www.shinko.co.jp/english/product/sip/pop.html>, [En ligne].
- [53] <http://www.palomartechonologies.com/blog/bid/105989/Electronic-Components-and-Technology-Conference-ECTC>, [En ligne].
- [54] B.K. Sinha et S. Locke, *IEEE Transac.*, vol. 34, p. 29, 1987.

- [55] M. Gilden, G.K. Montress et R.A. Wagner, *Ultrason. Symp.*, p. 184, 1980.
- [56] G.K. Montress, R.A. Wagner et M. Gilden, *Ultrason. Symp.*, p. 886, 1979.
- [57] K. Onishi, S. Seki, Y. Taguchi et K. Eda, «Method of Manufacture of Surface Acoustic Wave Device,» *Etat-Unis Brevet 5991989*, 1999.
- [58] T.E. Parker et C.J. Dunnrowicz, «Stabilized Surface Acoustic Wave Device,» *Etat-Unis Brevet 4270105*, 1981.
- [59] G.K. Montress, T.E. Parker et D. Andres, *IEEE Ultrason. Symp.*, vol. 43, p. 43, 1994.
- [60] G.K. Montress, T.E. Parker et J. Callerame, *IEEE Ultrason. Symp. Proc.*, 1985.
- [61] T.E. Parker, J. Callerame et G.K. Montress, *39th Annual Symp. on Freq. Control*, p. 519, 1985.
- [62] Mariani, «Low cost SAW Packaging Technique,» *Etat-Unis Brevet 5059848*, 1991.
- [63] D.E. Cullen et R.A. Wagner, «Vacuum Encapsulation for Surface Acoustic Wave (SAW) Device Wagner,» *Etat-Unis Brevet 4213104*, 1980.
- [64] D. Royer et E. Dieulsaint, *Onde Elastiques dans les Solides TOME 1*, 1996: Masson, Paris.
- [65] G. Carlotti, G. Socino, A. Petri et E. Verona, *Appl. phys. Lett.*, vol. 51, p. 1889, 1987.
- [66] S-Ichi Shikata, H. Nakahata et A. Hachigo, *New Diamond and Frontier Carbon technology*, vol. 9, p. 75, 1999.
- [67] V. I. Cherednick et M. Y. Dvoesherstov, *Surface and Bulk Acoustic Waves in Multilayer: Waves in Fluids and Solids Structures*, 2011.
- [68] T. E. Parker, *J. Appl. Phys.*, vol. 50, p. 1360, 1979.
- [69] A. Talbi, F. Sarry, M. Elhakiki, L. Le Brizoual, O. Elmazria, P. Nicolay et P. Alnot, *Sensors and Actuators A*, vol. 128, p. 78, 2006.
- [70] K. Onishi, A. Namba, H. Sato, T. Ogura, S. Seki, Y. Taguchi, Y. Tomita, O. Kawasaki et K. Eda, *IEEE Ultrason. Symp.*, vol. 1, p. 227, 1997.
- [71] Takeuchi Hiroshi ; Jyomura Shigeru ; Nagatsuma Kazuyuki et Ashida Sakichi, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 35, p. 595, 1979.
- [72] F. S. Hickernell, H. D. Knuth, R. C. Dablemont, et T. S. Hickernell, *IEEE Ultrason. Symp.*, p. 345, 1995.
- [73] C. Maerfeld et P. Tournois, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 19, p. 117, 1971.
- [74] J.L. Bleustein, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 13, p. 412, 1968.
- [75] Y.V. Gulyaev, *Sov. Phys. JETP Lett.*, vol. 9, p. 63, 1969.
- [76] R. Stoneley, *Roy. Astron. Proc. London*, vol. 106 Série A, p. 416, 1924.
- [77] K. Sezawa et Kanai, *Bull. Earthquake res. Inst.*, vol. 13, p. 237, 1935.
- [78] J.G. Scholte, *Roy. Astron. Proc. London, Monthly Notices Geophys.*, p. 120, 1947.
- [79] T. Yamashita, K. Hashimoto et M. Yamaguchi, *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 36, p. 3057, 1997.
- [80] M. Yamaguchi, T. Yamashita, K. Hashimoto et T. Omori, *IEEE International Frequency Control Symposium*, p. 484, 1998.
- [81] H. Kando, D. Yamamoto, H. Tochishita et M. Kadota, *Jpn J. Appl. Phys.*, vol. 45, p. 4651, 2006.
- [82] S. Ballandras, V. Laude, H. Majjad, W. Daniau, D. Gachon et E. Courjon, chez *Third Int. Symposium on Acoustic Wave Devices for Future Mobile Communication*

- Systems*, Japan , 2007.
- [83] Y. Shimizu et T. Irino, *IEEE Ultrason. Symp. Proc.* , p. 373, 1983.
- [84] K. Bhattacharjee, A. Shvetsov et S. Zhgoon, *IEEE Freq. Control. Symp.*, p. 135, 2007.
- [85] K. Bhattacharjee, A. Shvetsov, et S. Zhgoon, *Proc. IEEE Ultrason. Symp.*, p. 1886, 2007.
- [86] S. Zhgoon, A. Shvetsov, O. Shteynberg, K. Bhattacharjee et J. Flowers, *Proc. Joint Conf. UFFC IEEE Int.* , p. 1888, 2004.
- [87] <http://www.inficonthinfilmdeposition.com/en/densityandacousticvalues.html>, [En ligne].
- [88] R. E. Chinn, *Ceramography: Preparation and Analysis of Ceramic Microstructures*, Etat-Unis: The American Ceramic Society, 2002.
- [89] G. Lehmann, M. Schreck, L. Hou, J. Lambers et P. Hess, *Diam. Relat. Mater.*, vol. 10, 2001.
- [90] O. Elmazria, S. Zhgoon, L. Le Brizoual, F. Sarry, D. Tsimbal et M.A. Djouadi, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 95, p. 233503, 2009.
- [91] L. Le Brizoual, O. Elmazria, F. Sarry, M. El Hakiki, A. Talbi, et P. Alnot, *IEEE Ultrason.*, vol. 45, p. 100, 2006.
- [92] T. Shiosaki, T. Yamamoto et A. Kawabata, *Proc. IEEE Ultrason. Symp.*, p. 814, 1977.
- [93] T. Shiosaki, Y. Mikamura, F. Takeda et A. Kawabata, *IEEE Ultrason. Symp.*, p. 186, 1985.
- [94] T. Shiosaki, T. Yamamoto et A. Kawabata, *Proc. IEEE Ultrason. Symp.* , p. 814, 1977.
- [95] L. Le Brizoual, O. Elmazria, F. Sarry, M. El Hakiki, A. Talbi, et P. Alnot, *IEEE Ultrason.*, vol. 45, p. 100, 2006.
- [96] P. W. Krempel, G. Schleinzner et W. Wallnöfer, *Sens. Actuat. A*, vol. 61, p. 361, 1997.
- [97] J. Hornsteiner, E. Born et E. Riha, *Phys. Stat. Sol. (a)*, vol. 163 R3, 1997.
- [98] M. Pereira da Cunha, R. J. Lad, T. Moonlight, G. Bernhardt et D.J. Frankel, *Proc. IEEE Ultrason. Symp.*, p. 205, 2008.
- [99] M. Honal, R. Fachberger, T. Holzheu, E. Riha, E. Born, P. Pongratz et A. Bausewein, *Proc. IEEE/EIA Int. Freq. Contr.Symp.* , p. 113, 2000.
- [100] R. Yue, Ya. Wang, Yo. Wang et C. Chen, *Appl. Surf. Sci.*, vol. 148, p. 73, 1999.
- [101] H. C. Kang, S. H. Seo, J. W. Kim et D. Y. Noh, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 80, p. 1364, 2002.
- [102] J. Chaudhuri, L. Nyakiti, R.G. Lee, Z. Gu, J.H. Edgar et J.G. Wen, *Mater. Charact.*, vol. 58, p. 672 , 2007.
- [103] M. Pekar!íková, M. Hofmann, S. Menzel, H. Schmidt, T. Gemming et K. Wetzig, *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq.Control.*, vol. 52, p. 911, 2005.
- [104] J. C. Chaston, *Platinum Metals Rev.*, vol. 9, p. 51, 1965.
- [105] R. M. Tiggelaar, R. G. P. Sanders, A. W. Groenland et J. G. E. Gardeniers, *Sens. Actuat. A*, vol. 152, p. 39, 2009.
- [106] J. Thiele et M.P. da Cunha, *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 52, p. 545, 2005.

-
- [107] V. Lindroos, M. Tilli, A. Lehto et T. Motooka, Handbook of Silicon Based MEMs Materials and Technologies.
- [108] T. Aubert, «These de doctorat,» Université de Nancy, Nancy, 2010.
- [109] H.C. Kang, S.H. Seo, H.W. Jang, D.H. Kim, J.W. Kim et D.Y. Noh, *Appl. Phys. A*, vol. 77, p. 627, 2003.
- [110] Z. Gu, J. H. Edgar, C. Wang et D.W. Coffey, *Am. Ceram. Soc.*, vol. 89, p. 2167, 2006.
- [111] H. C. Kang et D. Y. Noh, *J. Appl. Phys.*, vol. 98, p. 044908, 2005.
- [112] M.N. Hamidon, V. Skarda, N.M. White, F. Krispel, P. Krempl, M. Binhack et W. Buff, *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control.*, vol. 53, p. 2465, 2006.
- [113] J.W. Lee, I. Radu et M. Alexe, *J. Mater. Sci.*, vol. 13, p. 131, 2002.
- [114] J. Hornsteiner, E. Born, G. Fischerauer et E. Riha, *Proc. IEEE Int. Freq. Contr. Symp.*, p. 615, 1998.
- [115] R. Hauser, L. Reindl et J. Biniash, *Proc. IEEE Ultrason. Symp.*, p. 192, 2003.
- [116] W. Buff, M. Binhack, S. Klett, M. Hamsch, R. Hoffmann, F. Krispel et W. Wallnöfer, *Proc. IEEE Ultrason. Symp.*, p. 187, 2003.
- [117] R. Fachberger, G. Bruckner, R. Hauser, C. Ruppel, J. Biniash et L. Reindl, *Proc. IEEE Ultrason. Symp.*, p. 1223, 2004.
- [118] http://mems.caltech.edu/courses/EE40/Tables/02_Properties_of_Semiconductors.pdf, [En ligne].
- [119] T. Aubert, O. Elmazria, B. Assouar, L. Bouvot, M. Hehn et S. Weber, *IEEE Transac. Ultrason. Ferr.Freq. Control*, vol. 58, p. 603, 2011.

« La connaissance s'acquiert par l'expérience, tout le reste n'est que de l'information. »

Albert Einstein

Chapitre II

Techniques expérimentales

| | |
|---|-----------|
| II.1. Dépôt des couches de ZnO et d'AlN par pulvérisation réactive magnétron | 57 |
| II.1.1. Principe général..... | 58 |
| II.1.2. Mécanismes de formation d'une couche mince..... | 59 |
| II.1.3. Bâties de dépôts utilisés et diagnostic in-situ de l'épaisseur | 61 |
| II.2. Techniques de caractérisation des matériaux | 65 |
| II.2.1. Diffraction des rayons-X..... | 65 |
| II.2.2. Microscopie électronique à transmission..... | 70 |
| II.2.3. Spectrométrie de masse à ionisation secondaire | 71 |
| II.2.4. Caractérisation mécanique par « scratch test »..... | 72 |
| II.2.5. Autres techniques | 73 |
| II.3. Procédé de fabrication des IDTs - Lithographie UV | 73 |
| II.4. Caractérisation électrique | 75 |
| II.4.1. Caractérisation <i>ex-situ</i> sous pointes..... | 75 |
| II.4.2. Mesures <i>in-situ</i> : Calibration, préparation et intégration des échantillons dans le réacteur à magnétron..... | 76 |
| Bibliographie | 80 |

Chapitre II

Techniques expérimentales

La fabrication de dispositifs SAW et de microsystèmes en général requiert une connaissance multidisciplinaire et donc des compétences et un savoir-faire dans de nombreux domaines. En effet, la mise en place de cette technique regroupe un large panel de savoirs qui va de la physique théorique (propagations des ondes...) à la chimie minérale.

Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, la propagation des ondes de surface est largement influencée par les caractéristiques des matériaux. C'est pourquoi, la maîtrise des paramètres mis en jeu dans la réalisation de ces dispositifs et la connaissance des procédés de fabrication sont indispensables pour l'amélioration de leurs performances.

Ce chapitre traite des méthodes de dépôt de couches minces, de techniques de caractérisation et protocoles expérimentaux qui nous ont été nécessaires tout au long de cette étude pour réaliser les hétérostructures AlN/IDT/ZnO/Si et AlN/IDT/AlN/Saphir.

II.1. Dépôt des couches de ZnO et d'AlN par pulvérisation réactive magnétron

Il existe différentes techniques de dépôt pour la réalisation de couches de ZnO et d'AlN, les plus connues étant : la pulvérisation cathodique [1] [2] [3], le dépôt chimique en phase vapeur (ou CVD pour l'anglais *chemical vapor deposition*) [4] [5], le sol-gel [6] [7], l'évaporation [8] [9], l'épitaxie par jets moléculaires (MBE pour *Molecular Beam Epitaxy*) [10] [11] ou encore l'ablation laser [12] [13]. Bien évidemment cette liste n'est pas exhaustive puisqu'il existe une multitude de méthodes de dépôt de couches minces présentant chacune ses propres spécificités. Il est à préciser que les caractéristiques des films, tant au niveau structural que morphologique, varient d'une technique à une autre. La méthode doit être choisie selon les applications ou les objectifs visés.

Pour nos dépôts de couches (ZnO, AlN, Al (IDTs), Ta-Pt (IDTs)), nous avons choisi d'utiliser la technique de dépôt de type pulvérisation cathodique. Ce choix est essentiellement motivé par notre connaissance relative en ce bâti de dépôt mais aussi parce qu'il se prête facilement à une utilisation en milieu industriel.

L'utilisation de la méthode par pulvérisation cathodique pour les dépôts des couches minces est largement étendue en laboratoire mais aussi en industrie du fait, notamment, de sa facilité de mise en œuvre et de sa possibilité de réaliser des dépôts très denses avec des épaisseurs relativement uniformes sur plusieurs pouces. Mais son atout majeur réside dans le fait qu'elle peut être utilisée pour l'élaboration d'une large gamme de matériaux allant des métaux, oxydes et nitrures.

II.1.1. Principe général

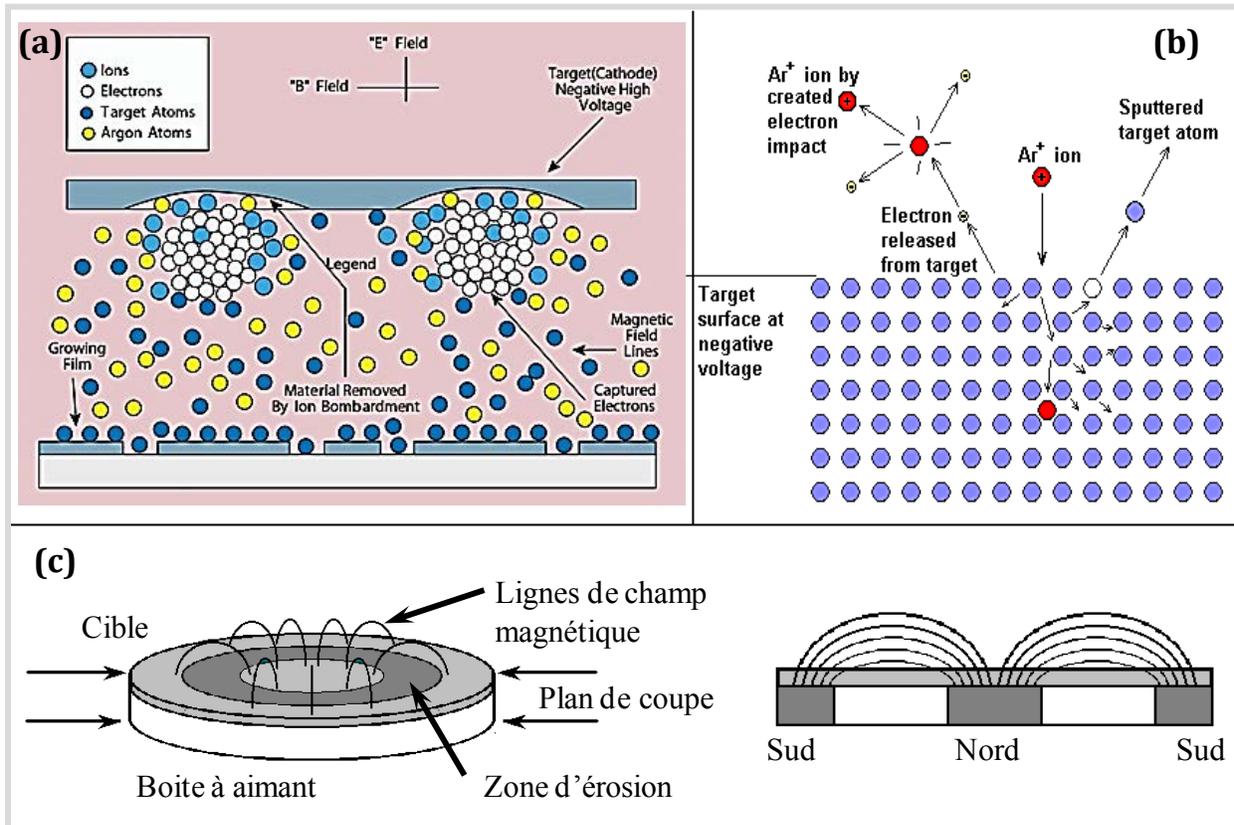


Figure II-1 : (a) Représentation schématique du principe de pulvérisation cathodique magnétron [14]. (b) Parcours plausible d'un ion [15]. (c) Schéma d'une cathode magnétron plane et représentation des lignes de champ magnétique [16].

La technique de pulvérisation cathodique compte plusieurs variantes, nous allons ici développer celle que nous avons utilisée au cours de ce travail à savoir : la **pulvérisation cathodique réactive magnétron** (Figure II-1(a)). Son principe repose sur le bombardement d'ions du matériau à déposer (cible) par l'intermédiaire d'un plasma froid. La création du plasma froid se fait par l'application d'une différence de potentiel entre une cathode (cible) et une anode (les parois du réacteur, le substrat...) dans un gaz réactif (O_2 , N_2 ...), ou non, à faible pression (10^{-4} mbar). Grâce au champ électrique E appliqué, les électrons se déplacent ionisant ainsi sur leur passage certains atomes de leur environnement. Les ions créés dans la décharge sont accélérés dans la gaine cathodique et acquièrent ainsi une énergie qu'ils libèrent lors de leur impact à la surface de la cible. Cet impact peut donner lieu à différents événements : l'éjection d'un atome par transfert de quantité de mouvement, l'implantation de l'ion incident, la réflexion de l'ion incident

neutralisé par transfert de charge ou l'émission d'électrons qui serviront à entretenir la décharge (Figure II-1(b)). Afin d'accroître la vitesse de dépôt, les machines sont généralement équipées d'un dispositif magnétron qui permet de confiner les ions au voisinage de la cible (Figure II-1(c)). L'augmentation de la densité ionique se fait à partir d'aimants situés sous la cible qui crée un champ magnétique B à la surface. La superposition du champ électrique au champ magnétique (perpendiculairement à E) crée des lignes de champ qui piègent les électrons secondaires. La force de Lorentz induite provoque un mouvement hélicoïdal des électrons augmentant ainsi la longueur de leur trajectoire et, de ce fait, leur efficacité d'ionisation. Notons, par ailleurs, que le plasma peut être soit généré par décharge cathodique continue (DC) ou par décharge radiofréquence (RF).

Les dépôts se font en considérant plusieurs paramètres fondamentaux qui caractérisent la technique utilisée (température, pression, puissance...) et dépendant fortement de la nature du substrat, de son orientation ainsi que du matériau à déposer. Chaque paramètre influence de façon indépendante sur les caractéristiques des couches mais aussi de manière concomitante par rapports aux autres paramètres. Ainsi, afin de maîtriser le dépôt et parvenir à l'obtention de couches de bonne qualité, il est indispensable de comprendre les processus fondamentaux intervenant lors de la croissance des couches minces.

II.1.2. Mécanismes de formation d'une couche mince

De façon générale, un atome arrivant à la surface d'un substrat cède une partie de son énergie cinétique et devient ainsi un atome faiblement lié (adatome) qui va diffuser ensuite sur la surface du substrat pour se fixer sur un site de plus basse énergie. Les atomes ajustent leur position (diffusion massique) grâce à l'énergie cédée par les nouveaux adatomes arrivant à la surface, facilitant ainsi un réarrangement à la surface. La croissance résultante des couches peut alors suivre différents modes (Figure II-2).

Croissance Volmer-Weber (ou croissance par îlots ou croissance tridimensionnelle (3D)) :

Dans la croissance dite de Volmer-Weber (VW), les interactions adatome-adatome sont plus fortes que celle d'un adatome avec la surface. Ainsi, pendant la première phase du processus, les films ont tendance à former des monticules ou des îlots en trois dimensions à la surface du substrat (nucléation). Au fur et à mesure de la croissance, d'autres îlots naissent, les îlots déjà existants s'élargissent et/ou coalescents avec d'autres îlots jusqu'à l'obtention d'un film continu couvrant intégralement la surface du substrat. Elle est souvent à l'origine de structures poreuses ou colonnaires (Figure II-2 (b)).

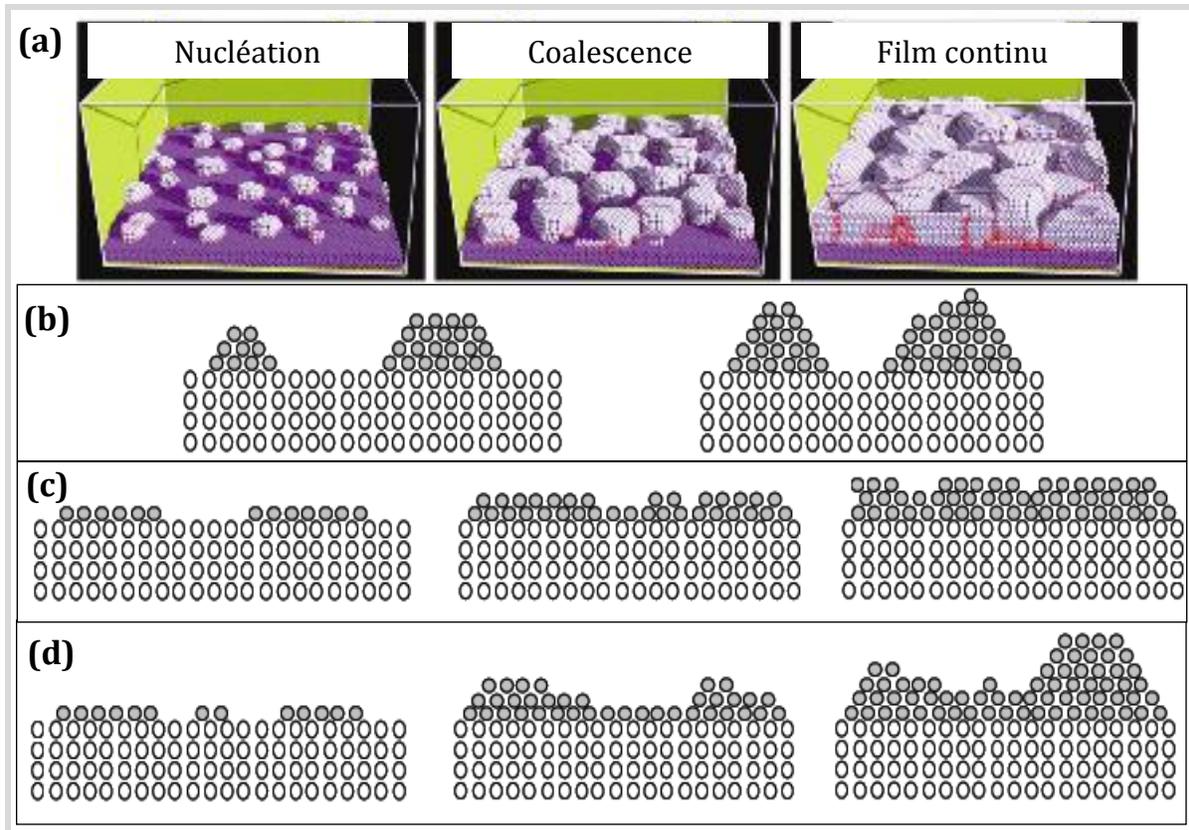


Figure II-2 : (a) Représentation schématisée des étapes de nucléation et de coalescence jusqu'au film continu [17]. Représentation des trois modes de croissance d'un film sur un substrat : (b) Volmer-Weber (c) Frank-van der Merwe (d) Stranski-Krastanov.

Croissance Frank-van der Merwe (ou croissance bidimensionnelle (2D) ou couche par couche)

La croissance Frank-van der Merwe (FVM) est favorisée lorsque l'énergie de liaison entre les atomes déposés est moindre ou égale à celle entre la couche mince et le substrat. En théorie, les adatoms se déposent et s'organisent sur la surface du substrat en remplissant complètement la première couche avant la création d'un autre niveau. En réalité, la couche suivante se nucléée avant que la couche précédente soit terminée. Contrairement à la croissance par ilots, la croissance couche par couche exige une plus grande mobilité des adatoms. Ce type de croissance est souvent favorisé dans la croissance dite homoépitaxiale (Figure II-2 (c)).

Croissance Stranski-Krastanov :

Le troisième mode de croissance, nommé Stranski-Krastanov (SK), est une combinaison des deux modes précédents. Les films se développent, tout d'abord, dans un mode de couche

par couche pouvant aller jusqu'à plusieurs monocouches d'épaisseur. Au-delà d'une épaisseur critique, qui dépend des propriétés chimiques et physiques tels que les énergies de surface, le désaccord de maille couche-substrat ou le potentiel chimique du film déposé, la croissance se poursuit par nucléation et coalescence d'îlots (Figure II-2 (d)).

Ces éléments restent assez limités puisqu'ils donnent une description des mécanismes qu'au tout début des stades de la croissance et ne renseignent pas sur les processus pouvant être induit dans la réalisation de couches épaisses.

II.1.3. Bâtis de dépôts utilisés et diagnostic in-situ de l'épaisseur

La synthèse des dépôts des couches de ZnO et d'AlN pour les applications haute température (HTs), discutée dans le chapitre III, a été réalisée dans un bâti de pulvérisation cathodique réactive magnétron de type industriel de chez Alliance Concept (DP650 : appellation industrielle) à pilotage automatique (AC 3000) dont les caractéristiques sont représentées sur la Figure II-3. Celui-ci est composé typiquement d'une chambre de réaction en acier inoxydable et d'un sas à commande manuelle de chargement et de déchargement du porte-substrat. Le porte-substrat est une monoplaque capable de porter des substrats jusqu'à 3 pouces de diamètre (Figure II-3(d)). Les substrats sont chargés sous vide primaire (pompe 2033SD ALCATEL) à partir du sas dont son rôle est de transférer les échantillons jusqu'au porte-(porte-substrat) de l'enceinte principale (10^{-7} mbar) (Figure II-3(e)). Ce porte-(porte-substrat) est mobile en rotation motorisée et est équipé d'une source chauffante pouvant atteindre 700°C, d'un dispositif de mesure et de régulation de la température et d'un système de refroidissement par circulation d'eau. La chambre de réaction contient six cathodes de 100mm de diamètre sur lesquelles peuvent être montées des cibles de nature différente (ZnO, Al (Figure II-3(c)) qui peuvent être polarisées en RF ou en DC, deux lignes d'introduction des gaz, un orifice de pompage secondaire (ATP900 ALCATEL) et deux hublots pour le contrôle visuel. La polarisation RF a été utilisée, dans notre cas, et est réalisé par un générateur de type Huttinger pouvant aller jusque 300W. La distance entre la cathode et le porte-substrat est fixée à 80mm et ne peut être modifiée dans notre configuration.

Les IDTs en Al et en Ta-Pt pour les applications HTs ont été réalisés en polarisation DC dans un bâti de dépôt de type AC450 (Alliance Concept). Les conditions de dépôts utilisés sont résumées dans le Tableau II-1.

Tableau II-1 : Conditions de dépôts utilisées pour les couches d'Al, Ta, et Pt.

| | Al, Ta, Pt |
|----------------------------|-------------------|
| Pression de travail (mbar) | $3 \cdot 10^{-3}$ |
| Puissance RF (W) | 100 |
| Température du dépôt (°C) | Ambiante |

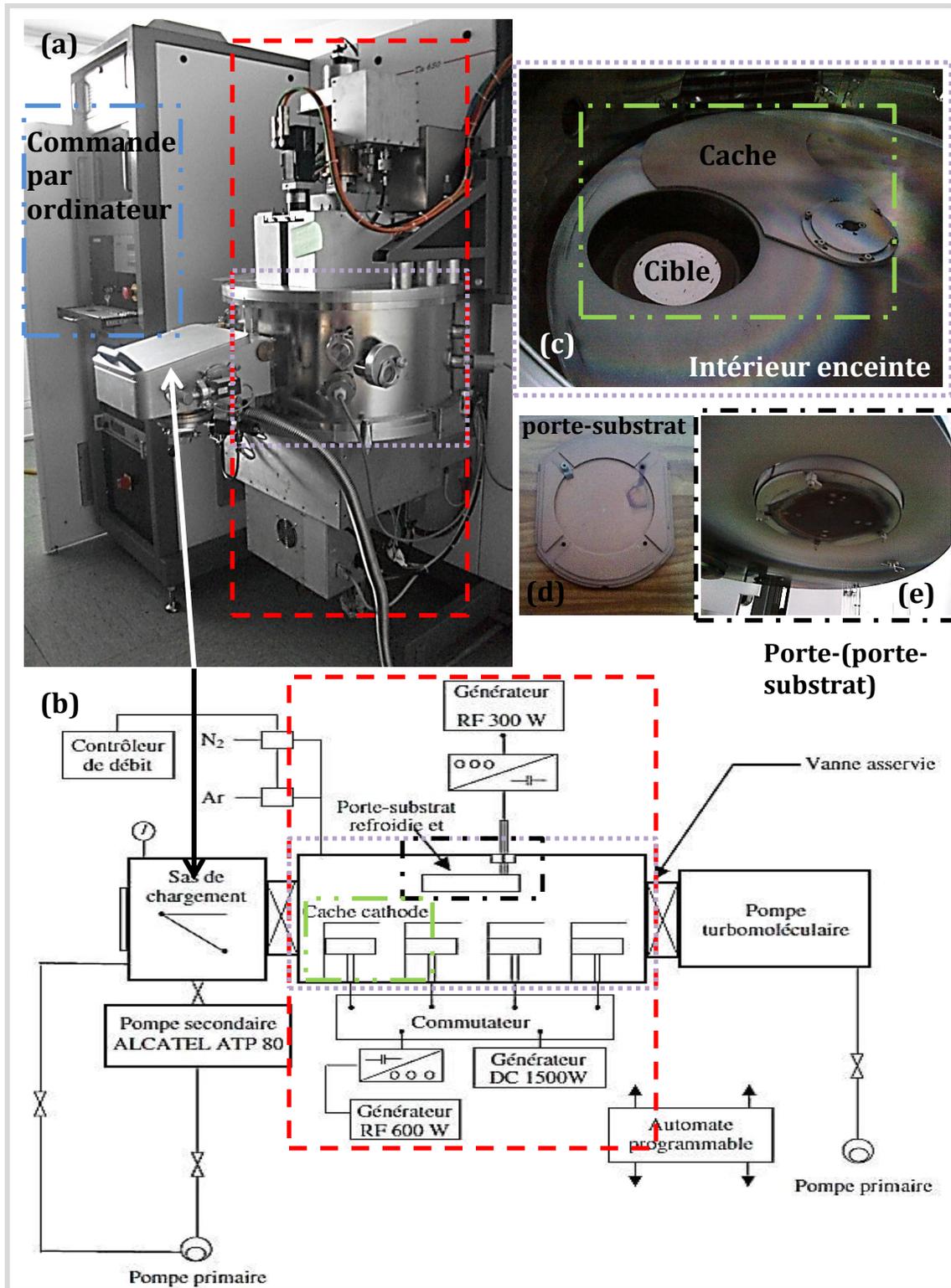


Figure II-3 : Photos (a) et schématisation (b) du bâti de pulvérisation magnétron de type industriel DP650 (Alliance Concept) utilisé pour la croissance des couches de ZnO et d'AlN pour la haute température. (c) Intérieur du réacteur (cible de ZnO + cache). (d) Porte-substrat. (e) Porte-(porte-substrat) à l'intérieur du réacteur.

Le dépôt d'AlN épais s'est fait également par pulvérisation cathodique magnétron. Cependant, le réacteur que nous avons utilisé ne s'apparente pas à celui de la Figure II-3 puisqu'il a été conçu en laboratoire par M. Philippe Pigeat, chargé de recherche CNRS de l'institut Jean Lamour (IJL) avec qui nous avons étroitement collaboré pour la réalisation de ce travail (Figure II-5).

Ce réacteur présente l'avantage, contrairement à une machine industrielle, de posséder une flexibilité considérable nous permettant de modifier le dispositif expérimental en fonction de nos besoins. Il est de plus équipé d'un système de contrôle *in-situ* de l'épaisseur des dépôts ce qui représente un avantage non négligeable pour nos applications (Figure II-5(4)). Cette souplesse nous a permis d'ajouter des passages à vide équipés de connecteurs SMA pour la RF. Il est ainsi possible d'assurer une connexion durant le dépôt entre le dispositif SAW et un analyseur de réseau. La caractérisation *in situ* de la réponse fréquentielle du dispositif est alors possible en temps réel durant le dépôt d'AlN.

Le contrôle *in situ* de l'épaisseur se fait par réflectométrie interférentielle qui est un diagnostic optique spectroscopique. Son principe est basé sur le phénomène interférentiel (Figure II-4).

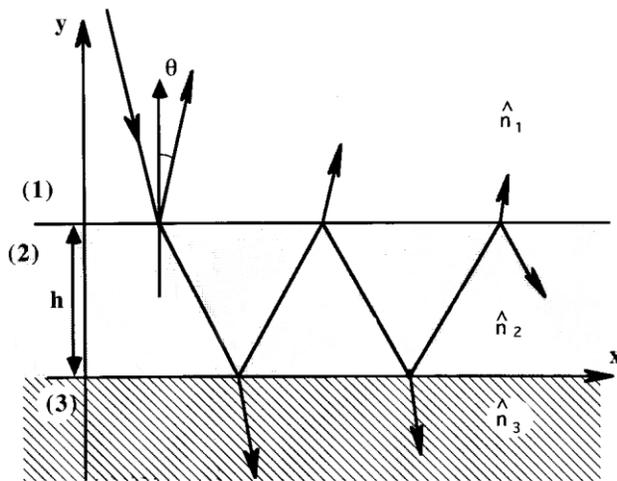


Figure II-4 : Représentation schématique du phénomène interférentiel dans une structure à deux indices optiques différents [18].

Un faisceau lumineux d'intensité constante est envoyé sur l'échantillon qui subit des réflexions multiples au sein du matériau. A chaque instant t du dépôt et à une longueur d'onde λ donnée, le rayonnement réfléchi $R(t)$ est enregistré (Figure II-5(4)). La courbe caractéristique obtenue est transcrite sur une table traçante et sur un ordinateur. Notons que le signal ainsi enregistré ne considère pas les photons du plasma puisque la source lumineuse est modulée et que la partie des rayons réfléchis est rectifiée par une détection synchrone. Grâce à cet enregistrement et à la connaissance des valeurs des indices optiques des matériaux, on peut aisément remonter à la valeur de l'épaisseur mais également aux caractéristiques optiques.

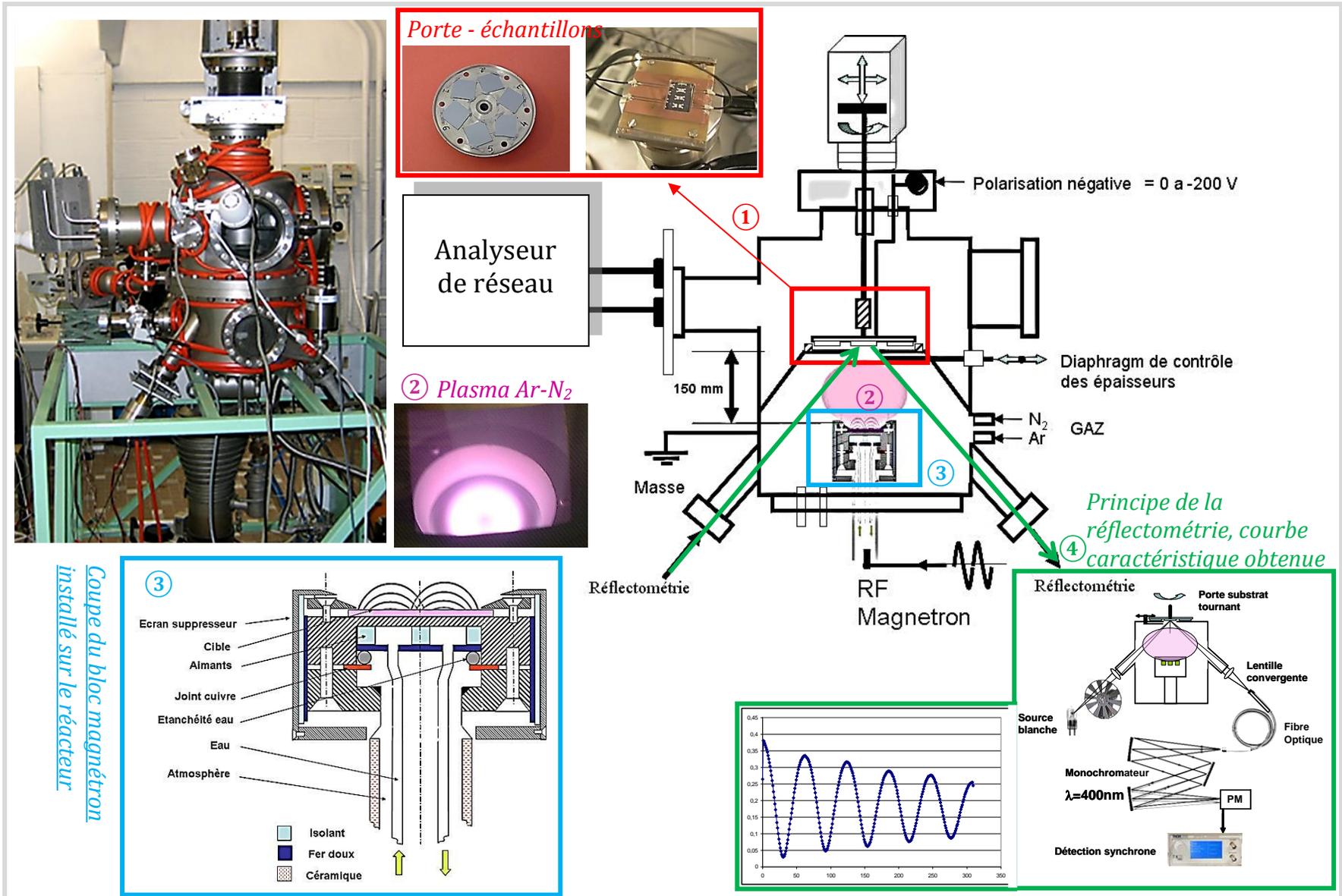


Figure II-5 : Récapitulatif du bâti de pulvérisation magnétron utilisé pour la caractérisation électrique in-situ des échantillons et le diagnostic in-situ de l'épaisseur des films par réflectométrie interférentielle [18].

II.2. Techniques de caractérisation des matériaux

L'utilisation de moyens de caractérisation structurale permet, d'une part d'optimiser et de maîtriser les propriétés des dépôts de couches minces mais aussi et surtout d'apporter des éléments dans l'interprétation des propriétés physiques des matériaux.

La structure cristalline et la morphologie des couches ont été étudiées par diffraction des rayons X (DRX), par microscopie à force atomique (AFM), microscopie électronique à balayage et à transmission (MEB et MET). Les propriétés mécaniques (adhésions, déformations..) de surface ont été estimées par le biais de « scratch test ».

II.2.1. Diffraction des rayons-X

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique non destructive de caractérisation des matériaux capable de fournir des informations détaillées sur leur structure cristallographique et leur composition de phase.

L'intérêt de cette méthode est qu'elle permet de distinguer les différentes formes de cristallisation d'un même composé. Cependant, elle ne peut généralement pas permettre d'identifier des composés amorphes et ne s'applique donc qu'à la matière cristalline. Cette technique est donc complémentaire à l'analyse élémentaire.

Trois diffractomètres différents ont été utilisés pour étudier la structure de nos films à savoir :

- **D8 Advance-Bruker**, montage de Bragg-Brentano ($\text{CuK}\alpha_1$: $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$)
- **X Pert pro MRD-PANalytical**, géométrie d'Euler ($\text{CuK}\alpha$: $\lambda = 1,54180 \text{ \AA}$)
- **D8 Discover -Bruker AXS**, géométrie d'Euler ($\text{CuK}\alpha$: $\lambda = 1,79026 \text{ \AA}$)

Notons que, sur un même diffractomètre, différentes configurations peuvent être utilisées suivant les caractéristiques à analyser. C'est donc ce que nous verrons par la suite.

Principe général de la DRX - Loi de Bragg :

Chaque matériau cristallin présente une signature cristallographique typique de son réseau cristallin. Un réseau cristallin est une distribution tridimensionnelle des atomes dans l'espace qui sont disposés en plans parallèles séparés l'un de l'autre d'une distance d , qui varie en fonction de la nature du matériau et définis par leurs indices de Miller (hkl).

Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatique de longueur d'onde λ est projeté sur un matériau cristallin dans un angle θ , la diffraction se produit uniquement lorsque la distance

parcourue par les rayons réfléchis à partir des plans successifs diffère par un nombre entier n de longueurs d'onde : c'est la loi de Bragg (Figure II-6).

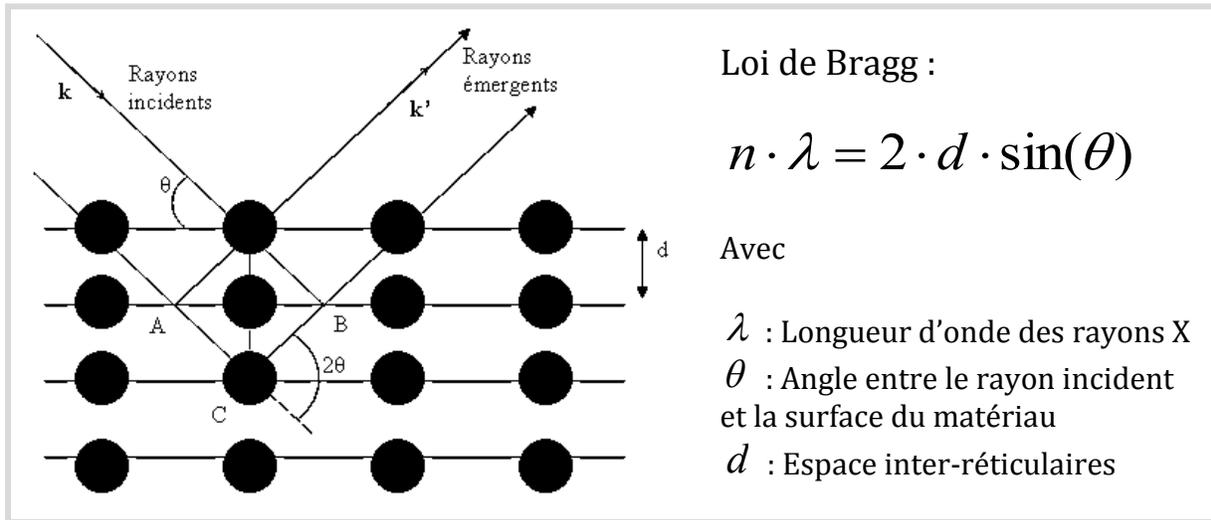


Figure II-6 : Schématisation de la loi de Bragg et son équation [19].

Configuration en θ - 2θ

Pour l'étude de nos couches, nous avons utilisé le montage en configuration θ - 2θ (« thêta-deux thêta ») qui permet de faire diffracter uniquement les familles de plans parallèles à la surface du substrat et ainsi de définir le cas échéant une orientation privilégiée des films parallèle à la normale du substrat. Dans cette configuration, le tube à rayons X est fixe, l'échantillon bouge d'un angle θ et le détecteur de rayons X d'un angle 2θ . La représentation graphique des positions angulaires et les intensités des pics diffractés produit un diffractogramme dit en « θ - 2θ » qui est caractéristique de l'échantillon.

Le diffractogramme obtenu nous permet de définir la texture, le niveau de cristallisation, la composition de phase, les microdéformations et les effets de taille des films mais aussi de calculer, grâce à la relation de Bragg, la distance inter-réticulaire d . Celle-ci nous permet d'en déduire les paramètres de maille du matériau perpendiculaire au plan du substrat et ainsi de mesurer son état de contrainte. Tout ceci a été réalisé à l'aide des diffractomètres D8 Advance-Bruker et X Pert pro MRD-PANalytical.

Pour une comparaison correcte des propriétés des films entre eux, les positions des réflexions ont été, à chaque fois, normalisées par rapport à la réflexion du substrat. Notons, cependant, que le diffractomètre D8 Advance-Bruker est un appareil automatique qui ne permet pas de réaliser des réglages préalables. Ainsi, les positions des pics ont été rectifiées après traitement en fonction de la position de la réflexion du substrat prise dans les fiches JCPDS (cf. Annexes). Les intensités des pics ont été, quant à eux, normalisées par rapport à l'intensité de la réflexion du substrat et de l'épaisseur des couches. Notons que lorsque l'on

parle « d'intensité », il s'agit en fait de l'aire sous le spectre de la réflexion considérée qui représente la quantité de matière diffractante.

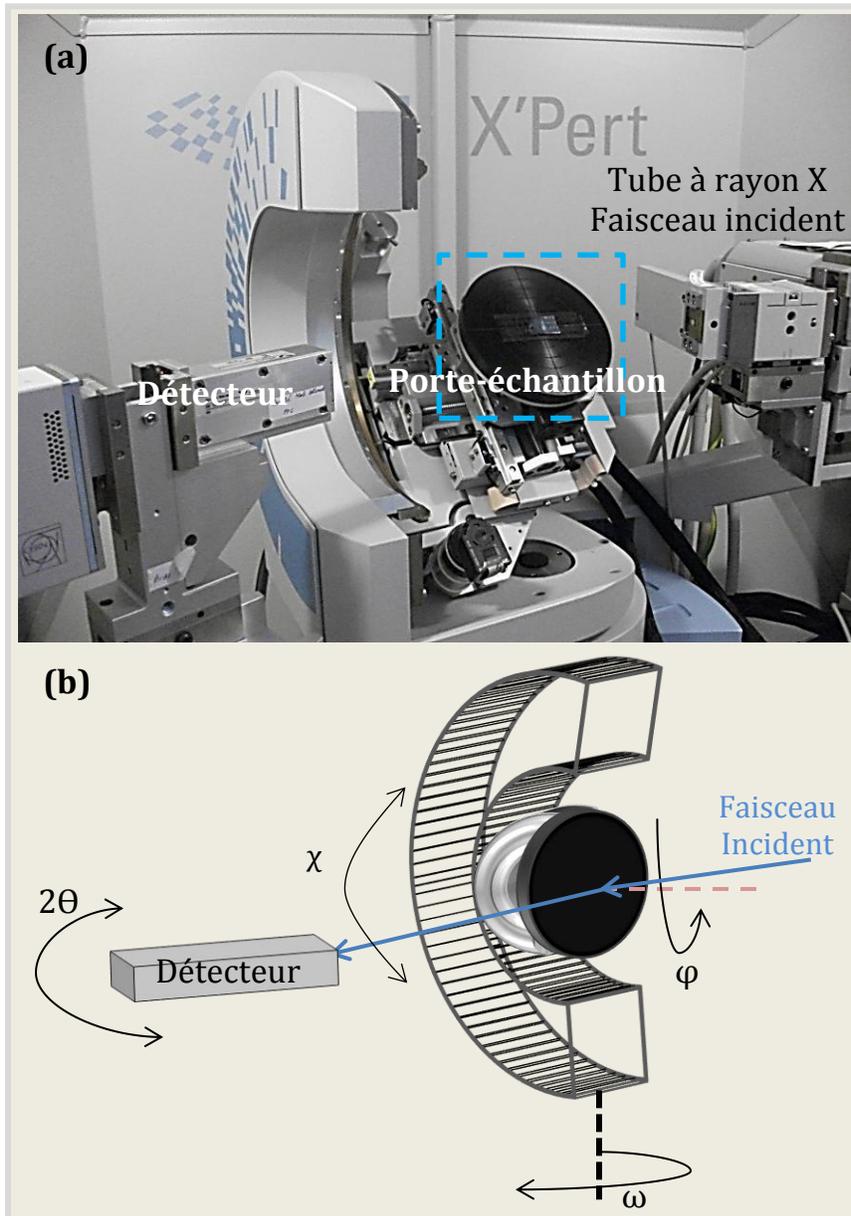


Figure II-7 :

(a) Diffractomètre **X Pert pro MRD-PANalytical** utilisé pour l'analyse de la composition de phase, la cristallisation, la texture dans le plan ou hors du plan des films.

(b) Schématisation du diffractomètre et des rotations possibles.

Mesures des contraintes et origines :

Les couches minces subissent des contraintes qui entraînent des modifications des distances à l'échelle microscopique. Les dimensions latérales du film sont limitées par celles du substrat. La contrainte est donc dite « biaxiale », autrement dit directement liée aux déformations imposées au film (par le substrat). En effet, la contrainte dans la direction de

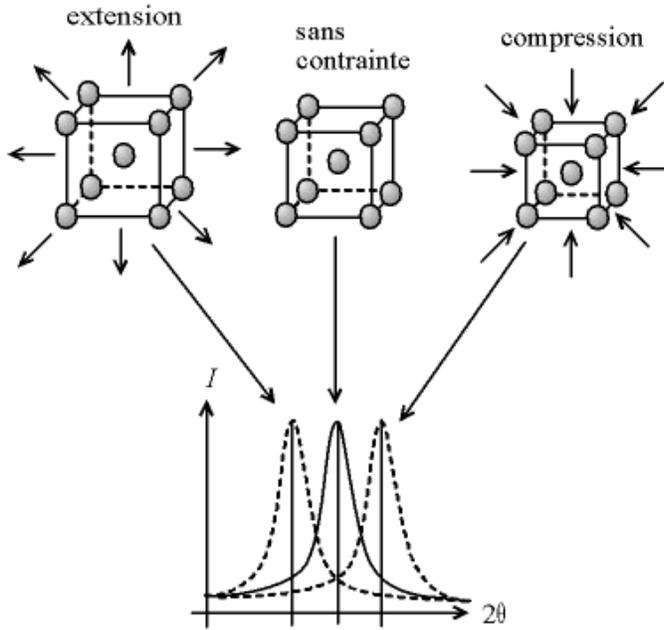


Figure II-8 : Ecart de la position d'un pic de diffraction dû à une contrainte [20].

croissance est souvent admise comme nulle dans la mesure où le film peut librement adapter sa dimension dans cette direction.

Si le cristal est comprimé ou étiré, les distances inter-réticulaires varient. Ceci entraîne une variation d'angle 2θ de réflexion. En mesurant les changements des angles de réflexions, on peut en déduire la déformation de la maille, et donc, à partir des coefficients élastiques, la contrainte résiduelle biaxiale σ_b dans le matériau qui est donné, dans notre cas, par l'expression :

$$\sigma_b = \left(C_{13} - \frac{(C_{11} + C_{12})C_{33}}{2C_{13}} \right) \varepsilon_{zz} \quad \text{Avec} \quad \varepsilon_{zz} = \frac{c_f - c_s}{c_s} \quad (\text{Eq.II-1})$$

Où,

C_{11} , C_{12} , C_{13} et C_{33} : module de rigidité des matériaux,

c_f et c_s : valeur du paramètre c du film et du substrat,

ε_{zz} , déformation selon l'axe z

Les contraintes résiduelles dans les systèmes de films minces sont principalement le résultat d'interaction entre les contraintes épitaxiales dues à la croissance du film sur son substrat, les contraintes d'origine thermique (contraintes extrinsèques) et les contraintes intrinsèques.

Les contraintes épitaxiales sont reliées au désaccord de maille entre le film et le substrat.

Les origines physiques des contraintes intrinsèques sont multiples et sont liées directement au procédé de fabrication : elles varient en fonction de la densité des impuretés et des défauts de la structure présentés dans la couche mince.

Les contraintes thermiques sont des contraintes qui sont générées lors de du refroidissement qui suit le dépôt. En général, la température du substrat durant le dépôt est plus élevée que la température ambiante T_{amb} . Par conséquent, à l'issue du dépôt $T_{dépôt}$, la couche mince subit une déformation thermomécanique qui entraîne dans cette couche des

contraintes extrinsèques. Elles sont dues à la différence des coefficients de dilatation thermique entre le substrat et le film déposé. La contrainte biaxiale de type thermique σ_{th} induite dans le système film/substrat est donnée par l'expression:

$$\sigma_{th} = \left((C_{11} - C_{12}) - \frac{2C_{13}^2}{C_{33}} \right) (\alpha_f - \alpha_s) (T_{dépot} - T_{amb}) \quad (\text{Eq.II-2})$$

Où,

α_f, α_s : Coefficient de dilatation thermique du film et du substrat respectivement.

Rocking-curve (X Pert pro MRD-PANalytical)

Les mesures en rocking-curve (RC) permettent de faire diffracter des grains légèrement désorientés par rapport à la surface de l'échantillon. Elles se font par variation de l'angle d'incidence ω (l'échantillon est alors tourné autour d'un axe perpendiculaire au plan d'incidence - voir Figure II-7 (b)) et à 2θ fixe correspondant au plan parallèle à la surface. La largeur à mi-hauteur (FWHM = Full Width at Half Maximum) de la RC nous donne une information directe sur la mosaïcité des films.

Phi-scan (X Pert pro MRD-PANalytical)

Le mode phi-scan permet de mettre en évidence une éventuelle orientation de la maille de la couche dans le plan du substrat des différents films déposés et est effectué pour les plans (hkl) non parallèles à la surface.

Elle se fait par un balayage autour de l'axe φ à $2\theta/\theta$, ω et χ fixe (cf. Figure II-7(b)) qui permet de sortir les plans (hkl) non parallèles à la surface aux conditions de diffraction.

Cette configuration a été utilisée pour nos couches de ZnO et a été réalisée avec le plan (101) à $2\theta = 36,21^\circ$, $\omega = 18,105^\circ$ et $\chi = 61,57^\circ$.

Figure de pôle (D8 Discover –Bruker AXS)

L'analyse par figure de pôle permet de déterminer la distribution des orientations cristallines dans un film mince cristallin d'un échantillon. Il s'agit d'une méthode fastidieuse mais qui fournit des informations plus complètes par rapport aux autres configurations.

Les figures de pôle des familles de plan (hkl) ont été mesurées par balayage systématique en φ ($0^\circ \leq \varphi \leq 360^\circ$) et en χ ($0^\circ \leq \chi \leq 80^\circ$) à $\theta/2\theta$ fixe pour les plans de réflexions (hkl) (cf. Figure II-7(b)). Le but de cette mesure est d'amener tous les plans de la famille (hkl) aux conditions de diffraction.

Mesures XRD à hautes température (D8 Discover –Bruker AXS)

Des mesures XRD ont été effectuées à haute température (jusqu'à 700°C) en utilisant le diffractomètre D8 Discover –Bruker AXS. Ce diffractomètre est équipé en plus d'un porte-substrat chauffant (Hot Stage DHS1100) et d'un thermocouple. Des diffractogrammes standards en θ - 2θ pour les multicouches AlN/ZnO/Si ont été obtenus.

II.2.2. Microscopie électronique à transmission

Le microscope électronique à transmission (MET) est un instrument particulièrement important pour l'étude structurale locale des matériaux avec une résolution pouvant aller jusqu'à quelques dixièmes de nanomètres en microscopie haute résolution. Il fournit des informations précises sur la qualité morphologique et sur la densité de défauts dans une structure. Là où la diffraction des RX ne donne qu'une structure moyenne sur un volume macroscopique, la diffraction électronique à haute résolution apporte des informations sur la structure cristalline pratiquement à l'échelle de la maille.

Un microscope électronique à transmission standard est composé d'un canon à électrons et d'un ensemble de lentilles dont les fonctions sont analogues à celles d'un microscope optique. Nos échantillons ont été observés dans un MET de type Philips CM20 au Service Commun de Microscopies Electroniques et des Micro-analyses de la faculté des sciences et technologies de Nancy par Monsieur Ghanbaja Jaafar, ingénieur microscopiste puis avec un MET de type FEI CM200 (IJL).

En MET, la qualité de la préparation des échantillons est primordiale. Les échantillons ne doivent pas être trop épais ($< 0,2 \mu\text{m}$) pour que le faisceau d'électron puissent les traverser. Ils doivent donc être réalisés de façon minutieuse. Il existe plusieurs méthodes de préparation qui peuvent différer selon la nature du matériau. Nous allons ici aborder les deux méthodes principalement utilisées pour la réalisation de nos analyses.

Préparation par microclivage

La méthode est plutôt triviale puisqu'elle consiste à « rayer » la surface des matériaux à analyser à l'aide d'une pointe diamantée. Les copaux obtenus sont ensuite transférés, par frottement, sur la grille (le porte échantillon du MET). L'avantage est que ces débris du matériau peuvent se retrouver sur la grille dans des dispositions aléatoires nous donnant la possibilité d'observer sur une même grille la surface et la tranche du matériau. Le microclivage est donc une technique simple, rapide, et peu coûteuse mais néanmoins hasardeuse ce qui présente des limites pour la réalisation d'analyses plus minutieuses comme les multicouches ou quand il s'agit d'analyser un endroit précis d'une hétérostructure.

Amincissement ionique

L'amincissement ionique a été réalisé par un FIB (Focused Ion Beam) de type Fei Strata DB 235 au centrale de technologie de l'Institut d'Electronique de Microélectronique et de Nanotechnologie (IEMN) de Lille par Abdelkrim Talbi, maître de conférence, et David Troadec, ingénieur de recherche CNRS, avec qui nous avons collaboré durant cette thèse.

Le FIB est constitué d'une colonne ionique montée dans un microscope électronique à balayage. Le faisceau d'ions permet d'usiner par gravure une lamelle à l'échelle nanométrique dans une zone précise d'un échantillon. L'abrasion ionique est suivie in situ au moyen du MEB. Le FIB travaille avec une source d'ion gallium (LMIS Ga⁺) d'énergie comprise entre 5 et 30 kV. La taille de la sonde ionique est de l'ordre de 20 nm. Une source d'évaporation métallique de platine est incluse dans l'appareil pour déposer un film protégeant la surface à usiner.

Cette technique permet de préparer tous types de matériaux monophasés ou multiphasés, de toute dureté à l'exception des matériaux très mous ou avec solution liquide.

Notons, par ailleurs, que les images peuvent être réalisées en contraste de diffraction en champ clair (*Bright Field*) ou en champ sombre (*Dark Field*).

Dans le contraste en champ clair, les zones qui diffusent peu donnent une image claire. C'est le cas, par exemple, des trous, des zones riches en éléments légers, des bords de cristaux, des zones cristallines loin de toute position de Bragg. Tandis qu'en champ sombre, les parties qui diffusent beaucoup, ou les parties du cristal en position de Bragg donnent une image claire alors que le reste est sombre.

II.2.3. Spectrométrie de masse à ionisation secondaire

La spectrométrie de masse à ionisation secondaire plus communément dénommée par son acronyme anglais SIMS (*Secondary Ion Mass Spectrometry*) est un procédé d'analyse de surface in situ destructive.

Son principe repose sur la mesure de l'intensité du faisceau d'ions secondaires produits par l'abrasion de l'échantillon à analyser par des ions primaires, en général des ions oxygène, Césium ou Argon. Une partie de la matière pulvérisée est ionisée. Ces ions secondaires sont alors accélérés vers un spectromètre de masse qui permet de mesurer la composition élémentaire, isotopique ou moléculaire de la surface de l'échantillon. Le SIMS est la technique d'analyse de surface la plus sensible, mais présente plus de difficultés dans l'interprétation quantitative par rapport à d'autres techniques.

II.2.4. Caractérisation mécanique par « scratch test »

Le scratch test est un outil dédié à la caractérisation des propriétés mécaniques de surface de films minces et de revêtements. Il fournit des informations sur les propriétés d'adhésion, de fracture et de déformation des matériaux. La technique repose sur la réalisation d'une rayure sur un échantillon en déplacement sous une pointe. Cette pointe en diamant de diamètre $200\mu\text{m}$ est placée en contact avec la surface revêtue sous une charge constante, progressive ou incrémentale (Figure II-9). L'altération du dépôt est observée optiquement sous une certaine charge critique. Cette analyse optique est corrélée aux informations issues des différents capteurs positionnés sur le système : capteur d'émission acoustique, capteur de friction, capteur de profondeur de pénétration. Ces diagnostics complémentaires délivrent une signature unique des propriétés adhésives du revêtement.

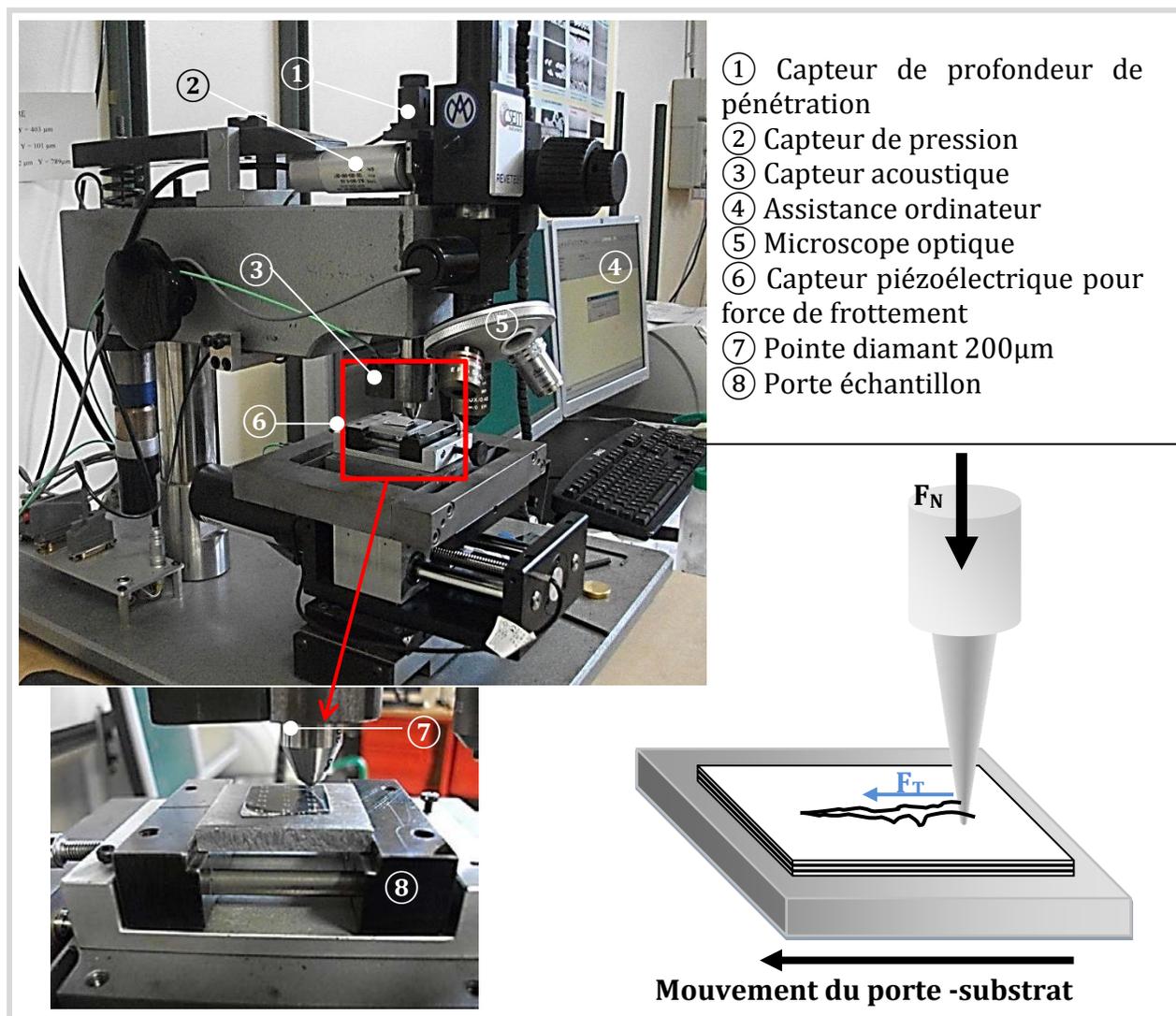


Figure II-9 : « Scratch test » utilisé pour l'étude d'adhésion de l'hétérostructure AlN/ZnO/Si

Cette technique a été utilisée pour établir les propriétés d'adhésion de nos hétérostructures AlN/ZnO/Si et réalisé à l'IJL sur un appareil de type ST3001.

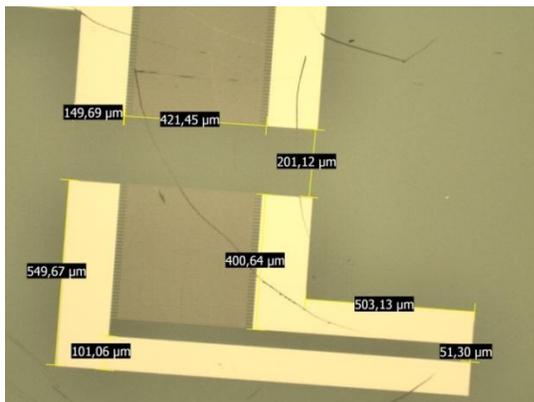
II.2.5. Autres techniques

A titre indicatif, d'autres techniques d'analyse plus communes ont été employées pour la caractérisation de nos couches de ZnO et d'AlN.

Le profilomètre P-16+ (KLA-TENCOR) a, par exemple, servi à estimer l'épaisseur des couches dont les profils ont été réalisés par gravure chimique. Le microscope électronique à balayage (MEB) de type FEI XL30 S-FEG a été utilisé pour analyser la morphologie des films mais aussi pour des mesures d'épaisseur. Le microscope à force atomique (AFM de type Dimension 310) a surtout servi pour l'estimation de la rugosité de surface (RMS= Root Mean Square) en mode tapping.

II.3. Procédé de fabrication des IDTs - Lithographie UV

La lithographie est l'une des techniques les plus importantes pour le développement des circuits intégrés puisque c'est elle qui va dicter l'évolution des systèmes tant au niveau de la réduction des dimensions qu'au niveau du nombre d'intégration des composants sur une puce. La lithographie a pour fonction de créer les IDTs à la surface des échantillons. Elle a été réalisée sur un appareil de type MA 750 de SüssMicrotec situé en salle blanche et fonctionnant à une longueur d'onde de 400nm. La Figure II-11 détaille les différentes étapes de lithographie utiles pour la réalisation de ces électrodes. Dans ce travail, nous avons utilisé des électrodes de type ligne à retard avec trois longueurs d'ondes différentes : 8 μm , 10 μm et 16 μm , un gap de 200 μm et un taux de métallisation de 40% (Figure II-10).



Notons que la gravure de l'aluminium s'est faite par voie humide. Cependant, le tantale et le platine, utilisé comme IDTs pour les applications haute température, sont des matériaux difficile à graver qui se dissout difficilement en solution aqueuse, c'est pourquoi nous avons eu recours à une gravure sèche par faisceau d'ions (IBE = *Ion Beam Etching*).

Figure II-10 : Illustration d'une ligne à retard ayant une longueur d'onde de 10 μm .

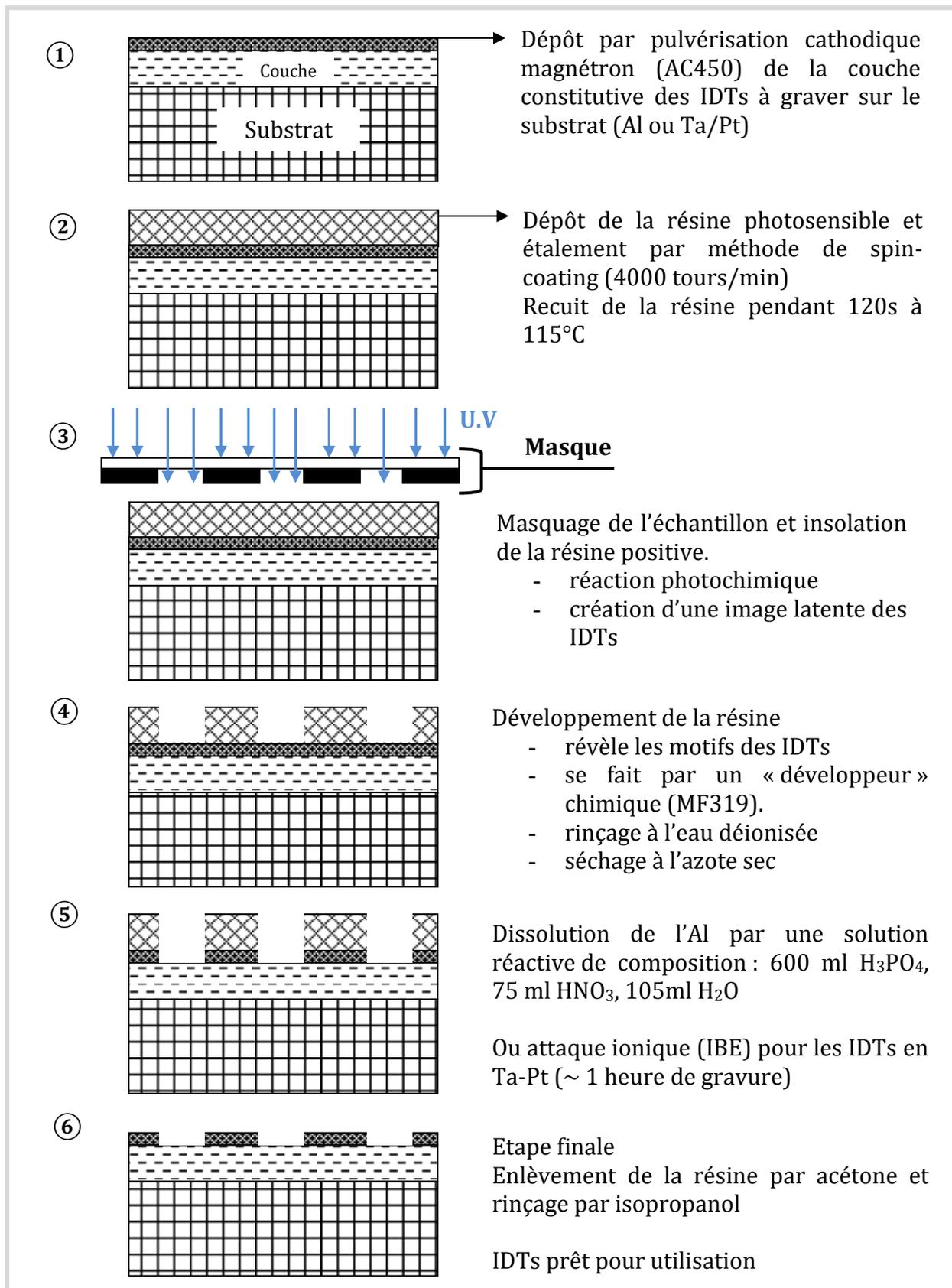


Figure II-11 : Etapes d'un procédé standard de réalisation des IDTs avec utilisation de la lithographie U.V.

II.4. Caractérisation électrique

II.4.1. Caractérisation *ex-situ* sous pointes

Les réponses fréquentielles des dispositifs ont été testées sur un banc de mesure sous pointe relié à un analyseur de réseau de type Agilent N5230A (Figure II-12). Ceci permet de tester directement les micro-dispositifs en s'affranchissant de boîtier ou connections par micro-câblage (*wire-bonding*). Étant relié à un système de chauffage pouvant aller jusqu'à 600°C et à un circuit de refroidissement des pointes (réalisé en laboratoire), il offre, de plus, la possibilité d'effectuer des mesures à haute température ; ce qui nous a permis de réaliser des mesures de TCF (Temperature Coefficient Frequency, Annexe 1) mais également des tests de résistance des dispositifs.

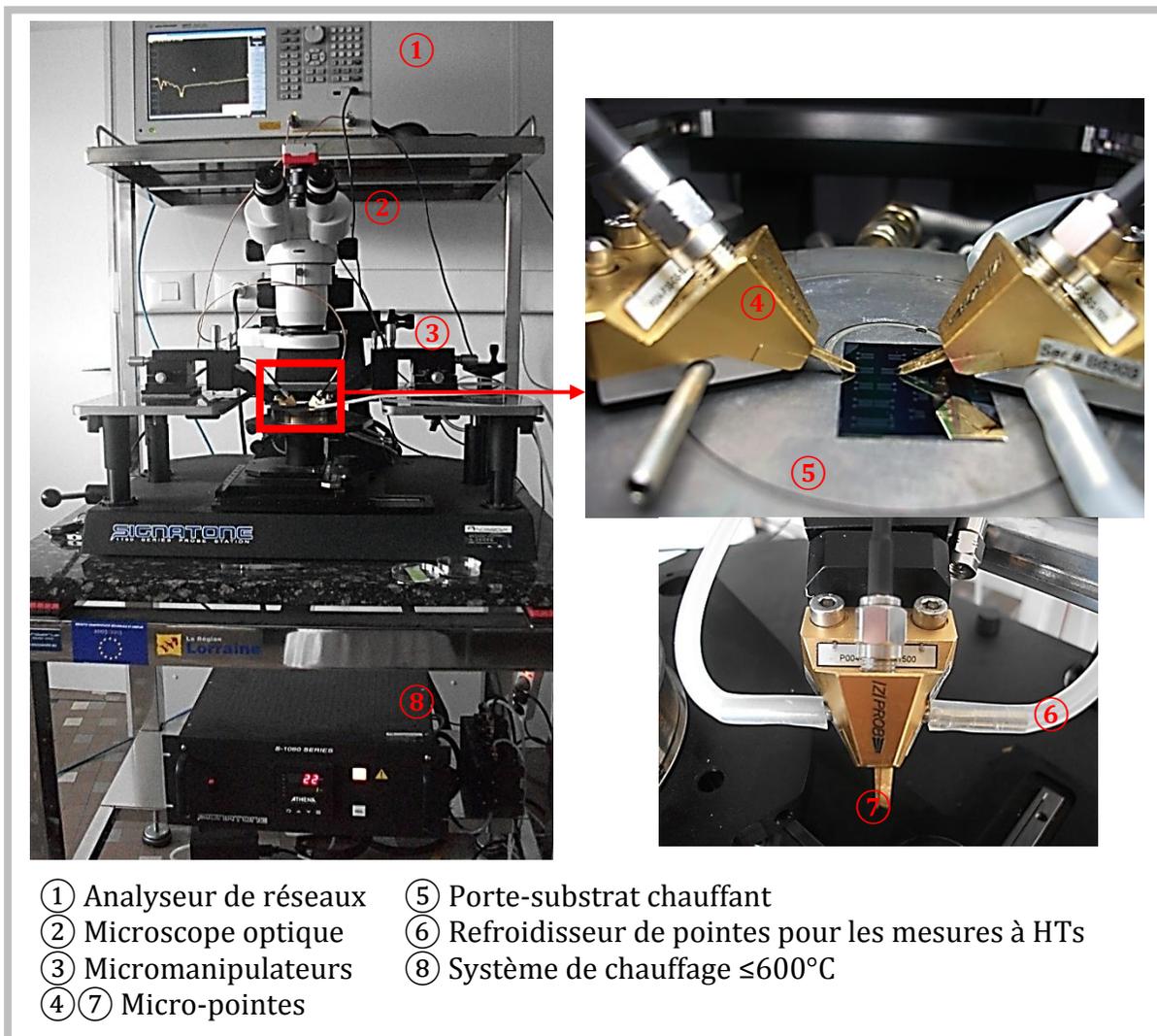


Figure II-12 : Banc de mesure utilisé pour la caractérisation électrique, les mesures de TCF, et de résistance des dispositifs.

II.4.2. Mesures *in-situ* : Calibration, préparation et intégration des échantillons dans le réacteur à magnétron

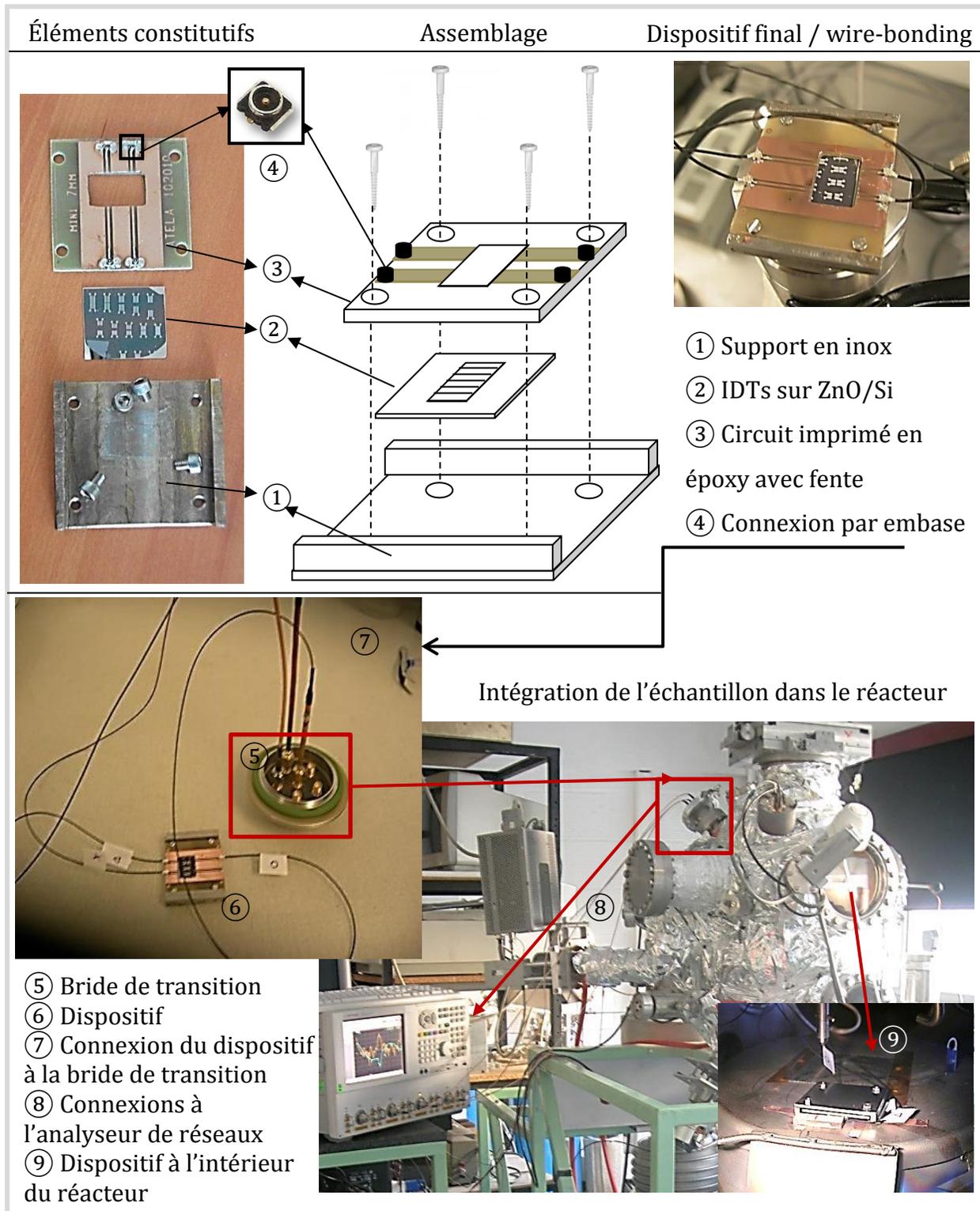


Figure II-13 : Préparation des échantillons et intégration du dispositif final dans le réacteur à magnétron pour les mesures électriques *in-situ*.

Le dispositif réalisé pour les expériences *in-situ* est composé d'un échantillon IDT/ZnO/Si fixé sur un porte-échantillon en inox réalisé pour nos besoins à l'atelier de conception et de fabrication CC EMMANUEL HERE de l'université de Lorraine. Un circuit imprimé (CI) en époxy réalisé spécialement pour ces expériences (au CC EMMANUEL HERE) est ensuite déposé sur le tout. Celui-ci est composé de deux pistes de cuivre pour permettre la caractérisation de deux échantillons simultanément. Les extrémités des pistes sont soudés à des connecteurs de type embase pour permettre l'incorporation de fil à connexion PLUG. Afin de dégager la partie utile des IDTs et permettre l'acheminement des signaux, le CI a été fendu dans son milieu. Après assemblage des composants constitutifs par le biais de vis et intégration des connexions par embase sur le CI, une étape de micro-câblage a été finalement réalisée (pour plus de détail sur le micro-câblage *cf.* Chapitre I). Le dispositif ainsi réalisé est ensuite intégré dans le réacteur à magnétron (Figure II-13 ⑨) par l'intermédiaire d'une bride ultravide et des fils de connexions multiples qui sont reliés directement à un analyseur de réseau (Figure II-14).

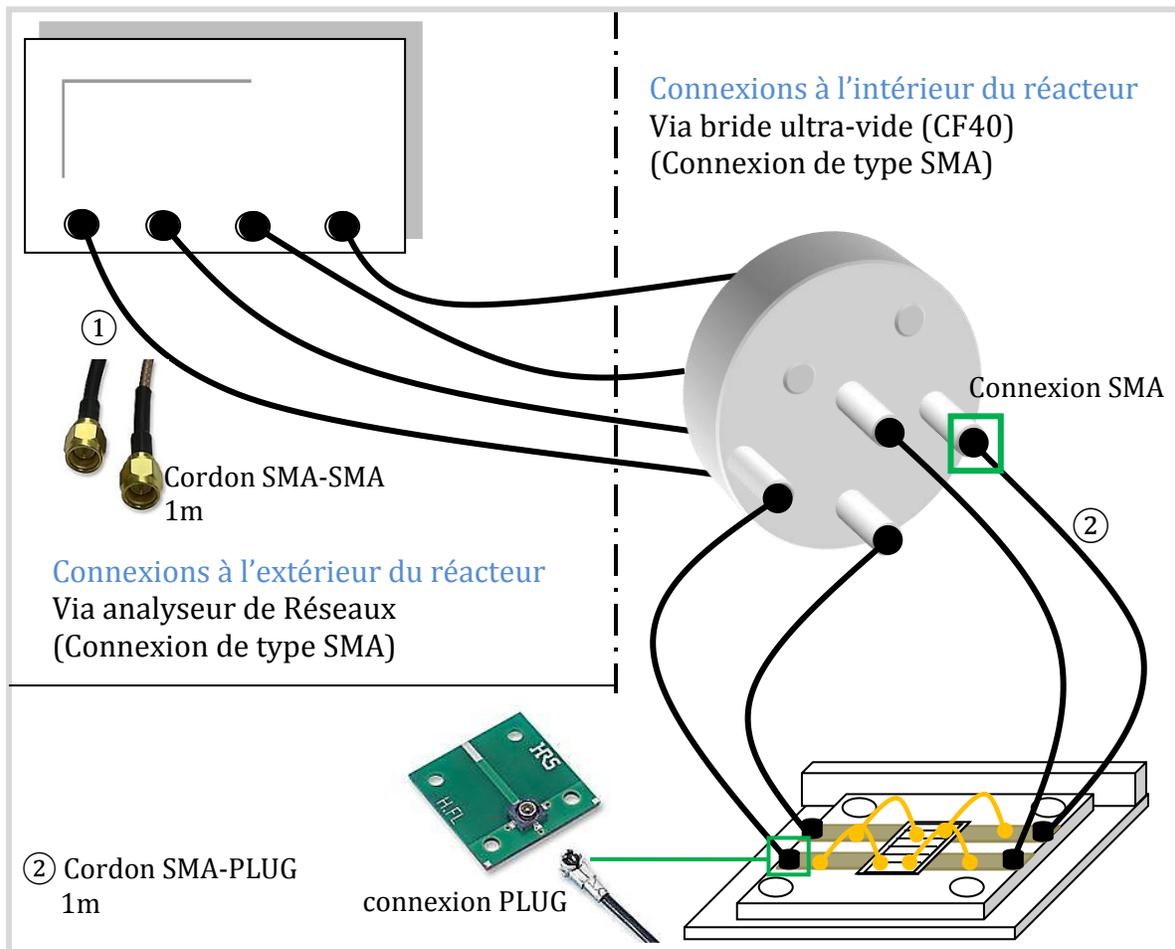


Figure II-14 : Récapitulatif des connexions nécessaires pour l'intégration du dispositif dans la chambre à réaction.

La réalisation de ce montage expérimental demande un nombre important de câbles de connexions de différente nature et d'une bride ultravide. Le signal parcourt ainsi un chemin non négligeable entre l'analyseur de réseau et les connexions de type wire-bonding induisant des pertes considérables ($\sim 10\text{dB}$) (pertes en transmission, phase) dans la réponse finale des dispositifs. Afin de tenir compte, au mieux, des erreurs apportées par la connectique, une étape de calibration a été réalisée.

Le calibrage sert à déterminer la matrice des erreurs systématiques du système de mesure (analyseur, câbles, transitions). Par défaut, l'analyseur de réseau est seulement calibré au niveau de ses connecteurs pour sa puissance de sortie. Il existe des kits de calibration spécifique pour des caractérisations sous pointes. Néanmoins, ces kits ne sont pas adaptés pour un étalonnage de nos dispositifs ; nous avons donc réalisé un jeu de calibration correspondant à nos besoins.

Le principe est de connecter le kit de calibration à la place du dispositif et ainsi de réaliser et d'enregistrer un étalonnage de l'appareil (Figure II-15).

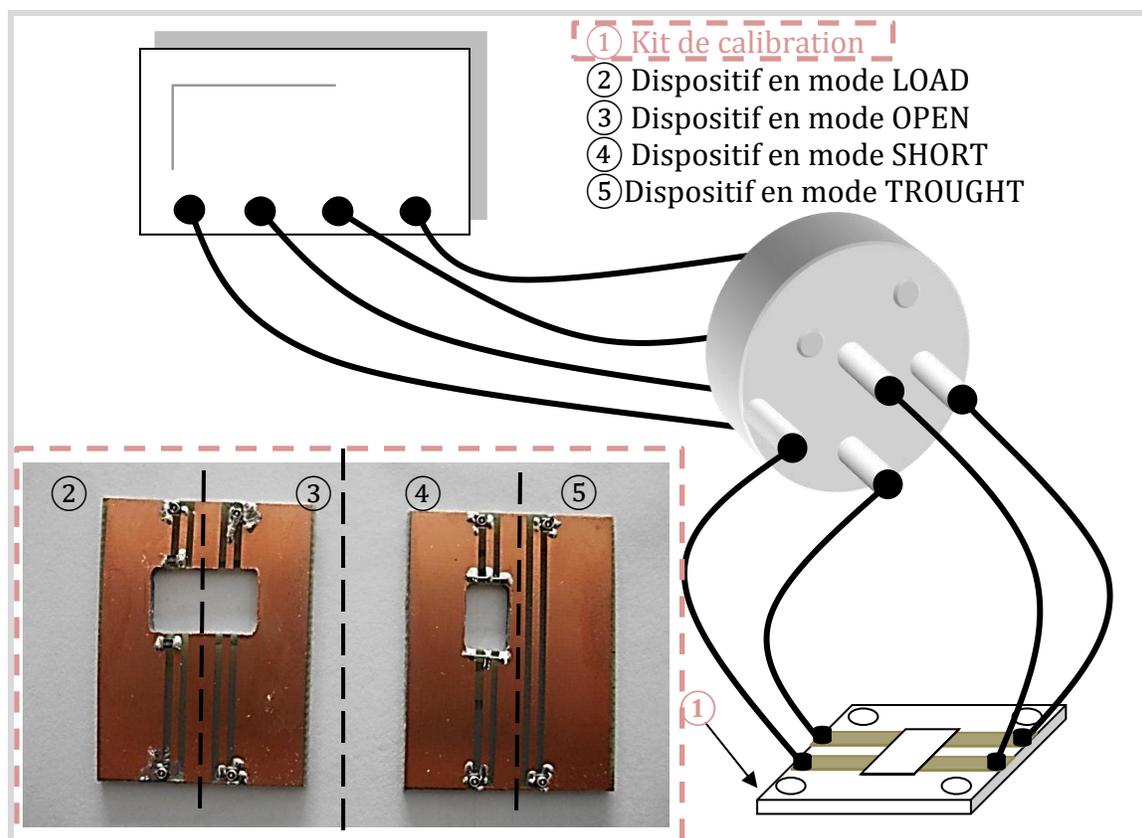


Figure II-15 : Schématisation du principe de calibration utilisé pour nos dispositifs.

Nos mesures sont réalisées en mode transmission (S_{21}), elles nécessitent donc une calibration « 2 ports ». Ceci est typiquement composé de quatre étapes.

- OPEN ou circuit ouvert
- SHORT ou court-circuit
- LOAD ou charge adaptée à 50 ohms
- TROUGHT

Bien évidemment, ces étapes sont à réaliser pour chaque port à utiliser.

Il est tout de même à noter que cet étalonnage n'est pas parfait, il permet seulement de diminuer au maximum les composantes des fils. De plus, celui-ci ne prend pas en compte les pertes dues aux connexions de type *wire-bonding*.

Bibliographie

- [1] M.B. Assouar, M. El Hakiki, O. Elmazria, P. Alnot et C. Tiusan, *Diamond and Related Materials*, vol. 13, p. 1111, 2004.
- [2] T. Shiosaki, T. Yamamoto, T. Oda et A. Kawabata, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 36, p. 643, 1980.
- [3] J. B. Webb, D. F. Williams et M. Buchanan, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 39, p. 670, 1981.
- [4] S.K. Ghandhi, R.J. Field et J.R. Shealy, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 37, p. 449, 1980.
- [5] P. Kung, A. Saxler, X. Zhang, et al., *Appl. Phys. Lett.*, vol. 66, p. 2958, 1995.
- [6] M. Ohyama, H. Kozuka et T. Yoko, *Thin Solid Films*, vol. 306, p. 78, 1997.
- [7] Y. Natsume et H. Sakata, *Thin Solid Films*, vol. 372, p. 30, 2000.
- [8] Ma Jina, Ji Feng, Zhang De-heng, Ma Hong-lei et Li Shu-ying, *Thin Solid Films*, vol. 357, p. 98, 1999.
- [9] G.A. Nyberg et R.A. Buhrman, *J. Vac. Sci. Technol.*, vol. A2, p. 301, 1984.
- [10] M. A. L. Johnson, Shizuo Fujita, W. H. Rowland, W. C. Hughes, J. W. Cook et J. F. Schetzina, *J. Electronic Mat.*, vol. 25, p. 855, 1996.
- [11] J. Ohta, H. Fujioka, M. Sumiya, H. Koinuma et M. Oshima, *J. Cryst. Growth*, vol. 225, p. 73, 2001.
- [12] K. Seki, X. Xu, H. Okabe, J. M. Frye et J.B. Halpern, *Appl. Phys Lett.*, vol. 60, p. 2234, 1992.
- [13] H. Zeng, W. Cai, Yue Li, J. Hu et P. Liu, *J. Phys. Chem.*, vol. 109, p. 18260, 2005.
- [14] <http://www.scotech.ltd.uk/sputtering-sources.htm>. [En ligne].
- [15] <http://www.alacritas-consulting.com/advice/sputter-deposition-for-thin-films/>. [En ligne].
- [16] M. Assouar, Thèse de doctorat, Université de Nancy, Nancy, 2001.
- [17] J. A. Floro, E. Chason, R.C. Cammarata et D. J. Srolovitz, *Mater. Sci.*, vol. 27, p. 19, 2002.
- [18] S. Hussein, Thèse de doctorat, Nancy, Université de Nancy, 2010.
- [19] http://culturesciencesphysique.ens-lyon.fr/XML/db/csphysique/metadata/LOM_CSP_Diffraction-rayons-X-techniques-determination-structure.xml. [En ligne].
- [20] <http://deuns.chez.com/sciences/drx/drx5.html>. [En ligne].

« Si tu diffères de moi, mon frère, loin de me léser, tu m'enrichis. »

Antoine de Saint Exupéry

Chapitre III

Réalisation de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si

PARTIE A

Optimisation de la croissance des couches de ZnO/Si par pulvérisation

| | |
|--|-----------|
| RF magnétron..... | 87 |
| III.A.1. Position du substrat par rapport au magnétron..... | 88 |
| III.A.2. Pression partielle en O ₂ dans le mélange gazeux O ₂ /Ar..... | 90 |
| III.A.3. Puissance injectée dans le plasma..... | 94 |
| III.A.4. Température de dépôt | 96 |

PARTIE B

Croissance de couches épaisses d'AlN sur ZnO par pulvérisation RF

| | |
|---|------------|
| magnétron..... | 101 |
| III.B.1. Problématique : Adhésion des films d'AlN sur ZnO ?..... | 101 |
| III.B.2. Solution : Utilisation des films « rugueux » de ZnO..... | 103 |
| III.B.3. Propriétés structurales des films d'AlN | 107 |
| III.B.4. Stabilité de l'hétérostructure à haute température (700°C) | 110 |

PARTIE C

Vers une amélioration de l'hétérostructure AlN/ZnO/Si

| | |
|------------------------|------------|
| Conclusion..... | 114 |
|------------------------|------------|

| | |
|---------------------------|------------|
| Bibliographie..... | 116 |
|---------------------------|------------|

Chapitre III

Réalisation de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si

La réalisation de dispositifs à ondes acoustiques de surface performants demande une maîtrise des propriétés dès le début du processus de fabrication. La première étape de tout dispositif passe, tout d'abord, par l'obtention d'hétérostructures possédant des propriétés électro-acoustiques idéales pour une propagation efficace des ondes de surface mais également par la maîtrise des défauts au niveau macroscopique ainsi qu'au niveau microscopique tel que les micro-déformations et dislocations [1]. Soulignons que ces problèmes rencontrés très souvent dans l'élaboration des structures influent fortement sur la qualité des matériaux déposés et donc directement sur la propagation des ondes de surface. L'étape d'optimisation des couches minces est donc considérée comme « LE » stade le plus important dans la chaîne de fabrication des dispositifs puisque les autres étapes vont directement dépendre de celle-ci (chapitre I, section I.B.2.). Ce chapitre présente donc les relations pouvant exister entre les paramètres de dépôts et les propriétés structurales, morphologiques et électriques des couches de ZnO et d'AlN. Le diagramme présenté ci-dessous résume de façon détaillée le cheminement suivi pour la préparation de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si adéquate (Figure II-1).

Une première partie est consacrée à la synthèse des couches de ZnO sur silicium. Etant donné que le ZnO joue dans notre cas le rôle de la couche guidante, il doit alors présenter de bonnes propriétés piézoélectriques et structurales : être texturé selon l'axe c perpendiculaire au substrat, avoir une excellente cristallinité, une rugosité faible, un coefficient de couplage électromécanique élevé ainsi qu'une très grande résistivité électrique afin d'éviter au maximum toute source de perte d'énergie et ainsi assurer une bonne transmission du signal SAW. Le ZnO a été élaborée par la technique de pulvérisation par RF magnétron (*cf.* section II.1). Une étude rigoureuse sur l'influence de chacun des paramètres sur les propriétés des couches déposées a été réalisée. La structure cristalline et la morphologie des couches ont été étudiées par diffraction des rayons X, par microscopie à force atomique (AFM), microscopie électronique et à transmission (MEB et MET). Les performances électriques ont finalement été mesurées à l'aide d'un analyseur de réseaux.

La seconde partie est directement dépendante de la première puisqu'elle est dédiée à la croissance des films de nitrure d'aluminium sur le ZnO préalablement optimisé. Contrairement au ZnO, il n'est pas nécessaire d'avoir une couche hautement texturée. La priorité est ici de pouvoir élaborer des couches d'AlN fortement épaisse ($>15\mu\text{m}$) et avec de bonnes propriétés d'adhérence avec le ZnO; les paramètres de dépôts ont été ainsi exclusivement optimisés dans ce sens par la technique de pulvérisation RF magnétron à température ambiante dans un bâti de dépôt spécifique (section II.1.3).

Après la résolution des problèmes rencontrés et l'obtention de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si finale, nous finirons par soumettre celle-ci à un test à haute température (700°C) principalement pour vérifier sa stabilité.

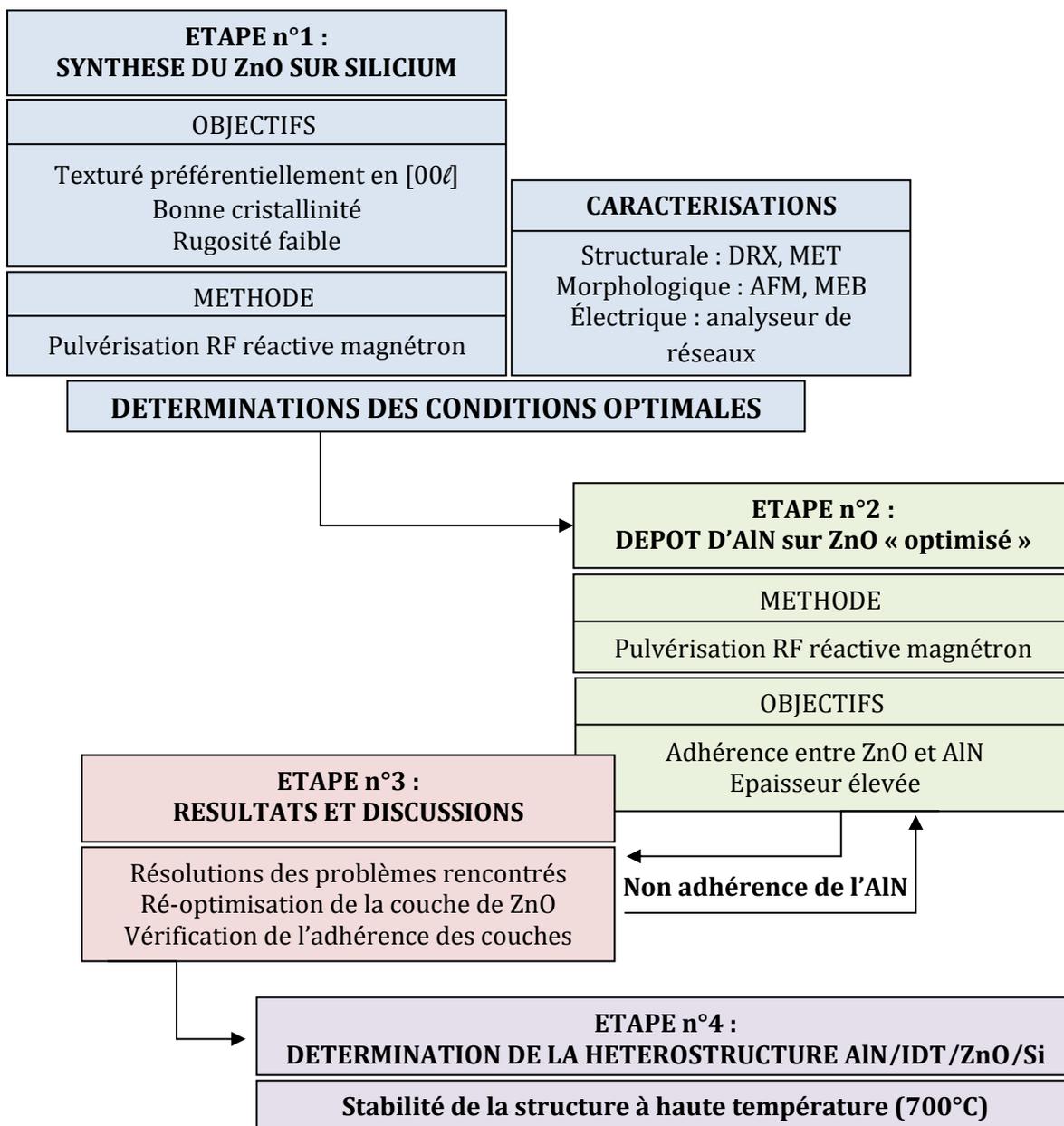


Figure III-1 : Diagramme représentant les différentes étapes qui ont été nécessaires pour l'élaboration de la hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si pour les applications SAW.

PARTIE A

Optimisation de la croissance des couches de ZnO/Si par pulvérisation RF magnétron

Cette partie discute de l'influence des principaux paramètres spécifiques à la méthode de pulvérisation par RF magnétron, sur la croissance des couches de ZnO. Cinq paramètres ont été exploités:

- ① Position de l'échantillon par rapport au magnétron,
- ② Épaisseur des couches,
- ③ Puissance,
- ④ Pourcentage d'oxygène dans le mélange gazeux O₂/Ar
- ⑤ Température du porte substrat.

Le principe est de faire varier l'un des paramètres tout en gardant les autres constants. Afin de simplifier le langage nous utiliserons ici le terme de « systématique » pour définir ces expériences.

Notons que pour parvenir à des conditions optimales de dépôt, il nous a fallu réaliser une répétition constante des systématiques de dépôt, du fait notamment de l'influence importante que chaque paramètre induit entre eux. C'est pourquoi, nous nous sommes, dans un premier temps, exclusivement basé sur les résultats obtenus aux rayons-X.

Nous suivrons à chaque fois la texture, la cristallinité ainsi que l'état de contrainte des films de ZnO selon les conditions de dépôts avec pour but principal d'obtenir des couches ayant une phase ZnO pure et texturée [00ℓ].

Le tableau III-1 résume les conditions de dépôts utilisés.

Tableau III-1 : Conditions de dépôts utilisés pour la croissance des couches de ZnO par pulvérisation RF magnétron.

| | ZnO |
|------------------------------|---|
| Pression dans l'enceinte | 10 ⁻⁶ Pa |
| Cible | 99,99% ZnO |
| Flux d'O ₂ (%) | 30 - 70 |
| Pression de travail (mbar) | 2*10 ⁻³ - 9*10 ⁻³ |
| Puissance RF (W) | 80 - 250 |
| Température du substrat (°C) | 100 - 500 |

III.A.1. Position du substrat par rapport au magnétron

Etant donné que chaque étape d'optimisation se fait avec des substrats de silicium de petite dimension (2*2cm), il nous a paru nécessaire de définir, avant tout, la meilleure position des échantillons sur le porte substrat.

Afin de visualiser l'effet du magnétron et donc de la position des échantillons par rapport à la cible, des substrats de silicium de 3 pouces ont été utilisés.

La Figure III-2 (a) représente la cartographie en épaisseur réalisée par profilométrie sur un demi-substrat dont les conditions de dépôts sont résumées dans le Tableau III-2.

Tableau III-2 : Conditions de dépôts utilisés pour l'étude de l'influence du magnétron.

| | |
|------------------------------|--------------------|
| Flux d'O ₂ (%) | 50 |
| Pression de travail (mbar) | 4*10 ⁻³ |
| Puissance RF (W) | 250 |
| Température du substrat (°C) | 200 |

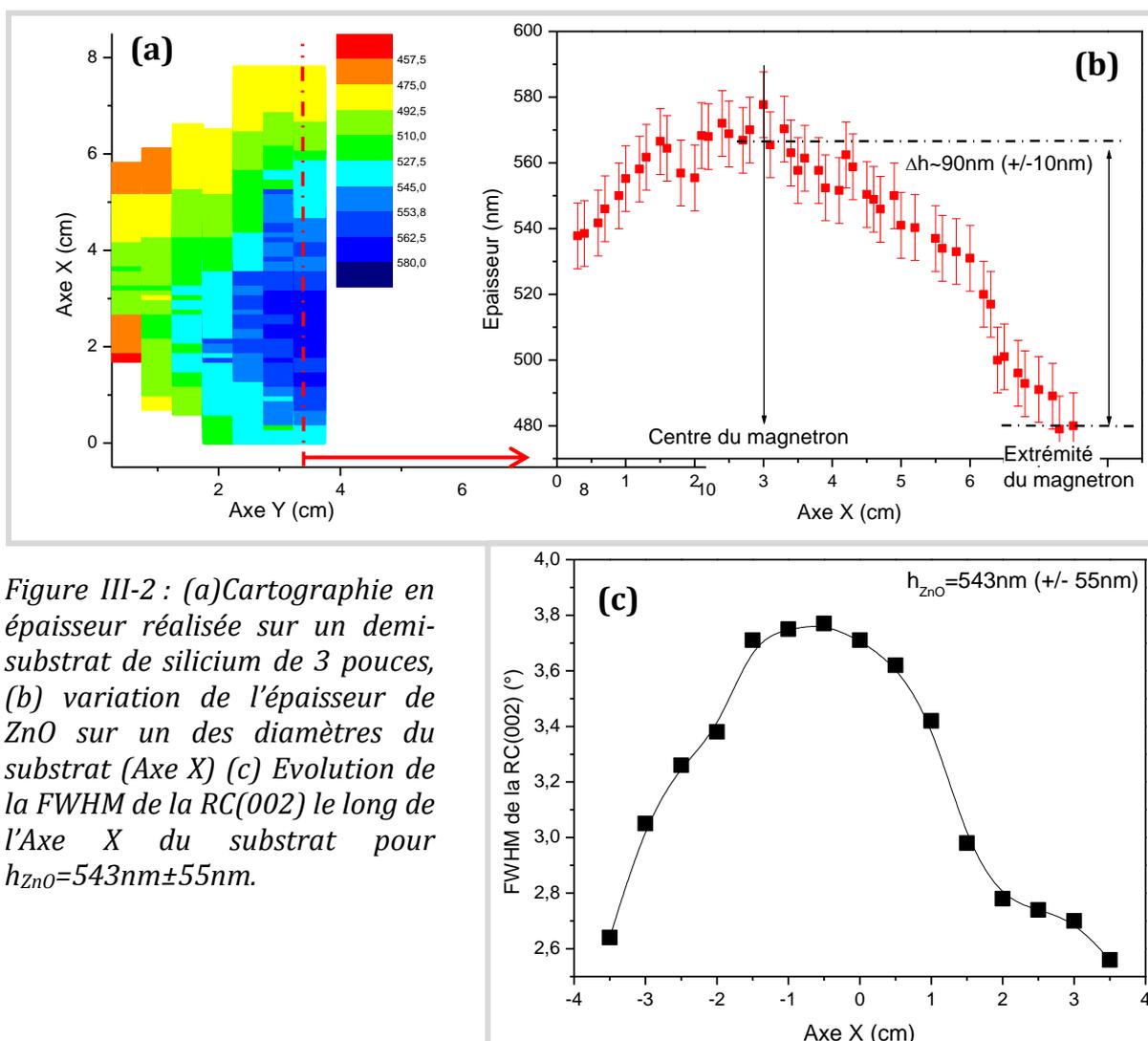


Figure III-2 : (a) Cartographie en épaisseur réalisée sur un demi-substrat de silicium de 3 pouces, (b) variation de l'épaisseur de ZnO sur un des diamètres du substrat (Axe X) (c) Evolution de la FWHM de la RC(002) le long de l'Axe X du substrat pour $h_{ZnO} = 543 \text{ nm} \pm 55 \text{ nm}$.

Les résultats montrent clairement une non-uniformité de l'épaisseur de ZnO (h_{ZnO}) avec une diminution graduelle maximum de 90 ± 10 nm du centre du magnétron à sa périphérie (Figure III-2 (b)). Si nous confrontons ce résultat avec la variation de la FWHM de la RC de la réflexion (002) (RC(002)) (Figure III-2(c)), nous remarquons, dans un premier temps une correspondance presque parfaite entre la distribution de l'épaisseur et la FWHM de la RC(002) avec une amélioration significative dans les zones périphériques du substrat qui correspond aux endroits où les épaisseurs sont les plus faibles. Une question se pose alors : Cette tendance est-elle due aux faibles épaisseurs constatées dans cette zone ?

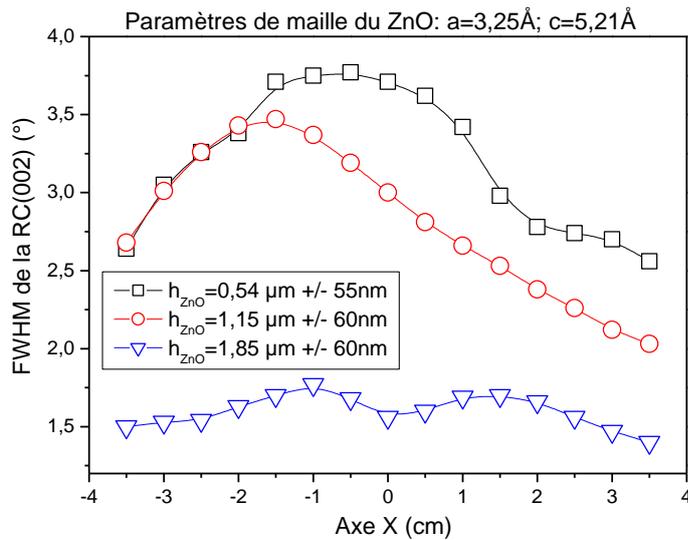


Figure III-3 : Evolution de la RC(002) le long de l'Axe X du substrat pour $0,54\mu\text{m}$, $1,15\mu\text{m}$ et $1,85\mu\text{m}$ d'épaisseur moyenne de ZnO.

A en croire la Figure III-3, l'épaisseur des couches n'est pas la seule responsable des tendances observées. Pour évaluer l'influence de l'épaisseur sur la qualité des dépôts, il suffit de comparer simplement une zone déterminée du substrat (par exemple $X=+3,5\text{cm}$). La mosaïcité s'améliore de façon significative avec l'augmentation de l'épaisseur des films (de $0,54$ à $1,85\mu\text{m}$) mais présente encore et toujours, pour chaque valeur d'épaisseur considérée ($0,54\mu\text{m}$, $1,15\mu\text{m}$ et $1,85\mu\text{m}$), une meilleure qualité lorsque l'on s'éloigne du centre du magnétron. Par ailleurs, les moyennes des contraintes résiduelles bi-axiales mesurées sont de l'ordre de $-0,26 \pm 0,05\text{GPa}$, $-0,31 \pm 0,05\text{GPa}$ et $-0,05 \pm 0,05\text{GPa}$ pour $0,54\mu\text{m}$, $1,15\mu\text{m}$ et $1,85\mu\text{m}$ de ZnO respectivement. L'augmentation de l'épaisseur diminue de façon considérable la mosaïcité des films mais aussi les valeurs des contraintes. Les valeurs négatives des contraintes suggèrent des contraintes biaxiales compressives dans la maille. Bien que les contraintes restent relativement faibles dans les trois cas de figure, on note des contraintes cinq fois plus faibles pour une épaisseur de $1,85\mu\text{m}$ par rapport aux deux autres épaisseurs qui présentent quant à eux des valeurs approchées. Vu les épaisseurs considérées ainsi que les résultats obtenus en φ -scan du plan (101) sur ces films qui n'ont révélé aucune orientation dans le plan, il est ici improbable que ces contraintes soient de type épitaxial. La contrainte thermique, calculée grâce à l'expression **Eq.II-2**, étant de l'ordre de $0,11\text{GPa}$ traduit une contrainte en tension, excluant aussi sa contribution dominante dans les contraintes résiduelles observées. Ces contraintes sont donc principalement d'origines intrinsèques liées aux défauts [2] dus aux procédés de fabrication tels que la non stœchiométrie (lacunes d'oxygène, excès ou manque de zinc), l'incorporation d'atome neutre (Ar) de haute énergie dans la maille

(martellement atomique ou « atomic peening » [3]) ou encore des joints de grains. Notons que ce dernier est souvent repéré par des contraintes en tension ce qui exclue cette possibilité dans notre cas.

Pour finir, notons que l'aire de la réflexion (002) du spectre en $\theta/2\theta$, normalisée par rapport à l'épaisseur, ne varie pas plus de 10% dans toute la surface. Vu les incertitudes de mesure, cela montre clairement que le magnétron n'influence que très peu dans la cristallinité des couches. De plus, la technique de dépôt par pulvérisation magnétron est une technique directionnelle en cosinus ce qui induit une distribution différente selon les zones qui se traduit par une inclinaison des colonnes selon la direction du bombardement affectant inexorablement l'orientation des films.

En résumé, le système magnétron induit une répartition spatiale du taux de dépôt ainsi qu'une variation dans la qualité structurale des couches selon les zones. Cet effet de non uniformité de la distribution spatiale du matériau déposé par rapport au magnétron est une caractéristique inhérente de la technique de pulvérisation par magnétron. En effet, la géométrie des lignes de champs magnétique induit un confinement du plasma dans une zone déterminée de la cible, influençant considérablement la vitesse de dépôt [4] [5] [6] [7]. La variation de mosaïcité observée est liée à la variation en épaisseur [8] [9] mais peut-être aussi attribuée aux bombardements violents qui entraînent une incorporation des atomes neutres de haute énergie dans la couche engendrant ainsi une déformation de la maille [7] [10]. Cependant, bien que le taux de pulvérisation soit principalement dû à la densité de courant ionique à la cible et à l'énergie des ions, il est aussi une fonction de la puissance, de la distance cible-substrat, de la composition du gaz de pulvérisation et de la pression. Ainsi, l'uniformité en épaisseur peut être contrôlée et maîtrisée par des conditions de dépôts adéquates ce qui peut demander une modification de la géométrie du réacteur qui est ici hors contexte de notre étude.

Quoiqu'il en soit, les meilleurs résultats sont obtenus dans les zones périphériques du substrat. Ainsi dans la suite de ce travail et pour chaque systématique réalisée, nous travaillerons avec des échantillons de 2*2cm tous placés dans la [zone périphérique droite du porte échantillon](#).

III.A.2. Pression partielle en O₂ dans le mélange gazeux O₂/Ar

Afin d'évaluer l'impact de la pression partielle en O₂ dans l'enceinte, une série d'échantillons a été réalisée à différents taux d'oxygène dans le mélange gazeux (O₂/Ar) (30%, 40%, 50%, 60% et 70%), en gardant les autres paramètres constants du Tableau III-2.

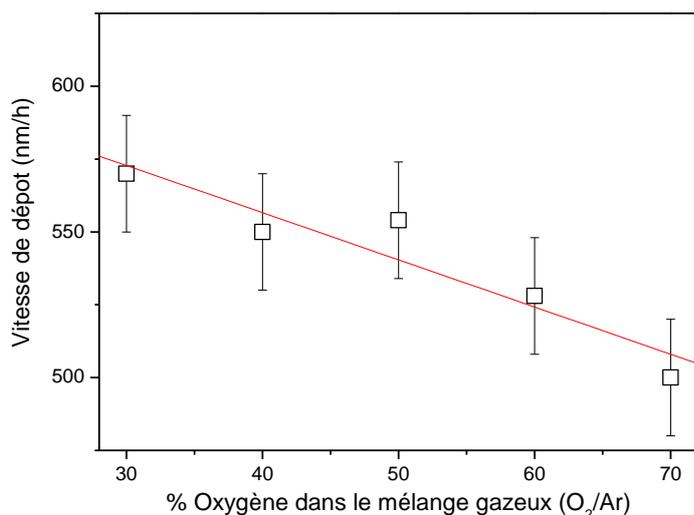


Figure III-4 : Evolution de la vitesse de dépôt en fonction du pourcentage d'oxygène dans le mélange gazeux (O₂/Ar).

D'après la Figure III-4, le pourcentage d'O₂ n'influence que très peu sur la vitesse de dépôt. La légère diminution de la vitesse constatée aux pourcentages élevés peut être facilement interprétée par la diminution du taux d'argon dans le gaz qui diminue l'énergie d'ionisation des atomes diminuant ainsi le nombre de réactions et *a fortiori* la vitesse de dépôt.

La Figure III-5 montre les clichés en θ - 2θ obtenus pour chaque valeur de pourcentage d'oxygène considérée. Les positions à 34,4° et 72,5° correspondent à la diffraction des plans (002) et (004) respectivement. A chaque fois, les

films de ZnO présentent une orientation préférentielle selon l'axe c perpendiculaire au substrat avec une légère présence des orientations [100] et [102]. Plus le taux d'oxygène augmente plus la quantité des autres orientations augmente, avec en l'occurrence un pourcentage plus important à partir de 60% d'oxygène. La Figure III-6 compare la contribution des intensités relatives des réflexions (002) et (102) et montre que le *ratio* $I(002)/I(102)$ augmente jusqu'à 50% puis diminue aussitôt après cette valeur. On note par ailleurs, une meilleure texture en (002) obtenue à 50% d'O₂ qui possède aussi la mosaïcité la plus faible ($RC(002)=2,21^\circ$) (cf. Figure III-5(b)). De plus, à partir de 60% d'O₂ on observe des autres phases parasites non identifiées. L'évolution du paramètre c et des contraintes résiduelles biaxiales des films réalisés aux différents taux d'oxygène sont représentées sur la Figure III-7. Le paramètre c augmente de façon parabolique par rapport à la valeur du ZnO massif ($c_{\text{massif}}=5,21 \text{ \AA}$), traduisant des contraintes biaxiales de type compressive dans la maille qui augmentent (en valeur absolue) avec le pourcentage d'oxygène dans l'enceinte. Là encore, les contraintes ne sont ni d'ordre épitaxiale, ni d'ordre thermique mais sont essentiellement dues aux défauts intrinsèques ou de non-stœchiométrie du ZnO [2]. Notons qu'il est relativement difficile d'interpréter les contraintes intrinsèques observées dans le matériau puisque qu'il est la somme de tous les défauts possibles que l'on peut rencontrer dans les techniques de dépôt par voie physique. En revanche, dans notre cas, si nous comparons les clichés de DRX et les valeurs des contraintes selon le taux d'oxygène, on pourrait interpréter les tendances observées par l'écart à la stœchiométrie des films et donc par l'existence de défauts ponctuels dans la structure [11] [12] [13]. Cet écart est attribué à la présence de défauts cristallins tels que des atomes de zinc interstitiels (défauts de type Frenkel) [14] et/ou des lacunes d'oxygène (défauts de type Schottky) [15] qui sont largement favorisés dans le cas du ZnO puisqu'il possède une structure relativement ouverte.

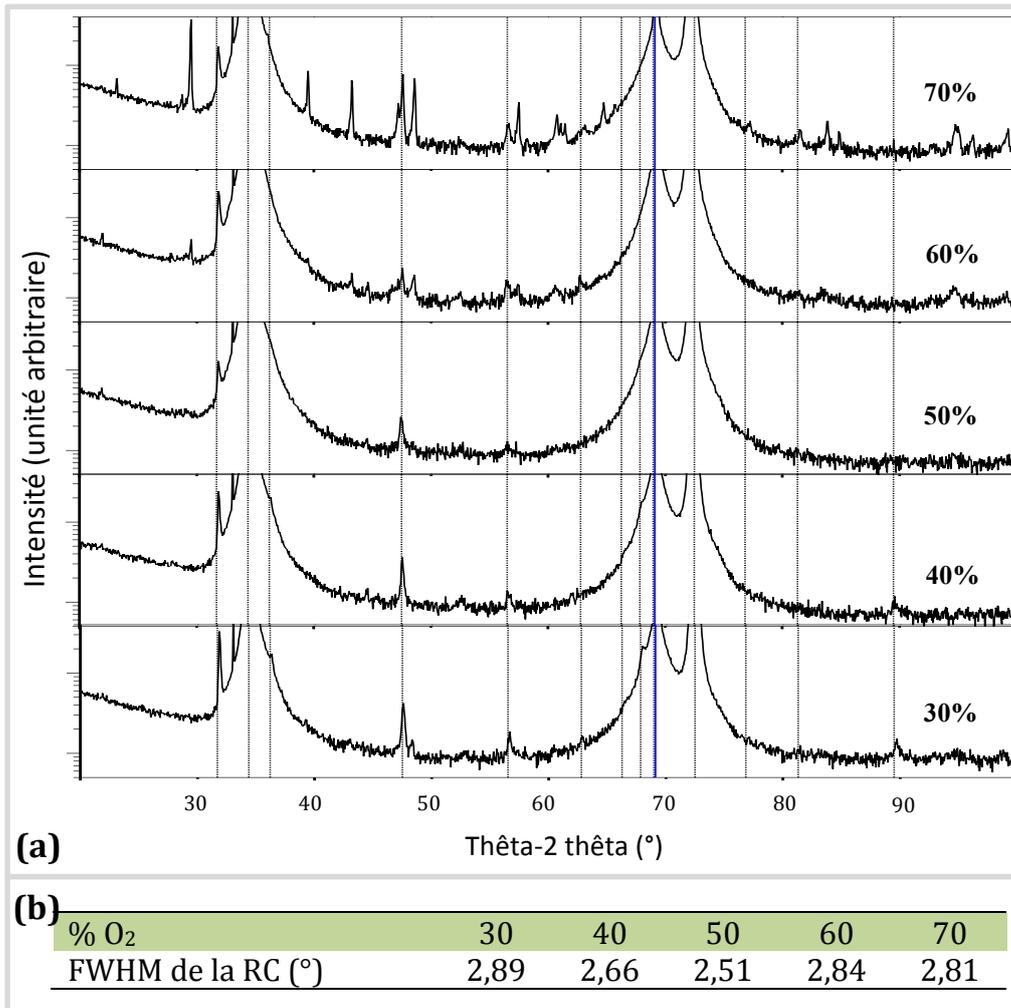


Figure III-5 : (a) Cliché de diffraction en θ - 2θ , des films de ZnO déposés sur silicium à différents taux d'oxygène (30%-70%). Les lignes en pointillées et la ligne en continue bleue indiquent les différentes réflexions possible du ZnO (Fiche JCPDS Annexe 2) et la position de la réflexion (200) du silicium ($69,13^\circ$; Fiche JCPDS Annexe 3) respectivement (b) Tableau récapitulatif des valeurs de la FWHM de la RC de la réflexion (002) pour chaque taux d'oxygène considéré (30%-70%).

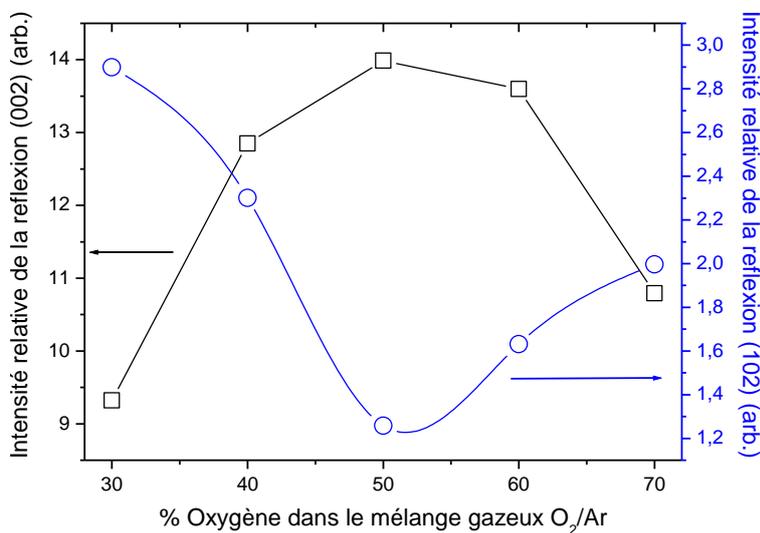


Figure III-6 : Evolution des intensités des réflexions (002) et (102) normalisées par rapport à l'intensité de la réflexion (200) du silicium et par rapport à l'épaisseur des couches en fonction du pourcentage d'oxygène dans le mélange gazeux O₂/Ar (30%-70%).

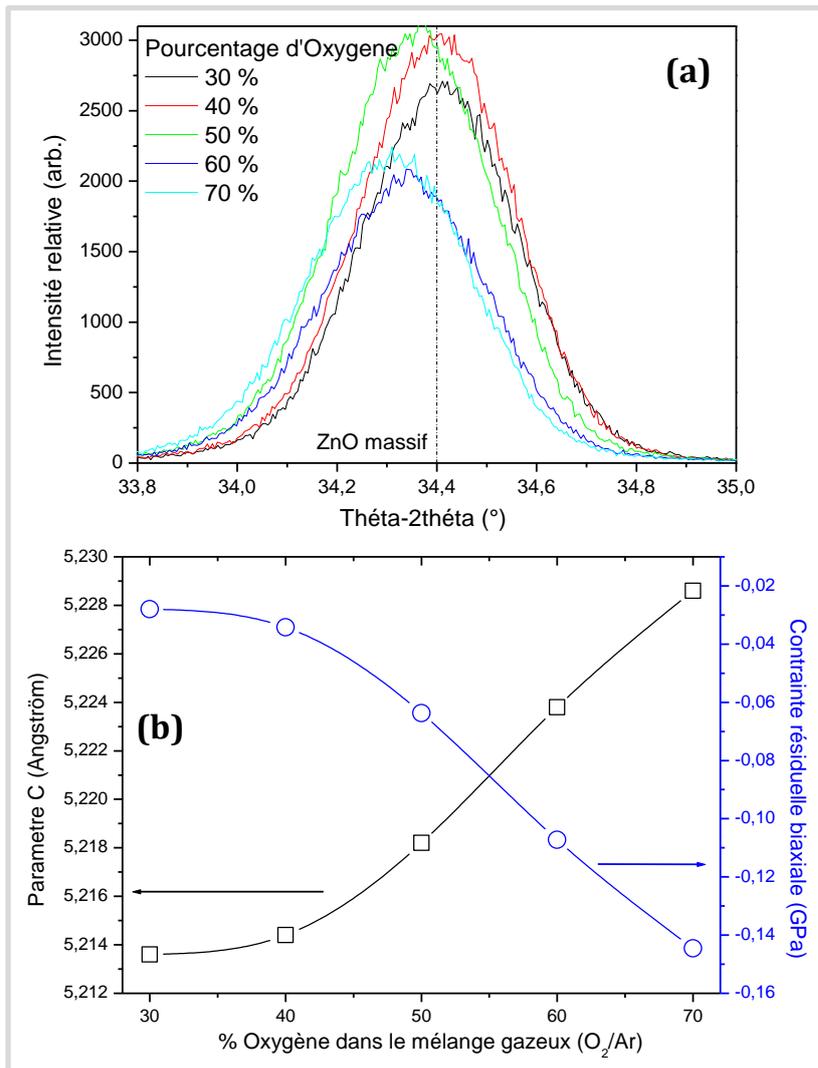


Figure III-7 : Spectre en θ - 2θ représentant la réflexion(002) du ZnO comparé à la position du ZnO massif ($34,4^\circ$) (a) ainsi que du paramètre de maille c et des contraintes résiduelles biaxiales (b) en fonction du pourcentage d'oxygène (30%-70%).

En effet, le ZnO cristallise dans une maille hexagonale où les atomes de zinc occupent la moitié des sites tétraédriques et tous les sites octaédriques sont vides permettant une incorporation relativement facile de défauts intrinsèques et dopants extrinsèques [2]. La littérature rapporte des résultats très variés et note un taux idéal pour une croissance stœchiométrique des couches de ZnO ayant de bonnes propriétés structurales autour de 66% [16] [17] [18]. Cependant, il est à noter, que ce paramètre est très sensible aux autres conditions expérimentales telles que : la nature de la cible [19], la température ou encore de la pression appliquée dans l'enceinte.

Cette série d'échantillons réalisée à différents taux d'oxygène n'a pas révélé des conditions pouvant obtenir une texture pure en (00 ℓ). Néanmoins, les résultats obtenus nous permettent de conclure que des taux trop bas d'oxygène (30%) augmentent la formation d'autres orientations cristallines du ZnO alors que des taux trop élevés (60% et 70%) induisent la présence d'autres phases parasites non-identifiées.

En résumé, si nous confrontons les différentes courbes obtenues, on peut aisément en conclure que pour l'obtention de couches de ZnO de meilleure qualité, un **taux de 50% d'oxygène** semble être le meilleur choix, par rapport aux autres pourcentages, puisqu'il permet d'avoir une phase de ZnO pure, une texture plus forte selon (00 ℓ) avec la plus faible mosaïcité et des contraintes intrinsèques faibles.

III.A.3. Puissance injectée dans le plasma

Afin d'étudier l'influence de la puissance injectée dans le plasma sur les propriétés des films de ZnO, nous avons considéré cinq puissances de travail : 80W, 100W, 150W, 200W et 250W et ($T=200^{\circ}\text{C}$, $p=0.002\text{mbar}$, $\text{O}_2/\text{Ar}=1$).

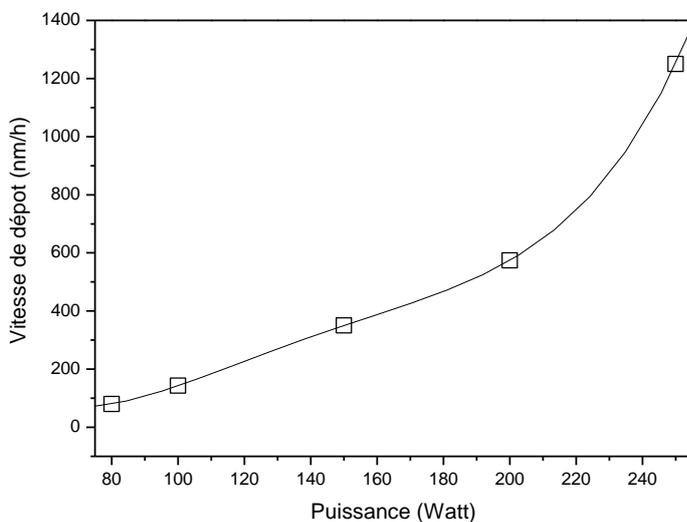


Figure III-8 : Evolution de la vitesse de dépôt en nm/h en fonction de la puissance (80W-250W) avec une erreur relative dans l'estimation de la vitesse de 10nm/h.

On note une augmentation *quasi* parabolique de la vitesse de dépôt avec la puissance avec notamment une valeur de pratiquement 15 fois plus importante lorsque l'on passe d'une puissance de 80W à une puissance de 250W (Figure III-8). La Figure III-9 représente les clichés de diffractions des Rayons-X obtenus pour les différentes puissances de travail. Les films déposés à 80W et 100W présentent tous deux une unique orientation selon [00 ℓ]. Dès 150W, les réflexions (100) et (102) apparaissent. On note pour les puissances encore plus élevées (200W et 250W), l'émergence d'autres réflexions à 56° et 89° correspondant aux plans (110) et (203), respectivement. La variation du paramètre c et des contraintes résiduelles biaxiales sont résumées sur la Figure III-10. À 80W et 100W le paramètre c est très proche du ZnO massif qui est relié à une contrainte résiduelle biaxiale proche de zéro. À des valeurs de puissance $\geq 150\text{W}$, le paramètre c remonte très marginalement au-dessus de la valeur du ZnO massif indiquant une augmentation des contraintes en compression d'origine intrinsèques qui peut être, dans ce cas de figure, essentiellement liée à l'effet de « martèlement atomique ».

On note une augmentation *quasi* parabolique de la vitesse de dépôt avec la puissance avec notamment une valeur de pratiquement 15 fois plus importante lorsque l'on passe d'une puissance de 80W à une puissance de 250W (Figure III-8). La Figure III-9 représente les clichés de diffractions des Rayons-X obtenus pour les différentes puissances de travail. Les films déposés à 80W et 100W présentent tous deux une unique orientation selon [00 ℓ]. Dès 150W, les réflexions (100) et (102) apparaissent. On note pour les puissances encore plus

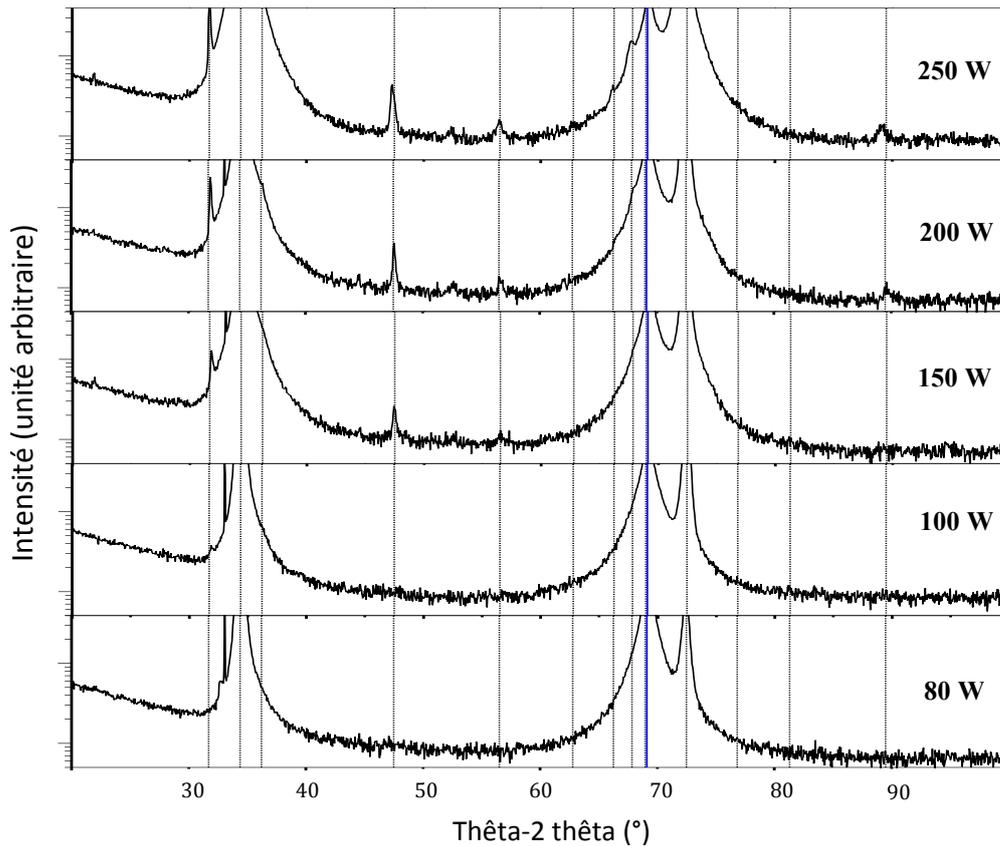


Figure III-9 : Cliché de diffraction en θ - 2θ , des films de ZnO déposés sur silicium à différentes puissance de travail (80W-250W). Les lignes en pointillées et la ligne en continue bleue indiquent les différentes phases possibles du ZnO (Fiche JCPDS Annexe 2) et la position de la réflexion (200) du silicium ($69,13^\circ$; Fiche JCPDS Annexe 3) respectivement.

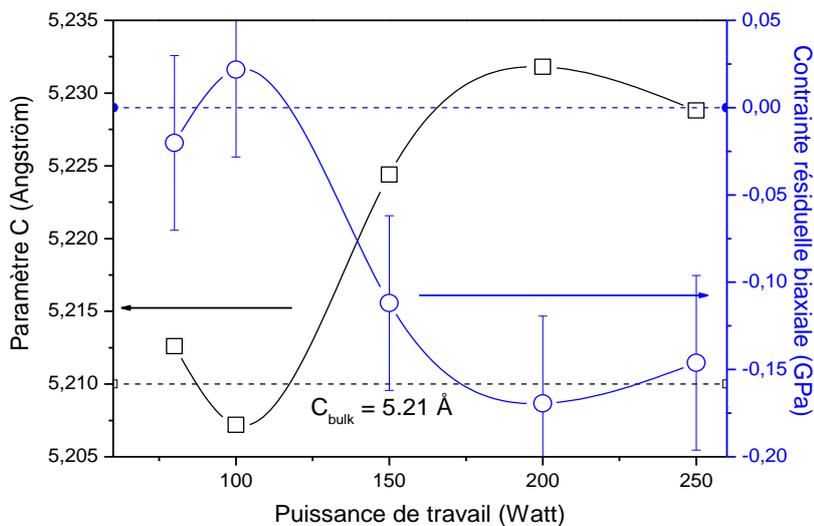


Figure III-10 : Evolution du Paramètre de maille c (en Angstrom) et des contraintes résiduelles biaxiales (en GPa) dans l'hétérostructure ZnO/Si en fonction de la puissance de travail (80W-250W).

En résumé, on note un rôle important de la puissance dans la vitesse de dépôts des couches de ZnO [20] [21]. Cependant, l'augmentation de la vitesse de dépôt constatée reste une observation plutôt cohérente. En effet, l'augmentation de la puissance induit inévitablement une hausse de la réactivité des espèces engendrant *a fortiori* une élévation du taux de pulvérisation qui a pour première conséquence une augmentation de l'épaisseur des couches déposées. D'après nos clichés de diffractions et les valeurs des contraintes résiduelles biaxiales obtenues, cette réactivité croissante à puissance élevée engendre aussi de façon considérable des défauts dans la structure cristalline finale des films de ZnO. Cette observation n'est pas si aberrante puisqu'une élévation du taux de pulvérisation ne favorise pas un arrangement des atomes. Ces résultats montrent ainsi de façon univoque que la puissance RF doit être la plus faible possible pour avoir un taux de nucléation efficace ce qui est d'ailleurs confirmé unanimement dans la littérature [16] [22] [23]. Notre choix s'est donc principalement focalisé sur les deux premières puissances de travail à savoir 80W et 100W puisqu'elles présentent toutes deux une texture pure selon l'orientation [00 $\bar{1}$]. Toutefois, la puissance la plus intéressante reste sans conteste celle de **100W** puisqu'elle permet d'avoir une vitesse de dépôt convenable de l'ordre de 150nm/h ce qui reste relativement faible comparée aux autres puissances (150W-250W) mais est pratiquement deux fois plus élevée que celle à 80W (80nm/h). Notons aussi que la valeur de la FWHM de la RC(002) est légèrement supérieure avec 1,9° contre 1,5° pour 80W et 100W respectivement. Pour finir, cette puissance aboutit contrairement à toutes les autres à des contraintes résiduelles biaxiales proche de zéro impliquant ainsi une diminution des contraintes intrinsèques et donc des défauts ponctuels dans la maille.

III.A.4. Température de dépôt

Le dernier paramètre que nous avons exploité dans cette étude est l'influence de la température du dépôt sur les propriétés des dépôts. Notons tout d'abord que la température n'a présenté aucune influence notable de la vitesse de dépôt qui est restée relativement constante.

Les clichés de diffractions des films déposés à 100°C, 200°C, 300°C, 400°C, 450°C et 500°C ($P_w=100W$, $p=0,004mbar$, $O_2/Ar=1$), représentées sur la Figure III-11, montrent à chaque fois une phase ZnO pure texturée selon l'axe c. (Excepté une très (très) légère présence des orientations [100] et [102] pour les températures de 100°C et 200°C).

La variation de la FWHM et de l'intensité normalisée de la réflexion (002) du spectre en θ -2 θ est représentée sur la Figure III-12. La diminution de la FWHM s'accompagne d'une augmentation de l'intensité normalisée avec l'augmentation de la température : la FWHM de la réflexion (002) est pratiquement divisée par 1,5 alors que l'intensité se voit

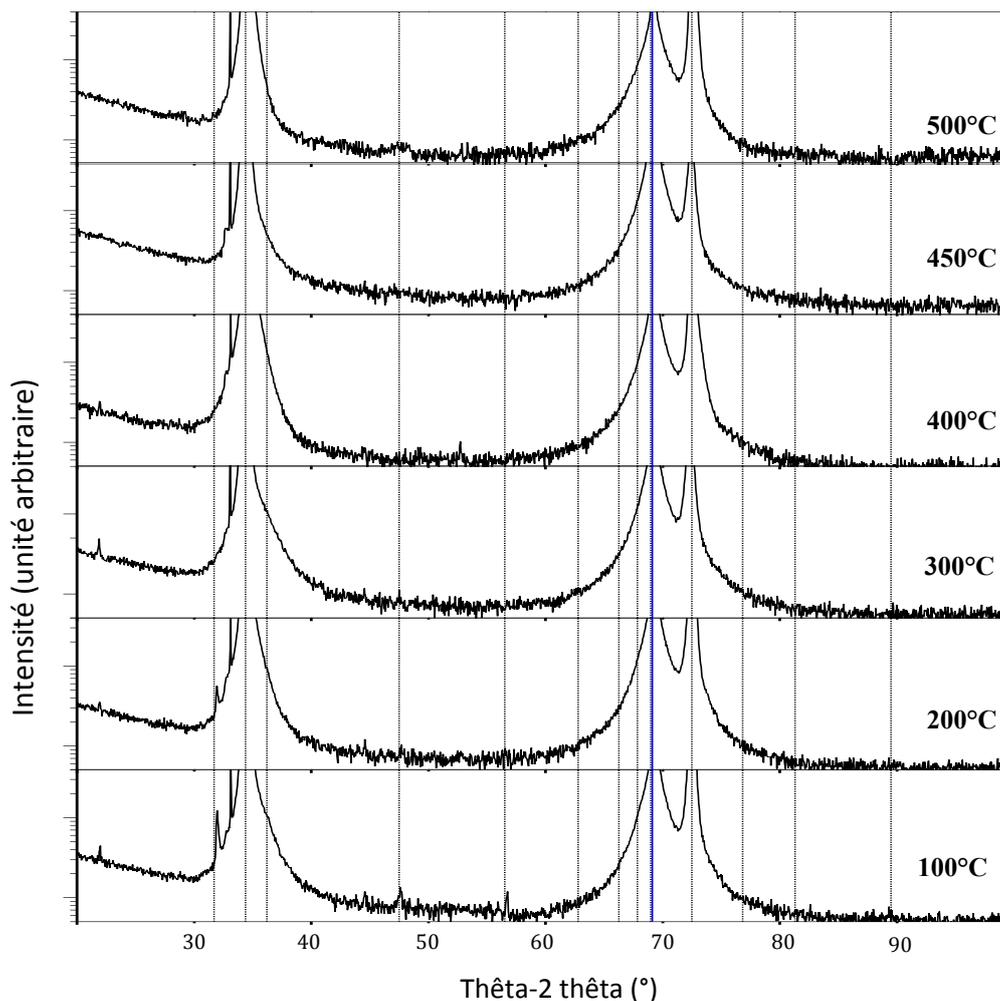


Figure III-11 : Cliché de diffraction en θ - 2θ , des films de ZnO déposés sur silicium réalisés à des températures de 100°C, 200°C, 300°C, 400°C, 450°C et 500°C. Les lignes en pointillées et la ligne en continue bleue indiquent les différentes orientations possible du ZnO (Fiche JCPDS Annexe 2) et l'angle de la réflexion (200) du silicium (69,13°; Fiche JCPDS Annexe 3) respectivement.

8 fois plus élevée lorsque l'on passe, par exemple, de 100°C à 450°C, signifiant ainsi une diminution des microdéformations et/ou des effets de taille ainsi qu'une amélioration de la cristallinité des films. La FWHM de la RC(002), quant à elle, diminue de façon spectaculaire avec l'augmentation de la température : sa valeur est pratiquement divisée par 3 lorsque l'on passe de 100° C (4,8°) à 400°C (1,5°) puis remonte légèrement à partir de 450°C (Figure III-13(a)). Pour toutes les valeurs de température considérées, on note des contraintes en tension très faible. Les contraintes thermiques calculées sont comparées aux contraintes résiduelles biaxiales, estimées à partir des données DRX, et sont représentées sur la Figure III-13(b). Dans le cas des couches déposées dans la plage de température 100-300°C, les contraintes sont principalement d'origine thermiques tandis qu'à des températures $\geq 400^\circ\text{C}$ les contraintes intrinsèques et extrinsèques y

contribuent. Dans tous les cas, les valeurs des contraintes observées restent relativement faibles et pratiquement équivalentes.

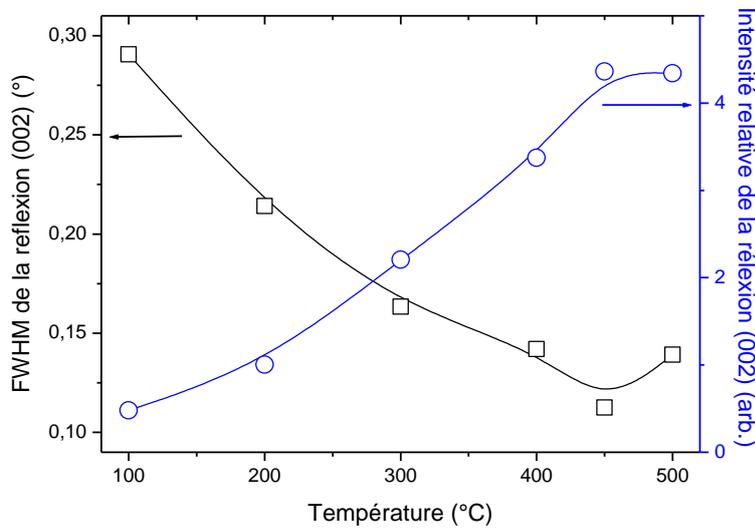


Figure III-12 : Evolution de la FWHM du spectre en θ - 2θ et de l'intensité normalisée (par rapport à l'intensité de la réflexion du silicium et de l'épaisseur des couches) de la réflexion (002) en fonction de la température de dépôt (100°C-500°C).

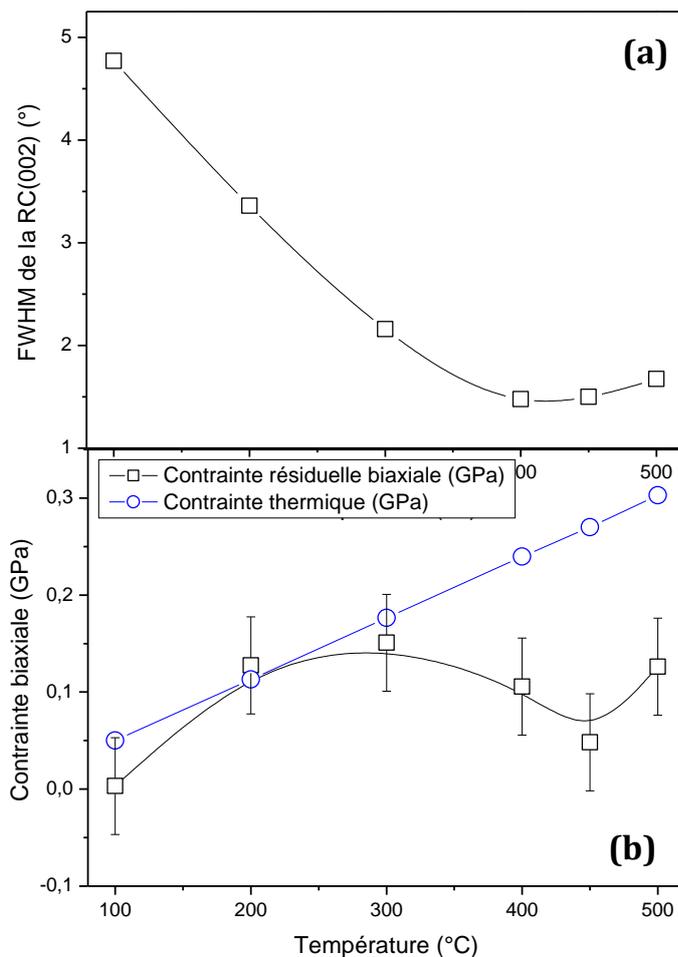


Figure III-13 : Evolution de la FWHM de la RC(002) (a) et des contraintes résiduelles biaxiales (estimées à partir des données DRX) et thermiques calculées (b) dans les films de ZnO/Si en fonction de la température du dépôt (100°C-500°C).

Les résultats obtenus sont en contradiction avec d'autres études menées sur la croissance de films ZnO sur silicium. En effet, la littérature rapporte de façon presque systématique une détérioration de la qualité des couches tant au niveau de la cristallisation et de la rugosité [24] qu'au niveau de la mosaïcité [25] ainsi qu'une tendance non contrôlée dans l'orientation des films avec souvent une présence des autres plans de réflexions à partir de 150°C [25] [24]. Cependant, il est relativement difficile de comparer les résultats entre eux puisque comme nous l'avons spécifié en introduction, chaque paramètre dépend les uns par rapport aux autres mais aussi du bâti de dépôt utilisé.

En résumé, la température n'a pas d'effet majeur sur la vitesse de dépôt mais aussi sur la croissance des différentes orientations cristallines du ZnO. En revanche, l'augmentation de la température permet une diminution considérable des microdéformations et/ou des effets de taille permettant l'obtention de structures plus parfaites mais aussi une amélioration considérable de la mosaïcité de films dès que l'on atteint 400°C. Dans notre cas deux températures de dépôt se sont avérées intéressantes à savoir 400°C et 450°C puisqu'elles présentent des caractéristiques équivalentes avec seulement une légère diminution des contraintes et microdéformations/effets de taille dans le cas de 450°C. A l'issue des valeurs RMS obtenues en AFM pour 400°C (5,98nm) et 450°C (2,99nm), nous avons finalement choisi cette dernière température.

Synthèse [PARTIE A]

L'influence de cinq paramètres à savoir : la position des échantillons par rapport au magnétron, l'épaisseur des couches, la pression partielle d'oxygène dans le mélange gazeux O₂/Ar, la puissance injectée dans le plasma et la température du porte-substrat sur les propriétés des couches de ZnO ont été discutées. Nous avons vu notamment, l'influence « inévitable » du magnétron sur la distribution du taux de dépôt avec une répercussion directe sur la vitesse de dépôt et la qualité des films avec une meilleure qualité/texture dans les zone périphérique du substrat. Cette étude nous a d'ailleurs permis de voir l'influence positive de l'augmentation de l'épaisseur dans la qualité/mosaïcité des films ainsi que sur leur état de contraintes. L'étude sur la pression partielle d'oxygène dans le mélange gazeux O₂/Ar, nous a permis de conclure à un taux de 50% pour l'obtention de couches de ZnO de meilleures qualités contenant qu'une phase avec une présence moindre des autres orientations que [00ℓ], et des contraintes résiduelles faibles. Le fait de travailler à de faibles puissances pour un meilleur contrôle de l'orientation/texture et pour diminuer les contraintes intrinsèques dans les films a été démontré. Pour finir, nous avons vu que dans notre cas, des températures de l'ordre de 400°C-450°C étaient préférables pour l'obtention de couches de haute qualité texturale et cristalline et ayant une faible rugosité.

Le Tableau III-4 résume les paramètres de dépôt finalement sélectionnés pour la suite de ce travail. Une synthèse des propriétés de ces films, d'un point de vue structurale, morphologique et électrique, est présentée dans la Figure III-14. En résumé, après cette étude systématique, les films de ZnO avec une épaisseur de 2µm présente une phase ZnO pure, texturée purement en [00ℓ] avec une rugosité de surface de 2,6 nm (Figure III-14(a)) et une structure de croissance de type colonnaire (Figure III-14(b, c)). Le φ-scan du plan (101), réalisée sur ces couches, montre clairement une désorientation des films de ZnO dans le plan du substrat (Figure III-14(d)). Il présente toutefois une faible mosaïcité avec une FWHM de RC(002) de 0,9° (Figure III-14(e)). Afin d'évaluer les performances électriques des films de ZnO optimisés, des IDTs en aluminium d'une longueur d'onde de 10µm ont été réalisées sur l'hétérostructure. La réponse fréquentielle en S₂₁ montre la possibilité de fonctionner à des fréquences de plus de 3GHz et permet d'obtenir des pertes d'insertion de l'ordre de -11dB.

Tableau III-4 : Conditions de dépôts sélectionnés après l'étude en systématique des couches de ZnO sur silicium réalisées par pulvérisation RF magnétron.

| | |
|----------------------------|--------------------|
| Flux d'O ₂ (%) | 50 |
| Pression de travail (mbar) | 2*10 ⁻³ |
| Puissance RF (W) | 100 |
| Température de dépôt (°C) | 450 |

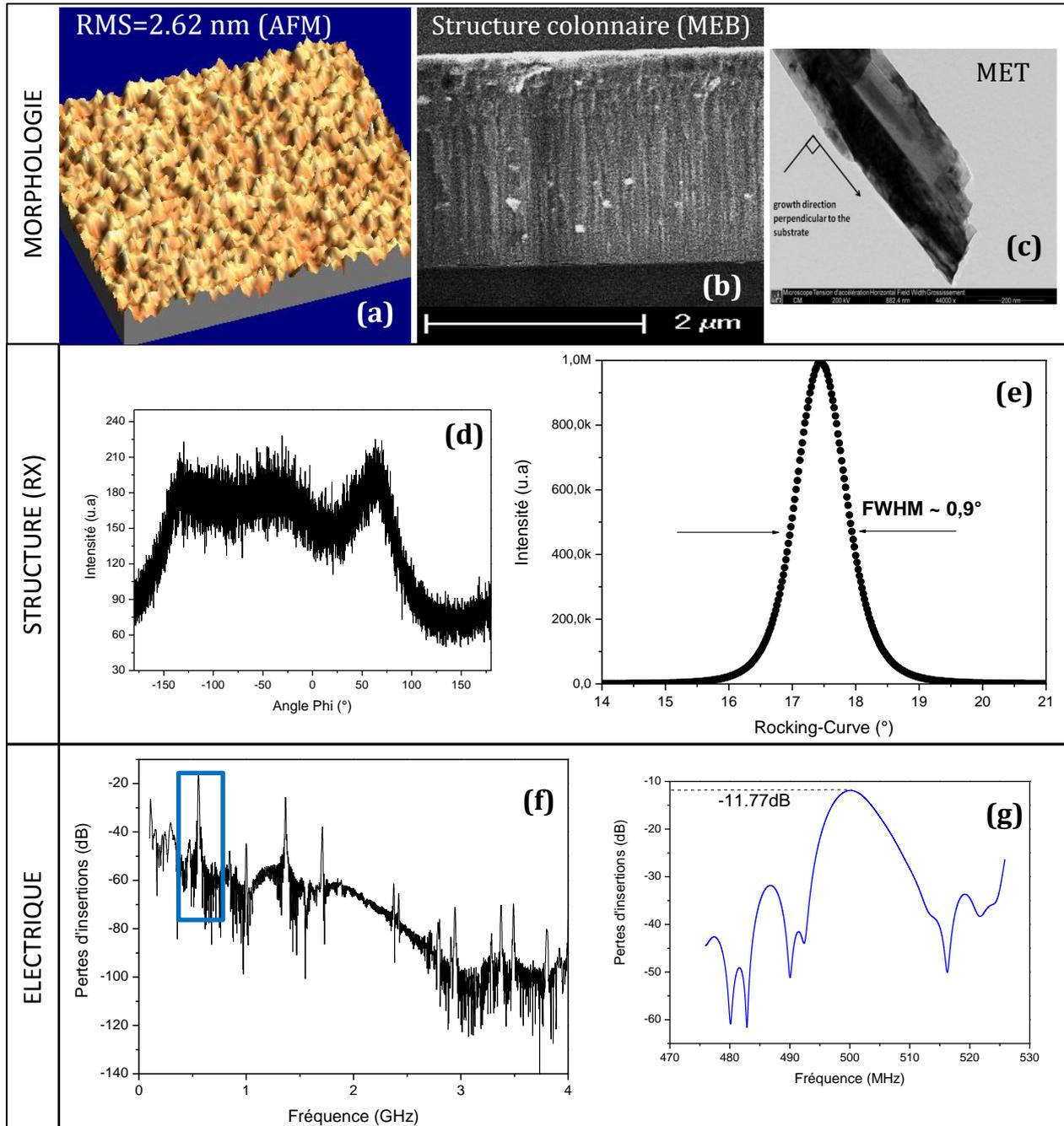


Figure III-14 : Morphologie, structure et caractéristiques électriques: image d'AFM de la rugosité de surface (a), microstructure colonnaire visualisée sur la tranche de la couche par MEB (b) et MET (c), ϕ -scan de la réflexion (101) (d) la RC(002), et pertes d'insertion en fonction de la fréquence (f et g) des films de ZnO réalisés dans des conditions de dépôts sélectionnées après des séries de systématiques (voir Tableau III-4).

PARTIE B :

Croissance de couches épaisses d'AlN sur ZnO par pulvérisation RF magnétron

La technique de pulvérisation RF magnétron a été utilisée pour la réalisation de films épais d'AlN (10 μ m – 30 μ m) sur la structure optimisée IDT/ZnO/Si (décrit dans la section précédente) dont les conditions de dépôt sont résumées dans le Tableau III-5. Bien que cette technique soit très avantageuse, il reste relativement difficile de faire croître des films épais sans l'introduction des fissures et d'autres défauts macroscopiques. Le dépôt d'AlN a été effectué à la température ambiante pour faciliter les mesures électriques *in-situ* et éviter le développement des contraintes thermiques, qui sont souvent à l'origine de la fissuration des couches épaisses. La distance cible-substrat a quant à elle été choisie la plus importante possible (15cm) dans le but d'éviter le bombardement violent des atomes de hautes énergies [26].

Tableau III-5 : Conditions de dépôts utilisées pour la croissance des films d'AlN par pulvérisation réactive magnétron sur l'hétérostructure optimisée IDT/ZnO/Si.

| | |
|----------------------------|--------------------|
| Flux d'N ₂ (%) | 50 |
| Pression de travail (mbar) | 2*10 ⁻³ |
| Puissance RF (W) | 300 |
| Température du dépôt (°C) | Ambiante |

III.B.1. Problématique : Adhésion des films d'AlN sur ZnO ?

Les résultats ont montré de façon significative une fissuration de la couche d'AlN sur ZnO/Si jusqu'à son décollement total à des épaisseurs élevées (~ 5 μ m) (Figure III-15). Elles montrent, une évolution dans la fissuration des couches avec l'augmentation de l'épaisseur d'AlN. Aux faibles épaisseurs (~ 50 nm), la fissuration de la couche est déjà visible au microscope optique. Lorsqu'elle atteint la centaine de nanomètres, les fissures se voient à l'œil nu. Cette fissuration passe par la formation d'écailles au décollement totale de la couche à des épaisseurs au-delà de 5 μ m. Notons que le système ZnO/Si n'a subi aucun dommage au cours de la croissance du nitrure d'aluminium. Cet effet de décollement ne peut pas provenir du désaccord de maille entre le ZnO et AlN ou de la différence du coefficient de dilatation thermique entre les deux matériaux, puisque les films ne sont pas épitaxiés et le dépôt a été réalisé à température ambiante. La seule source de chaleur provient principalement de l'énergie induite par le plasma. Cette température a été mesurée par thermocouple et ne dépasse pas les 70°C. Par contre, l'hétérostructure AlN/Si n'a présenté aucun problème d'adhérence ou de fissuration même à une épaisseur de 20 μ m (Figure III-15(g)). Notons, par ailleurs, qu'à l'heure actuelle peu est connu sur le mécanisme de croissance des nitrures sur les oxydes. Le problème d'adhésion est relié à l'énergie de surface de ZnO/énergie d'adhésion [27].

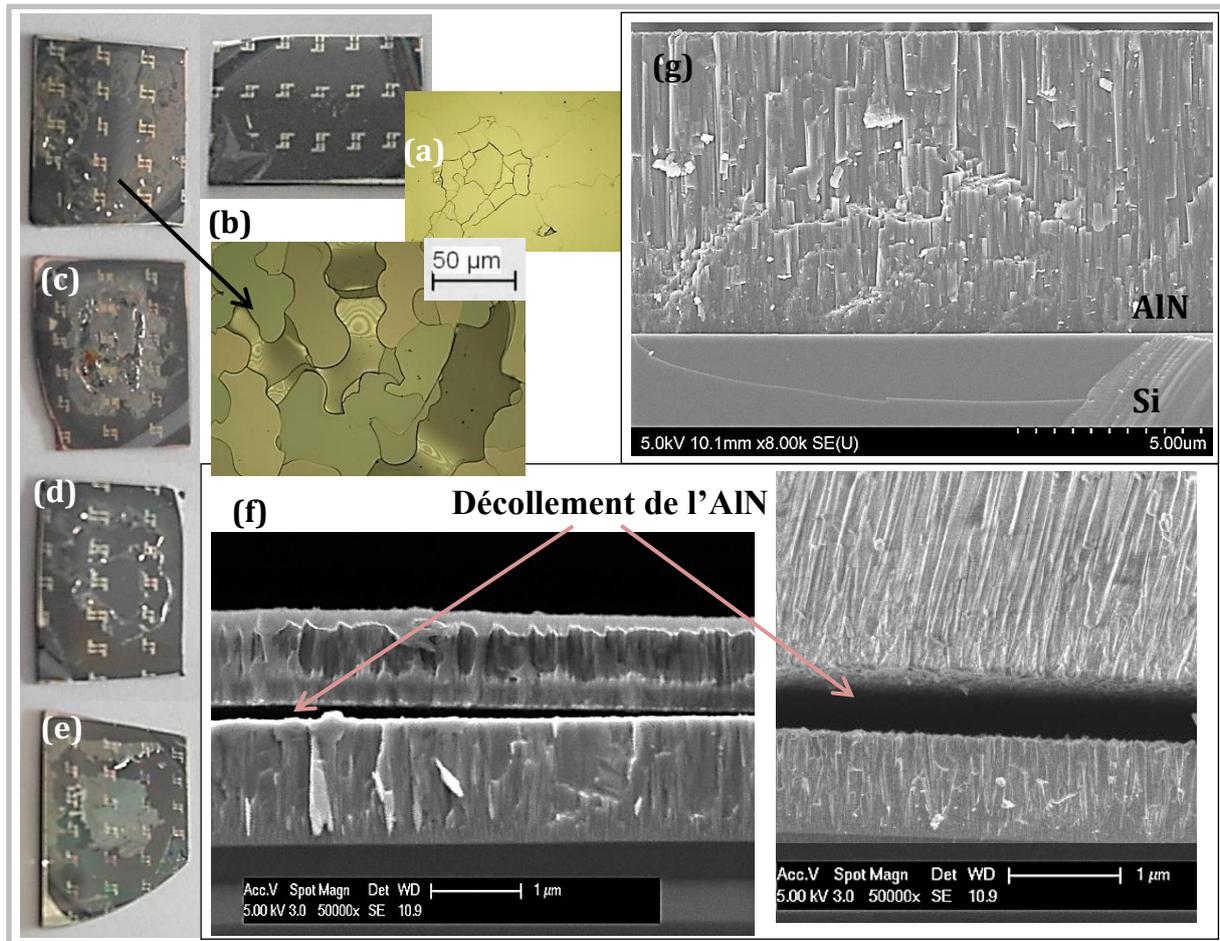


Figure III-15 : Photographies et images optiques de surface (a-e), images MEB de la tranche (f, g) des échantillons AlN/IDT/ZnO/Si obtenus à différents stades de la croissance de la couche d'AlN : fissurations macroscopiques(a, b), , écailllements(c), écailllements et décollements partiels(d), décollement total (e) ; image MEB de la tranche d'un échantillon AlN(2 μ m) /ZnO/Si après décollement de la couche d'AlN (f) ; image MEB de la tranche de AlN (20 μ m)/Si (g).

L'énergie d'adhésion d'interface dépend de plusieurs paramètres comme l'adsorption chimique, structure d'interface, présence des dislocations, réarrangement des liaisons, interactions intermoléculaires, potentiel électrochimique des électrons, etc [27]. Il est donc difficile d'identifier l'origine de la mauvaise adhésion de l'AlN sur l'hétérostructure IDT/ZnO/Si. Toutefois, les modes de croissance (cf. II.1.2) nous donnent une indication quant à la démarche à suivre. En effet, l'insuffisance de mobilité de surface due à la température faible lors du processus de croissance privilégie le mode tridimensionnel et donc une croissance colonnaire. La nucléation des germes s'effectue préférentiellement au niveau des défauts présents à la surface du substrat ou « pseudo-substrat ». En effet, la présence de marches, de défauts ponctuels (adatomes) ou de défauts bidimensionnels (ilots) « aide » la croissance des couches. Ainsi, pour faciliter la croissance et l'adhérence

des films d'AlN, il faudrait accroître le nombre de sites préférentiels (marches...) ce qui peut être réalisé aisément en augmentant par exemple la rugosité du film de ZnO. Cette rugosité aura pour but d'augmenter l'adhérence des films. Notons, par ailleurs, que les mécanismes de croissance sur les surfaces rugueuses ne sont pas bien connus.

III.B.2. Solution : Utilisation de film « rugueux » de ZnO

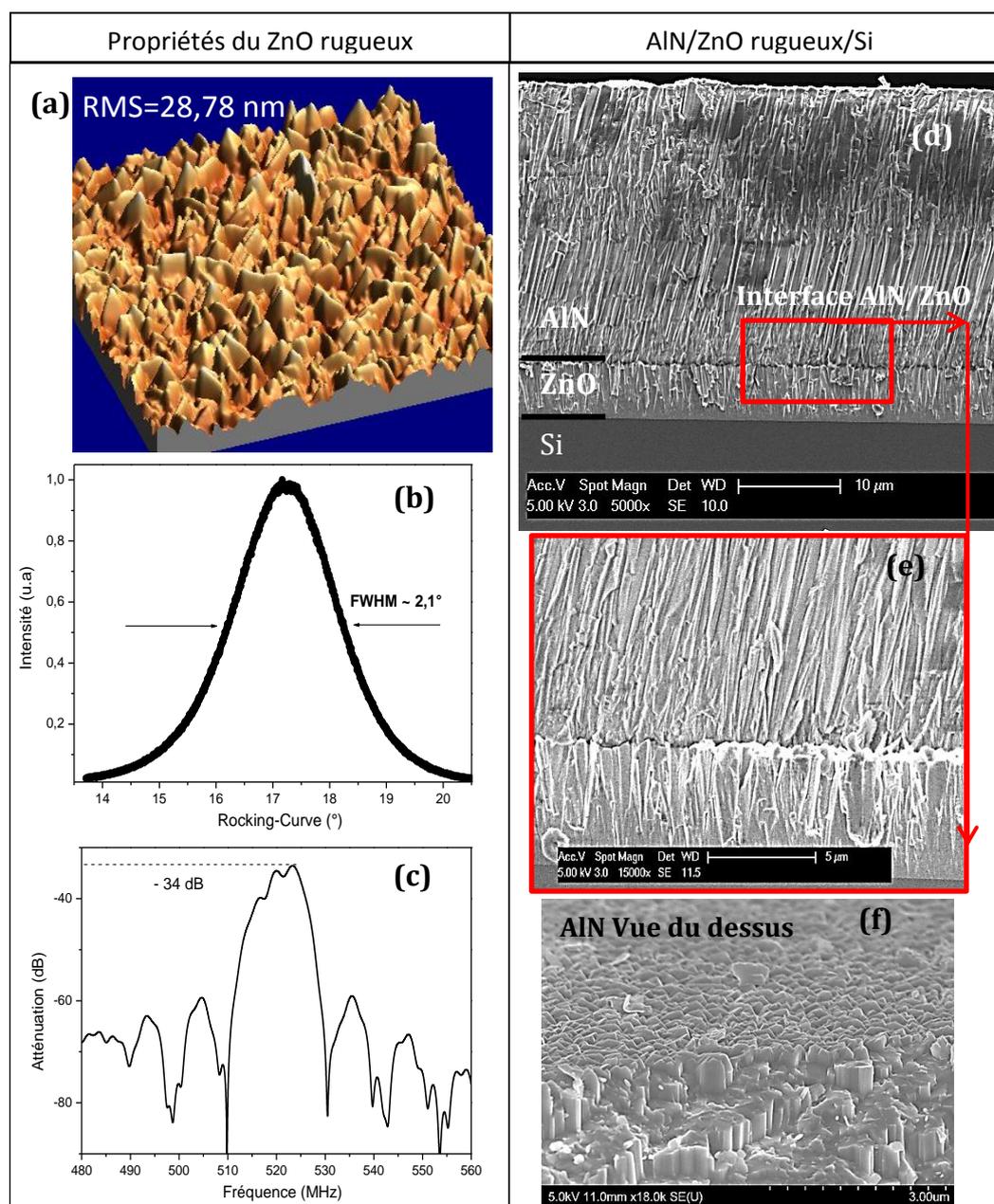


Figure III-16 : (a) Image d'AFM rugosité de surface, (b) la RC(002), (c) S_{21} de l'hétérostructure ZnO(rugueux)/Si (d) Images MEB de la structure AlN/ZnO/Si sur la tranche, (e) de l'interface AlN/ZnO et (f) vue du dessus des colonnes d'AlN.

Pour augmenter la rugosité des couches ZnO, les conditions de dépôt ont été modifiées en diminuant la température [28] et en augmentant la puissance injectée dans le plasma

[22] [21] (Tableau III-5). Outre l'augmentation de la rugosité qui a été multipliée par 10 ((RMS=29nm), Figure III-16 (a)), le changement des paramètres de dépôt engendre des modifications d'autres propriétés structurales. On note, par exemple, une texture préférentielle selon l'axe c mais avec la présence d'autres orientations et une augmentation de la mosaïcité avec une valeur de la FWHM de la RC(002) de 2,1° soit deux fois plus élevée que celle du ZnO lisse (Figure III-16 (b)). De plus, une détérioration dans le signal fréquentiel est constatée avec une augmentation des pertes (-34dB, figure III-16 (c)). Ces dernières observations suggèrent un lien étroit entre propriétés des couches et de la propagation des ondes [29]. L'AlN de 20µm d'épaisseur a été ensuite déposé dans les conditions données dans le Tableau III-4. Les images MEB de la tranche de l'hétérostructure AlN/ZnO/Si montrent clairement une adhérence des films d'AlN sur le ZnO rugueux (Figure III-16 (d, e)). On note, à titre indicatif, une rugosité de surface de l'AlN très élevée et largement supérieure à la résolution des IDTs rendant impossible l'utilisation de sa surface pour la réalisation de dispositifs SAW (Figure III-16(f)).

Afin d'évaluer l'adhérence des couches d'AlN sur la surface rugueuse du ZnO, des tests mécaniques par la technique de « scratch-test » ont été réalisés sur l'hétérostructure final AlN/ZnO(rugueux)/Si sous une charge progressive allant de 1N à 40 N. L'altération de la surface a été observée optiquement ; ce qui nous a permis de relever les charges critiques moyennes LC1, LC2 et LC3 associées aux différents stades d'endommagement qui correspondent à l'apparition des premiers copaux, premières fissurations et à un écaillage total de la surface (Figure III-20), respectivement. Les résultats obtenus sont résumés sur le Tableau III-5. Cette technique utilise comme indenteur une pointe diamant d'un diamètre de 200µm ce qui paraît peu approprié pour des hétérostructures à base de silicium (facilité de clivage). C'est pourquoi, afin d'estimer ou plutôt d'« appréhender » de façon simple la tenue de l'hétérostructure et plus particulièrement l'adhérence entre la couche de ZnO et d'AlN, il nous a paru judicieux de comparer ces tests avec une structure de « référence » qui ne présente, dès l'origine, aucun problème d'adhésion (AlN/Si).

Tableau III-5 : valeurs moyennes (sur 3 essais) des charges LC1, LC2 et LC3 des hétérostructures AlN(20µm)/Si, AlN(20µm)/ZnO(rugueux)/Si relevées après essai mécanique par « scratch-test »

| Hétérostructures | LC1 (N) | LC2 (N) | LC3 (N) |
|---------------------------|---------|---------|---------|
| AlN(20µm)/Si | – | 21.96 | 28.63 |
| AlN(20µm)/ZnO(rugueux)/Si | – | 21.64 | 29.87 |

Les deux structures montrent une tendance similaire puisqu'elles présentent tous deux une première zone sans dommage dans la surface et des valeurs en LC2 et LC3 équivalentes. Ces résultats montrent que l'utilisation du surface rugueuse et une solution efficace pour résoudre le problème de mauvaise l'adhésion d'AlN sur ZnO.

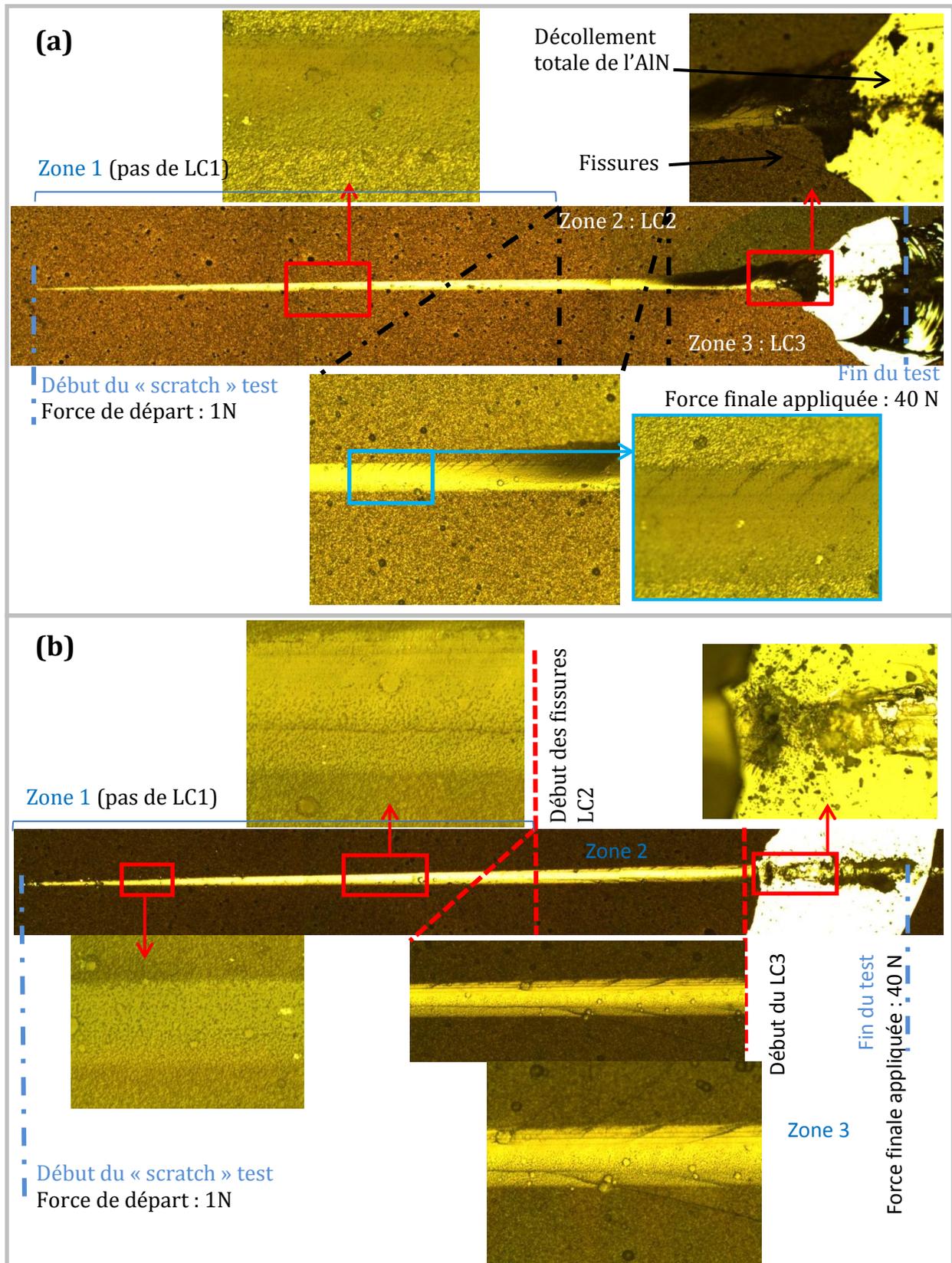


Figure III-20 : Analyse optique des scratchs tests des différentes zones correspondant aux charges critiques LC1, LC2 et LC3 réalisée sur les hétérostructures ZnO(rugueux)/Si (a) et AlN(20µm)/ZnO(rugueux)/Si (b).

En Résumé, l'augmentation de la rugosité du ZnO a diminué considérablement la qualité structurale des films mais aussi leurs performances en tant que dispositif SAW mais a permis d'améliorer de façon significative l'adhérence des couches d'AlN sur le ZnO même à des épaisseurs très élevées (20 μ m) ce qui a été ici le principal objectif. Notons par ailleurs, que les pertes d'insertions mesurées pour le ZnO rugueux restent toutefois relativement convenables pour la réalisation des expériences à venir.

De plus, afin d'optimiser au maximum les qualités de ZnO, il serait préférable de réaliser une série de systématiques ayant pour objectif de définir la rugosité de surface limite pour une adhérence convenable de l'AlN.

Pour compléter l'étude nous avons réalisé la croissance d'AlN sur le système IDT/ZnO/Si (IDT sont en aluminium, avec épaisseur de 100 nm, de périodicité 10 μ m). Comme précédemment, nous voyons une adhérence des films de AlN sur les films de ZnO rugueux (Figure III-17(a, c)) avec un décollement pour les couches lisses (RMS<3nm ; Figure III-17(b)). Les propriétés électriques de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO(rugueux)/Si seront discutées en chapitre IV. Nous remarquons une influence significative des reliefs des IDTs sur la croissance des films d'AlN. Cette observation reste plutôt cohérente puisque les IDTs vont se comporter comme des marches microscopiques pour la croissance : les colonnes d'AlN vont donc croître sur les parois des IDT et vont suivre les reliefs formés par les IDTs. Notons que ces images sont une illustration du mode de croissance par îlots des films d'AlN (Figure III-17(a, c)).

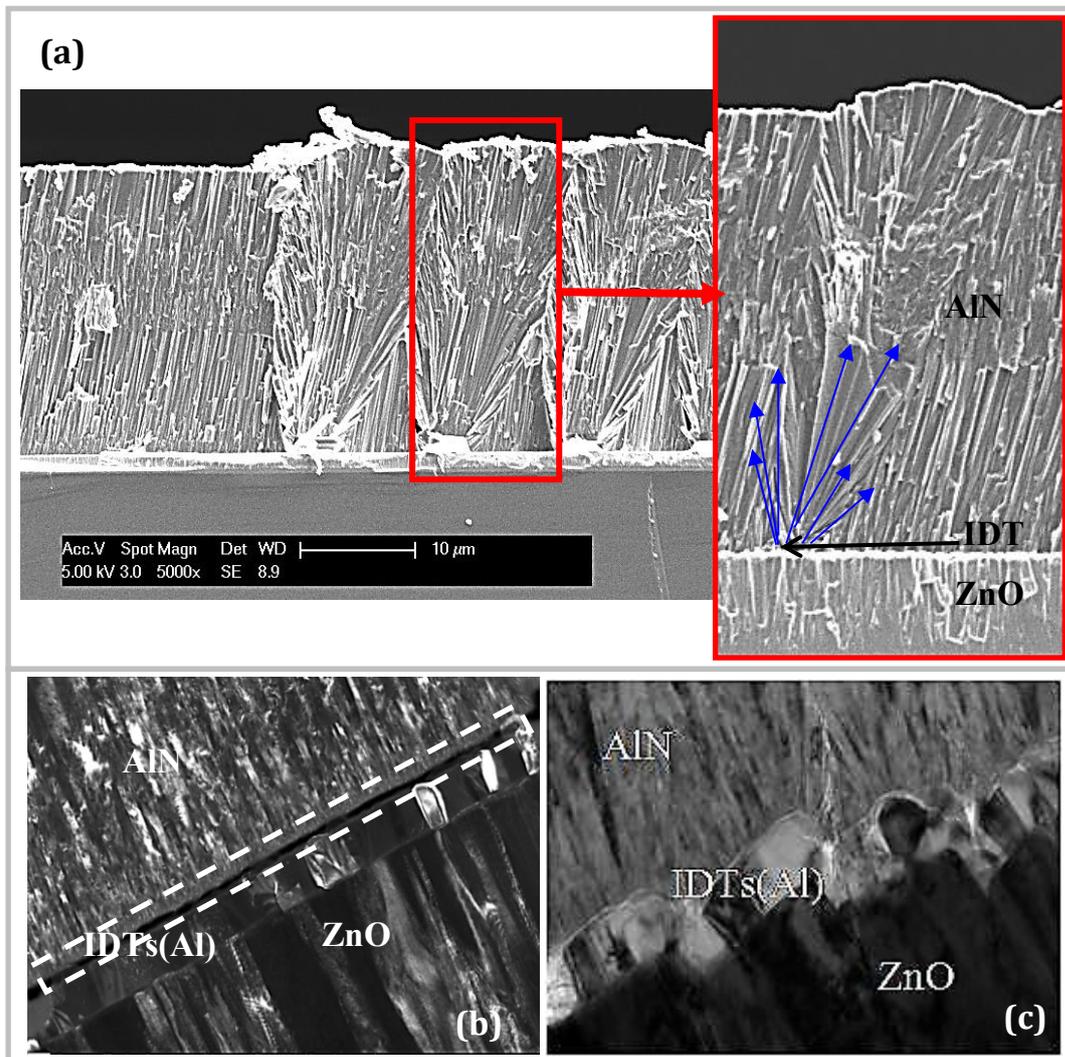


Figure III-17 : (a) Image MEB de la structure AlN/IDT/ZnO/Si sur la tranche, (b) image MET en champs sombre de l'interface AlN/IDT/ZnO(lisse), (c) image MET en champs clair vue de l'interface AlN/IDT/ZnO(rugueux).

III.B.3. Propriétés structurales des films d'AlN

La croissance des couches d'AlN est colonnaire (Figure III-19). Les colonnes d'AlN grossissent au fur et à mesure de la croissance. Les premiers stades de croissance montrent une croissance en petites cristallites (Figure III-19 (b)) puis deviennent de plus en plus des colonnes bien définies (50nm) (Figure III-19(c)) à la fin de la croissance après 20μm d'AlN les colonnes atteignent plus de 200nm d'épaisseur (Figure III-19(d)). Les colonnes d'AlN croissent selon l'axe c $[00\bar{c}]$ orientées vers la cible et sont désorientées à cause du relief des IDTs et engendrent des désorientations de 10° à 40° par rapport à la surface aboutissant ainsi à la présence d'autres orientations (Figure III-18(a)). Dans notre cas l'axe c est désorienté par rapport à la normale de plus de 36° comme nous le voyons très bien dans les figures de pôle des réflexions (100), (101) et (002) présentées dans la Figure III-18(b).

D'après nos différentes observations, nous considérons que les couches d'AlN suivent un mode de croissance calqué sur le modèle de Van der Drift, du fait notamment de la rugosité de surface du ZnO et du relief induit par les IDTs. Ce modèle est connu à la base pour la croissance de couches de diamant par CVD. D'après ce modèle, chaque cristallite (colonnes dans notre cas) grossit jusqu'à ce qu'elle rencontre une autre cristallite formant ainsi un joint de cristallites. De plus, si l'on considère une surface ayant des cristallites d'orientations aléatoires, les cristallites perpendiculaires au substrat possèdent une vitesse de croissance plus élevée (compétition dans la croissance des cristallites). Au fur et à mesure de la croissance, une anisotropie macroscopique se développe.

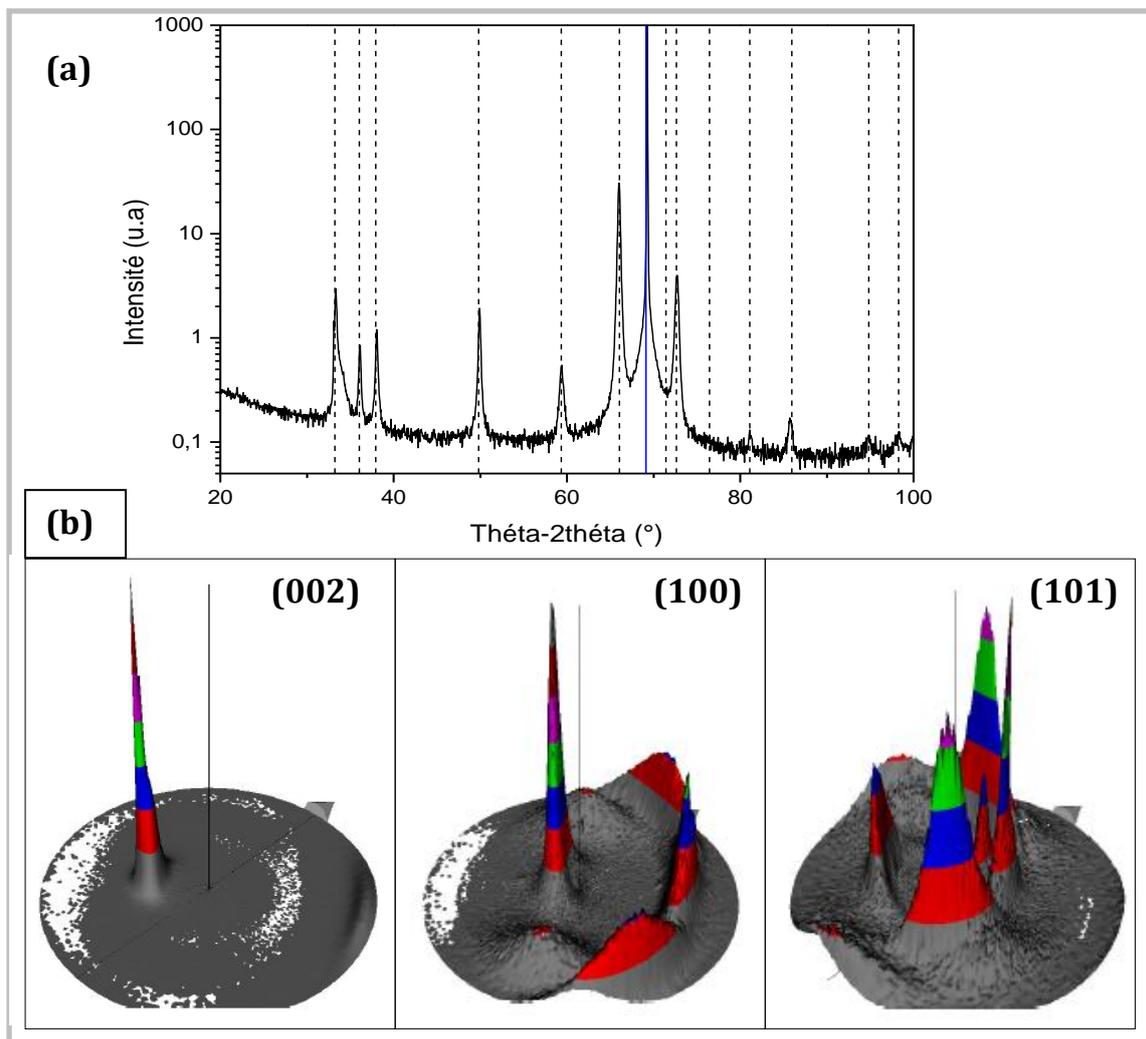


Figure III-18: (a) Cliché en θ - 2θ des couches d'AlN(20 μ m)/ZnO/Si. Les lignes en pointillées et celle en continue bleue indiquent les différentes orientations possible de l'AlN (Fiche JCPDS Annexe 3) et l'angle de la réflexion (200) du silicium (69,13° ; Fiche JCPDS Annexe 2) respectivement. (b) figures de pôles des plans (002), (100) et (101) associés.

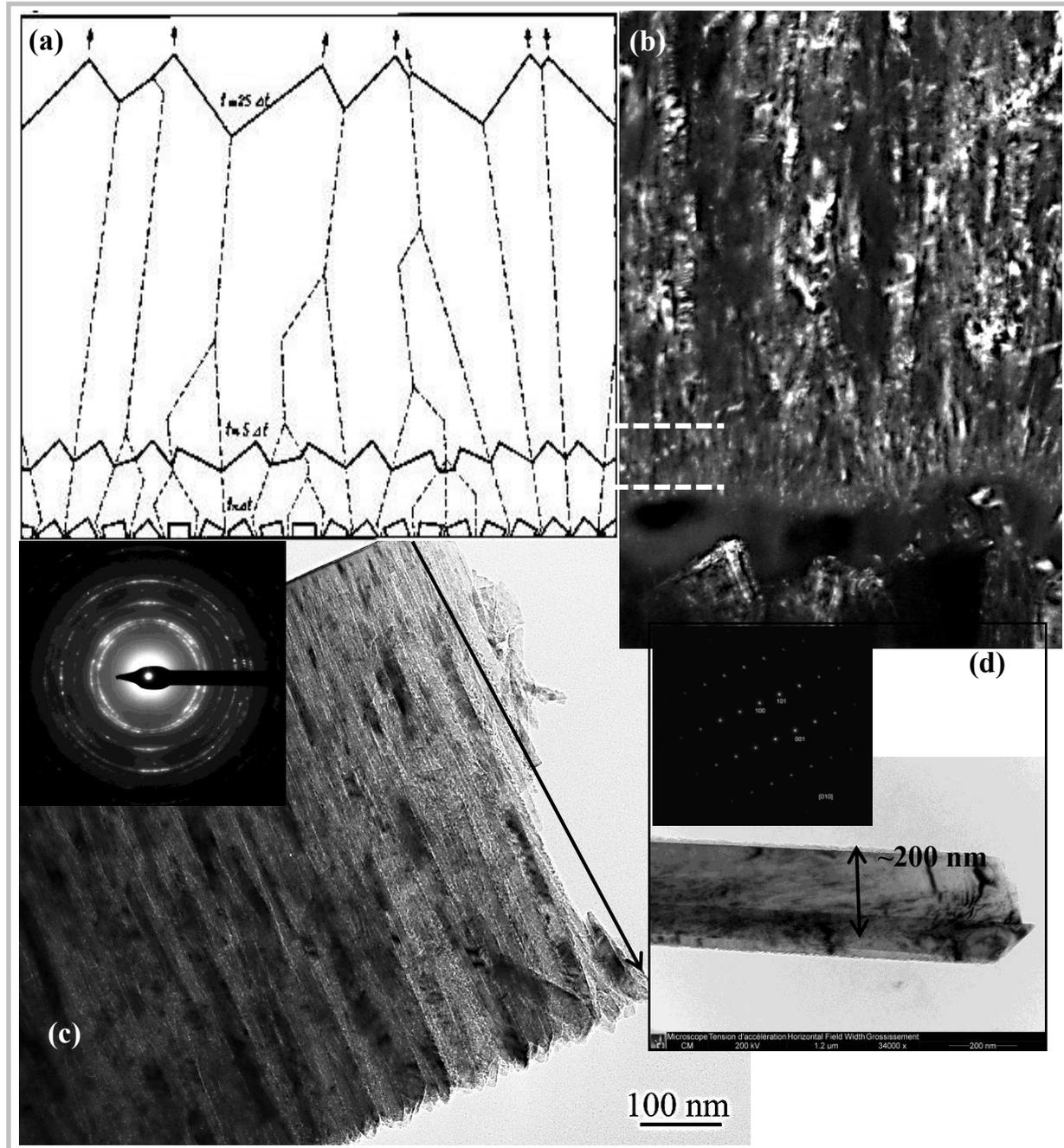


Figure III-19: (a) construction des cristallites selon le modèle de Van der Drift. (b) micrographie MET représentant le début de croissance en petites cristallites (en pointillé) grossissant en colonne. (c) micrographie MET des colonnes d'AlN après $1 \mu\text{m}$ d'épaisseur et sa diffraction électronique associée (d) Image MET d'une colonne d'AlN après une épaisseur de $15 \mu\text{m}$

III.B.4. Stabilité de l'hétérostructure à haute température (700°C)

Afin d'observer l'évolution de la texture, la cristallinité et de la stabilité chimique, les spectres en θ - 2θ de la réflexion (200) ont été mesurés en fonction de la température jusqu'à 700°C (tous les 20° à la montée et la descente). L'évolution de profil de la réflexion (200) en fonction de la température est présentée dans la Figure III-20. Du fait de son épaisseur importante (20 μ m) rendant la réflexion du silicium imperceptible ; les clichés de diffractions ont été pris sans normalisation préalable de l'échantillon par rapport à la réflexion du substrat de silicium rendant ainsi le suivi des contraintes irréalisables. Néanmoins, les données issues de ce traitement nous permettent de calculer l'expansion thermique de l'AlN (Figure III-21) qui a été calculé à environ $3,3 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ($\pm 0,3 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) ce qui reste relativement proche des données de la littérature ($3,1 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ [30]) mais aussi de comparer l'effet de l'échauffement et du refroidissement (Figure III-22) dans la qualité des films. La FWHM de la réflexion (200) du spectre θ - 2θ reste stable en fonction de la température (si l'on considère les incertitudes de mesures) pouvant ainsi traduire une stabilité dans la formation de microdéformations.

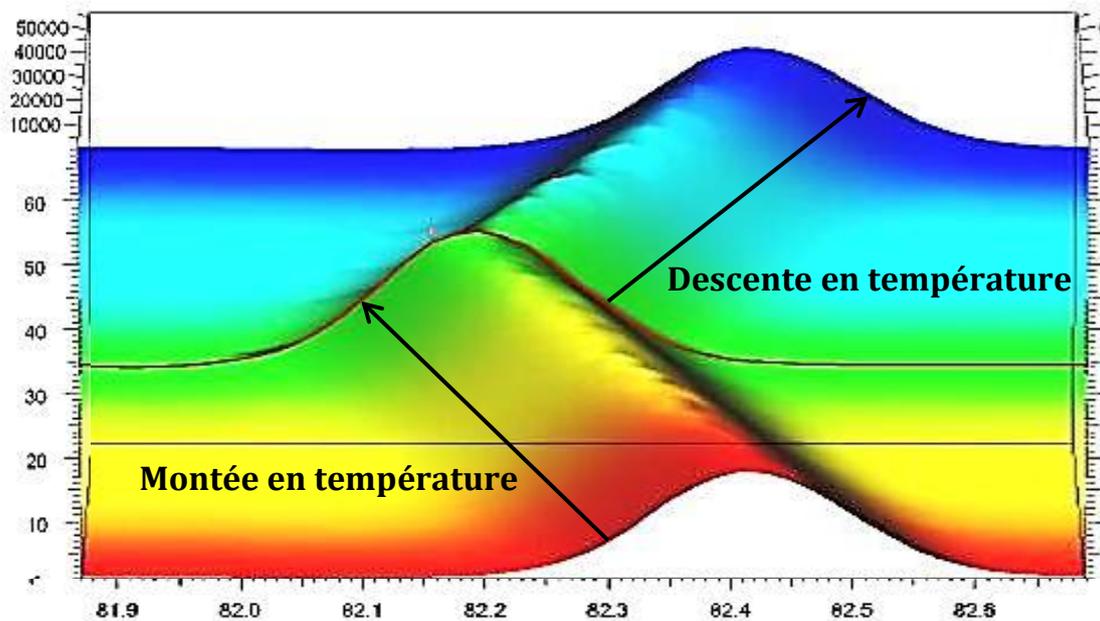


Figure III-20 : Evolution en θ - 2θ de la réflexion (200) de l'AlN lors d'un traitement à haute température, à l'air, allant de 40°C à 700°C (cliché relevé tous les 20°C) lors de la montée et de la descente.

Ces résultats ont révélé que la température n'engendre aucun effet néfaste sur la structure : aucune fissuration, délaminage ou changement n'a été constaté aussi bien au niveau de la texture que de la cristallinité.

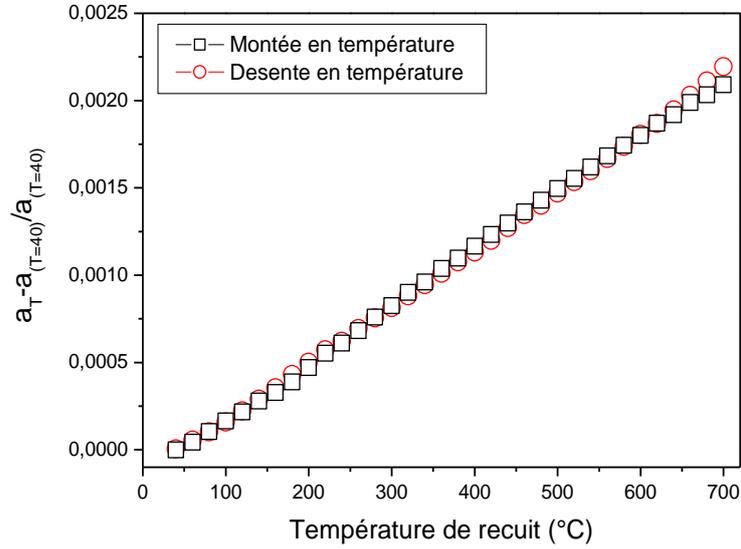


Figure III-21 : Evolution du paramètre $(a_T - a_{T=40^\circ\text{C}})/a_T$ de la réflexion (200) de l'AlN lors d'un traitement à haute température, à l'air, allant de 40°C à 700°C lors de la montée et de la descente. La pente représente l'expansion thermique de l'AlN dans le plan.

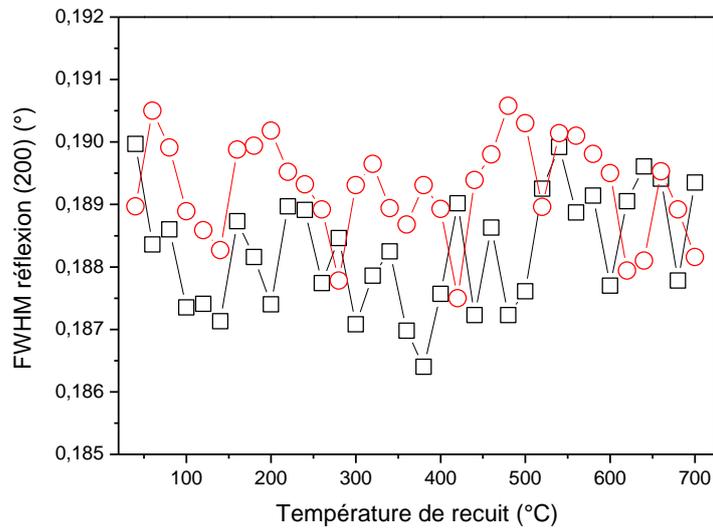


Figure III-22 : FWHM de la réflexion (200) de l'AlN en fonction de la température (40°C à 700°C) lors de la montée et de la descente.

Vers une amélioration de l'hétérostructure AlN/ZnO/Si

Note : cette partie a été essentiellement réalisée à la fin de cette thèse, les résultats présentés ne seront ainsi pas utilisés dans la suite du manuscrit et donc lors de la caractérisation électriques de l'hétérostructure.

La désorientation aléatoire des colonnes d'AlN pouvant aller de 10° à 40° due aux reliefs des IDTs peut agir directement sur les performances des dispositifs SAW (vitesse de propagation, coefficient de couplage K^2 , augmentation des pertes..) et sur le niveau d'isolation de l'onde. Notons par ailleurs que du fait de son caractère aléatoire les réponses fréquentielles peuvent changer d'une expérience à une autre. C'est pourquoi, le contrôle et la minimisation des effets de bord des IDTs dans l'orientation de l'AlN est indispensable pour la reproductible et le contrôle du Signal SAW pour les éventuelles applications industrielles. Cette problématique peut être appréhendée par le concept dit de « planarisation » des IDTs en d'autres termes par un lissage de l'interface dans la section des IDTs. Deux concepts ont été explorés. Le premier consiste à rajouter une étape dans le processus de lithographie afin de combler dans une première phase les trous des IDTs par de l'AlN et ensuite redéposer la couche épaisse d'AlN. La deuxième idée est de réaliser par gravure des tranchées sous forme d'IDT dans le film de ZnO. Ces tranchées accueilleront ensuite les IDTs offrant au final une surface « planarisée » prête pour le dépôt de la couche d'AlN. Evidemment, ces deux configurations vont changer considérablement les performances des dispositifs tant au niveau du K^2 que de la vitesse. Les trois principales étapes des deux principes de « planarisation » considérées ainsi que les premiers résultats de caractérisations réalisés à l'issue de ces procédés sont présentés sur les Figures III-23(a) et III-24(a). Les images MET des lamelles d'une période spatiale des IDTs obtenues par découpe FIB (Figures III-23 (b)) issues du concept à base de dépôt d'AlN, révèlent la présence d'une couche native d'alumine dans l'interface AlN/ZnO, affirmée par les analyses EDSX qui montrent dans cette zone une forte présence d'oxygène (Figures III-23 (c et d)) engendrant par la même occasion des défauts de croissance dans l'interface AlN/AlN et des « boursouflures » (Figures III-23 (d)). Ces « boursouflures » proviennent probablement des manipulations diverses effectuées entre chaque étape (effectuée à l'air) du processus de fabrication. Quoiqu'il en soit, ces défauts de croissance induisent des désorientations dans le dépôt d'AlN tout comme dans le cas de l'hétérostructure non-planarisé ce qui est donc loin de l'objectif visé. Concernant la deuxième configuration basée sur la réalisation de tranchées par IBE dans le ZnO, les images AFM réalisées après le dépôt des IDTs (Figure III-24 (b)) montrent un lissage presque parfait de la surface contenant les IDTs avec seulement quelques défauts au niveau des lignes des IDTs qui peuvent être interprétés par la directivité de la gravure par IBE. La réponse fréquentielle obtenue pour l'hétérostructure non-planarisée est comparée à celle de l'hétérostructure enterrée ($\lambda=10\mu\text{m}$ et $h_{\text{ZnO}}\sim 1,7\mu\text{m}$) et est présentée dans la Figure III-2(c). L'enterrement des IDTs dans le ZnO engendre une augmentation de la vitesse de propagation ainsi qu'une augmentation des pertes d'insertion d'environ 10dB par rapport à l'hétérostructure

non-planarisée. Cette augmentation des pertes peut-être reliée directement à la diminution du K^2 qui est avérée dans ce type de configuration [31].

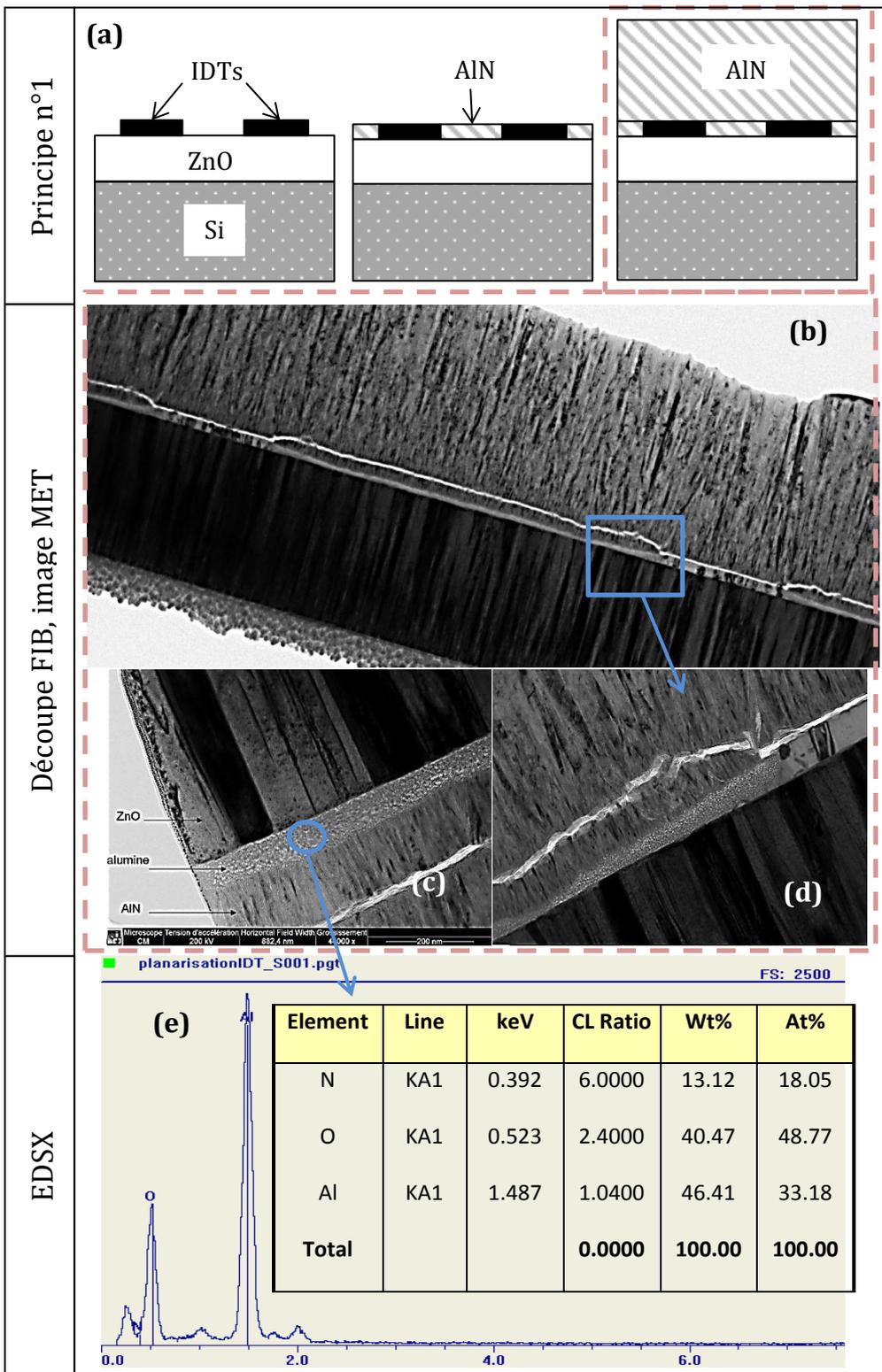


Figure III-23 : (a) Schématisation des 3 principales étapes du principe de « planarisation par dépôt d'AlN » (b, c et d) Images MET sur la tranche réalisée par découpe FIB de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si (e) Courbe EDSX obtenue sur la couche native d'alumine accompagnée du tableau de quantification des éléments relevés.

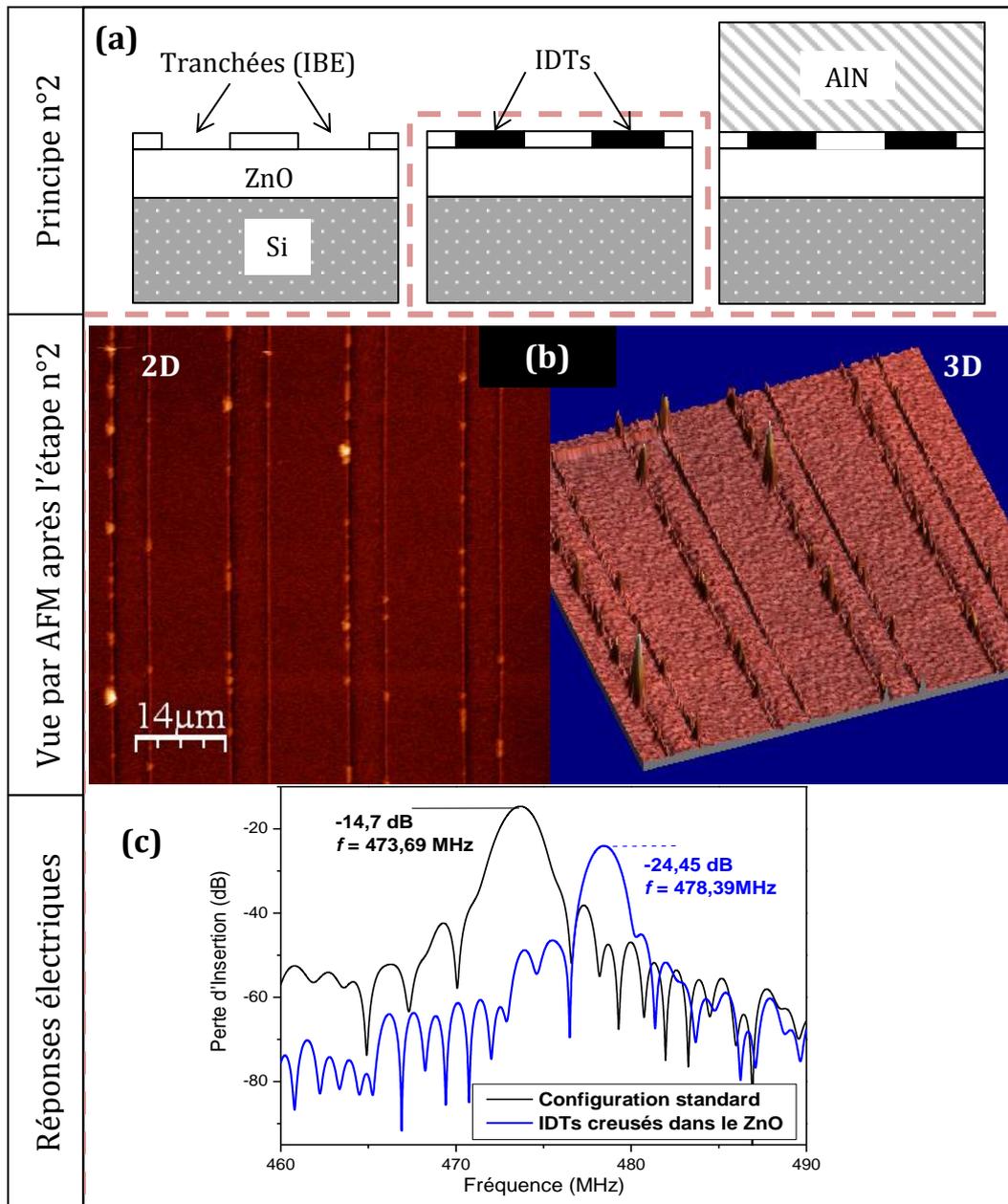


Figure III-24 : (a) Schématisation des 3 principales étapes du principe de « planarisation par tranchées de ZnO » (b) Images AFM vue en 2D et 3D après dépôt des IDTs dans les tranchées réalisées par IBE dans le ZnO (c) comparaisons des réponses fréquentielles en transmission (S_{21}) obtenues dans le cas de la configuration standard et après « planarisation ».

En résumé, la méthode dite de « planarisation » par tranchées dans le ZnO est une méthode efficace pour diminuer les effets de bords des IDTs mais induit une détérioration dans le signal SAW.

Conclusion

Dans ce chapitre, une première partie a été consacrée à l'optimisation des couches de ZnO sur les substrats de silicium. Nous avons discuté notamment, de l'influence de la position des échantillons par rapport au magnétron, de l'épaisseur des couches, du taux d'oxygène dans le mélange gazeux O_2/Ar , de la puissance injectée dans le plasma ainsi que de la température du porte-substrat.

A l'issue de cette étude systématique, les films de ZnO ont présenté de bonnes propriétés structurales avec notamment une texture pure en $[00\bar{l}]$, une rugosité de surface de 2,62nm et une faible mosaïcité mais aussi de bonnes propriétés électriques avec des pertes d'insertion de l'ordre de -11dB. Ces couches de ZnO devaient servir à la croissance de l'AlN épais de l'ordre de la dizaine de microns. Néanmoins, les études menées dans la deuxième partie de ce chapitre ont montré clairement la mauvaise adhésion entre les films de ZnO et d'AlN. Grâce à la connaissance des mécanismes de croissance nous avons pu régler ce problème d'adhésion par l'augmentation de la rugosité de surface du ZnO. Les études morphologiques réalisées au MEB et au MET ainsi que les tests mécaniques au « *scratch test* » nous ont permis de démontrer l'augmentation de l'adhérence des films de ZnO et d'AlN. L'hétérostructure finale présente en plus une stabilité à haute température (700°C). Nous avons néanmoins constaté une influence considérable des reliefs des IDTs sur l'orientation des colonnes d'AlN qui se traduit directement sur la texture de l'AlN. C'est pourquoi, dans le but de minimiser au maximum les effets de bord des IDTs nous avons entrepris dans la dernière partie de ce chapitre une amélioration de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si par la mise en œuvre de deux méthodes distinctes dites de « planarisation » : l'une basée une étape de préliminaire de dépôt d'AlN et l'autre sur la réalisation de tranchées par IBE dans le ZnO. Bien que la planarisation provoque des pertes dans le signal SAW, elle permet d'éviter des problèmes de non reproductibilité ce qui est rédhibitoire pour les applications industrielles. De plus, le but serait par la suite de tester cette configuration avec le dépôt de d'AlN.

La synthèse de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si et sa caractérisation d'un point de vue matériau, nous a permis de définir les paramètres de dépôt adéquats pour la croissance des couches de ZnO ayant des propriétés structurales, morphologiques et électriques convenables mais aussi de définir les conditions pour une maîtrise de la croissance d'AlN « épais » ayant une bonne adhérence avec la couche de ZnO. Cependant, cette étude est loin de nous apporter des éléments quant à ses performances en tant que dispositifs SAW, cet aspect sera donc traité dans le chapitre suivant.

Bibliographie

- [1] J.W. Hutchinson, M.Y. Heib et A.G. Evans, *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 48, p. 709, 2000.
- [2] Ü. Özgür, Ya. I. Alivov, C. Liu, A. Teke, M. A. Reshchikov, S. Doğan, V. Avrutin, S.-J. Cho, et H. Morkoç, *J. Appl. Phys. Rev.*, vol. 98, p. 041301, 2005.
- [3] D. W. Hoffman et J. A. Thornton, *Thin Solid Films*, vol. 40, p. 355, 1977.
- [4] S.B. Krupanidhi et M.Sayer, *J. Appl. Phys.*, vol. 56, p. 3308, 1984.
- [5] M. Minakata, N. Chubachi et Y. Kikuchui, *Jpn Appl. Phys.*, vol. 11, p. 1852, 1972.
- [6] H. Czternastek, *Vacuum*, vol. 82, p. 994, 2008.
- [7] K. Tominaga, N. Ueshiba, Y. Shintani et O. Toda, *J. Appl. Phys.*, vol. 20, p. 519, 1981.
- [8] P-F. Yang, H-C. Wen, S-R. Jian, Y-S. Lai, S. Wu et R-S. Chen, *Microelectronics Reliability*, vol. 48, p. 389, 2008.
- [9] S-S. Lin et J-L. Huang, *Surf. Coating Tech.*, vol. 185, p. 222, 2004.
- [10] P. Sharma et K. Sreenivas, *J. Appl. Phys.*, vol. 93, p. 3963, 2003.
- [11] J.P. Zhang, G.He, L.Q. Zhu, M. Liu, S.S. Pan et L.D. Zhang, *Appl. Surf. Sci.*, vol. 253, p. 9414, 2007.
- [12] J.W. Shin, J.Y. Lee, T.W. Kim, Y.S.No, W.J. Cho et W.K. Choi, *J. Appl. Lett.*, vol. 88, p. 091911, 2006.
- [13] N.Fujimur, T. Nishihara, S. Goto, J.F. Xu et T. Ito, *J. Cryst. Growth*, vol. 130, p. 269, 1993.
- [14] K. Lott, S. Shinkarenko, T. Kirsanova, L. Türn, E. Gorohova, A. Grebennik et A.Vishnjakov, *Solid. State Ionics*, vol. 173, p. 29, 2004.
- [15] J. Anderson et W. Chris, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 87, p. 122102, 2005.
- [16] I. Sayago, M. Aleixandre L. Arès, M.J. Fernandez, J.P. Santos, J. Guitierrez et M.C. Horillo, *Appl. Surf. Sci.*, vol. 245, p. 273, 2005.
- [17] I.-T. Tang, Y.C. Wang, W.c. Hwang, C.C. Hwang, N.C. Wu, M.-P. Houg et Y.H. wang, *J. Cryst. Growth*, vol. 525, p. 190, 2003.
- [18] K.B. Sundaram et B.K. Garside, *J. Appl. Phys.*, vol. 17, p. 147, 1984.
- [19] Wei Gao et Zhengwei Li, *Ceram. Inter.*, vol. 30, p. 1155, 2004.
- [20] I. Sayago, M. Aleixandre, A. Martinez, M.J. Fernandez, J.P. Santos, J. Gutierrez, I. Gracia et M.C. Horrillo, *Synth. Met.*, vol. 148, p. 37, 2005.
- [21] N-H. Kim et H-W. Kim, *Mater. Matters*, vol. 58, p. 938, 2004.
- [22] R. Ondo-Ndong, G.Ferblantier, M. Al Kalfioui, A. Boyer et A. Foucaran, *J. Cryst. Growth*, vol. 255, p. 130, 2003.
- [23] S.W. Whangbo, H.K. Jang et S.G. Kim, *J. Korean Phys. Soc.*, vol. 37 4, p. 456, 2000 .
- [24] S-Jun Kang et Y-Hee Joung, *Appl. Surf. Sci.*, vol. 253, p. 7330, 2007.
- [25] R. Ondo-Ndong, F. Pascal-Delannoy, A. Boyer, A. Giani et A. Fourcaran, *Mater. Sci.*

Eng., vol. B97, p. 68, 2003.

- [26] S-H. Leea, K-H. Yoonb, D-S. Cheonga et J-K. Lee, *Thin Solid Films*, vol. 435, p. 193, 2003.
- [27] P.M. Dryburgh, *J. Mater. Sci.*, vol. 9, p. 237, 1998.
- [28] W. Water et S-Y. Chu, *Mater. Lett.*, vol. 55, p. 67, 2002.
- [29] J-B. Lee, D-H.Cho, D-Y. Kim, C-K. Park et J-S. Park, *Thin Solid Films*, vol. 516, p. 475, 2007.
- [30] H. KrÄoncke, S. Figge, B.M. Epelbaum et D. Hommel, *Acta Phys. Pol. A*, vol. 114, p. 1193, 2008.
- [31] M. Kadota et T. Kimura, *IEEE Ultrason. Symp.*, p. 2305, 2006.

« On fait la science avec des faits, comme on fait une maison avec des pierres : mais une accumulation de faits n'est pas plus une science qu'un tas de pierres n'est une maison. »

Henri Poincaré

Chapitre IV

Les hétérostructures «autoprotégées » pour les applications SAW

PARTIE A

Hétérostructure « autoprotégée » AlN/IDT/ZnO/Saphir contre les agressions environnementales.....124

IV.A.1. Modélisation COMSOL Multiphysics..... 124

IV.A.2. Résultats expérimentaux..... 133

PARTIE B

Hétérostructure « autoprotégée » AlN/IDT/AlN/Si pour les environnements hostiles ($T \leq 1000^{\circ}\text{C}$).....144

IV.B.1. Procédure expérimentale..... 144

IV.B.2. IDT/AlN/Saphir VS AlN/IDT/AlN/Saphir : stabilité à $800^{\circ}\text{C} - 1000^{\circ}\text{C}$ 145

Conclusion..... 160

Bibliographie..... 162

Chapitre IV

Les hétérostructures « autoprotégées » pour les applications SAW

Ce chapitre propose deux hétérostructures « autoprotégées » possibles pour deux applications distinctes. La première consiste en la réalisation d'un dispositif AlN/IDT/ZnO/Si à onde isolée. L'onde se propagera et se confinera dans la couche active de ZnO grâce à la couche de protection d'AlN. Cette première configuration a été principalement choisie pour des applications en environnement « néfaste », contre les agrégations extérieures (oxydation, humidité...) et pour des températures de l'ordre de la centaine de degré Celsius. La deuxième hétérostructure AlN/IDT/AlN/Saphir a été réalisée dans le but de palier aux problèmes et aux contraintes inhérents au *packaging* dans l'électronique de puissance à haute température voir très haute température (1000°C). Le principe de *packageless* utilisé dans cette partie diffère de celui présenté précédemment puisqu'il ne s'agit pas ici de créer une onde isolée mais simplement de protéger les IDTs par un film mince contre les phénomènes d'agglomération des électrodes. Afin de conserver les bonnes propriétés de l'hétérostructure IDT/AlN/Saphir, nous avons opté pour l'AlN comme couche de protection.

Hétérostructure « autoprotégée » AlN/IDT/ZnO/Si contre les agressions environnementales

Bien que l'hétérostructure standard IDT/ZnO/Si soit bien connue dans le monde de la micro électrique, l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si appliquée aux dispositifs SAW reste quant à elle peu étudiée, cela est d'autant plus vrai dans notre cas puisque l'AlN requiert une épaisseur élevée pour le confinement efficace de l'onde. Ainsi, il reste relativement difficile de prévoir le comportement de l'hétérostructure tant au niveau de sa vitesse qu'au niveau du K^2 . L'objectif de ce chapitre est, dans un premier temps, d'établir de façon théorique les possibilités pour la réalisation de l'hétérostructure « autoprotégée » à base d'AlN/IDT/ZnO/Si. Les études théoriques sont réalisées en tenant compte des équations régies par les ondes et des conditions aux limites des différentes couches ([1], Chapitre I). Grâce à celles-ci, de nombreuses méthodes de calculs ont été développées afin de prévoir et de définir les modes de propagations ainsi que leurs propriétés dans la structure [2] [3] [4] [5] [6] [7] [8] [9]. Ces méthodes numériques ont permis de définir les courbes de dispersions des principales caractéristiques (K^2 , vitesse...). Ces courbes de dispersions sont en général, et en particulier pour des hétérostructures complexes, indispensables pour définir les conditions de génération des ondes, elles se présentent ainsi comme un outil incontournable pour des applications expérimentales. Pour notre étude, le logiciel COMSOL Multiphysics [10] [11] [12] [13] a été employé pour modéliser ces courbes. COMSOL Multiphysics est un logiciel d'analyse par éléments finis qui emploie de manière directe les équations aux dérivées partielles et permet d'effectuer différentes analyses (structurale, thermique, acoustique, ...). L'effet des épaisseurs des couches de ZnO et d'AlN sur les performances de l'hétérostructure a ainsi été étudié et calculé par la méthode des éléments finis (FEM), permettant par la suite de définir une hétérostructure optimale pour les applications expérimentales. La deuxième partie de ce chapitre est consacrée à la réalisation expérimentale de l'hétérostructure avec une comparaison des résultats obtenus au moyen de la simulation.

IV.A.1. Modélisation COMSOL Multiphysics

Model

La Figure IV-1 représente l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si établi dans notre model. La structure est composée d'une couche de ZnO orientée (00 ℓ) déposée sur un substrat de silicium (100). Les électrodes en aluminium sont modelées sur le ZnO. L'AlN, à axe c perpendiculaire au plan du substrat, est finalement ajouté au-dessus de l'hétérostructure IDT/ZnO/Si. Chaque matériau est décrit dans le model par ses constantes physiques (élastiques, piézoélectriques, diélectriques ...) présent dans la littérature [14] [15] [16] [17] [18] et résumées dans le Tableau IV-1. Du fait de la périodicité des IDTs et afin de simplifier les calculs numériques et par conséquent

réduire le temps de calcul, nous avons considéré seulement une demi-période de la structure qui est représenté par seulement un doigt d'un IDT (configuration de type résonateur). Pour nos objectifs, ceci reste suffisant pour obtenir une bonne estimation des propriétés du système. Des conditions aux limites périodiques avec inversion du signe variable ont été appliquées pour cette hétérostructure [19]. On considère par ailleurs, une polarisation constante de 1 Volt sur l'électrode d'aluminium ayant une épaisseur fixée à 100 nm.

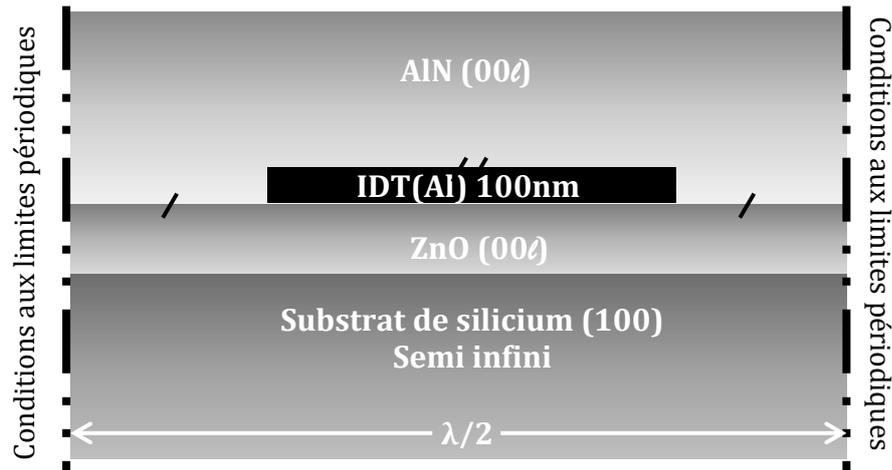


Figure IV-1 : Représentation schématique de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si considérée dans la modélisation COMSOL Multiphysics.

La fréquence propre f , la période spatiale λ des IDTs ainsi que les courbes du module de l'admittance sont obtenues directement par la modélisation. Grâce à elles, nous pouvons directement en déduire la vitesse de phase V et le coefficient de couplage électromécanique K^2 qui peut être calculé en utilisant l'expression:

$$K^2 = \frac{\pi}{2} \frac{f_r}{f_a} \operatorname{tg} \left(\frac{\pi}{2} \frac{f_a - f_r}{f_a} \right) \quad [20] \quad \text{(Eq.IV-1)}$$

où f_r, f_a fréquence de résonance et d'antirésonance, respectivement.

Pour finir, le taux de confinement de l'onde est estimé par le déplacement des particules dans la structure.

Tableau IV-1 : Constantes physiques (élastiques, piézoélectriques et diélectriques) et valeur des densités du Si, ZnO, AlN et Al utilisés dans la modélisation COMSOL Multiphysics.

| | Si [14] | ZnO [15] | AlN [16] [17] | Al [18] |
|---|---------|----------|---------------|---------|
| <i>Constante élastique</i> (10^{11} N/m^2) | | | | |
| C_{11} | 16,6 | 2,1 | 3,45 | 1,12 |
| C_{12} | 6,39 | 1,21 | 1,25 | 0,6 |
| C_{13} | 6,39 | 1,25 | 1,2 | 0,6 |
| C_{33} | 1,66 | 2,11 | 3,95 | 1,12 |
| C_{44} | 7,95 | 0,425 | 1,18 | 0,26 |
| <i>Constante piezoelectrique</i> (C/m^2) | | | | |
| e_{15} | — | - 0,61 | - 0,58 | — |
| e_{31} | — | 1,14 | 1,55 | — |
| e_{33} | — | - 0,59 | - 0,48 | — |
| <i>Constante dielectrique</i> (10^{-11} F/m) | | | | |
| ϵ_{11} | 11,8 | 8,34 | 9,03 | — |
| ϵ_{33} | 11,8 | 8,84 | 10,7 | — |
| <i>Densité ρ (Kg/m^3)</i> | 2329 | 5676 | 3260 | 2700 |

Validation du model : hétérostructure IDT/ZnO/Si

Afin de valider le model théorique, l'hétérostructure IDT/ZnO/Si a été modélisée et étudiée théoriquement avec le logiciel COMSOL Multiphysics.

Les courbes théoriques de dispersion de la vitesse de phase et du coefficient de couplage électromécanique des modes acoustiques 0, 1 et 2 en fonction de l'épaisseur normalisée du film de ZnO (kh_{ZnO}), sont résumées dans la Figure IV-2 et sont comparées à quelques valeurs expérimentales. Rappelons que $k=2\pi/\lambda$ est le module de vecteur d'onde, h est l'épaisseur du film et λ est la longueur d'onde acoustique fixée par la périodicité spatiale des IDTs. La vitesse de phase des différents modes excités diminue lorsque l'épaisseur du film de ZnO augmente et tend vers la vitesse de l'onde de Rayleigh dans le ZnO (2558 m/s). Notons que le deuxième mode n'apparaît qu'à partir de $kh_{\text{ZnO}} = 3,14$ du fait que la vitesse de l'onde acoustique de surface dans l'hétérostructure IDT/ZnO/Si est limitée par la vitesse de l'onde de cisaillement du substrat de silicium (5650m/s). Au vue du paramètre K^2 , le mode 1 est le plus énergétique et présente une tendance différente par rapport aux autres modes. Il permet, en outre, d'atteindre un coefficient de couplage supérieur à 2% dans une large gamme de kh_{ZnO} avec une valeur maximale de 3,5% pour un kh_{ZnO} autour de 2,5. Les modes 0 et 2 présentent, quant à eux, une similitude dans leur évolution puisqu'ils montrent tous deux un K^2 proche de zéro à de faibles kh_{ZnO} puis augmente significativement à partir de $kh_{\text{ZnO}} > 4$ sans toutefois dépasser les 1%.

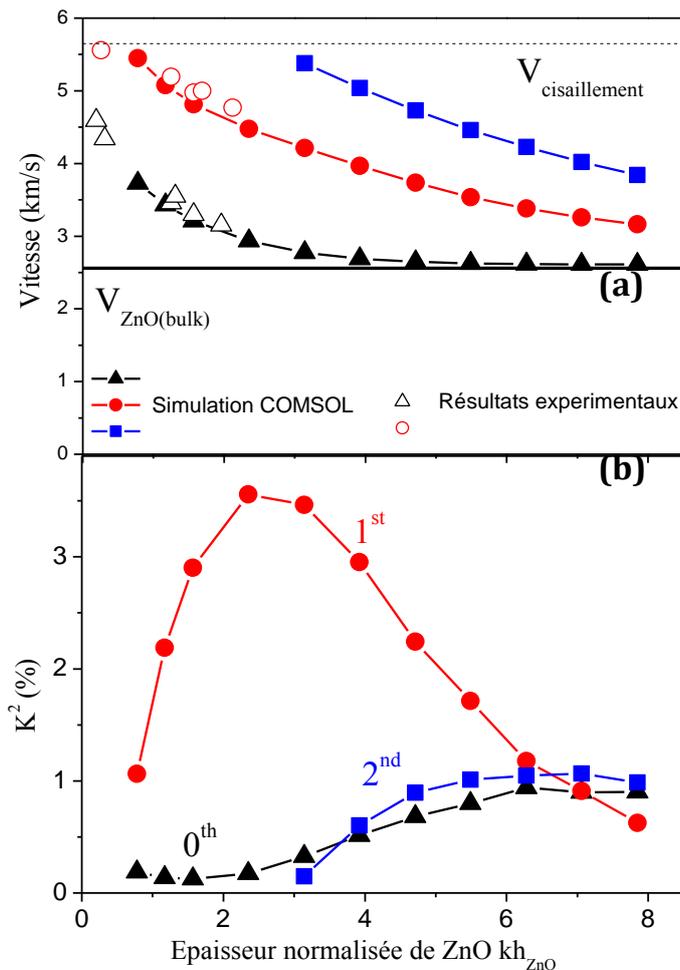


Figure IV-2 : (a) Courbe de dispersion de la vitesse de phase pour la structure IDT/ZnO/Si des modes 0, 1 et 2, (b) Courbe de dispersion du K^2 pour la structure IDT/ZnO/Si des modes 0, 1 et 2.

une étude de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si avec différentes épaisseurs normalisées de ZnO dans l'intervalle qui nous intéresse.

Optimisation des valeurs de kh_{AlN} et de kh_{ZnO}

Les courbes de dispersion du K^2 en fonction de l'épaisseur de la couche d'AlN pour des kh_{ZnO} de 1,25, 1,57, 2,35 et 3,92 sont indiquées dans la Figure IV-3.

Pour tous les modes considérés, le coefficient de couplage varie considérablement avec l'ajout du film d'AlN montrant une corrélation importante entre les couches d'AlN et de ZnO. Les modes 0 et 1 présentent un meilleur coefficient de couplage que le mode 2 et de ce fait, sont plus appropriés pour nos applications SAW. Nous allons donc, dans un premier temps, nous focaliser sur ces deux principaux modes. Le K^2 du mode d'ordre zéro augmente avec l'épaisseur d'AlN. De plus, l'augmentation du kh_{ZnO} améliore

Ces courbes ainsi obtenues sont en accord avec les travaux antérieurs [21] [22] [23] et nous permettent ainsi de valider notre modèle.

En résumé, le mode 1 semble plus approprié pour nos applications. Cependant, il n'existe aucune garantie que ce mode permet d'obtenir de meilleures performances lors de l'examen de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si. En effet, l'ajout d'AlN dans l'hétérostructure va considérablement modifier les propriétés de propagation des différents modes puisqu'ils vont dépendre à la fois de l'épaisseur du ZnO et de celle de l'AlN [24] [25] [26] [27].

Dans la mesure où le ZnO est ici la couche de guidage, celle-ci joue un rôle principal dans la génération et la propagation de l'onde et doit donc posséder un couplage élevé. Si nous nous basons sur les résultats précédents, nous pouvons considérer que l'intervalle $1,5 < kh_{ZnO} < 4$ offre de meilleures possibilités. Nous avons ainsi réalisé

significativement les performances de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si puisqu'elle voit son K^2 triplé lorsque l'on passe de 1,25 à 3,92 d'épaisseur normalisée de ZnO. En revanche, le mode 1 affiche une évolution contraire au mode 0. En effet, son coefficient de couplage diminue avec l'augmentation de l'épaisseur d'AlN. Par ailleurs, excepté pour $kh_{ZnO} = 3,92$, l'épaisseur normalisée de ZnO n'influe que très peu dans l'évolution du K^2 et indique même une tendance similaire pour chaque valeurs considérées avec une stabilisation à environ 1% ; ce qui reste convenable pour des applications SAW.

Concernant le confinement de l'onde pour les modes 0 et 1, on note que pour toutes les valeurs considérées de kh_{ZnO} , l'isolement de l'onde est atteint. Ceci peut être confirmé, dans un premier temps, par la stabilisation du K^2 et de la vitesse de phase (comme nous le verrons plus loin). Pour une meilleure précision, l'épaisseur nécessaire pour le confinement de l'onde a été estimée par le déplacement des particules au sein de l'hétérostructure (Figure IV-4 et Tableau IV-2) ce qui permet en plus d'estimer le taux de confinement de l'onde.

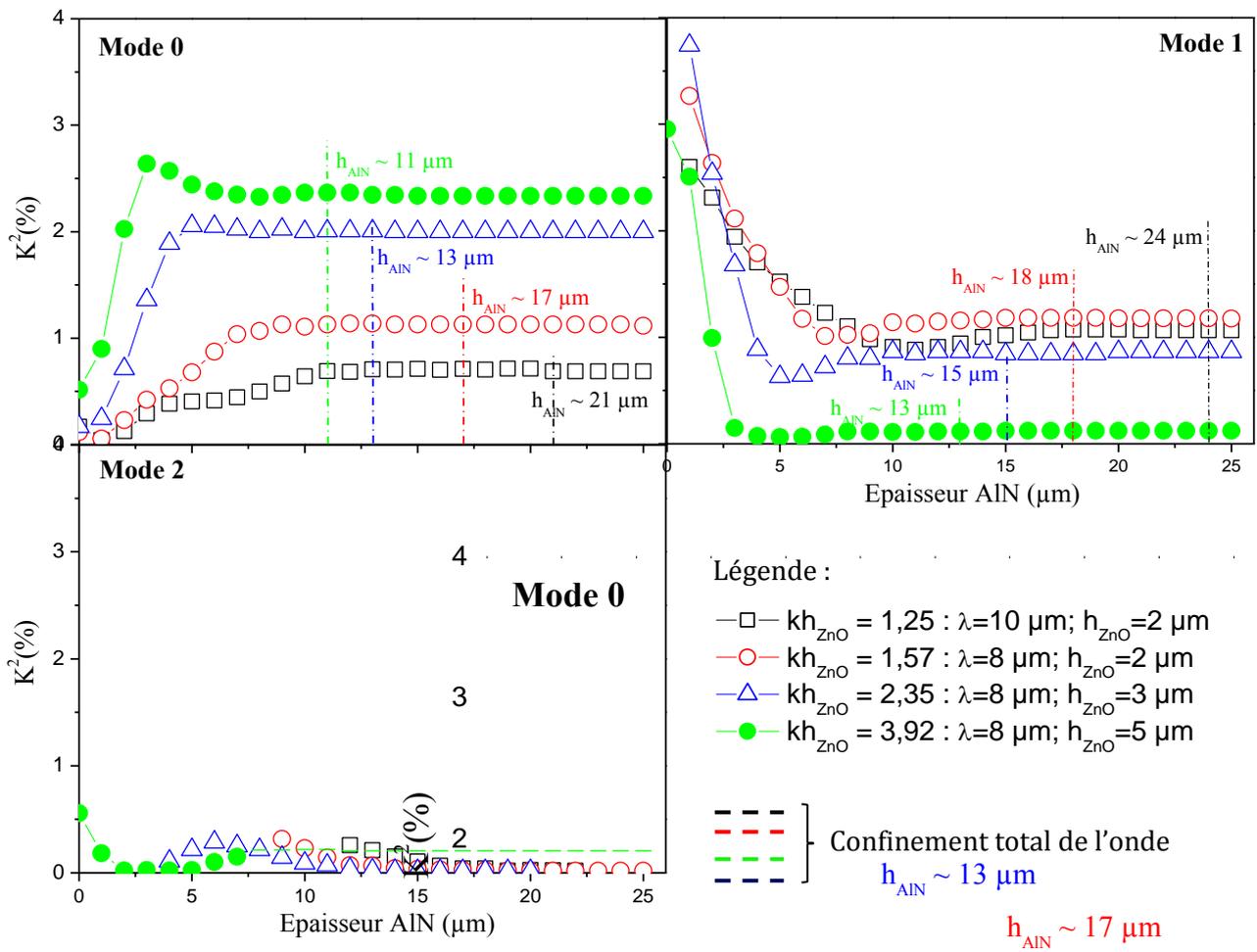


Figure IV-3 : Courbes de dispersions du coefficient de couplage électromécanique des modes 0, 1 et 2 calculées au moyen de la simulation par FEM pour différentes valeurs de kh_{ZnO} dans la structure AlN/IDT/ZnO/Si. Les valeurs des épaisseurs utiles pour un confinement totale de l'onde (100%) sont aussi reportées dans les figures.

L'épaisseur d'AlN nécessaire pour atteindre l'isolement de l'onde diminue lorsqu'augmente l'épaisseur du film de ZnO. Nous constatons également que le mode 1 requiert une épaisseur d'AlN plus importante par rapport au mode 0 pour s'isoler.

Tableau IV-2 : Valeurs des épaisseurs en AlN pour un taux de confinement maximal (100%) des modes acoustiques 0, 1 et 2 en fonction de l'épaisseur normalisée de ZnO.

| kh_{AlN} \ kh_{ZnO} | 1,25 | 1,57 | 2,35 | 3,92 |
|-------------------------|----------------------------|-------|-------|-------|
| Mode 0 | 12,56 | 11,78 | 9,42 | 7,85 |
| Mode 1 | 15,07 | 14,13 | 11,78 | 10,21 |
| Mode 2 | Onde sensible à la surface | | | 14,13 |

En dépit de son faible coefficient de couplage électromécanique, le mode 2 peut être intéressant parce qu'il reste, malgré l'ajout important d'AlN, une onde acoustique de surface avec un déplacement des particules élevé à la surface de la structure (sauf pour $kh_{ZnO} = 3,92$ où il est une onde isolée) montrant ainsi la possibilité de générer simultanément dans l'hétérostructure, une onde isolée et une onde acoustique de surface (par exemple à $kh_{ZnO} = 1,25$ ou $kh_{ZnO} = 2,35$).

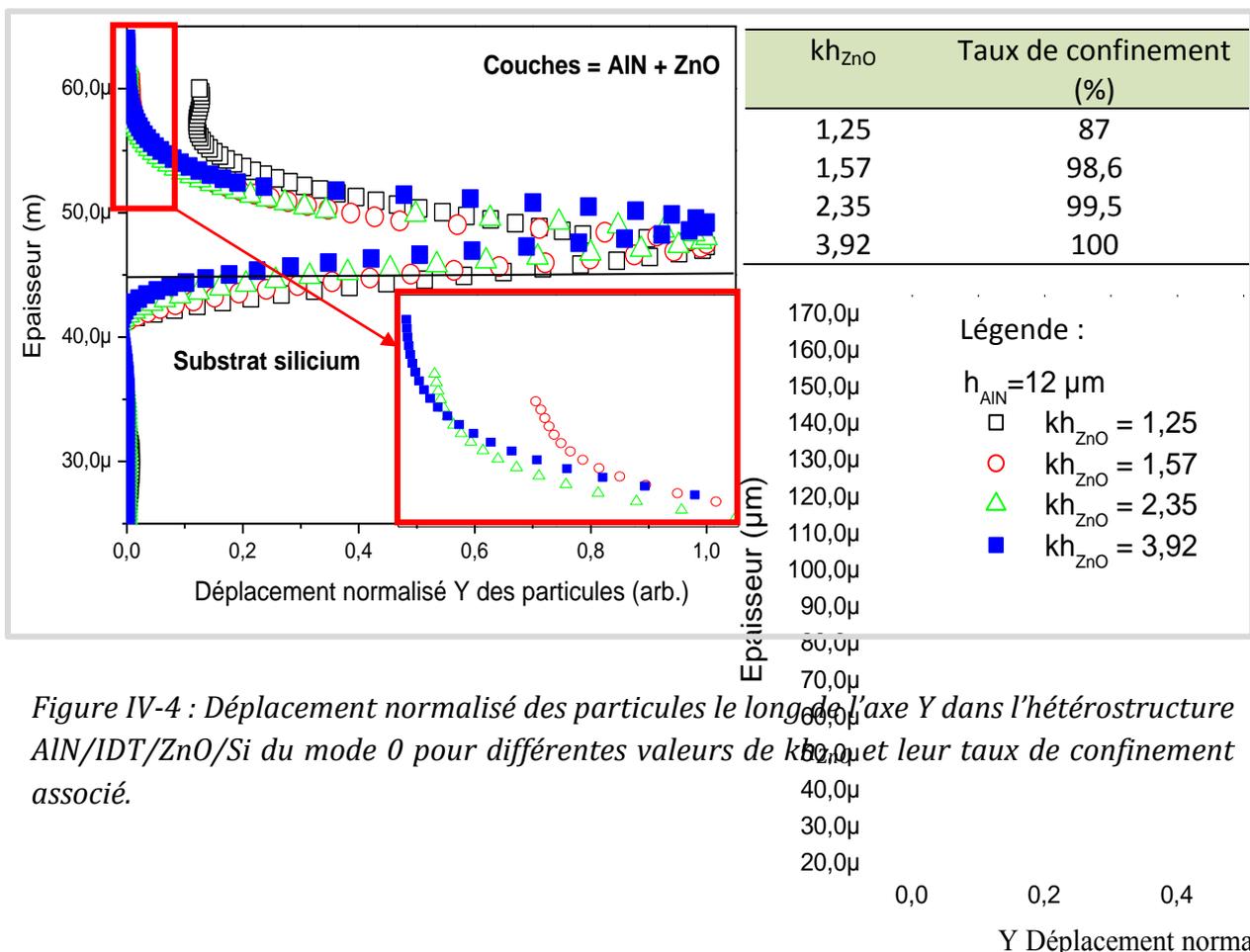
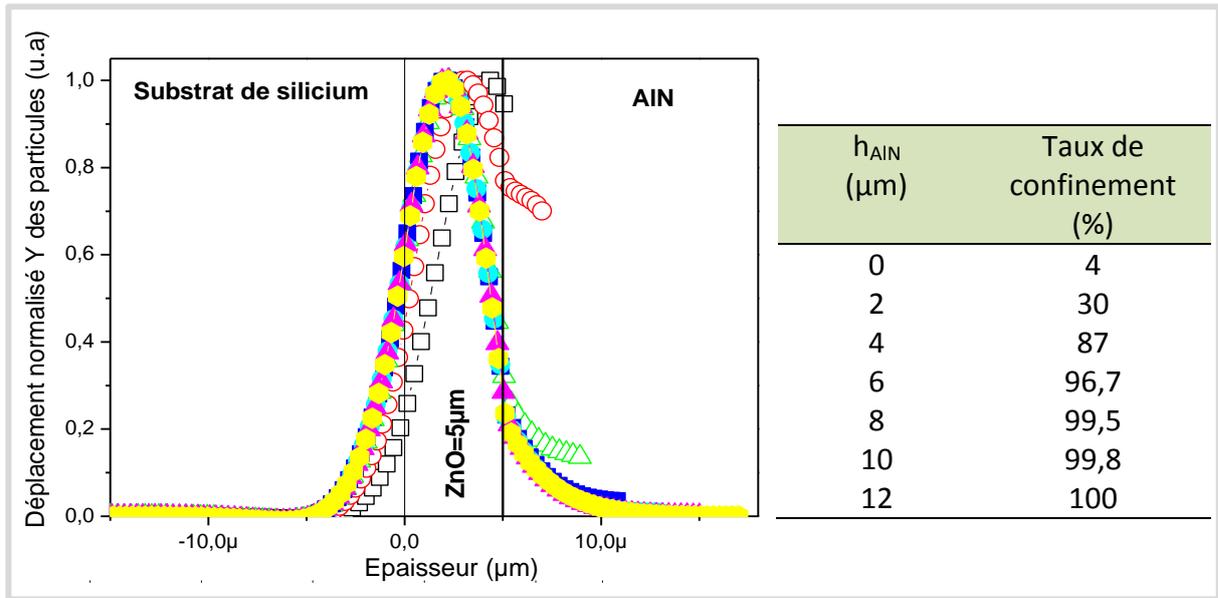


Figure IV-4 : Déplacement normalisé des particules le long de l'axe Y dans l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si du mode 0 pour différentes valeurs de kh_{ZnO} et leur taux de confinement associé.



Variation de l'épaisseur d'AlN, $h_{ZnO}=5 \mu m$ et $\lambda=8 \mu m$

- $h_{AIN}=0 \mu m$
- $h_{AIN}=2 \mu m$
- △ $h_{AIN}=4 \mu m$
- $h_{AIN}=6 \mu m$
- $h_{AIN}=8 \mu m$
- ▲ $h_{AIN}=10 \mu m$
- $h_{AIN}=12 \mu m$

Figure IV-5: Déplacement normalisé des particules le long de l'axe Y dans l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO(5µm)/Si du mode 0 pour différentes épaisseurs d'AlN et leur taux de confinement associé.

Substrat de silicium

AlN

En résumé, les épaisseurs normalisées de ZnO et d'AlN affectent fortement les performances de l'hétérostructure ainsi que le confinement de l'onde. A première vue, une hétérostructure optimale à $kh_{ZnO}=3,92$ semble s'imposer puisqu'elle présente, en comparaison aux autres valeurs, un mode 0 très énergétique ($K^2 > 2,5\%$) ainsi qu'un confinement respectable dès $8 \mu m$ d'AlN déposé (Figure IV-4 et IV-5). Cependant, elle ne donne que très peu de perspective quant aux autres modes. Il est, de plus, important de choisir la configuration ayant le meilleur compromis entre performances et contraintes expérimentales. Par exemple, afin de réduire l'épaisseur de la couche d'isolation d'AlN, le paramètre kh_{ZnO} doit être augmenté; ce qui peut être obtenu en diminuant la longueur d'onde ou encore par l'augmentation de l'épaisseur de ZnO. Toutefois, expérimentalement, une épaisseur élevée de ZnO peut réduire considérablement la qualité de la couche et en même temps les performances du système. De plus, la diminution de la longueur d'onde est limitée par la résolution du processus de lithographie optique. Néanmoins, une valeur trop faible du kh_{ZnO} entrainerait un besoin en épaisseur d'AlN important (plusieurs dizaine de microns) alors que le dépôt de couche épaisse par les méthodes standard reste encore un challenge. En considérant toutes ces contraintes, nous avons choisi d'opter pour des structures à $kh_{ZnO} = 1,25$ et $kh_{ZnO} = 1,57$ ($\lambda = 10 - 8 \mu m$ $h_{ZnO} \sim 2 \mu m$) pour nos tests expérimentaux. Il est vrai que ces configurations nécessitent une épaisseur relativement élevée d'AlN pour atteindre un confinement notable de l'onde (Figure IV-6), mais ce choix est essentiellement motivé par le fait qu'un faible kh_{ZnO} permet d'aboutir à une bonne qualité de film et de générer les modes 0 et 1 ayant un fort K^2 .

Par ailleurs, les résultats de modélisation offrent une autre perspective qui semble très prometteuse à savoir la combinaison dans une même structure d'une onde isolée et d'une onde sensible à la surface. Ceci nous ouvre ainsi la possibilité de créer un capteur thermiquement compensé : l'onde isolée (*i.e.* mode 0) servant comme référence pour la mesure de la température et l'onde sensible à la surface (*i.e.* mode 1 ou 2) comme capteur de gaz ou de liquide.

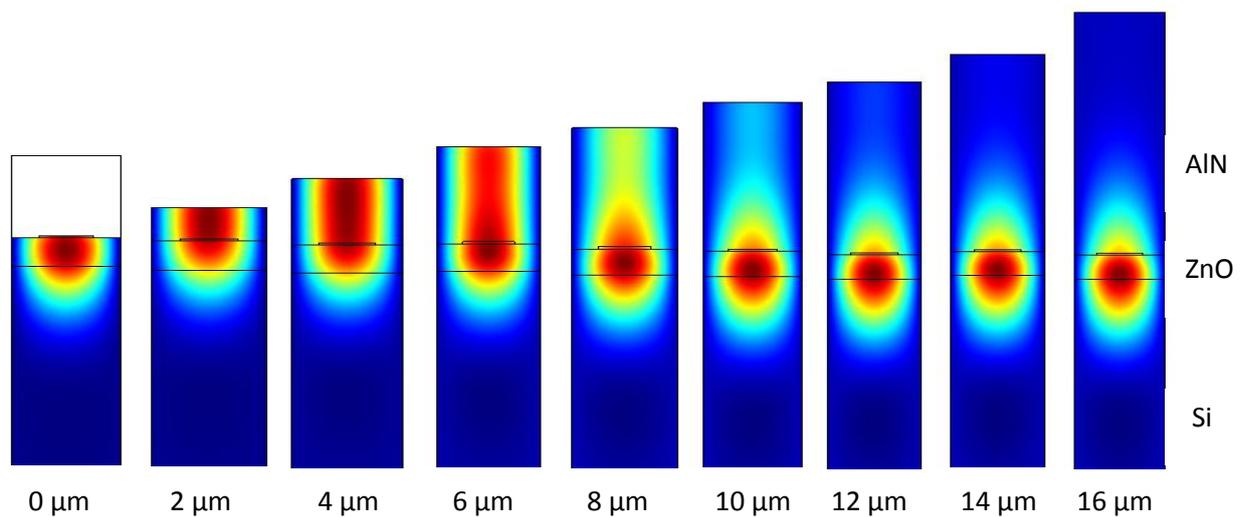
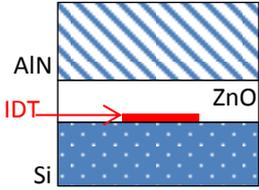
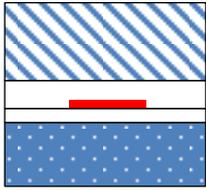
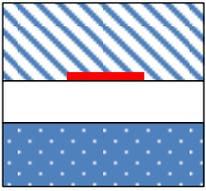


Figure IV-6 : Déformation du mode acoustique 0 le long de l'axe Y et du taux de confinement dans l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si à différentes épaisseurs d'AlN pour $kh_{ZnO}=1.25$.

Influence de la position des IDTs

Le dernier point à aborder dans cette partie concerne la place des IDTs dans l'hétérostructure. Il est bien connu dans la littérature que la position des IDTs joue un rôle important dans les performances du système [28] [29] [30] [31] et dépend énormément des matériaux constituant l'hétérostructure. Nous avons ainsi modélisé la structure optimale choisie ($kh_{ZnO} = 1,25$), en considérant trois configurations pour la position des IDTs (Tableau IV-3) : dans la première position, l'IDT est placé à l'interface ZnO/Si (*i.e.* AlN/ZnO/IDT/Si), dans la deuxième celui-ci se trouve au milieu de la couche de ZnO (*i.e.* AlN/ZnO/IDT/ZnO/Si), et dans la dernière configuration à l'interface AlN/ZnO (*i.e.* AlN/ IDT/ZnO/Si). D'après les valeurs du K^2 , la 3^{ème} configuration semble être la meilleure solution pour nos applications. En effet, son mode 0 présente un K^2 trois fois plus élevée et son mode 1 est d'autant plus énergétique que pour les autres configurations envisagées (Tableau IV-3).

Tableau IV-3 : Valeur des vitesses et du K_2 des modes 0 et 1 pour les configurations AlN/ZnO/IDT/Si, AlN/ZnO/IDT/ZnO/Si et AlN/IDT/ZnO/Si.

| AlN/ZnO/Si Configurations IDTs | Mode 0 | | Mode 1 | |
|---|---------------|-----------|---------------|-----------|
| | Vitesse (m/s) | K^2 (%) | Vitesse (m/s) | K^2 (%) |
| ① AlN/ZnO/IDT/Si  | 5090,1 | 0,29 | 5345,5 | 0,71 |
| ② AlN/ZnO/IDT/ZnO/Si  | 5090,4 | 0,26 | 5349,4 | 0,13 |
| ③ AlN/IDT/ZnO/Si  | 5011,4 | 0,71 | 5312,8 | 1,07 |

Synthèse [PARTIE A]

La possibilité de générer des ondes isolées et donc de réaliser une hétérostructure « autoprotégée » à base d'AlN/IDT/ZnO/Si a été démontrée théoriquement par la méthode des éléments finis à l'aide du logiciel COMSOL multiphysics. L'importance de l'épaisseur d'AlN et du ZnO sur les performances et le taux de confinement de l'onde a ainsi été mise en évidence. L'épaisseur normalisée de ZnO doit être soigneusement choisie, en fonction des applications, car elle affecte fortement les performances du dispositif et le confinement de l'onde. Nous avons pu montrer de façon concrète la possibilité du confinement de l'onde dans l'hétérostructure avec néanmoins un besoin en épaisseur d'AlN relativement important (à partir de $11 \mu\text{m}$ pour $kh_{\text{ZnO}}=3,92$). Notons également que chaque mode de propagation de l'onde ont montré une évolution indépendante par rapport aux paramètres k_{AlN} et k_{ZnO} . Pour finir, cette étude nous a permis de mettre en évidence la possibilité de générer à la fois des ondes de surface et des ondes isolées offrant ainsi des perspectives nouvelles dans l'élaboration de capteur thermiquement compensé.

Au regard des différentes contraintes et possibilités expérimentales (chapitre III) et des résultats de la simulation, nous avons ici choisi de travailler avec des kh_{ZnO} de 1,25 et

1,57 correspondant respectivement à une épaisseur d'AlN pour un confinement de 100% de l'onde de $17 \mu\text{m}$ et $21 \mu\text{m}$ pour le mode 0. Concernant le mode 1, les kh_{ZnO} de 1,25 et 1,57 correspondent respectivement à un confinement de l'onde à $18 \mu\text{m}$ et $24 \mu\text{m}$ d'AlN. Le mode 2 quant à lui, est une onde de surface pour les deux valeurs d'épaisseurs normalisées d'AlN. Les IDTs seront placés à l'interface AlN/ZnO. Cette étude théorique complète a été mise en œuvre afin de définir et choisir une hétérostructure optimale AlN/IDT/ZnO/Si adéquate pour les applications expérimentales.

IV.A.2. Résultats expérimentaux

Deux hétérostructures IDT/ZnO/Si de base, ayant une valeur de kh_{ZnO} différente, ont été exploitées à savoir $kh_{\text{ZnO}} = 1,25$ ($\lambda = 10 \mu\text{m}$, $h_{\text{ZnO}} \sim 2 \mu\text{m}$) et $kh_{\text{ZnO}} = 1,57$ ($\lambda = 8 \mu\text{m}$, $h_{\text{ZnO}} \sim 2 \mu\text{m}$). Pour chacune de ces hétérostructures, la réponse fréquentielle en mode transmission (S_{21}) des différents modes de l'onde acoustique est suivie de façon *in-situ* en même temps que l'augmentation de la couche d'AlN par un analyseur de réseau. L'épaisseur d'AlN a été mesurée de façon *in-situ* par la méthode de réflectométrie interférentielle (Chapitre II).

Notons que le dépôt d'AlN a été réalisé à température ambiante, sans interruption et pendant plusieurs jours consécutifs. Nous avons tenu à récupérer les réponses fréquentielles tous les 100nm pendant les premières phases du dépôt afin d'élaborer de façon précise les tendances. Les résultats obtenus expérimentalement ont été comparés aux résultats théoriques.

Un résumé des résultats expérimentaux de l'hétérostructure réalisée à $kh_{\text{ZnO}} = 1,25$ est présenté sur la Figure IV-7 et est comparé aux résultats de la simulation.

Le premier constat que nous pouvons faire est que l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si permet de générer les trois modes acoustiques à la fois. Le mode 1 est présent dès le début tandis que les modes 0 et 2 n'apparaissent respectivement qu'à partir de $0,6 \mu\text{m}$ et de $11 \mu\text{m}$ (Figure IV-7).

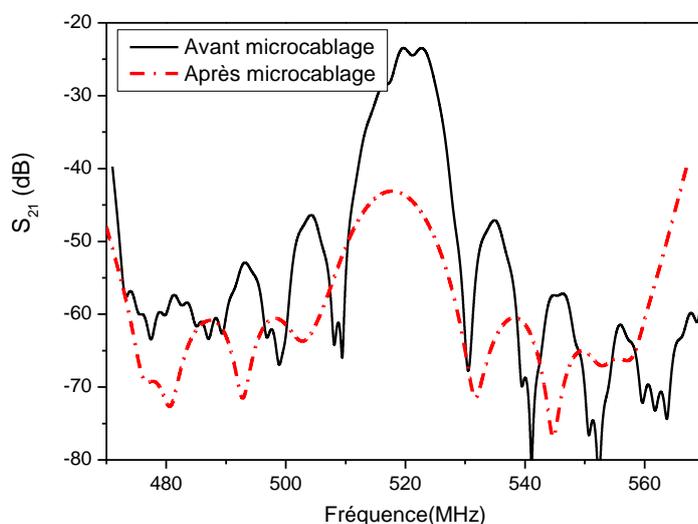


Figure IV-8: Courbes en transmission S_{21} obtenues après l'étape de microcâblage pour le mode 1 pour l'hétérostructure IDT/ZnO/Si.

En réalité, le mode 0 est présent lors de la caractérisation sous pointe réalisé préalablement mais disparaît complètement après l'étape de microcâblage (*wirebonding*, cf. Chapitre II) du fait de son faible couplage électromécanique (cf. Figure IV-3). La Figure IV-8 présente un exemple des pertes dues à l'étape de microcâblage. La réapparition du mode 0 au cours de la croissance de l'AlN s'explique par l'amélioration de son coefficient de couplage prédit par la simulation.

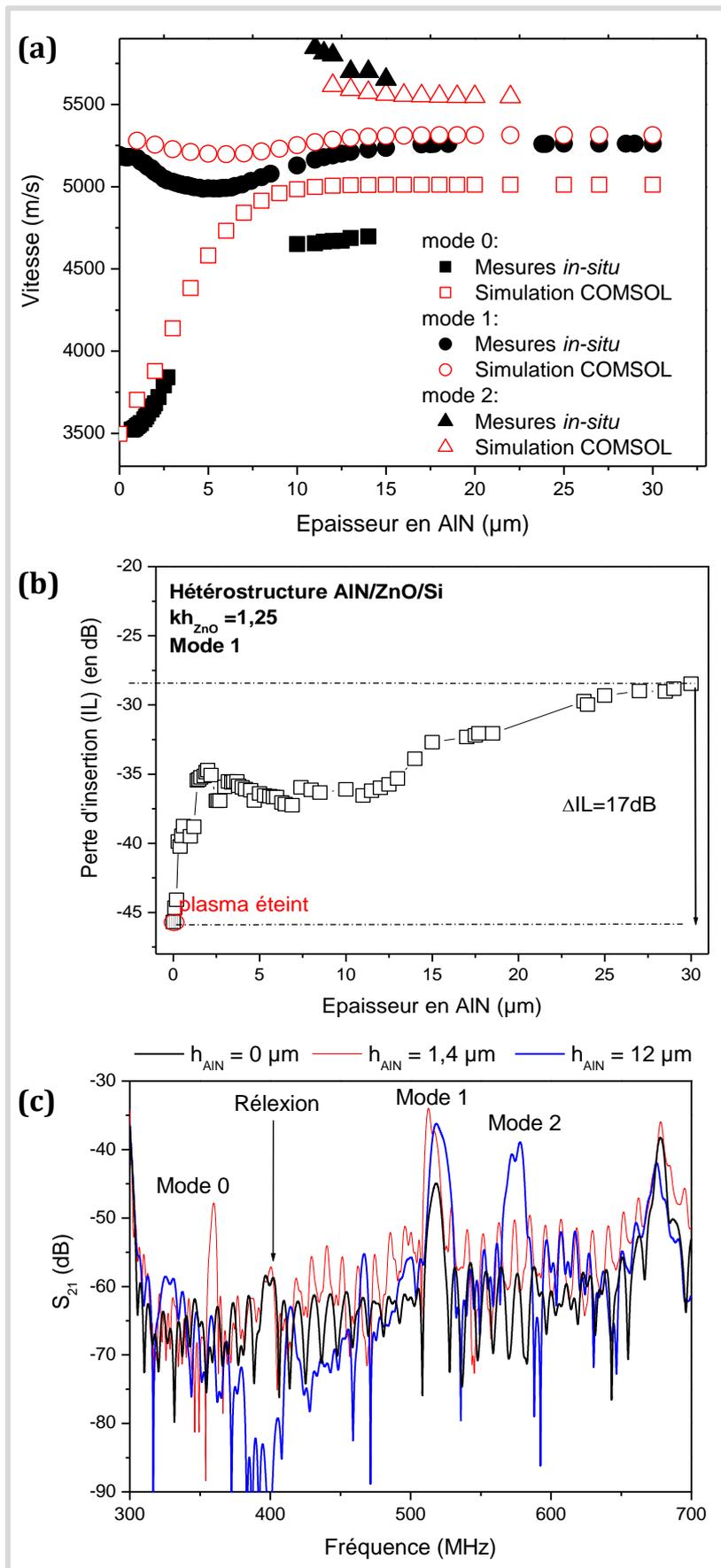


Figure IV-7 : (a) Variation de la vitesse des modes 0, 1 et 2 en fonction de l'épaisseur d'AlN, et comparaison avec la simulation (b) Variation des pertes d'insertions en fonction de l'épaisseur d'AlN du mode 1, (c) Réponse en transmission (S_{21}) du dispositif relevé avant le dépôt d'AlN et après un dépôt d'AlN de 1,4 et 12 μm pour l'hétérostructure AlN/ZnO/Si à $kh_{\text{ZnO}}=1,25$.

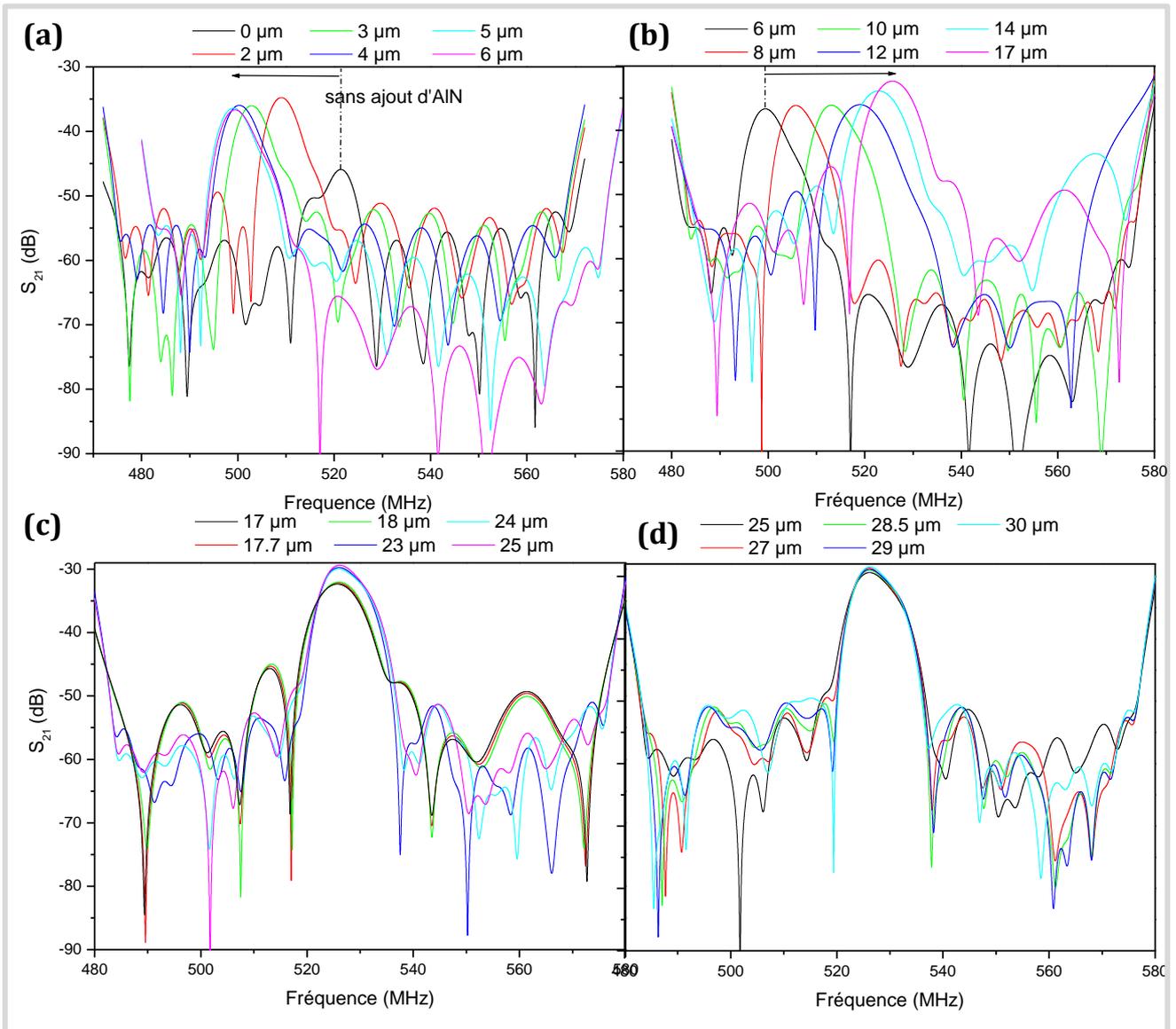


Figure IV-9 : Réponse en transmission (S_{21}) relevée au cours du dépôt d'AlN jusqu'à confinement totale de l'onde pour le mode 1. (a) Epaisseurs de 0 à 6 µm (b) Epaisseur de 6 µm à 17 µm (c) Epaisseur de 17 µm à 25 µm et de (d) 25 µm à 30 µm.

Malgré cela, nous constatons des périodes d'« apparition/disparition » au cours du processus avec son extinction complète dès 14 µm d'épaisseur. Cela semble être de prime abord en contradiction avec les prédictions théoriques puisqu'à partir de 13 µm le coefficient de couplage devrait être stabilisé. L'origine de ce phénomène peut-être essentiellement dû au pic de réflexion ou autre artefact (causé par les fils de connexions..) qui peuvent masquer ou absorber les émissions. Le mode 2 étant très peu énergétique, il disparaît dès 15 µm d'épaisseur. Comme nous avons pu le voir dans la section précédente, le mode 1 est le plus intéressant pour la réalisation d'hétérostructure à onde isolée puisqu'il est le plus énergétique du fait qu'il présente un K^2 de près de 2,5% avant l'ajout de l'AlN et reste avec un couplage non négligeable après

une forte épaisseur d'AlN ce qui explique parfaitement le fait qu'il ne disparaît pas tout au long du processus de confinement de l'onde (Figure IV-9).

Afin de compléter l'étude et confirmer les résultats expérimentaux, nous avons réalisé un autre dispositif en changeant la valeur du kh_{ZnO} ($kh_{ZnO}=1,57$) dont les résultats sont résumés dans les Figures IV-10 et IV-11. De façon générale, nous relevons les mêmes observations que dans le cas de l'hétérostructure à $kh_{ZnO}=1,25$ tant au niveau de la variation de la fréquence (vitesse) que de l'atténuation. Néanmoins, par rapport au cas précédents, nous constatons que la structure aboutit uniquement à la génération du mode le plus énergétique à savoir le mode 1. Pourtant, au regard des courbes de dispersions du coefficient de couplage, le mode 0 est plus énergétique pour $kh_{ZnO}=1,57$ que pour $kh_{ZnO}=1,25$ tandis que le mode 2 présente une tendance similaire. Cela peut-être dû aux imprécisions liées à la réalisation des dispositifs.

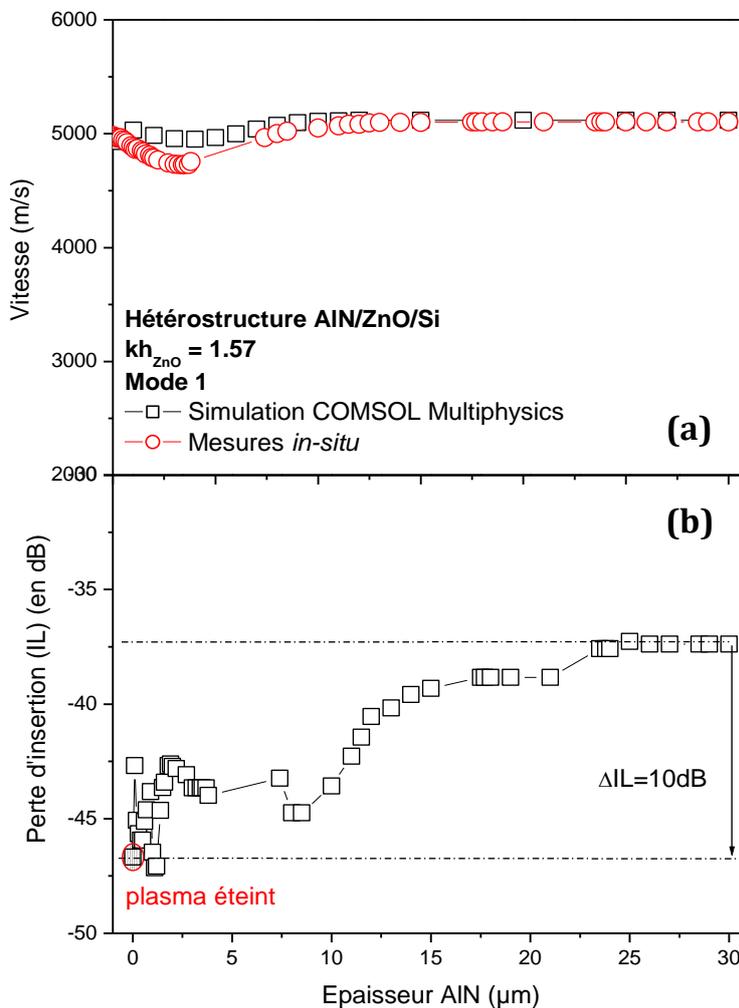


Figure IV-10 :

(a) Variation de la vitesse relevée expérimentalement et comparaison avec les résultats de la simulation pour l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si à $kh_{ZnO}=1,57$ du mode 1 en fonction de l'épaisseur d'AlN,

(b) Variation des pertes d'insertion.

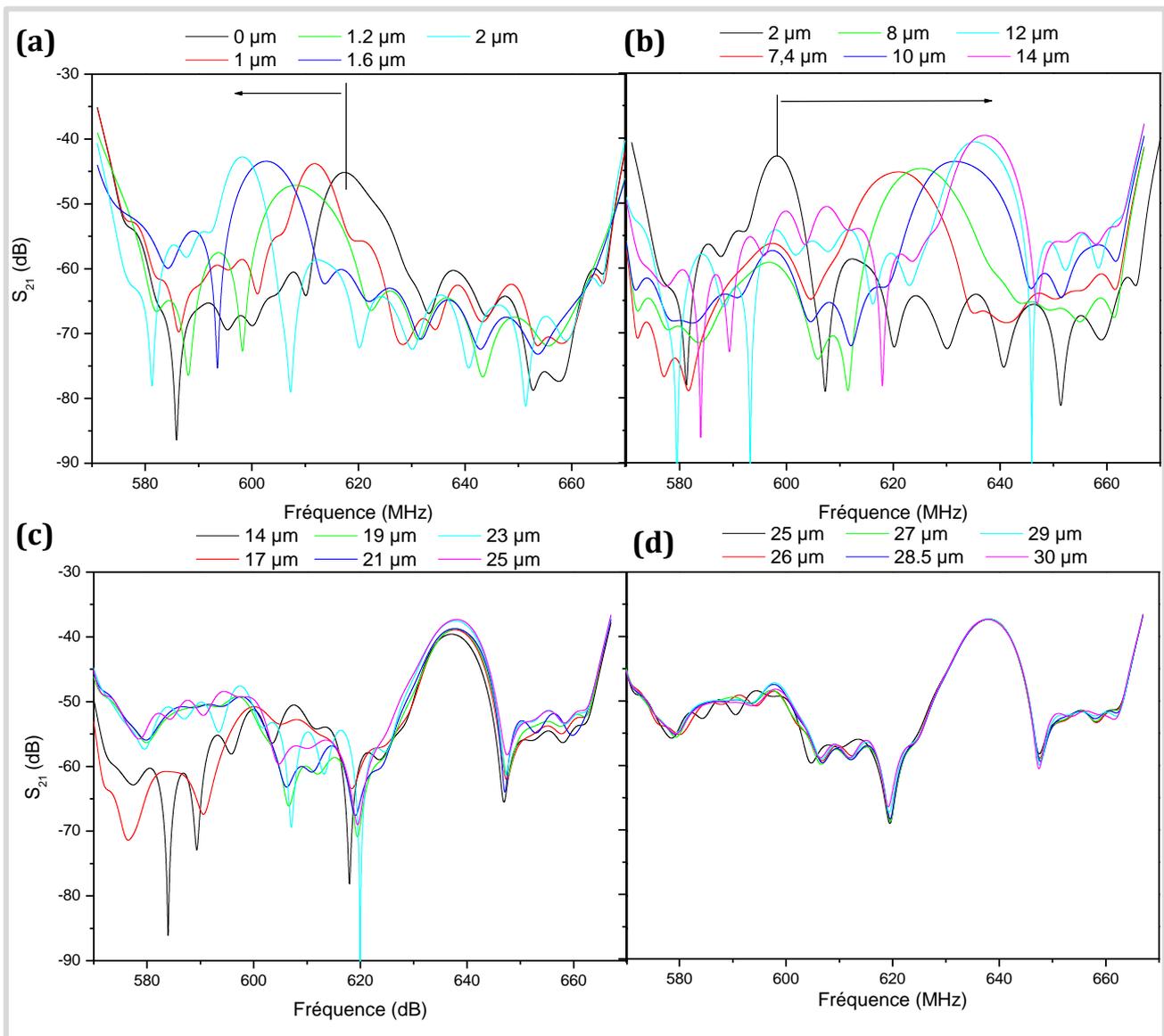


Figure IV-11 : Réponse en transmission (S_{21}) relevée au cours du dépôt d'AlN jusqu'à confinement totale de l'onde pour le mode 1.

(a) Epaisseurs de 0 à 1,6 μm : la fréquence diminue et passe de 610 MHz à 595 MHz, (b) Epaisseur de 2 μm à 14 μm : la fréquence remonte progressivement en passant par la valeur 610 MHz ($t=0$) jusqu'à 638 MHz, (c) Epaisseur de 14 μm à 25 μm et de (d) 25 μm à 30 μm : stabilisation de la fréquence à environ 638 MHz.

Discussion

Concernant l'allure des courbes de la vitesse de phase pour les différents modes, nous remarquons une différence importante dans les courbes de dispersion, notamment une augmentation de la vitesse de phase avec l'augmentation de l'épaisseur d'AlN pour le mode 0 et une diminution de celle-ci pour le mode 2. Le mode 1 présente quant à lui une tendance spécifique : par exemple, à $kh_{ZnO} = 1,25$, lorsque l'épaisseur du film d'AlN

augmente, la vitesse de phase diminue jusqu'à atteindre un minimum à 4990m/s (à $kh_{\text{AIN}} = 3,14$) puis augmente jusqu'à arriver à une stabilisation à 5300 m/s ($kh_{\text{AIN}} = 13,82$) (Figure IV-7(a) et Figure IV-9). Nous pourrions donc en conclure que chaque mode suit des lois qui lui sont propres. C'est pourquoi, il est difficile de prédire à l'avance le comportement de l'onde et surtout des différents modes dans des structures bi-couche et *a fortiori* dans les structures multicouches sans l'utilisation de moyens de modélisation adéquate. Cependant, contrairement à l'évolution du coefficient K^2 qui dépend énormément des matériaux constitutifs et de leurs orientations (substrat, nombre de couches..), du type d'onde généré dans la structure (ondes de Rayleigh, Love, Lamb...) ainsi que de la position des IDTs dans la structure, la variation de la vitesse de phase dans des structures à plusieurs matériaux est souvent plus facile à interpréter. En effet, les allures peuvent s'expliquer par les connaissances de base des matériaux et plus particulièrement par les valeurs de leur vitesse acoustique. Si nous prenons le cas des hétérostructures de type couche-mince/substrat, nous remarquons une allure générale des courbes de dispersion de la vitesse de phase et ce quel que soit le mode. En effet, les valeurs des vitesses minimales et maximales sont limitées par la vitesse de la couche mince et de celle du substrat respectivement. Ceci s'explique par le fait que la propagation des ondes dans des systèmes couche-mince/substrat devient dispersive tant que la couche de film possède une épaisseur négligeable par rapport à celle du substrat et ce pour tous modes considérés. C'est pourquoi pour des faibles valeurs de kh_{couche} , la vitesse de Rayleigh est proche de celle du substrat et tend vers la valeur de la couche mince quand l'épaisseur de cette dernière devient comparable à la profondeur de pénétration de l'onde. Notons que si la vitesse du substrat est supérieure à celle de la couche mince, celle-ci diminue au fur et à mesure que l'épaisseur du dépôt augmente, c'est le cas par exemple des hétérostructures ZnO/Si [13] [21] ou ZnO/diamant [32] [33]. De même, si la vitesse du substrat est inférieure à celle de la couche mince la vitesse de l'ensemble de l'hétérostructure augmentera avec l'accroissement de l'épaisseur, c'est le cas des hétérostructures AlN/iso-SiC [30]. Concernant les hétérostructures ayant un nombre de couche mince supérieur à deux, la propagation de l'onde devient plus complexe ce qui se traduit dans certain cas par une évolution de la vitesse variable selon les modes. Si nous considérons les structures à trois couches de type *Couches-minces2/Couches-minces1/substrat*, trois grand cas de figures peuvent se présenter. Dans les trois situations, nous prenons le couple *Couches-minces1/substrat* comme une seule couche possédant sa propre vitesse acoustique. Dans les deux premiers cas, $V_{\text{Couches-minces2}} > V_{\text{Couches-minces1/substrat}}$ et $V_{\text{Couches-minces2}} < V_{\text{Couches-minces1/substrat}}$, la variation de vitesse va se réaliser de façon générale de la même manière que dans le cas des hétérostructures standards. Nous pouvons citer en exemple les hétérostructures ZnO/AlN/diamant [28], ZnO/diamant/Si [34] [35] [36]. Le troisième cas concerne les structures où $V_{\text{Couches-minces2}} \sim V_{\text{Couches-minces1/substrat}}$. Notons que cette dernière configuration sous-entend tout de même que les deux cas précédents sont considérés ($V_{\text{Couches-minces2}} \gtrsim V_{\text{Couches-minces1/substrat}}$ et $V_{\text{Couches-minces2}} \lesssim V_{\text{Couches-minces1/substrat}}$). Nous avons pu constater que dans le cas où la vitesse de propagation de l'onde pour des couples de matériaux ayant à priori des vitesses de même ordre de grandeur, la courbe de dispersion présente soit une augmentation soit une diminution au début de la

croissance. Prenons, par exemple, les courbes de dispersion de l'hétérostructure AlN (001)/C-plan Saphir où la fréquence acoustique l'AlN (001) est estimée à environ 5600 m/s et entre 5550 et 5700 m/s suivant la direction de propagation des ondes dans le saphir (C-plan). La littérature [37] montre de façon unanime que la vitesse de phase diminue lorsque kh_{AlN} est faible et remonte pour une certaine valeur de kh_{AlN} . Néanmoins, cet effet s'inverse pour l'hétérostructure AlN/R-plan saphir [37]. Dans notre cas, $V_{\text{ZnO/silicium}}$ (5200m/s) est légèrement inférieur à V_{AlN} (5600), nous pouvons donc considérer que nous sommes dans une configuration similaire à l'hétérostructure AlN/Saphir, ce qui pourrait expliquer l'allure observée pour le mode 1. La variation de vitesse du mode 1 se divise en 3 étapes : la diminution, l'augmentation et la stabilisation. La stabilisation de la vitesse de phase est due au fait que l'onde ne ressent plus l'influence de l'épaisseur au-delà d'une certaine valeur; la vitesse reste ainsi constante du fait que la profondeur de pénétration de l'onde est limitée à une longueur d'onde seulement. Notons tout de même que cette profondeur de pénétration dépend de la longueur d'onde et de l'épaisseur du film mais aussi du mode considéré. Le fait que la vitesse de l'onde se stabilise indique également le début de l'isolement de l'onde et donc une insensibilité de l'onde à la surface des dispositifs. Il nous est donc difficile d'interpréter la variation de vitesse pour les modes 0 et 2 et par ailleurs de trouver des courbes de dispersions pour chaque mode dans la littérature. Le mode 0 présente une variation cohérente si l'on considère que le couple ZnO/silicium possède une vitesse inférieure à celle du nitrure d'aluminium. Le mode 2 étant une onde de surface très peu énergétique, nous pourrions penser que l'AlN n'intervient pas de la même manière dans la propagation de l'onde, cette hypothèse pouvant ainsi expliquer la diminution de la vitesse avec l'ajout de l'AlN. Notons que dans les deux cas, les valeurs expérimentales et théoriques présentent globalement les mêmes allures avec un léger décalage. Ce décalage peut être interprété, dans un premier temps, par le fait que lors de la simulation, nous avons considéré un modèle simplifié ne prenant pas en compte la configuration en ligne à retard. Nous avons, de plus, définis les matériaux comme étant idéals. Toutefois dans la réalité expérimentale, ce n'est pas tout à fait le cas puisque les constantes piézoélectriques peuvent varier d'une couche à une autre et dépendent du mode de croissance. Dans un second temps, ce décalage peut être engendré par erreur dans l'estimation de l'épaisseur lors de la mesure par réflectométrie interférentielle. Cet écart peut provenir, pour finir, de l'orientation aléatoire de l'AlN provoquée par les IDTs qui influent directement dans la propagation des ondes et ainsi sur la vitesse acoustique [38] [39]. En effet, comme nous l'avons vu dans le chapitre III, les colonnes d'AlN suivent le relief des IDTs engendrant ainsi une modification de l'orientation de la couche d'AlN. Pour les deux valeurs de kh_{ZnO} envisagées, les pertes d'insertions s'améliorent au fur à mesure de la croissance d'AlN (Figure IV-7(b) pour $kh_{\text{ZnO}}=1,25$ et IV-10(b)). Il est vrai que l'atténuation est souvent reliée, entre autres, au coefficient de couplage. Néanmoins, la variation de l'atténuation est difficile à interpréter, dans notre cas, puisqu'elle englobe différents phénomènes aléatoires qui ne peuvent être traités de façon indépendante. En effet, le dispositif établi pour la caractérisation in-situ implique des inconnus très variés lors du processus de dépôt:

- Perturbation due aux émissions radiofréquence émises par le bâti de dépôt à magnétron,
- le wire-bonding qui subit tout comme l'échantillon un dépôt d'AlN,
- la mise sous vide,
- la pression appliquée qui ne cesse de varier au cours du processus de dépôt,
- la variation de la température du plasma due aux longues heures de dépôts.

Sensibilité du dispositif à la température

Rappelons que le TCF qui est exprimé en ppm/°C rend compte de la stabilité de la fréquence en fonction de la température. Il permet ainsi d'évaluer la sensibilité du dispositif à la température : pour les applications capteurs de température, une valeur de TCF élevée est souhaitée puisqu'elle permettra une meilleure sensibilité et donc la réalisation de capteurs plus précis. Afin de déterminer l'influence de la couche d'AlN sur la valeur du TCF, nous avons décidé d'entreprendre tout d'abord une étude de TCF sur l'hétérostructure classique IDT/ZnO/Si. Les hétérostructures IDT/ZnO/Si ($kh_{ZnO}=1,25$) et AlN/IDT/ZnO/Si ($kh_{ZnO}=1,25$ et $h_{AlN}=30\mu m$) ont été soumises à un test en température entre 20 et 80°C. L'hétérostructure IDT/ZnO/Si a été, par ailleurs, testée jusqu'à 500°C afin d'évaluer ses performances à haute température. Les résultats obtenus pour l'hétérostructure IDT/ZnO/Si et AlN/IDT/ZnO/Si sont résumés sur la Figure IV-12. L'hétérostructure IDT/ZnO/Si présente un TCF de -36,6 ppm/°C tandis que celle de la structure AlN/IDT/ZnO/Si est de l'ordre de -19,1 ppm/°C. Le coefficient TCF peut être calculé théoriquement en connaissant les variations des différentes constantes élastiques en fonction de la température et de l'expansion thermique. Si ces variations des constantes élastiques sont bien connues pour le Si et le ZnO, ce n'est en revanche pas le cas pour l'AlN. Plusieurs jeux de données sont disponibles dans la littérature et leurs valeurs sont contradictoires et ne sont pas toujours en adéquation avec les résultats expérimentaux du TCF. Nous n'avons donc pas pu effectuer d'étude théorique faute de données relatives à l'AlN.

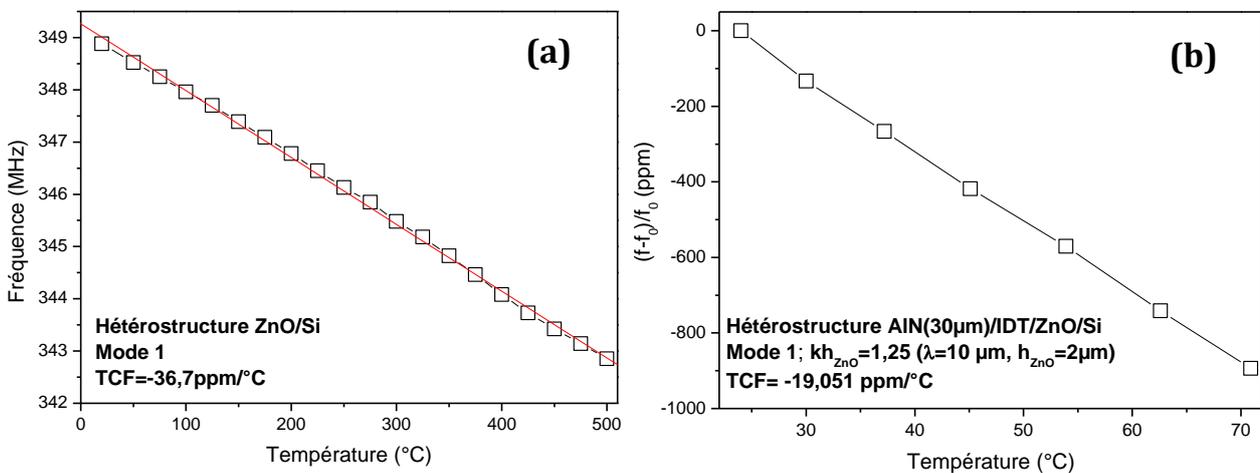


Figure IV-12 : Courbe de TCF des hétérostructures IDT/ZnO/Si (a) et AlN/IDT/ZnO/Si (b).

De manière plus qualitative, pour comprendre l'évolution du TCF, il suffit en général de connaître le TCF des différents matériaux pris séparément. D'après la littérature, le TCF du silicium, du ZnO et de l'AlN sont estimés à $-30\text{ppm}/^\circ\text{C}$ [40], $-60\text{ppm}/^\circ\text{C}$ [41] [42] et $-25\text{ppm}/^\circ\text{C}$ [42] [43] respectivement. Le concept du TCF dans les structures multicouches est ce qu'on appelle la compensation. Ainsi, un TCF négatif peut être compensé par un TCF positif et vice versa. Notons que la compensation en TCF ne se fait pas de façon strictement additionnelle, un TCF de $-25\text{ppm}/^\circ\text{C}$ ne compensera pas un TCF de $25\text{ppm}/^\circ\text{C}$ puisque le TCF dépend d'autres propriétés de la structure telles que l'épaisseur de la couche, la longueur d'onde et la distribution du déplacement de l'onde au sein de l'hétérostructure. Le ZnO et le Si possèdent tous deux un TCF négatif expliquant la valeur négative et intermédiaire de l'ensemble de l'hétérostructure IDT/ZnO/Si ($-36,7\text{ppm}/^\circ\text{C}$, Figure IV-11(a)). De plus, du fait que le TCF du ZnO est presque deux fois supérieur à celui du silicium, l'augmentation du TCF par rapport à celui du silicium est ainsi justifiée comme il est rapporté dans la littérature pour certaines hétérostructures [44] [45] [46]. Cependant, la valeur étant plus proche de celle du Si indique que la propagation de l'onde se fait essentiellement dans le silicium. L'hétérostructure IDT/ZnO/Si avec un TCF de $-36,7\text{ppm}/^\circ\text{C}$ couplée ensuite à une couche d'AlN ayant également un TCF négatif plus faible ($-25\text{ppm}/^\circ\text{C}$) donne un TCF négatif de $-19,1\text{ppm}/^\circ\text{C}$ (Figure IV-11 (b)). L'atténuation de la réponse fréquentielle en fonction de la température a été relevée pour l'hétérostructure IDT/ZnO/Si et est présentée sur la Figure IV-13. Nous remarquons une diminution progressive de celle-ci avec une chute radicale entre 490 et 500°C . Nous considérons que jusqu'à 400°C , il n'y a pas de variation très importante des pertes d'insertion puisqu'elle passe de -18dB à -23dB lorsque l'on passe de 25°C à 400°C .

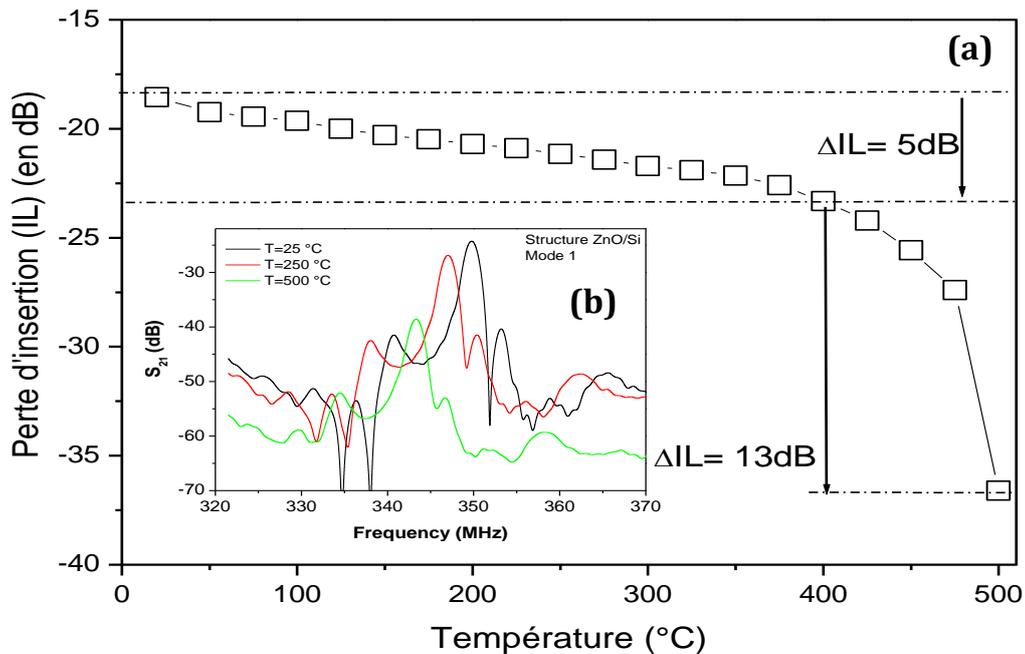


Figure IV-13 : (a) Evolution de l'atténuation en fonction de la température du mode 1 de l'hétérostructure IDT/ZnO/Si, (b) Courbes en transmission (S_{21}) associées pour les températures 25°C , 250°C et 500°C .

Il va sans dire que la température influe sur les propriétés de la couche et sur la cristallisation de la couche du ZnO et c'est pourquoi l'atténuation change avec l'augmentation de la température. Cependant, si nous prenons en compte les constituants de l'hétérostructure, d'autres explications peuvent être considérées : elle peut provenir de la tenue des IDTs à haute température ou de l'augmentation de la conductivité. La première hypothèse n'a pas été retenue puisque nous avons trouvé la même variation d'atténuation que nous travaillons avec des électrodes en aluminium ou en Ta/Pt. En revanche, un changement d'état de conductivité avec la température est constaté dans le cas du ZnO puisque la résistance diminue progressivement avec l'augmentation de la température jusqu'à atteindre une valeur minimal à 400°C (Figure IV-14); ceci est principalement due à la structure relativement ouverte du ZnO qui facilite l'incorporation de défauts (lacunes, vacances). De plus, au vue de la littérature, la température est l'un des facteurs prédéterminant dans la conductivité du ZnO et il est bien connue que plus la température augmente, plus le ZnO devient conducteur [47] [48].

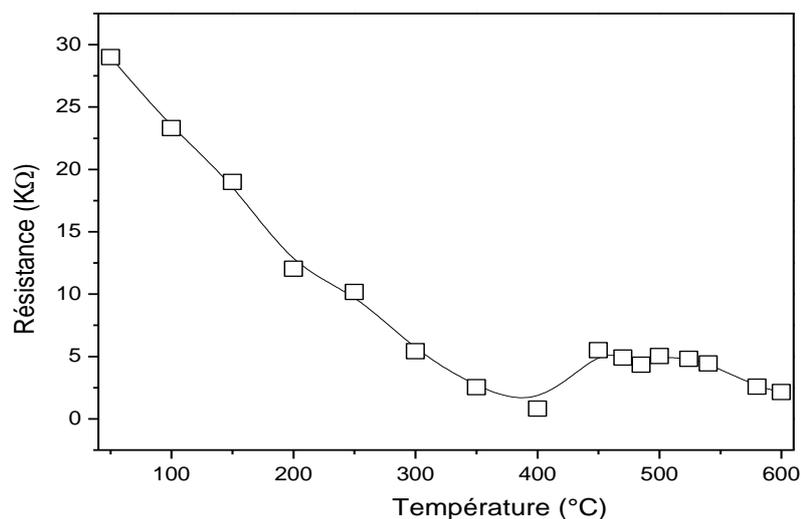


Figure IV-14: Variation de la résistance avec la température (50°C-600°C) de l'hétérostructure IDT/ZnO/Si à $kh_{ZnO}=1,25$.

Sensibilité du dispositif à l'humidité

Pour finir, afin de compléter l'étude et de confirmer expérimentalement le confinement effectif de l'onde et son insensibilité aux perturbations à la surface de l'hétérostructure AlN(30µm)/IDT/ZnO/Si à $kh_{ZnO}=1,25$, nous avons déposé sur le chemin de l'onde et plus précisément sur le gap du dispositif une microgoutte d'eau. Les réponses en transmission récupérées avant et après dépôt de la goutte sont représentées sur la Figure IV-15 et ne montrent aucun changement dans la réponse prouvant sans équivoque le confinement total de l'onde dans l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si.

Notons que dans le cas d'une onde de surface de type Rayleigh, l'onde s'atténue partiellement ou complètement.

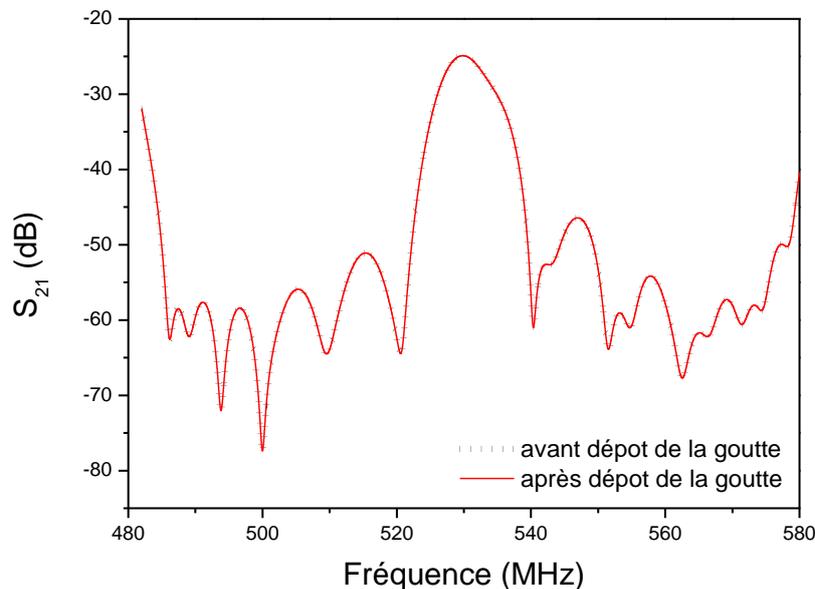


Figure IV-15 : Test de vérification de confinement de l'onde par le dépôt d'une microgoutte d'eau sur le chemin de l'onde (sur le gap) de l'hétérostructure AlN(30µm)/IDT/ZnO/Si à $kh_{ZnO}=1,25$.

Synthèse [PARTIE A]

Des dispositifs AlN/IDT/ZnO/Si expérimentaux ont été réalisés en considérant deux valeurs de kh_{ZnO} ($kh_{ZnO}=1,25$ et $kh_{ZnO}=1,57$). Les résultats ont montré de meilleures perspectives pour la structure élaborée à $kh_{ZnO}=1,25$. En effet, nous avons pu montrer la possibilité de générer dans la même hétérostructure trois modes de propagation 0, 1 et 2 de l'onde acoustique, un confinement de l'onde dans la structure ainsi qu'une bonne compatibilité des résultats obtenus en simulation. Les études menées en température sur l'hétérostructure finale, pour un $kh_{ZnO}=1,25$, ont démontré son potentiel en tant que capteur température avec une valeur de TCF de $-19,1^\circ/\text{ppm}$. Nous avons toutefois noté une limitation de celle-ci pour des températures supérieures à 400°C par une augmentation des pertes due à la conductivité du ZnO. Nous avons finalement mis en évidence de façon expérimentale l'isolement effectif de l'onde au sein de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si. Ainsi, cette étude nous a permis de confirmer le potentiel de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si comme dispositif sensible à la température ayant toutefois la capacité de s'autoprotéger de son environnement atmosphérique comme l'humidité.

Hétérostructure protégée AlN/IDT/AlN/Saphir pour les environnements hostiles ($T \leq 1000^\circ\text{C}$)

Deux configurations pour les applications en environnements hostiles peuvent être envisagées à savoir : AlN/IDT/AlN/Saphir et AlN/IDT/Saphir. La période spatiale des IDTs utilisée dans ce travail est de $16 \mu\text{m}$ ce qui correspond à un $kh_{\text{AlN}} = 0,39$ qui est associé à un coefficient de couplage électromécanique de l'ordre de $0,035\%$ [49]. Etant donné la longueur d'onde de travail et au vue des courbes de dispersion en K^2 [49], la configuration AlN/IDT/Saphir n'est pas appropriée dans notre cas puisque son K^2 avoisine les 0% . Nous nous sommes donc focalisés seulement sur le potentiel de la configuration AlN/IDT/AlN/Saphir.

IV.B.1. Procédure expérimentale

Des couches commerciales d'AlN d'une épaisseur de $1 \mu\text{m}$, déposées par la technique de MOCVD sur saphir (0001) (MTIXTL), ont été utilisées comme base pour la réalisation des dispositifs SAW pour les applications hautes températures. Les caractéristiques des couches AlN/saphir commerciales sont résumées dans la Figure IV-16 (a). Les couches d'AlN ont été texturées purement selon $[00\bar{c}]$ et présentent une rugosité de surface de l'ordre de $7,8 \text{ \AA}$. Ces échantillons ont ensuite été recouverts par 10nm de tantale et 150nm de platine par la technique de pulvérisation magnétron suivie d'une étape de photolithographie et d'IBE (*cf.* chapitre II). La couche protectrice d'AlN d'épaisseur 500nm a été déposée, par pulvérisation cathodique magnétron ($T=400^\circ\text{C}$, $p=0,002\text{mbar}$, $P_W=170\text{W}$) texturée selon l'axe c perpendiculaire au substrat. Pendant le dépôt de la couche supérieure d'AlN, les « pads » ont été cachés afin de garder l'accès pour les mesures électriques (voir Figure IV-16 (b)). Notons que les propriétés piézoélectriques et structurales de cette dernière couche n'ont pas été optimisées. N'étant pas protégés par l'AlN, les « pads » des IDTs restent très vulnérables à l'oxydation du Ta et au phénomène d'agglomération du platine et en particulier lors d'une exposition à long terme à haute température [50]. Pour pallier à ce problème et ainsi augmenter la durée de vie des « pads », l'épaisseur du platine a été doublée dans ces zones par un deuxième dépôt de la couche de Ta (10 nm) et de Pt (120 nm). En effet, sans la couche intermédiaire de Ta, l'adhésion du Pt épais s'est avérée mauvaise.

Pour une meilleure comparaison, deux configurations de lignes à retard SAW opérant autour de 340 MHz ont été exploitées simultanément: IDT/AlN/Saphir et l'AlN/IDT/AlN/Saphir dont la première servira principalement de référence.

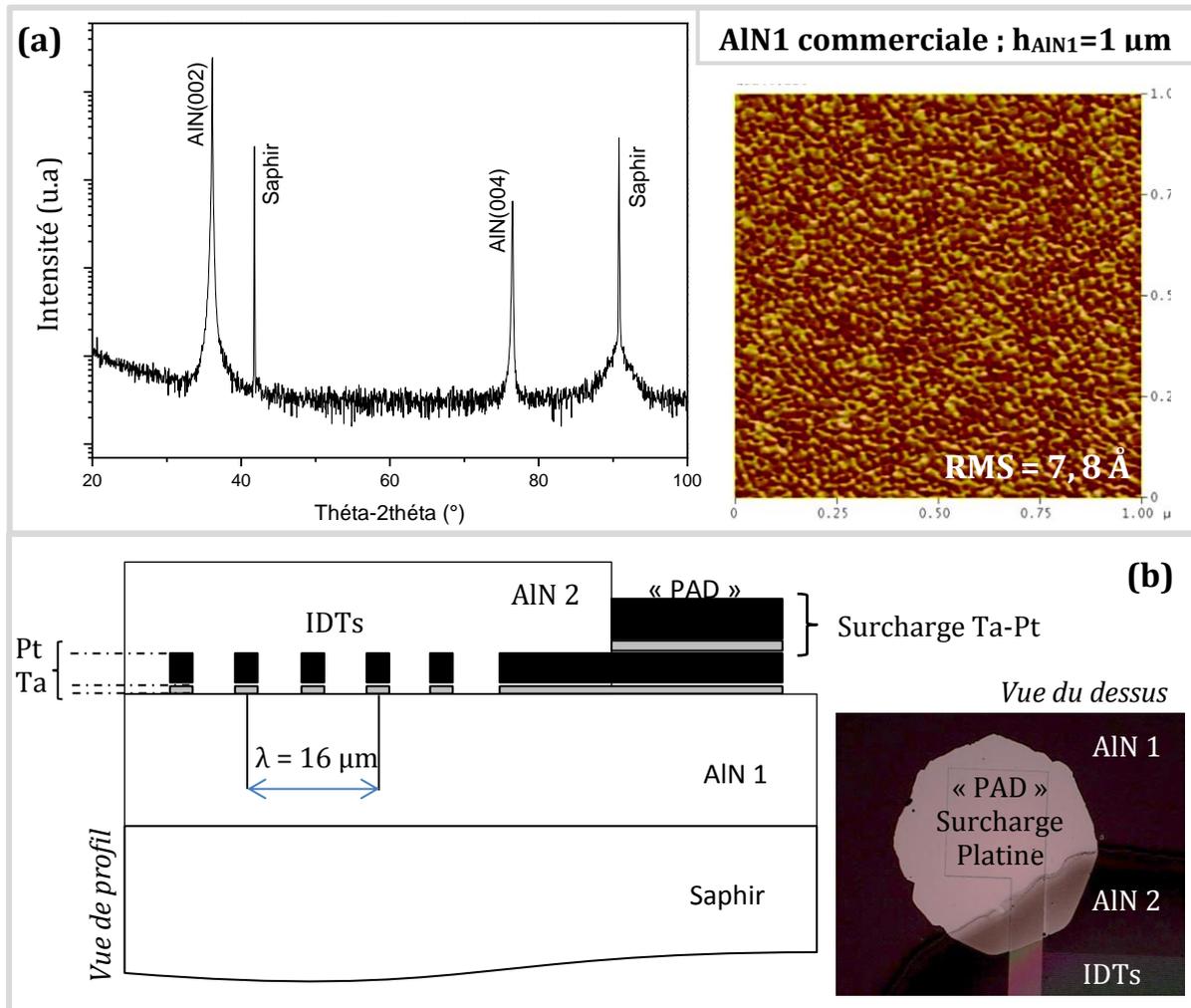


Figure IV-16 : (a) Propriétés structurales et morphologiques de l'AlN/Saphir commerciale : spectre $\theta/2\theta$ (à gauche) et image d'AFM (à droite). (b) Schématisation du profil de l'hétérostructure AlN/IDT/AlN/Saphir et image optique vue du dessus (à droite) de la méthode de surcharge Ta-Pt des « pads ».

IV.B.2. IDT/AlN/Saphir VS AlN/IDT/AlN/Saphir : stabilité à 800 – 1000 °C

Hétérostructure AlN(1 μm)/IDT/AlN(1 μm)/Saphir

La Figure IV-17 relève une augmentation considérable des pertes d'insertion de 19dB par rapport à la configuration standard IDT/AlN/Saphir mais aussi une diminution de la fréquence de fonctionnement de 0,5MHz avec l'ajout d'une épaisseur de 500nm d'AlN avant le recuit.

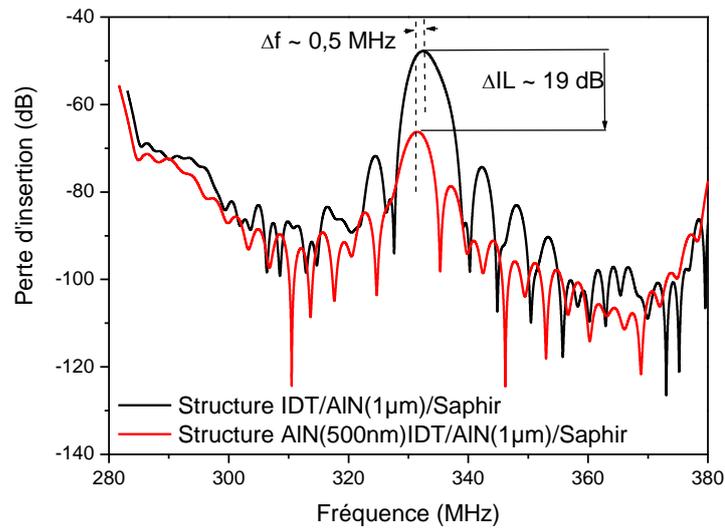


Figure IV-17: Réponse fréquentielle des lignes à retard des hétérostructures $AlN(0,5\mu m)/IDT/AlN(1\mu m)/Saphir$ et $IDT/AlN(1\mu m)/Saphir$.

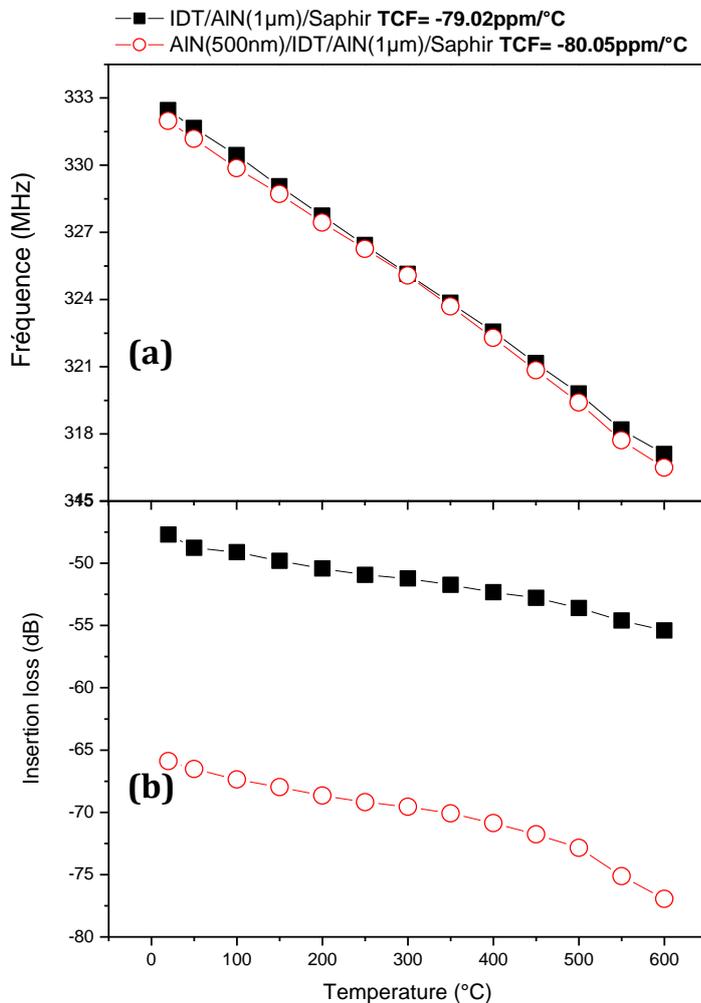


Figure IV-18 :
Variation de la fréquence centrale de la ligne à retard (a) et des pertes d'insertion (b) en fonction de la température (25°C - 600°C) pour les deux configurations considérées : $IDT/AlN(1\mu m)/Saphir$ et $AlN(0,5\mu m)/IDT/AlN(1\mu m)/Saphir$.

Les pertes d'insertion augmentent et la fréquence de fonctionnement diminue dans le cas des deux hétérostructures en augmentant la température de 20°C à 600°C (voir Figure IV-18). En revanche, la couche protectrice d'AlN n'influe que très peu sur le TCF : puisqu'on note des valeurs similaires avec -79,0 ppm/°C et -80,0 ppm/°C pour

l'hétérostructure IDT/AlN(1 μ m)/Saphir et AlN(0,5 μ m)/IDT/AlN(1 μ m)/Saphir respectivement (Figure IV-18). Dans les deux configurations IDT/AlN/Saphir et AlN/IDT/AlN/Saphir, nous avons testé leur résistance à hautes températures par recuits successifs de 2h puis 10 h à l'air libre dans un four à des températures égales à 800°C, puis 900°C, et finalement 1000°C. Pour être plus précis, une même hétérostructure subit 6 étapes de recuits : 2h à 800°C puis 10h à 800°C, puis 2h à 900°, etc. Le comportement de ces dispositifs face à l'exposition aux hautes températures a été évalué en mesurant leur réponse fréquentielle S21 avant et après recuit, mais également en étudiant leur morphologie par microscope optique, MEB et MET. La variation de la fréquence de fonctionnement ainsi que des pertes d'insertion pour les hétérostructures IDT/AlN(1 μ m)/Saphir et AlN(0,5 μ m)/IDT/AlN(1 μ m)/Saphir ont été relevées après chaque traitement et sont résumées dans la Figure IV-19. Nous avons de plus suivis à chaque étape de recuit l'évolution de la dégradation des IDTs en microscopie optique (Figure IV-20). Pour les deux hétérostructures IDT/AlN(1 μ m)/Saphir et AlN(0,5 μ m)/IDT/AlN(1 μ m)/Saphir, le signal SAW a été perdu après un recuit de 10h à 1000°C.

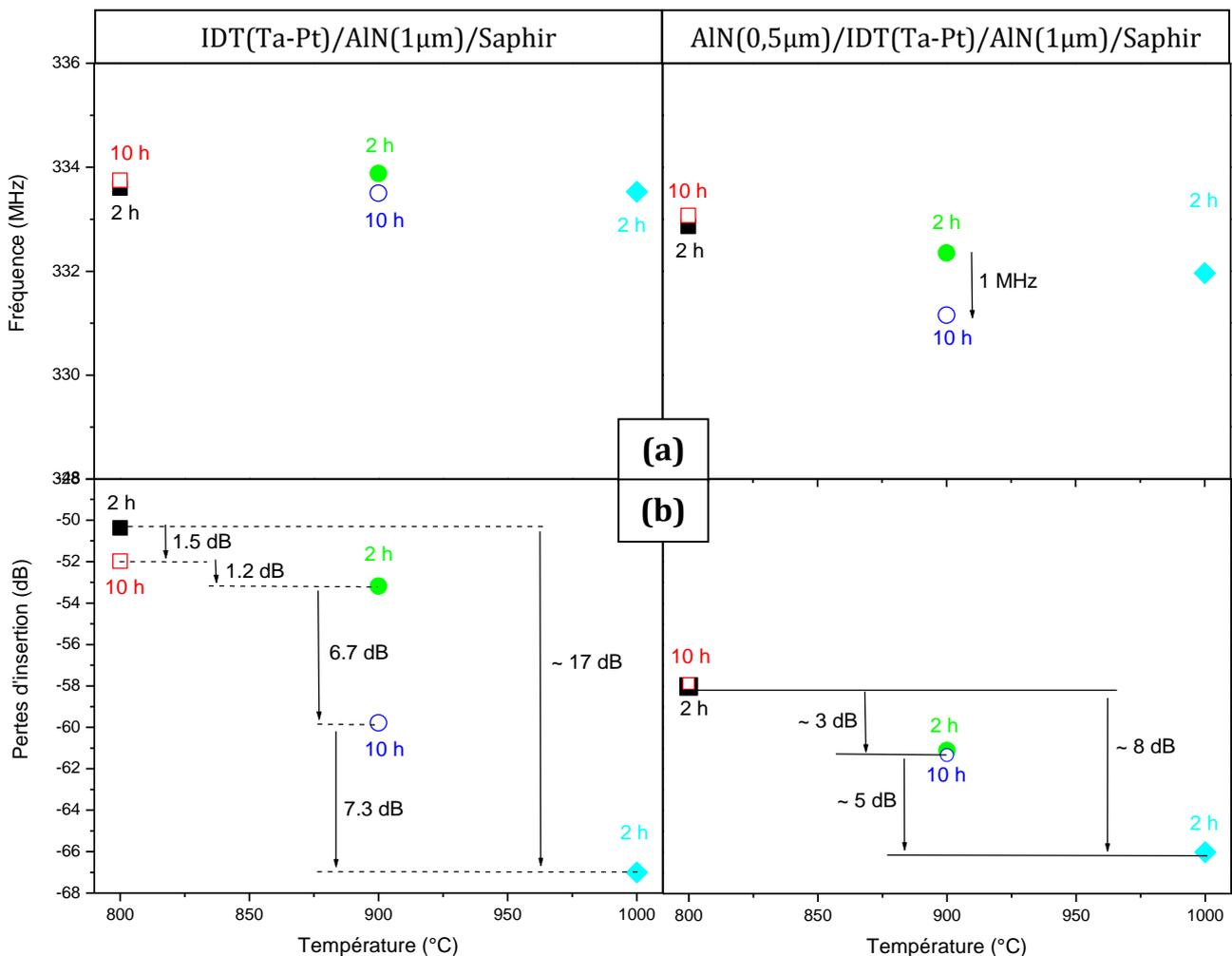


Figure IV-19 : Variation de la fréquence (a) et des pertes d'insertion (b) en fonction de la température et le temps de recuit pour les hétérostructures IDT/AlN(1 μ m)/Saphir et AlN(0,5 μ m)/IDT/AlN(1 μ m)/Saphir.

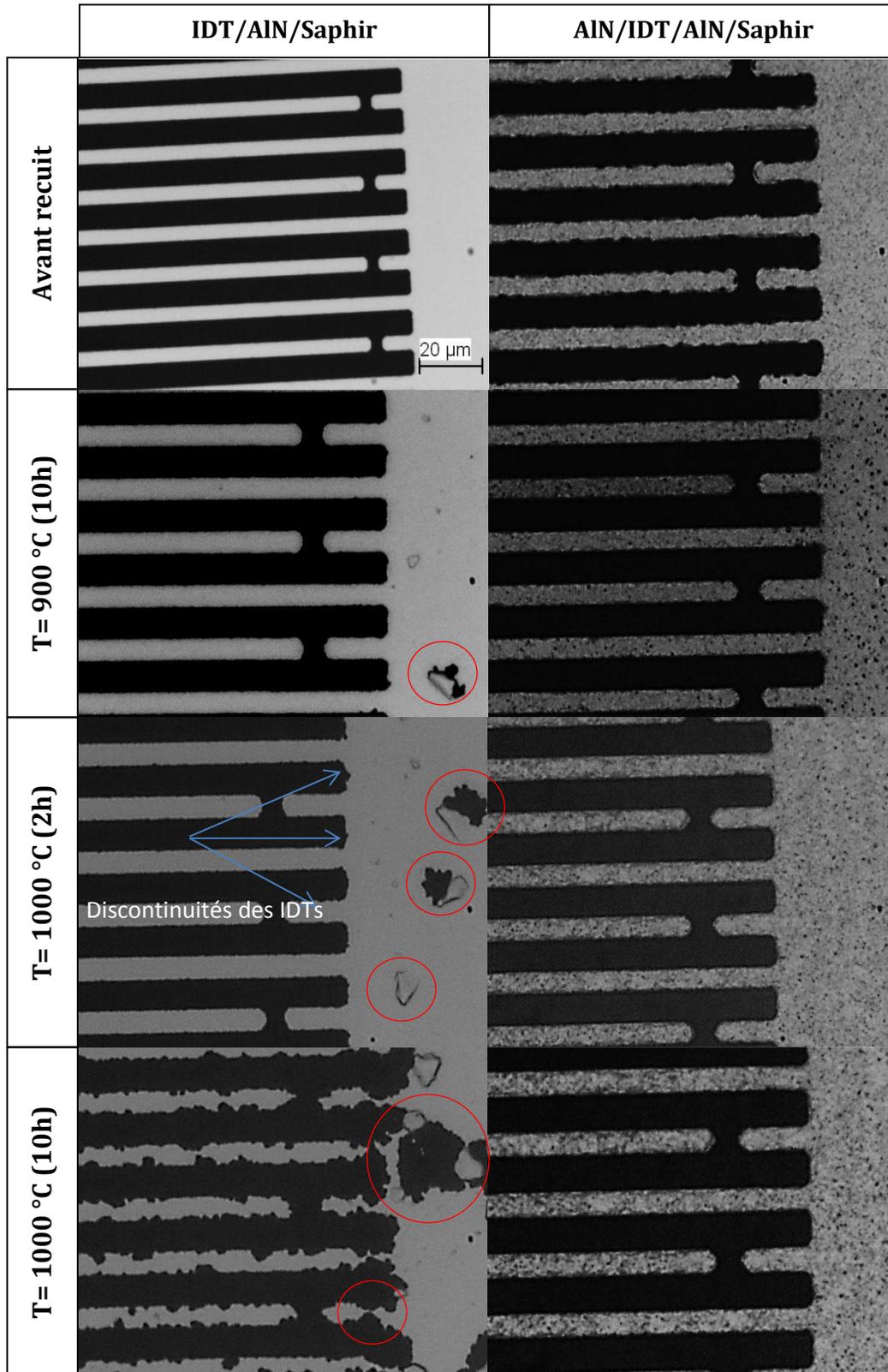


Figure IV-20 : Images optiques des dispositifs SAW des hétérostructures IDT/AlN(1 μ m)/Saphir et AlN(0,5 μ m)/IDT/AlN(1 μ m)/Saphir obtenues en microscopie optique avant recuit, recuits à T= 900 °C (10h), T= 1000 °C (2h) et T= 1000 °C (10h). Les cercles rouges indiquent les discontinuités des IDTs issues du traitement à haute température.

Nous constatons dans un premier temps que le recuit n'influe que très peu sur la fréquence des dispositifs (Figure IV-19 (a)). La fréquence diminue *quasi* linéairement en augmentant la température de recuit de 800 °C à 1000 °C. Une variation maximale de la fréquence a été de 1MHz dans le cas de la configuration AlN(500nm)/IDT/AlN(1µm)/Saphir lors du recuit à 900°C pendant 10h. En revanche, nous relevons un impact considérable du recuit sur les pertes d'insertion et ce dans les hétérostructures avec et sans couche protectrice d'AlN mais ceci reste plus significatif dans le cas de l'hétérostructure non protégée (Figure IV-19 (b)). En effet, lorsque l'on passe du premier recuit de 800°C (2h) à 1000°C (2h), on note une augmentation des pertes de plus de 17dB pour l'hétérostructure IDT/AlN(1µm)/Saphir contre seulement une augmentation de 8dB pour AlN(0,5µm)/IDT/AlN(1µm)/Saphir.

Ces observations se corrélaient parfaitement avec les images des dispositifs SAW réalisées au microscope optique (Figure IV-20). Notons que nous avons ici représenté uniquement les images obtenues avant recuit et à des températures de recuit de 900°C pendant 2h, 1000°C pendant 2h et 1000°C pendant 10h puisqu'aucune dégradation n'a été constatée après 12h de recuit à 800°C. Dans le cas de l'hétérostructure IDT/AlN(1µm)/Saphir, le recuit ne commence à avoir un impact sur les électrodes en Ta-Pt qu'à partir de 900°C (10h) avec notamment des « déchirures » de la couche de platine à certains endroits. Une intensification du phénomène est ensuite observée à 1000°C (2h) avec en plus une discontinuité des IDTs jusqu'à leur détérioration totale à 1000°C (10h). Ces observations peuvent ainsi expliquer l'augmentation importante des pertes d'insertion constatées à partir de 900°C (10h) mais aussi la perte du signal lors du recuit à 1000°C pendant 10h. Concernant l'hétérostructure AlN(0,5µm)/IDT/AlN(1µm)/Saphir, nous n'observons pas de détérioration des IDTs : les électrodes ne présentent aucune discontinuité et aucun phénomène d'agglomération du platine. La seule observation est le changement de l'état de surface de l'AlN sur le platine. Cependant, il est relativement difficile de conclure en se basant uniquement sur des observations réalisées au microscope optique puisque cette technique d'analyse ne donne pas d'information sur le changement de structure, de la morphologie des couches inférieures et de la composition de la couche.

Afin d'évaluer la limite de la couche de protection, le dispositif a été ensuite soumis à un traitement « agressif » avec un recuit d'une journée à la température de 1000°C (Figure IV-21). Les IDTs de l'hétérostructure non protégée ont été complètement détruits en raison de phénomènes d'agglomération avec une disparition presque totale de la couche de platine, tandis que ceux de l'hétérostructure protégée par la couche d'AlN sont restés continus au point de vue optique. Les images de surface de l'hétérostructure AlN(0,5µm)/IDT/AlN(1µm)/Saphir recuite obtenues au MEB ne permettent pas d'avoir plus d'information sur la stabilité de l'AlN et d'évaluer son potentiel comme couche de protection des IDTs puisqu'il s'agit simplement d'une vue en surface d'AlN qui ne donne aucune indication sur l'état des électrodes se trouvant sous la couche d'AlN. C'est pourquoi cette hétérostructure a été découpée au FIB, ce qui a permis d'extraire une période de la ligne à retard (Figure IV-22 (a)) et d'avoir ainsi une vue sur la tranche de l'hétérostructure. La Figure IV-22 (b) montre l'état de la couche de platine mais aussi des

couches d'AlN après les recuits. La couche de platine semble être intacte et n'avoir subi aucun phénomène d'agglomération. A l'issue de toutes les étapes de recuit, les deux couches d'AlN subissent une oxydation presque totale. Notons, par ailleurs, que l'on distingue deux zones : la première, qui comprend une partie de la couche commerciale et notre couche déposée par pulvérisation, est totalement oxydée et est passée d'une structure de type colonnaire à une structure compacte sans joint de grain. Elle présente de plus des défauts considérables avec notamment une formation de trous importants dans toute l'hétérostructure. La deuxième zone intéressante est l'AlN « inférieur » se trouvant à proximité du substrat de saphir. Elle montre aussi, à certains endroits une structure de type colonnaire avec des colonnes pouvant atteindre les 300nm et la présence de trous moins denses par rapport à la zone 1. Par ailleurs, l'analyse EDS révèle la présence de nitrure mais également une oxydation importante dans cette zone (Figure IV-23).

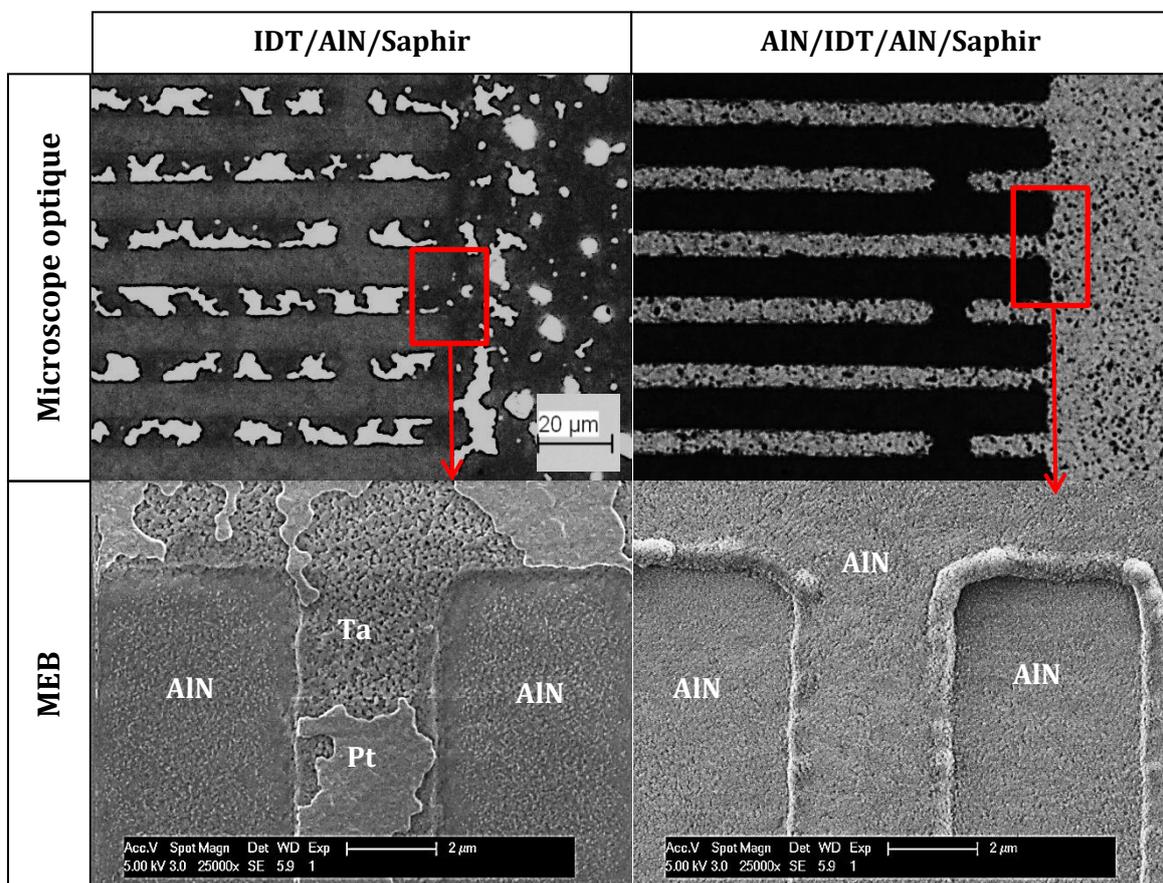


Figure IV-21 : Images des dispositifs SAW obtenues en microscopie optique et au MEB pour les hétérostructures IDT/AlN(1 μ m)/Saphir et AlN(0,5 μ m)/IDT/AlN(1 μ m)/Saphir recuites 24 h à T= 1000 °C.

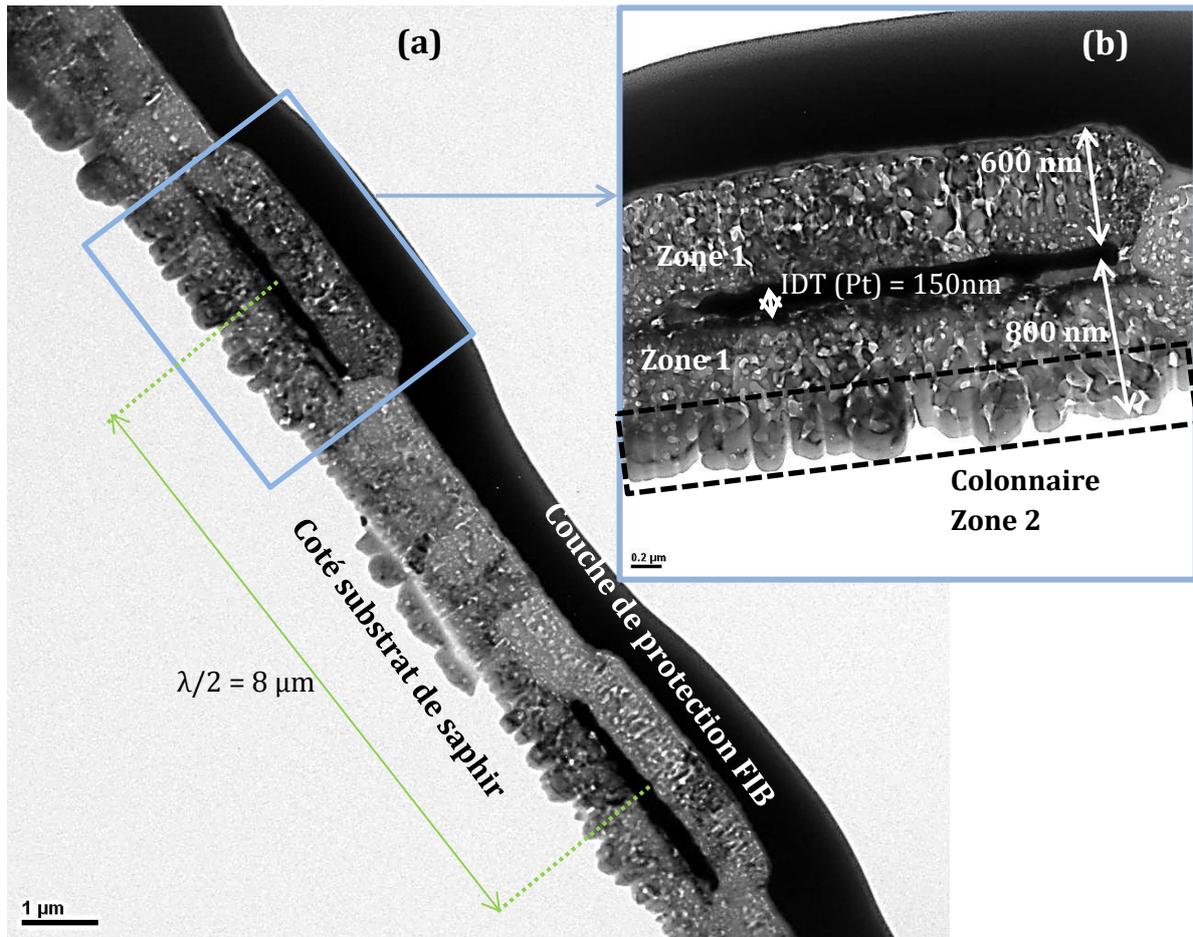


Figure IV-22 : (a) Image TEM vue de profil de l'hétérostructure $\text{AlN}(0,5\mu\text{m})/\text{IDT}/\text{AlN}(1\mu\text{m})/\text{Saphir}$ obtenue par découpe FIB après un recuit à $T= 1000\text{ }^\circ\text{C}$ (24h) (b) zoom sur un doigt du dispositif.

Ces études supplémentaires nous permettent de justifier d'une part la détérioration des signaux pour les deux hétérostructures envisagées au-delà de 10h de recuit à 1000°C mais aussi l'augmentation des pertes d'insertion avec la température ou le temps d'exposition. En effet, la présence d'alumine ou le changement de type de microstructure influe inévitablement sur les propriétés électro-acoustiques de l'hétérostructure IDT/AlN/saphir et engendre *a fortiori* un changement des propriétés piézoélectriques du nitrure d'aluminium. Ces résultats illustrent, tout de même, un avenir encourageant et des perspectives prometteuses de l'hétérostructure AlN/IDT/AlN/Saphir pour les applications SAW à haute température.

Dans la suite de cette étude, nous avons choisi de réaliser une nouvelle fois l'hétérostructure AlN/IDT/AlN/Saphir en doublant l'épaisseur de la couche protectrice d'AlN en espérant prolonger la durée de vie de l'AlN piézoélectrique/dispositif SAW ou retarder l'oxydation d'AlN. Pour cela, nous allons suivre le même protocole que dans le cas précédent mais en tentant de suivre de façon plus rigoureuse l'oxydation de la couche d'AlN par le moyen d'analyses supplémentaires de la composition de phase des

films par diffraction des RX et par l'estimation de la concentration d'alumine formée en profondeur dans l'hétérostructure par SIMS.

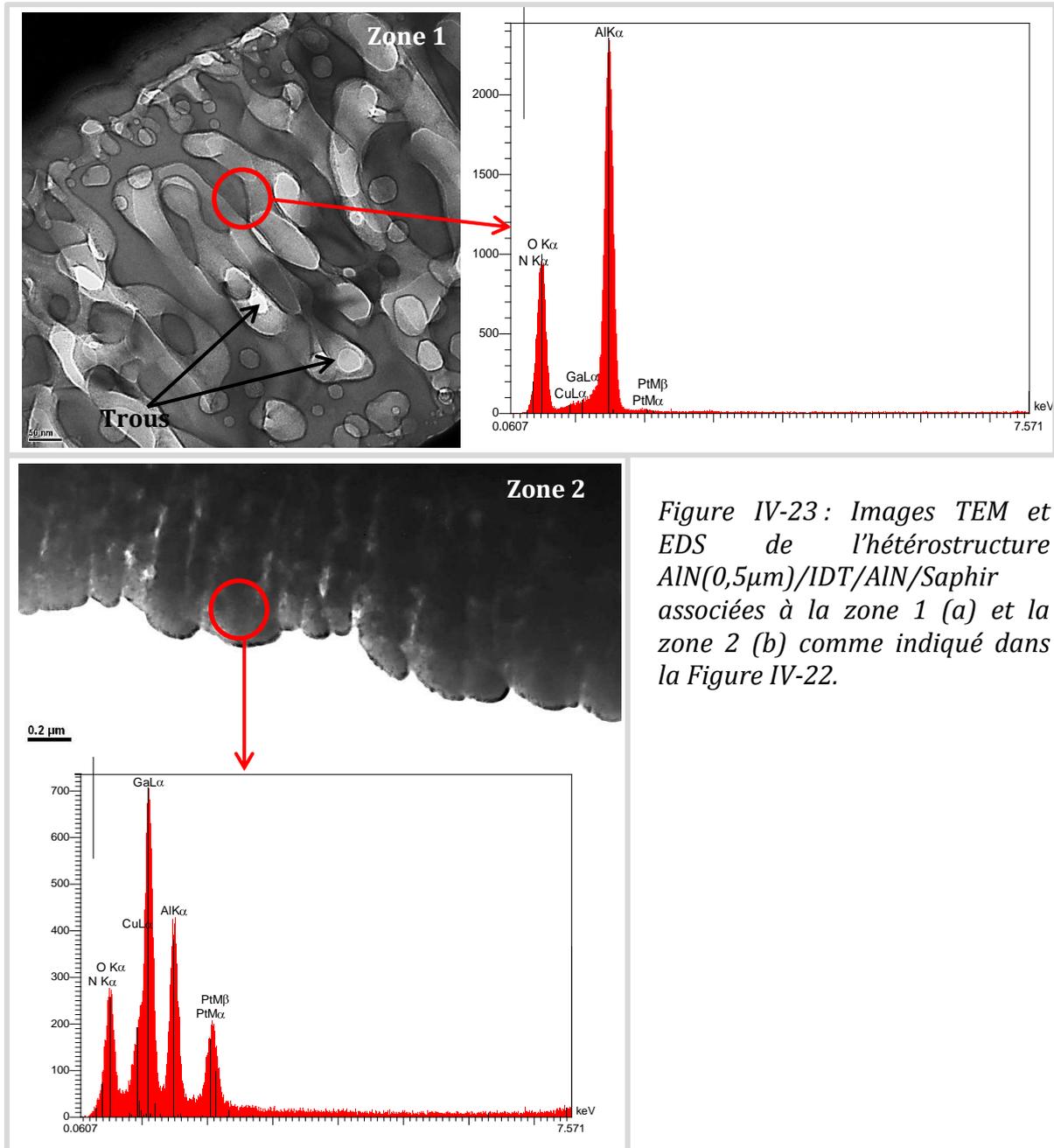


Figure IV-23 : Images TEM et EDS de l'hétérostructure AlN(0,5µm)/IDT/AlN/Saphir associées à la zone 1 (a) et la zone 2 (b) comme indiqué dans la Figure IV-22.

Hétérostructure AlN(1µm)/IDT/AlN(1µm)/Saphir

L'augmentation de l'épaisseur d'AlN à 1µm ne modifie pas de façon significative la réponse du signal puisque que nous remarquons une chute similaire des pertes d'insertion par rapport à la configuration sans protection IDT/AlN/Saphir avec cependant une amélioration de 5 dB par rapport à l'hétérostructure protégée par 500nm d'AlN (Figure IV-24 et Tableau IV-4). En ajoutant 1 µm d'AlN sur IDT/AlN(1µm)/Saphir, une diminution de la fréquence de fonctionnement de l'ordre

d'2MHz et une légère diminution du TCF en valeur absolue ont été constatées (Figure IV-24, Tableau IV-4).

Tableau IV- 4: Récapitulatif des valeurs de fréquences, de pertes d'insertion et de TCF pour les hétérostructures non protégées et protégées par 0,5 μ m et 1 μ m d'AlN.

| | Structure 1 | | Structure 2 | |
|-----------|-----------------|------------------|-----------------|----------------|
| | Sans protection | AlN(0,5 μ m) | Sans protection | AlN(1 μ m) |
| Fréquence | 332,0 | 331,8 | 331,1 | 328,7 |
| Pertes | -47,8 | -66,3 | -54,3 | -68,23 |
| TCF | -79,0 | -80,0 | -79,0 | -74,8 |

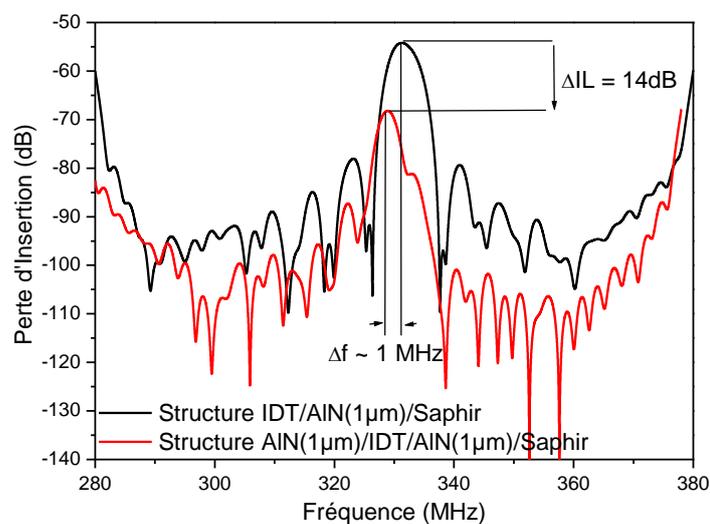


Figure IV-24: Réponse Fréquentielle des lignes à retard des hétérostructures AlN(1 μ m)/IDT/AlN(1 μ m)/Saphir et IDT/AlN(1 μ m)/Saphir

La Figure IV-25(a) présente la réponse fréquentielle de l'hétérostructure AlN(1 μ m)/IDT/AlN(1 μ m)/Saphir après chaque recuit. Les Figures IV-25 (b) et (c) résument la variation de la fréquence de fonctionnement du dispositif SAW ainsi que des pertes d'insertion pour l'hétérostructure AlN(1 μ m)/IDT/AlN(1 μ m)/Saphir. Les images obtenues en microscopie optique après les recuits à 900°C (10h) et 1000°C (2h, 10h et 20h) sont représentées dans la Figure IV-25(d). Après 10h de recuit de dispositif protégé par 1 μ m d'AlN à la température de 1000°C, le signal SAW du dispositif a été perdu. La fréquence diminue de façon linéaire en augmentant la température et le temps après chaque étape de recuit (Figure IV-25 (b)). On note de plus une augmentation des pertes d'insertion de près de 11dB du premier recuit à 800°C (2h) à celui de 1000°C (2h) ce qui est un peu au-dessus de l'augmentation constatée pour l'hétérostructure AlN(0,5 μ m)/IDT/AlN(1 μ m)/Saphir (8dB) mais reste tout de même meilleure comparée à l'hétérostructure de référence IDT/AlN(1 μ m)/Saphir (17dB).

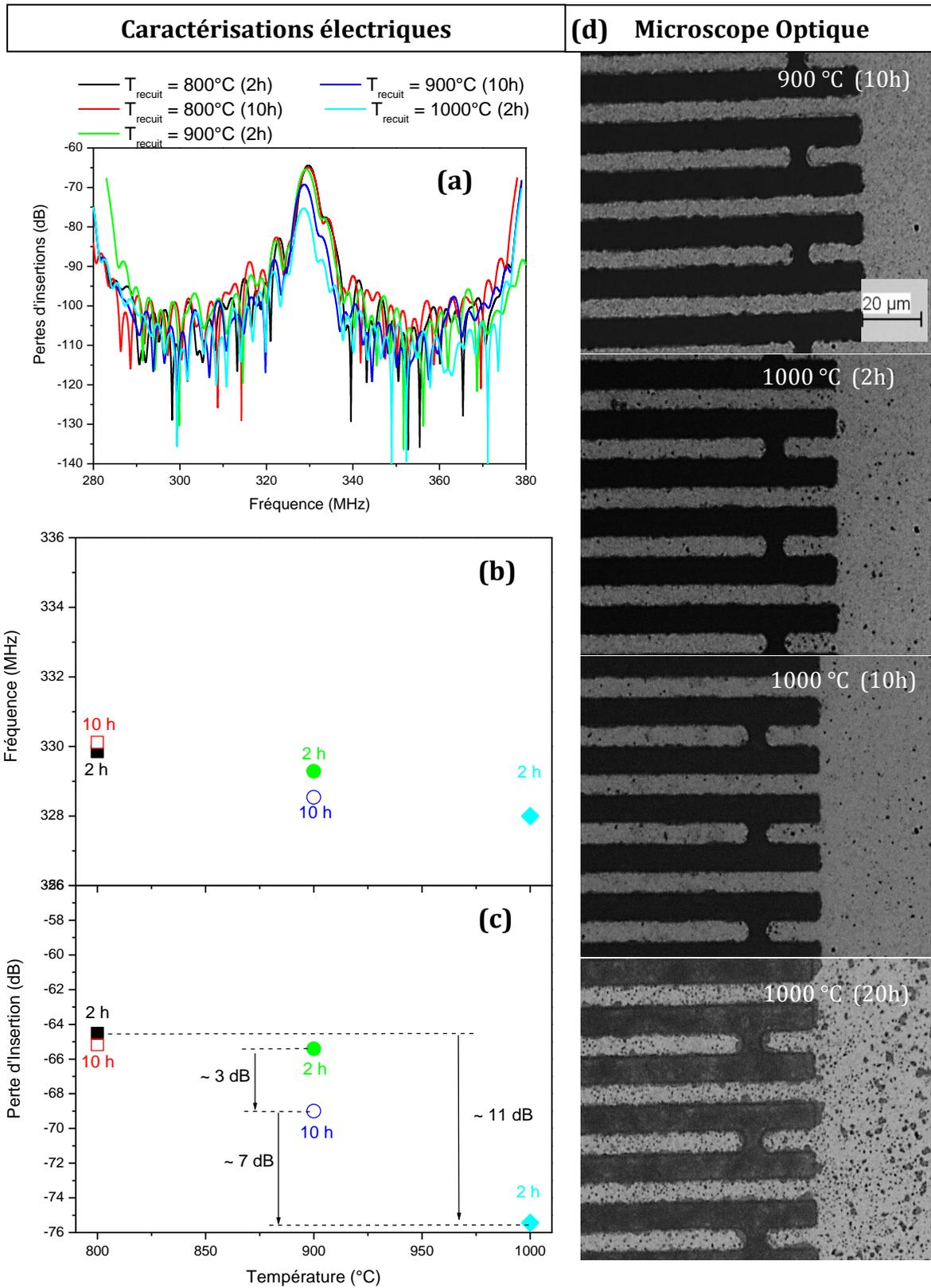


Figure IV-25 : Variation de la fréquence (a, b) et des pertes d'insertion (a, c) en fonction de la température et le temps de recuit de $\text{AlN}(1\mu\text{m})/\text{IDT}/\text{AlN}(1\mu\text{m})/\text{Saphir}$ (d) Images des dispositifs SAW obtenues en microscopie optique avant recuit, après recuit à $T= 900^{\circ}\text{C} (10\text{h})$, $T= 1000^{\circ}\text{C} (2\text{h})$ et $T= 1000^{\circ}\text{C} (10\text{h})$ pour le dispositif $\text{AlN}(0,5\mu\text{m})/\text{IDT}/\text{AlN}(1\mu\text{m})/\text{Saphir}$

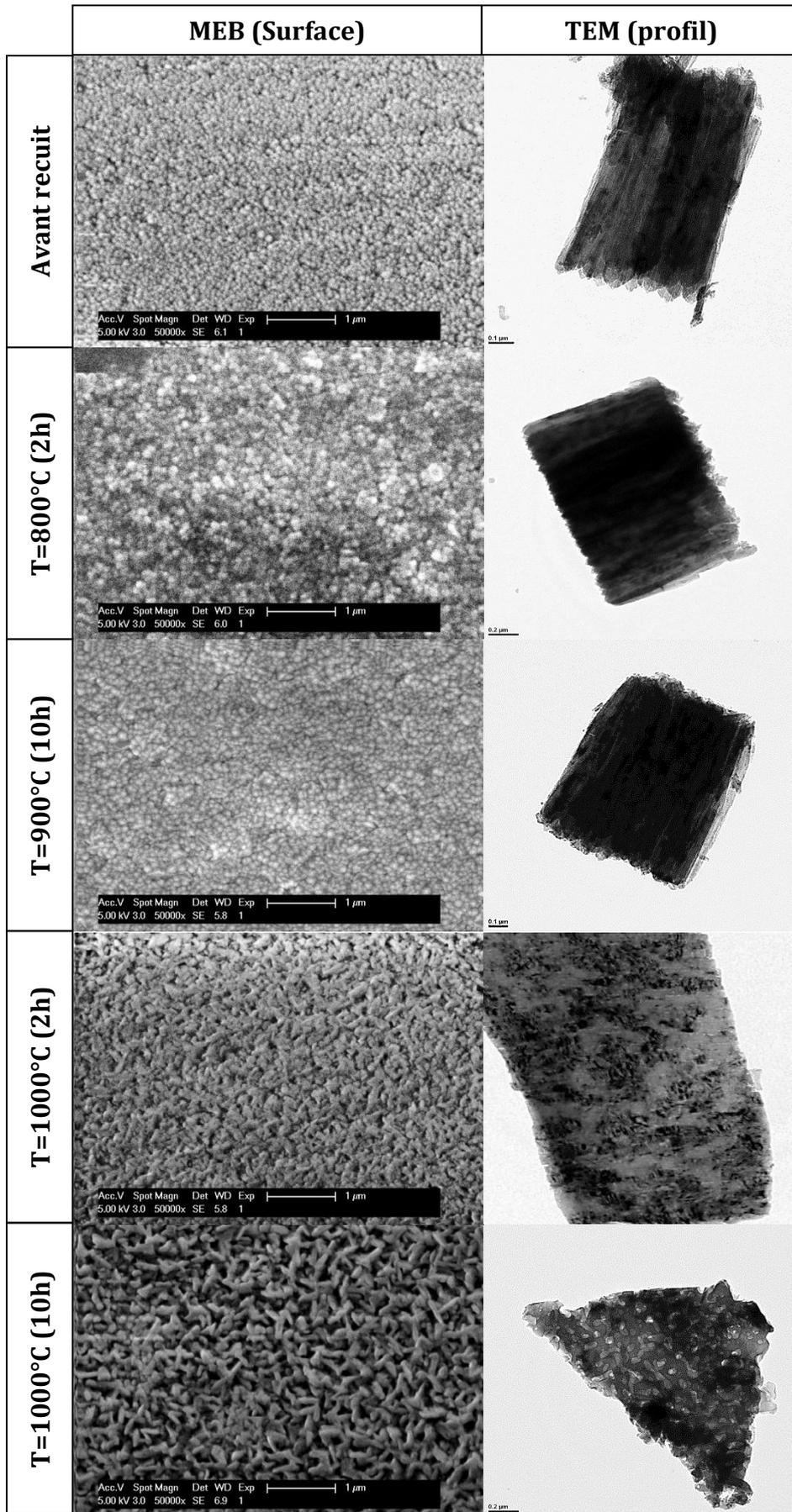


Figure IV-26: Images MEB de la surface (a) et images MET sur la tranche (b) de l'hétérostructure $AlN(1\mu m)/IDT/AlN(1\mu m)/Saphir$ obtenues avant recuit, et après recuit à $T=900\text{ }^{\circ}C$ (10h), à $T=1000\text{ }^{\circ}C$ (2h) et $T=1000\text{ }^{\circ}C$ (10h)

Les images MEB de surface et les images MET de la tranche de *AlN(1 μ m)/IDT/AlN(1 μ m)/Saphir* avant et après recuits sont représentées sur la figure IV-24. L'état de surface change lorsque l'on passe d'un recuit à 900°C pendant 10h à un recuit à 1000°C pendant 2h avec une structure de type granulaire à une structure fibreuse légèrement poreuse. Notons que cette porosité augmente lorsque le temps d'exposition augmente à 10h. Les images MET de la tranche montrent d'ailleurs au même moment un changement dans la microstructure puisque l'on passe d'une croissance de type colonnaire à une microstructure poreuse. A très haute température, les colonnes ont tendances à coalescer jusqu'à ne former qu'une matrice avec des défauts dans les joints de grains et la présence de trous.

Les spectres $\theta/2\theta$ de l'hétérostructure *AlN(1 μ m)/IDT/AlN(1 μ m)/Saphir* ont été mesurés après chaque étape de recuit (Figure IV-26). Nous observons une réflexion (110) de faible intensité de l' Al_2O_3 , qui représente l'oxyde native, et ce même dans l'hétérostructure non recuit même si elle reste toutefois constante et faible. En revanche, aucun changement significatif de texture d'AlN n'est distinguable jusqu'à la température de 1000°C (2h). De plus, les réflexions (00 l) d'AlN se déplacent vers les plus petits angles en augmentant la température et le temps de traitement. Ceci indique une augmentation du paramètre c de la maille qui peut être relié à un changement d'état de contrainte ou de stœchiométrie de l'AlN. L'oxydation devient significative uniquement à partir du recuit réalisé à la température de 1000°C durant 10h se traduisant ainsi par une augmentation de l'intensité de l'alumine (110) et par la présence d'autres orientations de l'alumine γ (voir Figure IV-27 (g)). Parallèlement à cela, nous constatons une diminution importante de l'intensité des réflexions (002) et (004) de l'AlN jusqu'à disparition complète après le recuit de 1000°C pendant 20h.

Les profils SIMS (Figure IV-28) montrent que l'oxyde d'aluminium observé dans l'hétérostructure non recuit et recuit à basse température (≤ 900 °C) provient de l'interface de deux couches AlN et est le résultat d'oxydation à basse température de l'AlN. Notons par ailleurs que l' Al_2O_3 se forme également à la surface de la couche protectrice d'AlN. L'épaisseur d'oxyde pour des températures de recuit de 900°C (10h) et 1000°C (2h) est d'environ 100nm et 200nm respectivement qui devient totale dès que l'on passe à des temps de recuit de 10h et 20h avec seulement une présence très infime de nitrure à proximité du substrat de saphir (Figure IV-28 (a) et (b)). A 1000 °C, l'oxyde d'aluminium crée des pores qui peut être attribué à la limitation cinétique du processus d'oxydation. (voir Figure IV-24) qui servent de passage pour la diffusion de l'oxygène. De ce fait, la vitesse d'oxydation du nitrure augmente significativement et engendre ainsi une oxydation complète de l'AlN (Figure IV-28 (c) et (d)). L'interface entre oxyde et nitrure est abrupt ce qui indique que le front d'oxydation se propage en forme de la couche. En augmentant la température de recuit de 900 °C à 1000 °C, l'oxydation de surface de la couche protectrice s'accélère alors que la quantité d'oxyde à l'interface entre deux couches d'AlN reste inchangée. Une Interaction chimique ou inter-diffusion entre le substrat de saphir et la couche d'AlN n'a pas été observée après des recuits de 10h à 900 °C et 2h à 1000 °C. Ces résultats démontrent que l'oxydation d'AlN se fait par mouvement d'interface entre Al_2O_3 et AlN. Comme il a été démontré dans la littérature,

initialement et jusqu'à une épaisseur de 21 nm, le stade limitant la formation d'oxyde à la surface d'AlN se fait par la réaction entre AlN et O₂ (énergie d'activation 271 kJ/mol).

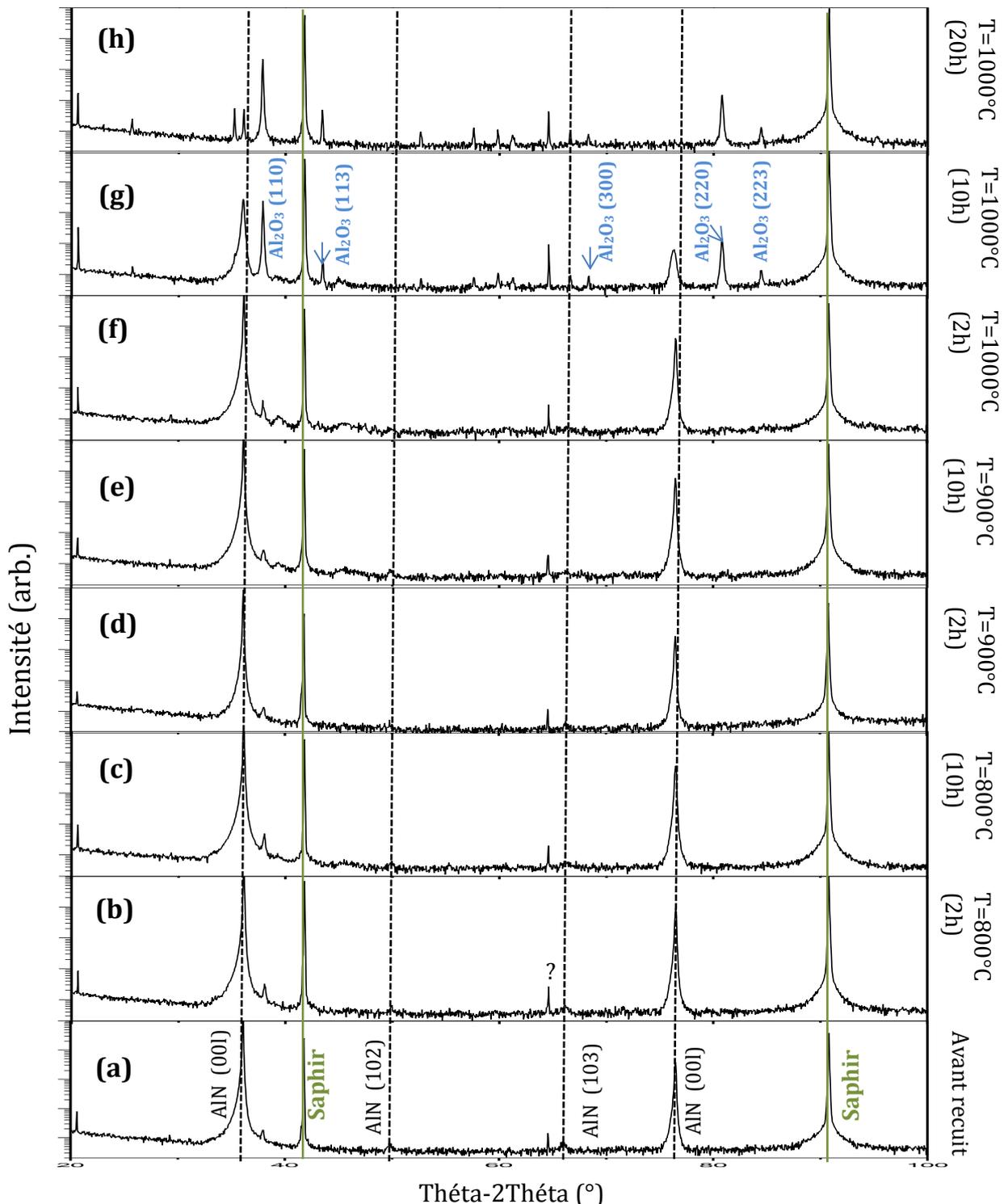


Figure IV-27: Clichés de diffraction en theta-2theta réalisés sur l'hétérostructure AlN(1 μ m)/IDT/AlN/Saphir: (a) avant recuit (b) 800°C pendant 2h (c) 800°C pendant 10h (d) 900°C pendant 2h (e) 900°C pendant 10h (f) 1000°C pendant 2h, (g) 1000°C pendant 10h (h) 1000°C pendant 20h. Les lignes en pointillées et celles en continue vert indiquent les différentes réflexions détectées de l'AlN (Fiche JCPDS Annexe 4) et les positions des réflexions (006) et (0012) du saphir (α -Al₂O₃) (Fiche JCPDS Annexe 5) respectivement.

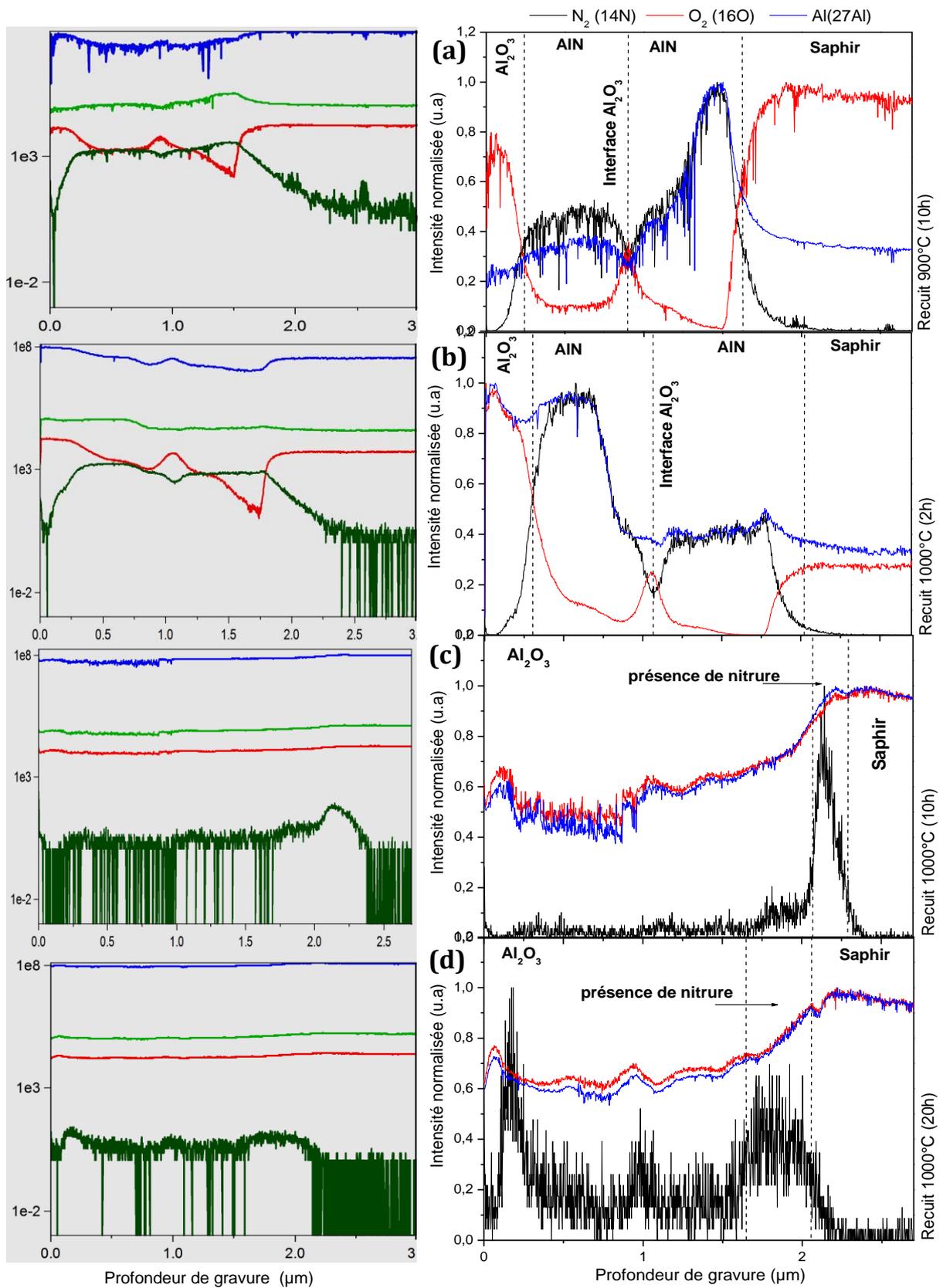


Figure IV-28 : Courbes SIMS originale (à gauche) et normalisée (à droite) obtenues par profil de profondeur pour l'hétérostructure AlN(1 μm)/IDT/AlN/Saphir après les recuits de (a) 900°C pendant 10h (b) 1000°C pendant 2h (c) 1000°C pendant 10h et (d) 1000°C pendant 20h.

La vitesse d'oxydation est ensuite ralentie et est limitée par la diffusion de l'oxygène provenant de l'atmosphère par l' Al_2O_3 formée jusqu'à l'interface avec AlN (énergie d'activation de diffusion est 423 kJ/mol) [51] [52] [53] [54]. La quantité d'oxygène arrivant à l'interface oxyde/nitride est inversement proportionnelle à l'épaisseur d'oxyde, et la vitesse de croissance d'oxyde décroît paraboliquement. L'oxydation de AlN(1 μm)/IDT/AlN(1 μm)/Saphir à 800°C et 900°C est donc lente car limitée très fortement par la diffusion d'oxygène. On note en général une cinétique à deux vitesses. La première est linéaire et traduit une oxydation latente de l'AlN à sa surface tandis que la deuxième est plus lente puisqu'elle nécessite une diffusion de l'oxygène à travers la couche conduisant ainsi à une cinétique de type parabolique. La croissance linéaire initiale indique que la réaction AlN-oxygène à l'interface $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ /AlN est un facteur dominant dans la limitation de la formation de l'oxyde. L'oxydation ralentit au fur et à mesure que l'oxyde s'épaissit. Ainsi à une certaine épaisseur, la diffusion de l'oxygène à travers l'oxyde déjà formé commence à limiter l'oxydation. Le processus d'oxydation des films d'AlN est assez compliqué puisque l'incorporation de l'oxygène et la désorption de l'azote se font simultanément. La cinétique est limitée par la diffusion d'oxygène, la réaction chimique entre l'oxygène et le nitride d'aluminium, et par la désorption d'azote. Notons de plus que l'épaisseur réelle de la couche d'oxyde peut être différente de l'épaisseur de l'AlN oxydé due à la différence de densité entre l'AlN et le $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Synthèse [PARTIE B]

En résumé, nous avons démontré dans cette étude que le mouillage ou l'agglomération du platine ne se produit plus même au-delà de sa température de Tamman (850°C bulk). Cependant, le travail à haute température induit inévitablement des répercussions sur les propriétés structurales et morphologiques des couches minces d'AlN ce qui se traduit directement sur les réponses fréquentielles des dispositifs par une diminution de la vitesse et une augmentation des pertes d'insertion. Le recuit de l'AlN à haute température engendre la formation de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ impliquant une diminution des propriétés piézoélectriques. Soulignons que la température et la durée du recuit influent de façon importante dans la nature de l'oxydation de l'AlN. Par ailleurs, nous avons pu constater qu'au-delà de 1000 °C, l'oxyde formé par processus d'oxydation d'AlN devient poreux et ne protège plus l'AlN. D'après les résultats obtenus, l'oxydation d'AlN peut être passivée par une couche dense d'oxyde de l'alumine, car l'oxydation est limitée par la diffusion lente de l'oxygène. Ainsi, les hétérostructures AlN/IDT/AlN(1 μm)/Saphir seraient donc prometteuses pour les applications à des températures inférieures ou égales à 900°C.

Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons vu une première étude sur l'hétérostructure « autoprotégée » AlN/IDT/ZnO/Si pour les environnements néfastes (oxydation des électrodes en aluminium, poussières, humidité...) et ainsi éliminer la sensibilité des SAW par rapport aux autres paramètres. Afin d'étudier, d'une part, la faisabilité de ce projet et d'autre part d'établir les conditions optimales pour l'isolation de l'onde des effets de surface (épaisseur des films d'AlN et de ZnO) pour les applications expérimentales. Une première étude théorique a été menée à l'aide du logiciel COMSOL Multiphysics par la méthode des éléments finis. A l'issue de cette étude, nous avons démontré l'importance de l'épaisseur d'AlN et du ZnO sur les performances et le taux de confinement de l'onde mais aussi la possibilité de générer des ondes isolées dans le but de réaliser une structure autoprotégée. En effet, nous avons pu montrer de façon théorique le confinement de l'onde au sein de l'hétérostructure avec néanmoins un besoin en épaisseur d'AlN relativement important (à partir de $11 \mu\text{m}$ pour $kh_{\text{ZnO}}=3,92$). Pour finir, cette étude nous a permis de mettre en évidence la possibilité de générer à la fois des ondes de surface (mode 1 ou 2) et des ondes isolées (mode 0) offrant ainsi des perspectives nouvelles dans l'élaboration de capteur thermiquement compensé. La réalisation expérimentale du dispositif AlN/IDT/ZnO/Si a permis de confirmer, d'une part, la possibilité de générer au sein de la même hétérostructure trois modes de propagations 0, 1 et 2 de l'onde acoustique avec une bonne compatibilité des résultats obtenues en simulation. D'autre part, l'étude menée en température sur l'hétérostructure à $kh_{\text{ZnO}}=1,25$ a présenté un TCF de $-19,1^\circ/\text{ppm}$ mais indique toutefois une limitation de celle-ci pour des températures supérieures à 400°C qui est vraisemblablement due à l'augmentation considérable des pertes. Ces résultats ont donc permis d'établir la sensibilité de l'hétérostructure à la température mais surtout sa capacité à s'autoprotéger de son environnement atmosphérique néfaste.

La deuxième étude réalisée dans ce chapitre concerne la réalisation de l'hétérostructure AlN/IDT/AlN($1\mu\text{m}$)/Saphir pour les environnements hostiles et plus particulièrement les très hautes températures. Nous avons vu, dans un premier temps, que le travail à température élevée engendrait un changement des propriétés structurales et morphologiques des couches d'AlN se traduisant alors directement sur les réponses fréquentielles des dispositifs par une augmentation des pertes d'insertion et par une variation de la fréquence de fonctionnement. De plus, nous avons pu démontrer que la couche protectrice d'AlN permettait de préserver les IDTs des phénomènes d'agglomération des électrodes en Ta-Pt, et ce pour des températures dépassant la température de Tamman du Platine (850°C). Nous avons enfin montré qu'à partir de 1000°C , l'oxyde d'aluminium devenait poreux et accélérât la diffusion de l'oxygène et la vitesse d'oxydation du nitrure : La couche d'AlN est ainsi totalement oxydée et perd toutes ses propriétés piézoélectriques. En conclusion, les hétérostructures AlN/IDT/AlN($1\mu\text{m}$)/Saphir semblent très prometteuses pour des applications à températures inférieures ou égales à 900°C puisque l'oxyde formé à

1000°C par processus d'oxydation d'AlN est poreux et ne protège plus l'AlN. La perspective qui serait envisageable ici pour protéger ces hétérostructures à 1000 °C serait de déposer à la place de la couche d'AlN protectrice, un film dense et épais d'Al₂O₃, et de tester son effet avec la température de recuit.

Bibliographie

- [1] R.Stonely, «Elastic Waves at the Surface of Separation of Two Solids,» *Roy. Soc. Proc. London*, vol. 106, p. 416, 1924.
- [2] Ken-Ya Hashimoto, *Surface Acoustic Wave Devices in Telecommunications: Modelling and Simulation*, Berlin: Springer, 2000.
- [3] J.J. Campbell et W.R. Jones, *IEEE Trans. Sonics Ultrason.*, vol. 15, p. 209, 1968.
- [4] O. C. Zienkiewicz et R. L. Taylor, *The Finite Element Method*, Oxford: ElsevierButterworth-Heinemann, 2004.
- [5] K. J. Bathe, *Finite Element Procedures*, Englewood Cliffs NJ: Prentice-Hall, 1996.
- [6] S. C. Brenner et R. L. Scott, *The Mathematical Theory of Finite Element Methods*, New York: Springer, 1994.
- [7] D. P. Morgan, *Surface-Wave Devices for Signal Processing in Studies in Electrical and Electronic Engineering*, vol. 19, Amsterdam: Elsevier, 1991.
- [8] C. K. Campbell, *Surface Acoustic Wave Devices, Applications of Modern Acoustics*, San Diego: Academic, 1998.
- [9] K. Bhattacharjee, A. Shvetsov, et S. Zhgoon, *IEEE Freq. Control. Symp.*, p. 135, 2007.
- [10] <http://www.comsol.com/products/multiphysics/>. [En ligne].
- [11] O. Legrani, O. Elmazria, S. Zhgoon , L. Le Brizoual et A.Bartasyte, «The European COMSOL Conference,» Paris, 2010.
- [12] O. Legrani, O. Elmazria, S. Zhgoon, P. Pigeat, A. Bartasyte, et F. Sarry, *IEEE Sensors Symp.* , 2011.
- [13] O. Legrani, O. Elmazria, S. Zhgoon, P. Pigeat et A. Bartasyte, *J. Sensors*, en revision.
- [14] R. Hull, *Properties of Crystalline Silicon*, London: The Institution of Electrical Engineers, 1999.
- [15] G. Carlotti, G. Socino, A. Petri et E. Verona, *Appl. phys. Lett.*, vol. 51, p. 1889, 1987.
- [16] G. Carlotti, F. S. Hickernellh., M. Liaw, L. Palmiergi, G. Socino et E. Verona, *IEEE Ultrason. Symp.*, p. 353, 1995.
- [17] K. Tsubouchi, K. Sugai et N. Mikoshiba, *IEEE Ultrason. Symp.*, p. 375, 1981.
- [18] J.L. Tallon, *J. Phys. Chem. Solids*, vol. 40, p. 831, 1979.
- [19] M. Buchner, W. Ruile, A. Dietz et R. Dill, *Proc. IEEE Ultrason. Symp.*, p. 371, 1991.
- [20] D. Royer et E. Dieulesaint, *Ondes Elastiques dans les Solides TOME 2*, Paris: Masson, 1999.
- [21] L. Le Brizoual, O. Elmazria, F. Sarry, M. El Hakiki, A. Talbi, et P. Alnot, *IEEE Ultrason.*, vol. 45, p. 100, 2006.
- [22] T. Shiosaki, T. Yamamoto et A. Kawabata, *Proc. IEEE Ultrason. Symp.* , p. 814, 1977.
- [23] T. Shiosaki, Y. Mikamura, F. Takeda et A. Kawabata, *IEEE Ultrason. Symp.*, p. 186, 1985.

- [24] O. Elmazria, S. Zhgoon, L. Le Brizoual, F. Sarry, D. Tsimbal et M.A. Djouadi, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 95, p. 233503, 2009.
- [25] K. Bhattacharjee, A. Shvetsov, et S. Zhgoon, *Proc. IEEE Ultrason. Symp.*, p. 1886, 2007.
- [26] T. Yamashita, K. Hashimoto et M. Yamaguchi, *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 36, pp. 3057-3059, 1997.
- [27] S. Ballandras, V. Laude, H. Majjad, W. Daniau, D. Gachon et E. Courjon, «Third Int. Symp. on Acoustic Wave Devices for Future Mobile Communication Systems,» chez *Chiba Université*, Japan, 2007.
- [28] M. El Hakiki, O. Elmazria, T. M.B. Assouar, V. Mortet, L. Le Brizoual, M. Vanecek et P. Alnot, *Diam. Relat. Mater.*, vol. 14, p. 1175, 2005.
- [29] C. Caliendo, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 92, p. 033505, 2008.
- [30] C. Caliendo, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 100, p. 021905, 2012.
- [31] A. Choujaa, N. Tirole, C. Bonjour, G. Martin, D. Hauden, P. Blind, A. Cachard et C. Pommier, *Sensors and Actuators A*, Vols. %1 sur %246-47, p. 179, 1995.
- [32] R. Ro, R. Lee, Y-F. Chiang et C-C. Sung, *IEEE Ultrason. Symp.*, p. 936, 009.
- [33] S. Wu, R. Ro, et Z.X. Lin, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 94, p. 032908, 2009.
- [34] M.B. Assouar, O. Elmazria, R. Jimenez Riobo'ó, F. Sarry et P. Alnot, *Appl. Surf. Sci.*, vol. 164, p. 200, 2000.
- [35] S-H. Seo, W-C. Shin et J-S. Park, *Thin Solid Films*, vol. 416, p. 190, 2002.
- [36] T-T. Wu et Y-y. Chen, *Ferro. Freq. Control*, vol. 49, p. 142, 2002.
- [37] K. Tsubouchi et N. Mikoshiba, *IEEE Trans. Sonics*, Vols. %1 sur %2SU-32, 1985.
- [38] M. Kadota, T. Nakao, N. Taniguchi, E. Takata, M. Mimura, K. Nishiyama, T. Hada, et T. Komura, *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 44, p. 4527, 2005.
- [39] M. Kadota, T. Nakao, N. Taniguchi, E. Takata, M. Mimura, K. Nishiyama, T. Hada, et T. Komura, *Proc. IEEE Ultrason. Symp.*, p. 1970, 2004.
- [40] S. Pourkamali, G. K. Ho et F. Ayazi, *IEEE Transac. Electron Devices*, vol. 54, p. 2017, 2007.
- [41] Reza Abdolvand, Zhili Hao et Farrokh Ayazi, *IEEE Sensors*, 2006.
- [42] K.M. Lakin, «Thin Film Resonators and High Frequency Filters,» TFR Technologies, Inc. 6/1/2001.
- [43] K.M. Lakin, K.T. McCarron and J.F. McDonald, *IEEE Ultrason. Symp.*, 2000.
- [44] T. E. Parker et M. B. Schulz, *IEEE Ultrason. Symp.*, p. 295, 1974.
- [45] T. E. Parker et H. Wichansky, *Proc. IEEE Ultrason. Symp.*, p. 503, 1975.
- [46] K. Iwasaki, K. Yamanouchi, et K. Shibayama, *Wave Electron.*, vol. 3, p. 319, 1979.
- [47] W-J Jeong et G-C. Park, *Solar Energy Materials & Solar Cells*, vol. 65, p. 37, 2011.
- [48] J-N. Zeng, J-K. Low, Z-M. Ren, T. Liew et Y-F. Lu, *App. Surf. Sc.*, Vols. %1 sur %2197-198, pp. 362-367, 2002.
- [49] C. Caliendo, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 92, p. 033505, 2008.

- [50] T. Aubert, «These de doctorat,» Université de Nancy, Nancy, 2010.
- [51] H.C. Kang, S.H. Seo, H.W. Jang, D.H. Kim, J.W. Kim et D.Y. Noh, *Appl. Phys. A*, vol. 77, p. 627–632, 2003.
- [52] Z. Gu, J. H. Edgar, C. Wang et D.W. Coffey, *American Ceramic Society*, vol. 89, pp. 2167-2171, 2006.
- [53] J.W. Lee, I. Radu et M. Alexe, *Journal of Material Science*, vol. 13, pp. 131-137, 2002.
- [54] H. C. Kang et D. Y. Noh, *Journal of Applied Physics*, vol. 98, pp. 044908-044913, 2005.

Conclusion générale et perspectives

Depuis l'avènement des circuits intégrés en technologie CMOS, les évolutions technologiques ont permis une miniaturisation toujours plus poussée. Le challenge de la miniaturisation des dispositifs SAW repose principalement sur les limites de dimensionnement du boîtier hermétique qui est indispensable pour la protection contre les agressions environnementales. Néanmoins la mise en boîtier représente toujours 80% du coût total du produit et est responsable de près de 80% des causes de défaillance. Par ailleurs, la tenue des composants des boîtiers vis-à-vis de la température est altérée à partir de 200°C réduisant alors considérablement son champ d'application. Le développement d'une nouvelle génération de dispositifs SAW « autoprotégés » devient alors incontournable pour réduire les dimensions et la complexité de la production industrielle mais aussi pour élargir des applications en environnements hostiles à haute température.

Notre premier objectif dans cette thèse a donc été d'apporter une contribution supplémentaire à la réalisation de dispositifs « autoprotégés » avec une hétérostructure de type AlN/IDT/ZnO/Si à onde isolée pour les environnements néfastes (<400°C). Cette mission supposait, d'une part, de mettre en œuvre une campagne d'optimisation des dépôts des couches de ZnO et de l'AlN. Ainsi, nous avons pu mettre en évidence l'importance de cette étape d'optimisation pour l'amélioration des propriétés électroacoustiques et donc des performances des dispositifs. Cependant, nous nous sommes confrontés à des problèmes d'ordre technique qui ont révélé une mauvaise adhésion entre le ZnO et les couches épaisses d'AlN. Cette contrainte expérimentale a été contournée par l'augmentation des sites de nucléations avec une hausse de la rugosité de surface du ZnO. Les études morphologiques réalisées aux MEB et MET ainsi que les tests mécaniques au scratch test nous ont permis de démontrer l'augmentation de l'adhérence des films de ZnO et d'AlN. Néanmoins, cette rugosité a entraîné une nouvelle contrainte qui est une augmentation des pertes dans le signal SAW. D'autre part, une étude théorique par la méthode des éléments finis (COMSOL Multiphysics) a été entreprise afin de déterminer la faisabilité du confinement de l'onde dans l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si et dans le but de définir les paramètres optimaux pour une réalisation expérimentale. Cette modélisation a permis d'extraire les courbes de dispersion en vitesse et en K^2 et de démontrer ainsi l'importance de l'épaisseur d'AlN et du ZnO sur les performances et le taux de confinement de l'onde. De cette façon, nous avons pu montrer de façon concrète la possibilité du confinement de l'onde dans l'hétérostructure avec toutefois un besoin en épaisseur d'AlN relativement importante. Pour finir, la potentialité de générer à la fois des ondes de surface et des ondes isolées a été établie, offrant ainsi des perspectives nouvelles dans l'élaboration de capteur thermiquement compensé. D'un point de vue expérimentale, nous avons mis en

évidence l'isolement effectif de l'onde au sein de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si grâce à la mise en œuvre d'une technique de caractérisation in-situ. Celle-ci permet de suivre la variation de la réponse fréquentielle des dispositifs parallèlement au dépôt d'AlN et d'établir alors les courbes de dispersion en vitesse en les comparant à la simulation. Les résultats ont montré une tendance similaire entre les courbes théoriques et expérimentales avec néanmoins un léger décalage dans les valeurs pouvant provenir : du modèle simplifié employé, des différences entre les constantes élastiques idéales définies dans le modèle et leurs valeurs effectives, ou encore des désorientations des colonnes d'AlN. En effet, nous avons préalablement constaté une influence considérable des reliefs des IDTs sur l'orientation des colonnes d'AlN qui se traduit directement sur la texture de l'AlN. C'est pourquoi, dans le but de minimiser au maximum les effets de bord des IDTs, nous avons réalisé une amélioration de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si en proposant deux méthodes distinctes dites de « planarisation ».

L'hétérostructure finale présente en plus une stabilité chimique et structurale à haute température (700°C). Cependant d'un point de vue électrique, les études menées en température sur l'hétérostructure ont démontré son potentiel en tant que capteur température avec toutefois une limitation pour des températures supérieures à 400°C due à l'augmentation de la conductivité du ZnO. Ainsi, cette étude nous a permis de confirmer la capacité de l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si à être sensible à la température et de s'autoprotéger de son environnement atmosphérique néfaste.

Plusieurs perspectives à long termes et à court termes sont à envisager pour améliorer l'hétérostructure AlN/IDT/ZnO/Si.

- Entreprendre une ré-optimisation de la couche de ZnO qui permettra de définir la rugosité de surface limite indispensable à une bonne adhérence des couches d'AlN sur le ZnO,
- Approfondir le potentiel des configurations « planarisées » pour diminuer les effets de bord des IDTs,
- Définir un modèle plus représentatif de l'hétérostructure pour une meilleure prédiction expérimentale,
- Réaliser de façon expérimentale les courbes de dispersion en K^2 ,
- Expérimenter le potentiel prometteur de l'hétérostructure en tant que capteur thermiquement compensé,
- Diminuer l'épaisseur de la couche d'AlN en travaillant à haute fréquence.

Le deuxième objectif de cette thèse était de proposer une solution packageless à base de l'hétérostructure IDT/AlN/Saphir pour des applications en environnements hostiles et plus particulièrement les très hautes températures. Il s'agissait de protéger les IDTs par un film mince d'AlN contre les phénomènes d'agglomération des électrodes. Nous avons donc vu, dans un premier temps, que le travail à température élevée engendrait un changement des propriétés structurales et morphologiques des couches d'AlN se traduisant alors directement sur les réponses fréquentielles des dispositifs par une augmentation des pertes d'insertion et par une variation de la fréquence de

fonctionnement. De plus, nous avons pu démontrer que la couche protectrice d'AlN permettait de préserver les IDTs des phénomènes d'agglomération des électrodes en Ta-Pt, et ce pour des températures dépassant la température de Tamman du Platine massif (850°C). Nous avons enfin montré qu'à partir de 1000 °C, l'oxyde d'aluminium issu de l'oxydation devenait poreux et accélérât la diffusion de l'oxygène et la vitesse d'oxydation du nitrure : La couche d'AlN est ainsi totalement oxydée et perd toutes ses propriétés piézoélectriques. En conclusion, les hétérostructures AlN/IDT/AlN/Saphir semblent très prometteuses pour des applications à températures inférieures ou égales à 900°C puisque l'oxyde formé à 1000 °C par processus d'oxydation d'AlN est poreux et ne protège plus l'AlN. Notons toutefois que cette hétérostructure peut être fonctionnelle à 1000°C dans des milieux pauvres en oxygène. Des tests sont à l'heure actuelle en cours de réalisation.

Les perspectives qui serait envisageable ici pour protéger ces hétérostructures à des températures supérieure à 900°C serait de :

- Définir l'épaisseur limite de la couche protectrice d'AlN suivant la température de recuit qui permettrait d'éviter la propagation de l'oxydation dans la zone active de la couche d'AlN,
- Déposer en plus de la couche d'AlN protectrice, un film dense et épais d'Al₂O₃.

Annexes

| | |
|---|------------|
| Annexe 1 : Calcul du TCF | 171 |
| Annexe 2 : Fiche JCPDS 00-036-1451/ZnO | 173 |
| Annexe 3 : Fiche JCPDS 00-027-1402/Si | 175 |
| Annexe 4 : Fiche JCPDS 00-025-1133/AlN | 177 |
| Annexe 5 : Fiche JCPDS 00-011-0661/α-Al₂O₃ | 179 |
| Annexe 6 : Fiche JCPDS 00-050-0741/γ-Al₂O₃ | 181 |

Annexe 1

Méthode de mesure du coefficient de stabilité de la fréquence en fonction de la température

La mesure du coefficient TCF (Temperature Coefficient Frequency) rend compte de la stabilité de la fréquence en fonction de la température et peut être calculé expérimentalement à l'aide de l'expression :

$$TCF = \frac{1}{f} \frac{\Delta f}{\Delta T}$$

La méthode consiste à suivre la variation de la fréquence lorsque le dispositif est soumis à une élévation de température. Le déplacement de la fréquence peut être soit suivi à partir de la réponse fréquentielle en gain soit de celle en phase. Cette dernière méthode permet d'obtenir des résultats plus précise surtout pour des variations en fréquence est très faible. Notons que dans notre travail les deux méthodes ont été utilisées.

ZnO

Zinc Oxide
Also called: zinc white, chinese white, Zincite, syn

| | | |
|----------------------------|--------------|----------------------------|
| Lattice : Hexagonal | | Mol. weight = 81.38 |
| S.G. : P63mc (186) | | Volume [CD] = 47.62 |
| a = 3.24982 | Z = 2 | Dx = 5.675 |
| c = 5.20661 | | |

| 2th | i | h | k | l |
|---------|-----|---|---|---|
| 31.770 | 57 | 1 | 0 | 0 |
| 34.422 | 44 | 0 | 0 | 2 |
| 36.253 | 100 | 1 | 0 | 1 |
| 47.539 | 23 | 1 | 0 | 2 |
| 56.603 | 32 | 1 | 1 | 0 |
| 62.864 | 29 | 1 | 0 | 3 |
| 66.380 | 4 | 2 | 0 | 0 |
| 67.963 | 23 | 1 | 1 | 2 |
| 69.100 | 11 | 2 | 0 | 1 |
| 72.562 | 2 | 0 | 0 | 4 |
| 76.955 | 4 | 2 | 0 | 2 |
| 81.370 | 1 | 1 | 0 | 4 |
| 89.607 | 7 | 2 | 0 | 3 |
| 92.784 | 3 | 2 | 1 | 0 |
| 95.304 | 6 | 2 | 1 | 1 |
| 98.613 | 4 | 1 | 1 | 4 |
| 102.946 | 2 | 2 | 1 | 2 |
| 104.134 | 5 | 1 | 0 | 5 |
| 107.430 | 1 | 2 | 0 | 4 |
| 110.392 | 3 | 3 | 0 | 0 |
| 116.279 | 8 | 2 | 1 | 3 |
| 121.572 | 4 | 3 | 0 | 2 |
| 125.188 | 1 | 0 | 0 | 6 |
| 133.932 | 3 | 2 | 0 | 5 |
| 136.520 | 1 | 1 | 0 | 6 |
| 138.513 | 2 | 2 | 1 | 4 |
| 142.918 | 3 | 2 | 2 | 0 |

Additional Patterns: To replace 00-005-0664 (5). See PDF 01-075-1526.
 Color: Colorless. General Comments: The structure was determined by Bragg (1) and refined by Abrahams, Bernstein (2). Powder Data: References to other early patterns may be found in reference (5). Polymorphism/Phase Transition: A high pressure cubic NaCl-type of ZnO is reported by Bates et al. (3) and a cubic, sphalerite type is reported by Radczewski, Schicht (4). Sample Source or Locality: The sample was obtained from the New Jersey Zinc Co., Bethlehem, Pennsylvania, USA. Temperature of Data Collection: The approximate temperature of data collection was 299 K. Unit Cell Data Source: Powder Diffraction.
 Data collection flag: Ambient.

McMurdie, H., Morris, M., Evans, E., Paretzkin, B., Wong-Ng, W., Ettliger, L., Hubbard, C., Powder Diffraction, volume 1, page 76 (1986)

CAS Number: 1314-13-2

| | |
|------------------------------------|---------------------------------------|
| Radiation : CuK α 1 | Filter : Monochromator crystal |
| Lambda : 1.54060 | d-sp : Diffractometer |
| SS/FOM : F27=130(0.0070,29) | |

Si

Silicon
Silicon, syn

| 2th | i | h | k | l |
|---------|-----|---|---|---|
| 28.443 | 100 | 1 | 1 | 1 |
| 47.303 | 55 | 2 | 2 | 0 |
| 56.122 | 30 | 3 | 1 | 1 |
| 69.132 | 6 | 4 | 0 | 0 |
| 76.379 | 11 | 3 | 3 | 1 |
| 88.029 | 12 | 4 | 2 | 2 |
| 94.951 | 6 | 5 | 1 | 1 |
| 106.719 | 3 | 4 | 4 | 0 |
| 114.092 | 7 | 5 | 3 | 1 |
| 127.547 | 8 | 6 | 2 | 0 |
| 136.897 | 3 | 5 | 3 | 3 |

Lattice : Face-centered cubic

Mol. weight = 28.09

S.G. : Fd-3m (227)

Volume [CD] = 160.18

a = 5.43088

Dx = 2.329

Z = 8

l/cor = 4.70

Additional Patterns: To replace 00-005-0565 and 00-026-1481. Color: Gray.
General Comments: Reflections calculated from precision measurement of a0.
a0 uncorrected for refraction. Sample Source or Locality: This sample is NBS
Standard Reference Material No. 640. Temperature of Data Collection: Pattern
taken at 298(1) K. Unit Cell Data Source: Powder Diffraction.
Data collection flag: Ambient.

Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 13, page 35 (1976)

CAS Number: 7440-21-3

Radiation : CuK α 1

Filter : Monochromator crystal

Lambda : 1.54060

d-sp : Diffractometer

SS/FOM : F11=443(0.0018,13)

AIN

Aluminum Nitride

Lattice : Hexagonal

S.G. : P63mc (186)

a = 3.11140

c = 4.97920

Z = 2

Mol. weight = 40.99

Volume [CD] = 41.74

Dx = 3.261

l/cor = 1.60

| 2th | i | h | k | l |
|---------|-----|---|---|---|
| 33.216 | 100 | 1 | 0 | 0 |
| 36.041 | 60 | 0 | 0 | 2 |
| 37.917 | 80 | 1 | 0 | 1 |
| 49.816 | 25 | 1 | 0 | 2 |
| 59.350 | 40 | 1 | 1 | 0 |
| 66.054 | 30 | 1 | 0 | 3 |
| 69.731 | 5 | 2 | 0 | 0 |
| 71.440 | 25 | 1 | 1 | 2 |
| 72.629 | 10 | 2 | 0 | 1 |
| 76.445 | 1 | 0 | 0 | 4 |
| 81.089 | 4 | 2 | 0 | 2 |
| 85.941 | 1 | 1 | 0 | 4 |
| 94.843 | 9 | 2 | 0 | 3 |
| 98.292 | 3 | 2 | 1 | 0 |
| 101.067 | 7 | 2 | 1 | 1 |
| 104.837 | 2 | 1 | 1 | 4 |
| 109.630 | 3 | 2 | 1 | 2 |
| 111.123 | 6 | 1 | 0 | 5 |
| 114.830 | 1 | 2 | 0 | 4 |
| 118.097 | 4 | 3 | 0 | 0 |
| 125.107 | 10 | 2 | 1 | 3 |
| 131.514 | 5 | 3 | 0 | 2 |
| 136.341 | 1 | 0 | 0 | 6 |
| 148.271 | 5 | 2 | 0 | 5 |
| 152.456 | 1 | 1 | 0 | 6 |
| 155.531 | 1 | 2 | 1 | 4 |

Additional Patterns: To replace 00-008-0262. Analysis: Major impurities: 0.01-0.1% each Fe, Mg, Si, 0.003-0.03% each Co, Cr, Cu, Sr, Ti, 0.001-0.01% each Ca, Ni. Color: Light gray. General Comments: A small amount of metallic aluminum was sieved out. Physical property: Tc=1.55 K. Sample Source or Locality: Sample from Cerac/Pure, Inc. Menomee Falls, Wisconsin, USA. Temperature of Data Collection: Pattern taken at 298 K. Unit Cell Data Source: Powder Diffraction. Data collection flag: Ambient.

Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 12, page 5 (1975)

CAS Number: 24304-00-5

Radiation : CuK α 1

Lambda : 1.54060

SS/FOM : F26= 78(0.0110,28)

Filter : Monochromator crystal

d-sp : Not given

Al₂O₃

Aluminum Oxide
Also called: α-Al₂O₃

Lattice : Rhombohedral

Mol. weight = 101.96

S.G. : R-3c (167)

Volume [CD] = 254.80

a = 4.75900

Dx = 3.987

c = 12.99100

Dm = 3.850

Z = 6

Analysis: Analysis (wt.%): "Al₂O₃" 99.72, "Na₂O" 0.04, "Si O₂" 0.05, "Fe₂O₃" 0.04, "Ti O₂" 0.002, "H₂O" 0.15. Deleted Or Rejected By: Deleted by Post Parcel of August 8, 1961. General Comments: Sample temperature 27-30 C. Particle size 2-3 micron. Data collection flag: Ambient.

Langston, R., Private Communication

Radiation : CuKα

Filter : Beta

Lambda : 1.54180

d-sp : Diffractometer

SS/FOM : F30= 15(0.0510,40)

| 2th | i | h | k | l |
|---------|-----|---|---|----|
| 25.502 | 75 | 0 | 1 | 2 |
| 35.108 | 100 | 1 | 0 | 4 |
| 37.719 | 45 | 1 | 1 | 0 |
| 41.664 | 2 | 0 | 0 | 6 |
| 43.298 | 100 | 1 | 1 | 3 |
| 46.134 | 2 | 2 | 0 | 2 |
| 52.520 | 50 | 0 | 2 | 4 |
| 57.441 | 90 | 1 | 1 | 6 |
| 59.684 | 2 | 2 | 1 | 1 |
| 61.255 | 11 | 0 | 1 | 8 |
| 66.468 | 38 | 2 | 1 | 4 |
| 68.164 | 50 | 3 | 0 | 0 |
| 70.365 | 2 | 1 | 2 | 5 |
| 74.255 | 2 | 2 | 0 | 8 |
| 76.838 | 18 | 1 | 0 | 10 |
| 80.385 | 1 | 2 | 1 | 7 |
| 80.670 | 7 | 2 | 2 | 0 |
| 84.305 | 5 | 2 | 2 | 3 |
| 86.282 | 4 | 3 | 1 | 2 |
| 86.464 | 2 | 1 | 2 | 8 |
| 88.939 | 9 | 0 | 2 | 10 |
| 90.665 | 2 | 0 | 0 | 12 |
| 91.150 | 9 | 1 | 3 | 4 |
| 95.203 | 16 | 2 | 2 | 6 |
| 98.345 | 2 | 0 | 4 | 2 |
| 101.053 | 13 | 2 | 1 | 10 |
| 103.260 | 2 | 4 | 0 | 4 |
| 110.908 | 4 | 2 | 3 | 2 |
| 114.034 | 2 | 2 | 2 | 9 |
| 116.024 | 12 | 3 | 2 | 4 |
| 116.532 | 10 | 0 | 1 | 14 |
| 117.422 | 2 | 4 | 1 | 0 |
| 117.800 | 6 | | | |
| 121.959 | 5 | 4 | 1 | 3 |

Al₂O₃

Aluminum Oxide

Also called: γ -Al₂O₃

| 2th | i | h | k | l |
|--------|-----|---|---|---|
| 19.348 | 50 | 1 | 1 | 1 |
| 31.855 | 75 | 2 | 2 | 0 |
| 37.539 | 90 | 3 | 1 | 1 |
| 39.277 | 30 | 2 | 2 | 2 |
| 45.668 | 100 | 4 | 0 | 0 |
| 56.745 | 50 | 4 | 2 | 2 |
| 60.546 | 75 | 5 | 1 | 1 |
| 66.602 | 100 | 4 | 4 | 0 |
| 84.468 | 30 | 4 | 4 | 4 |

Lattice : Face-centered cubic

Mol. weight = 101.96

S.G. : Fd-3m (227)

Volume [CD] = 500.38

a = 7.93900

Dx = 3.722

Z = 11

Additional Patterns: See 00-010-0425 for additional reflections below 1.146.
Data collection flag: Ambient.

Liddell, K., Univ. of Newcastle, Dept. of Mechanical, Materials & Manufacturing Engineering, England, UK., Private Communication (1996)

Radiation : CuK α 1

Filter : Monochromator crystal

Lambda : 1.54056

d-sp : Guinier

SS/FOM : F9= 72(0.0088,15)

Liste des publications et communications (Publiées, soumises, en révision)

ARTICLES

1) ***In situ* high-temperature characterization of AlN-based surface acoustic waves devices**

Thierry Aubert, Jochen Bardong, Omar Elmazria, Badreddine Assouar, Gudrun Bruckner, Sylvain Weber, **Ouarda Legrani**

Applied Physics Letter, *en préparation*

2) **Is AlN/Sapphire bilayer structure an alternative to Langasite for ultra-high-temperature SAW applications ?**

Thierry Aubert, Omar Elmazria, Jochen Bardong, Badreddine Assouar, **Ouarda Legrani** and Gudrun Bruckner

IEEE Ultrasonics, *en préparation*

3) **Packageless AlN/ZnO/Si Structure for SAW Applications (cf. Annexe 1)**

O. Legrani, O. Elmazria, S. Zhgoon, P. Pigeat, A. Bartasyte

Journal SENSORS, Paper ID: Sensors-6336-2012.R1, *acceptée / en cours de publication*

4) **Highly textured growth of AlN films on sapphire by magnetron sputtering for high temperature SAW applications (cf Annexe 2)**

Thierry Aubert, Badreddine Assouar, **Ouarda Legrani**, Omar Elmazria, Coriolan Tiusan, Sylvie Robert

J. Vac. Sci. Technol. A, Vol. 29, No. 2, Mar/Apr 2011, *publiée*

CONFÉRENCES PROCEEDINGS

1) **AlN/IDT/AlN/Sapphire as Packageless Structure for Harsh Environments SAW Applications.**

O. Legrani^{1,2}, O. Elmazria^{1,2}, A. Bartasyte^{1,2}, T. Aubert, A. Talbi,

IEEE Ultrasonics, Allemagne, 7-10 octobre 2012

2) **AlN/ZnO/Si Structure - a Packageless Solution for Acoustic Wave Sensors.**

O. Legrani, O. Elmazria, S. Zhgoon, P. Pigeat, A. Bartasyte, and F. Sarry,

IEEE SENSORS 2011, University of Limerick, Limerick, Ireland, 28-31 octobre

3) **Surface Acoustic Wave sensor based on AlN/Sapphire structure for high temperature and high frequency applications**

E. Blampain, O. Elmazria, T. Aubert, B. Assouar and **O. Legrani**

IEEE SENSORS 2011, University of Limerick, Limerick, Ireland, 28-31 octobre

4) **Deposition of Crack-Free 30 μm AlN on IDT/ZnO/Si for Wave Guiding Layer Acoustic Wave Applications.**

O. Legrani, O. Elmazria, P. Pigeat, A. Bartasyte, S. Zhgoon and A. Talbi,
IEEE International Ultrasonics Symposium 2011, Orlando, Florida, USA, 18-21 octobre

5) AlN/ZnO/Silicon structure combining surface acoustic waves and waveguiding layer acoustic wave.

Quarda Legrani, Omar Elmazria, Sergei Zhgoon, Laurent Le Brizoual and Ausrine Bartasyte
The European COMSOL Conference 2010, Paris, FRANCE, 17-19

CONFERENCES ORALES

1) AlN/IDT/AlN/Sapphire as Packageless Structure for Harsh Environments SAW

Applications.

O. Legrani^{1,2}, O. Elmazria^{1,2}, A. Bartasyte^{1,2}, T. Aubert, A. Talbi,
IEEE Ultrasonics, Allemagne, 7-10 octobre 2012

2) Deposition of Crack-Free 30 μm AlN on IDT/ZnO/Si for Wave Guiding Layer Acoustic Wave Applications.

O. Legrani, O. Elmazria, P. Pigeat, A. Bartasyte, S. Zhgoon and A. Talbi
ITFPC-MIATEC 2011 conference, Nancy, France, 14-17 novembre

3) AlN/ZnO/Silicon structure combining surface acoustic waves and waveguiding layer acoustic wave.

Quarda Legrani, Omar Elmazria, Sergei Zhgoon, Laurent Le Brizoual and Ausrine Bartasyte
The European COMSOL Conference 2010, Paris, FRANCE, 17-19 novembre

CONFERENCE POSTER

1) AlN/ZnO/Si Structure - a Packageless Solution for Acoustic Wave Sensors.

O. Legrani, O. Elmazria, S. Zhgoon, P. Pigeat, A. Bartasyte, and F. Sarry,
IEEE SENSORS 2011, University of Limerick, Limerick, Ireland, 28-31 octobre

2) Deposition of Crack-Free 30 μm AlN on IDT/ZnO/Si for Wave Guiding Layer Acoustic Wave Applications.

O. Legrani, O. Elmazria, P. Pigeat, A. Bartasyte, S. Zhgoon and A. Talbi,
IEEE International Ultrasonics Symposium 2011, Orlando, Florida, USA, 18-21 octobre

3) Surface Acoustic Wave sensor based on AlN/Sapphire structure for high temperature and high frequency applications

E. Blampain, O. Elmazria, T. Aubert, B. Assouar and **O. Legrani**
IEEE SENSORS 2011, University of Limerick, Limerick, Ireland, 28-31 octobre