



UNIVERSITE DE CAEN BASSE-NORMANDIE
(UCBN)
U.M.R. : 6508
ECOLE DOCTORALE SIMEM



THESE

Présentée par

Monsieur Sébastien LOISEAU

Et soutenue le 30 novembre 2010

En vue de l'obtention du
DOCTORAT de l'UNIVERSITE de CAEN-BASSE NORMANDIE

Spécialité : Chimie des Matériaux

Arrêté du 07 Août 2006.

DEVELOPPEMENT D'UN PROCEDE INDUSTRIEL DE FABRICATION DE RESONATEURS MEMS A STRUCTURE METAL / AIN / METAL

MEMBRES DU JURY :

François LeCornec, Ingénieur R&D, NXP Semiconductors, Caen
Laurie Valbin, Professeur Assistant, ESIEE, Université de Paris Est
Denis Remiens, Professeur, Université de Valenciennes
Rachel Desfeux, Professeur, Université d'Artois
Gilles Poullain, Professeur, UCBN
Rachid Bouregba, Maître de conférences, HDR, UCBN

Examineur
Examineur
Rapporteur
Rapporteur
Co-directeur de thèse
Directeur de thèse



UNIVERSITE DE CAEN BASSE-NORMANDIE
(UCBN)
U.F.R. : 6508
ECOLE DOCTORALE SIMEM



THESE

Présentée par

Monsieur Sébastien LOISEAU

Et soutenue le 30 novembre 2010

En vue de l'obtention du
DOCTORAT de l'UNIVERSITE de CAEN-BASSE NORMANDIE

Spécialité : Chimie des Matériaux

Arrêté du 07 Août 2006.

DEVELOPPEMENT D'UN PROCEDE INDUSTRIEL DE FABRICATION DE RESONATEURS MEMS A STRUCTURE METAL / AIN / METAL

MEMBRES DU JURY :

François LeCornec, Ingénieur R&D, NXP Semiconductors, Caen
Laurie Valbin, Professeur Assistant, ESIEE, Université de Paris Est
Denis Remiens, Professeur, Université de Valenciennes
Rachel Desfeux, Professeur, Université d'Artois
Gilles Poullain, Professeur, UCBN
Rachid Bouregba, Maître de conférences, HDR, UCBN

Examineur
Examineur
Rapporteur
Rapporteur
Co-directeur de thèse
Directeur de thèse

REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse a été effectué au sein de l'équipe Recherche & Développement (R&D) chez l'industriel NXP sur le site de Caen-Côte-de-Nacre et au sein de l'équipe « films minces ferroélectriques » du laboratoire de CRISTallographie et de Sciences des MATériaux (CRISMAT) de l'ENSICAEN à Caen. Cette thèse en convention CIFRE a été financée par l'Agence Nationale de la Recherche et de la Technologie (ANRT).

Je voudrais ici exprimer mes plus sincères remerciements à mes directeurs de thèse, Rachid Bouregba, maître de conférences et Gilles Poullain professeur à l'Université de Caen-Basse Normande (UCBN). Ils ont su me diriger et me suivre tout au long du master et de la thèse par leurs nombreux conseils techniques, scientifiques et personnels, leur bonne humeur et leur patience.

Je remercie également mon responsable industriel François LeCornec, responsable à l'époque de l'intégration dans le projet TFEAR. Ses méthodes de travail, sa vision du projet, sa démarche procédée, m'ont été particulièrement utiles pour mener à bien mon travail.

Je tiens à remercier Fabrice Verjus, responsable de la partie System in Package (SiP) du projet TFEAR et aujourd'hui directeur de la technologie de la société Ophtimalia. Fabrice a toujours su, à la fois durant le master et durant la thèse, me faire bénéficier de sa franchise, de sa bonne humeur, de sa confiance et de ses conseils avisés.

Je remercie également Laurie Valbin, professeur assistant à l'ESIEE pour son suivi dès la création du projet TFEAR au sein de NXP lors de mon stage de master. Laurie m'a fait partager ses connaissances sur l'univers des MEMS en général et sur les principales méthodes de caractérisations des matériaux piézoélectriques en particulier.

Je suis très reconnaissant envers les professeurs Denis Remiens et Rachel Desfeux, d'avoir accepté d'être rapporteur de ce travail et leur participation à la soutenance.

Je remercie le professeur Bernard Mercey pour son suivi depuis 6 ans, de mon entrée à l'ENSICAEN en tant qu'un de ses anciens élèves, des stages où il fut mon référent jusqu'à la fin de cette thèse. C'est l'occasion ici de lui faire part de ma gratitude vis-à-vis de sa franchise et de la pertinence de ses conseils. Un grand merci également au professeur Daniel Chateigner pour les analyses par Diffraction des Rayons X (XRD). Il m'a permis d'obtenir des résultats importants et a su par la même occasion m'intéresser à la problématique de la microstructure et ses conséquences sur les propriétés macroscopiques. Ce fut également un plaisir de discuter sur de nombreux sujets. Merci aussi à Bernadette Domengès, chercheur CNRS au sein de l'équipe LaMIPS du CRISMAT, pour ses analyses au TEM, complémentaires des analyses par XRD. Je remercie toute l'équipe du LaMIPS pour les nombreuses analyses que je leur ai demandées ainsi que leur grande disponibilité.

Je voudrais remercier tout l'équipe de la salle blanche de NXP, les opérateurs, les techniciens, les chefs d'équipe et les responsables du site pour leur accueil, leur aide au quotidien. Ils ont répondu à mes nombreuses questions, concernant leur métier, leur spécialité, le fonctionnement de la salle blanche, entre autres. Je remercie en particulier l'équipe « dépôt », Philippe LeDuc, Denis Hubert, Bruno Cagnard, Ludovic Constant. Philippe et son équipe m'ont grandement aidé à développer la partie dépôt du projet, et en particulier ceux concernant l'AIN. Je remercie également Olivier Moisson pour ses connaissances en photolithographie dont il m'a fait bénéficier, sans oublier sa bonne humeur, constante tout au long de ma présence sur le site. Je remercie aussi Laurent Rocquancourt, qui m'a présenté son travail et m'a fait visiter les infrastructures. Laurent m'a permis de comprendre pourquoi il faut des équipements et des

infrastructures toujours plus gros, plus importants pour fabriquer des composants toujours plus petits et plus sophistiqués. Je remercie également Matthieu Brault, responsable de la salle blanche lors de ma présence sur le site. Matthieu a su être à l'écoute, d'humeur égale, malgré ses responsabilités. Je remercie également les collègues en thèse à NXP : je pense à Elise Denoyelle, Florent Lallemand, Matthieu Nongaillard, Anand Summanwar et Cheng Fang. Je remercie bien sûr Olivier Mareschal, en thèse également sur le projet TFEAR pour sa disponibilité et pour tout le travail, complémentaire, que nous avons fait ensemble et qui nous a permis de mener à bien ce projet.

Je remercie bien sûr tous les acteurs du CRISMAT dont mes collègues de travail immédiat et notamment le premier étage du bâtiment CNRT pour leur bonne humeur au quotidien, les repas, les grandes discussions, les cafés, tous les instants échangés qui font que cette thèse est aussi une succession de bons moments. Je pense à Driss Kenfaoui, Emmanuel (Mamouel) Combe, Etienne Savary, Christophe Cibert, Shekhar Bhame, Simon Quetel-Weben, Nahed Moutalbi, Cédric Yaicle, Christelle Harnois, Héloïse Colder, Karim Ouari, Eric Lecourt, Jérôme Lecourt, Sylvain Marinel, Jacques G.Noudem, Laurent Gouleuf, Alexandra Kennard, Aurélie Michot et Matthieu Denoual.

Merci à tous ceux qui m'ont soutenu pendant ce travail de thèse que ce soit sur un plan personnel ou sur un plan professionnel. Pardon à ceux qui ne sont pas cités par oubli ou manque de place. Je pourrais écrire un paragraphe pour chacun.

Je termine par un grand remerciement à Ruth pour m'avoir soutenu et accompagné ces 3 dernières années, ainsi qu'à mon frère Patrice, à ma sœur Christine, à ma mère et à mon père.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE	7
Chapitre I. Introduction au projet TFEAR.....	13
A. Les MEMS	13
1. Définition, exemples	13
a) Définition	13
b) Intérêts.....	15
c) Le boîtier de protection	16
d) Exemples	16
2. Les MEMS RF	19
a) Les ondes élastiques	19
b) SAW	21
c) BAW.....	23
d) Comparaison SAW - BAW	27
e) Les dispositifs à ondes acoustiques de volume de type TFEAR.....	28
3. La piézoélectricité.....	30
a) Définition	31
b) Equations de la piézoélectricité.....	32
c) Grandeurs caractéristiques des résonateurs MEMS RF	36
B. Le projet TFEAR	41
1. Présentation du projet	41
a) Objectifs	41
b) Etude de marché et cahier des charges.....	42
c) Démarche, enjeux industriels	43
d) Forces et faiblesses du projet	45
2. Le résonateur	46
C. Choix du matériau actif	47
1. Les matériaux piézoélectriques	47
a) Le PZT.....	48
b) Le ZnO	48
c) L'AlN	49
2. Propriétés cristallographiques de l'AlN.....	51
a) Structure de l'AlN	51
b) Justifications de l'orientation de l'AlN	53

Chapitre II. Les dépôts de films d'AlN	57
A. Etude bibliographique de l'AlN élaboré par pulvérisation cathodique	57
1. Le choix de la technique de dépôt	57
a) Les différentes techniques en phase vapeur.....	57
b) La pulvérisation cathodique.....	58
c) Le système de pulvérisation cathodique ECLIPSE MRC utilisé.....	62
2. Influence des paramètres de dépôt de l'AlN	65
a) La morphologie.....	65
b) La nature de l'électrode inférieure.....	68
c) La puissance DC.....	70
d) La pression.....	72
e) La température.....	74
f) Le rapport azote argon.....	75
g) Les autres paramètres.....	77
B. Techniques de caractérisation expérimentales	79
1. Analyses cristallographiques	79
a) La loi de Bragg.....	79
b) Le diffractomètre Seifert XRD 3000.....	80
c) Le diffractomètre INEL.....	81
2. Mesures de la permittivité $\epsilon_{33,f}$	84
3. Mesure du coefficient piézoélectrique $d_{33,f}$	85
C. Exploration des conditions de dépôts	87
1. Choix de la technique d'élaboration de la couche de SiO₂	87
a) La qualité cristalline de l'AlSiCu en fonction des couches de SiO ₂	87
b) La rugosité de l'AlSiCu en fonction des couches de SiO ₂	88
c) La taille des cristallites de l'AlSiCu en fonction des couches de SiO ₂	88
d) Comparaison de la rugosité des couches de SiO ₂	89
2. Choix de l'électrode inférieure	90
3. Optimisation des conditions d'élaboration de l'électrode inférieure	92
a) La qualité cristalline de l'AlSiCu en fonction des conditions de dépôt.....	92
b) La rugosité de l'AlSiCu en fonction des conditions de dépôt.....	95
4. Optimisation des conditions d'élaboration de la couche d'AlN	97
a) Le taux d'azote.....	97
b) La qualité cristalline de l'AlN en fonction des conditions de dépôt.....	100
c) La rugosité de l'AlN en fonction des conditions de dépôt.....	102
d) L'AlN observé au MEB.....	102
D. Utilisation d'une couche tampon en titane	106
1. Couche tampon en titane sous l'AlSiCu	106
a) Etude de la texture de l'AlSiCu sur Ti / SiO ₂ / Si.....	106
b) Etude de la texture de l'AlN sur AlSiCu / Ti / SiO ₂ / Si.....	108
2. Couche tampon en titane sous l'AlN	110
a) Etude de la texture de l'AlN sur Ti / AlSiCu / SiO ₂ / Si.....	110
b) Etude de la texture de l'AlN sur Ti / AlSiCu / Ti / SiO ₂ / Si.....	111
E. Caractérisation piézoélectrique et diélectrique des couches d'AlN	114
1. Propriétés des films d'AlN élaborés à NXP CCdN	114
a) Les mesures de permittivité $\epsilon_{33,f}$	114
b) Les mesures de $d_{33,f}$	116
c) Conclusion sur les mesures de permittivité ϵ_{33} et de coefficient $d_{33,f}$	119
2. Propriétés des films d'AlN élaborés chez des équipementiers	119
F. Conclusion des différentes couches d'AlN	121

G.	Caractérisation micro- et nano-structurale	122
1.	Présentation des échantillons	123
2.	Caractérisation microstructurale au moyen de MAUD	124
a)	Exemples de données extraites du logiciel MAUD.	124
b)	Tendances déduites des données extraites du logiciel MAUD	126
c)	Conclusion sur les données extraites du logiciel MAUD	130
3.	Caractérisation nanostructurale au moyen du TEM	131
a)	Observations des échantillons avec le TEM	131
b)	Conclusion de la caractérisation TEM	136
4.	Conclusion des caractérisations au moyen de MAUD et du TEM	136

Chapitre III. Le procédé TFEAR	140
A. Etude du transfert du procédé de l'ESIEE vers NXP CCdN	140
1. L'adaptation du procédé de l'ESIEE	140
a) Le procédé de l'ESIEE	141
b) Le problème de la dérive en température de la fréquence de résonance.....	141
c) La mise en boîtier	142
d) Les contreforts des résonateurs	143
e) Les plots de connexion.....	144
f) L'étape de dépôt d'AlN.....	144
g) Les points de contrôle	145
2. Le dessin technique	147
3. Les étapes critiques.	151
a) La gravure de l'AlN	151
b) La libération des poutres	152
c) Autres étapes critiques	153
B. Les étapes technologiques	154
1. L'étape technologique PAD	154
2. L'étape technologique ALN	157
a) Le dépôt des films d'AlN	157
b) Evaluation de la vitesse de gravure de l'AlSiCu et de l'AlN au TMAH	158
c) Le choix de la laque photosensible	161
d) Mise en place du banc de gravure de l'AlN dans le procédé TFEAR	167
e) La gravure de l'AlN et les problèmes associés	167
3. L'étape technologique REL	170
a) Création d'une ouverture.....	170
b) Libération des poutres	171
4. Propriétés des TFEAR en fin de procédé	175
C. Améliorations de la sélectivité de gravure Al / AlN	177
1. Rappel du problème	178
2. Modification du dessin technique	179
3. Ajout d'une couche tampon	180
4. Gravure sèche de l'AlN	182
D. Conclusion	185
 CONCLUSION GENERALE	 189
 BILBIOGRAPHIE	 195
 ANNEXES	 211

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Les MEMS¹ sont des composants de taille micrométrique très prometteurs pour certaines applications grand public, industrielles [1- 4], ou encore dans le secteur médical. Ces dispositifs suscitent un intérêt croissant auprès des industriels de la microélectronique à mesure du développement des techniques de lithographie et de gravure mais aussi des progrès dans le dépôt des films minces.

Les MEMS sont des micro-outils permettant de recueillir des informations grâce à des capteurs ou d'agir sur un système au moyen d'actionneurs. Ces composants ont 3 principales caractéristiques. Premièrement, leur taille micrométrique fait d'eux des objets pouvant être utilisés dans tout environnement où l'espace est restreint tel que le corps humain ou les téléphones portables. D'autre part, ce sont des composants dont la fabrication s'appuie en grande partie sur des technologies éprouvées de la microélectronique. Les MEMS peuvent donc être produits avec des coûts relativement bas. Enfin, ce sont des composants dit « intelligents » car l'ensemble qu'ils constituent {capteur, traitement du signal, actionneur} leur permet d'agir sur un système, sans l'assistance d'un ordinateur par exemple, et ce en temps réel.

Ainsi, il n'est pas exclu de substituer dans un avenir proche, les solutions classiques utilisées pour de nombreuses fonctions nécessaires au bon fonctionnement des téléphones portables, par des solutions à base de MEMS [5]. C'est en particulier le cas des fonctions de filtrage et d'oscillation. Le matériau phare encore largement utilisé de nos jours pour la réalisation de ces fonctions est le quartz. Ce matériau possède notamment des propriétés de stabilité très intéressantes (stabilité de la fréquence en température). Cependant, les composants à base de quartz n'en demeurent pas moins encombrants et l'utilisation des MEMS s'avère une solution très séduisante en vue d'une intégration plus poussée de ces fonctions. Les technologies actuelles (usinage en 3D par exemple) permettent en effet d'élaborer des MEMS à l'échelle industrielle pour la production de masse.

Dans le contexte de cette course à la miniaturisation, NXP Semiconductors situé sur le site de Caen Cote de Nacre (NXP CCdN), spécialisé dans le domaine de la microélectronique avec des solutions Silicon Based System in Package (SbSiP²), a souhaité développer une nouvelle

¹ Micro Electro-Mechanical System - Systèmes Electro-Mécaniques de tailles micrométriques

² Les solutions SbSiP sont des dispositifs où tous les composants passifs sont intégrés dans un même boîtier sur silicium avec des composants actifs tels que des MEMS ou des diodes.

technologie de MEMS RF via le projet TFEAR. Ce projet, acronyme de Thin Film Elongation Acoustic Resonator, vise la conception, la simulation, la réalisation et la caractérisation sur le site industriel d'un résonateur acoustique de démonstration fonctionnant en mode élongation. L'objectif serait à terme la production et la mise sur le marché de résonateurs piézoélectriques intégrés, à bas coût pour remplacer les résonateurs traditionnels à quartz visant les applications de type horloge de référence pour des technologies Universal Serial Bus (USB). Ces résonateurs s'appuient sur les propriétés piézoélectriques du nitrure d'aluminium (AlN) en films minces. Le développement à l'échelle industrielle de ce projet s'inspire d'un procédé de laboratoire mis au point à l'ESIEE¹. D'autre part, l'AlN étant avant le travail de cette thèse un matériau non-utilisé sur le site de NXP CCdN, ce projet a impliqué également un partenaire universitaire, le laboratoire CRISMAT², pour bénéficier de son expérience en élaboration de films minces par pulvérisation cathodique et en caractérisations microstructurales via notamment la technique XRD³, le MEB⁴, et le TEM⁵.

Ce projet reposant sur des compétences multiples (matériau, caractérisation, technologie, modélisation et assemblage), sa mise en œuvre a été envisagée grâce à un partenariat entre NXP CCdN, le CRISMAT et l'ESIEE. Toutefois, pour répondre aux exigences lourdes de l'industrialisation des résonateurs TFEAR, la majeure partie des travaux de thèse devait s'effectuer dans les locaux de NXP CCdN. En effet, la mise au point d'un tel procédé de fabrication nécessite la définition des différentes étapes technologiques et leur automatisation. D'autre part, la compatibilité et l'adaptation des outils industriels existants ont été étudiées. Ainsi, parallèlement à la réflexion sur le procédé technologique, des expériences ont dû être conduites sur les équipements de production de NXP CCdN pour montrer la faisabilité d'un certain nombre de briques technologiques.

Ces contraintes et difficultés industrielles justifient que ce travail de thèse se soit déroulé essentiellement sur le site de NXP CCdN lors du démarrage du projet. Mais à l'issue de cette première période, l'usine de fabrication sur le site de Caen Côte de Nacre a malheureusement cessé ses activités suite un changement de politique industrielle de NXP intervenu en 2008. En conséquence, l'ensemble des activités de production du site a été vendu à une nouvelle

¹ Ecole Supérieure d'Ingénieurs en Electrotechnique et en Electronique, Université de Paris Est

² Laboratoire de CRISTallographie et de Sciences des MATériaux, et le Laboratoire de Microélectronique et de Physique des Semiconducteurs (LaMIPS) qui fait partie du CRISMAT, ENSICAEN, Université de Caen Basse-Normandie. UMR 6508.

³ X-Ray Diffraction - Diffraction des Rayons X

⁴ Microscope Electronique à Balayage

⁵ Transmission Electron Microscopy -Microscope électronique en transmission

entreprise (IPDia) qui n'a pas souhaité poursuivre le projet TFEAR. Dans ces circonstances particulières, le travail de recherche a dû être réorganisé pour s'adapter à cette nouvelle situation en mettant d'avantage l'accent sur les caractérisations des films d'AIN. Ceci a été mené sur les plaques de silicium réalisées avant la date de cessation des activités de NXP CCdN. Le travail de thèse, dont le plan est décrit ci-après, concerne principalement les aspects matériaux et procédé du projet TFEAR.

Nous aborderons dans le chapitre I les notions nécessaires pour bien appréhender le résonateur TFEAR. Nous rappellerons la définition des MEMS et en particulier des MEMS RF et leurs principales caractéristiques. La définition de la piézoélectricité, propriété sur laquelle repose le fonctionnement du résonateur TFEAR, sera rappelée ainsi que les équations régissant le comportement des matériaux possédant cette propriété. Enfin, le projet TFEAR sera présenté dans ses grandes lignes. Dans la dernière partie de ce chapitre seront justifiés les choix des matériaux constituant le résonateur.

Le chapitre II concerne les dépôts des films minces constituant le résonateur TFEAR. Nous présenterons les généralités de la pulvérisation cathodique, puis brièvement l'équipement de dépôt utilisé. Les outils de caractérisation de ces films, notamment la diffraction des rayons X, qui nous permettront de sélectionner les paramètres d'élaboration des films, seront également exposés. L'état de l'art bibliographique sur ces paramètres sera ensuite décrit. Les dernières parties de ce chapitre seront consacrées aux résultats d'exploration des conditions de dépôt, à la caractérisation microstructurale des matériaux constituant l'empilement des résonateurs, ainsi qu'à la présentation des résultats de caractérisations diélectriques et piézoélectriques.

Le chapitre III décrit la mise en place du procédé de fabrication industriel des résonateurs TFEAR, dans la salle blanche industrielle de NXP CCdN. La première partie de ce chapitre consiste en la présentation du procédé tel qu'il existait à l'origine du projet dans le laboratoire de l'ESIEE. L'adaptation des différentes étapes aux outils industriels sera ensuite présentée. Enfin, les résultats de la mise en œuvre du procédé seront exposés ainsi que les problèmes rencontrés, et les solutions adoptées pour mener à bien la partie procédé de ce projet. Nous exposerons et commenterons les performances électriques atteintes par nos démonstrateurs. Les problèmes liés à la gravure de l'AIN, signalés à la mise en place du procédé, seront ensuite rappelés et détaillés et les solutions envisagées seront présentées.

Enfin, nous concluons ce travail en rappelant les principaux résultats acquis pendant la thèse. Nous proposerons également les améliorations nécessaires à l'augmentation des performances des démonstrateurs.

CHAPITRE I
Introduction au projet TFEAR

Chapitre I. Introduction au projet TFEAR

Nous rappelons dans ce chapitre les notions nécessaires pour bien appréhender le résonateur TFEAR. Nous rappellerons la définition des MEMS et en particulier des MEMS RF et leurs principales caractéristiques. Nous aborderons également la définition de la piézoélectricité, qui est la propriété fondamentale du résonateur TFEAR, et les équations régissant le comportement des matériaux piézoélectriques. Le projet TFEAR et les principales spécifications attendues pour le résonateur, en vue de son industrialisation, seront ensuite présentés.

A. Les MEMS

Depuis plus d'une dizaine d'années déjà, les composants appelés MEMS¹ ont pris une place de plus en plus importante dans les applications en microélectronique. L'intégration de plus en plus poussée des circuits utilisés dans les applications RF² est un nouveau défi. On pense notamment aux technologies USB³, RFID⁴ et NFC⁵, sans être exhaustif. Le développement des MEMS peut répondre à ce défi. Mais les MEMS couvrent un champ plus large d'applications. On pourra retenir les accéléromètres pour le déclenchement des airbags ou les gyroscopes pour la mesure des mouvements dans les manettes de la console Wii. Dans ce paragraphe sont présentés les MEMS ainsi que quelques exemples parmi les plus représentatifs.

1. Définition, exemples

a) Définition

Les MEMS sont des systèmes de taille micrométrique associant des propriétés électriques et mécaniques. Ils regroupent souvent à la fois des fonctions de capteur, de traitement du signal, d'actionnement, le tout sur un même substrat le plus souvent en silicium, matériau privilégié de la microélectronique. Ce sont des composants qui diffèrent des composants traditionnels utilisés en microélectronique par la présence de transducteurs (conversion d'une grandeur physique en une autre) qui assurent la fonction principale du MEMS au moyen d'une ou

¹ Micro Electro Mechanical System

² Radio Fréquence

³ Universal Serial Bus

⁴ Radio Frequency IDentification

⁵ Near Field Communication

plusieurs couches actives, le plus souvent sous forme de films minces. La définition donnée dans les Techniques de l'Ingénieur [6] est la suivante :

« Les microsystemes, [...] sont des dispositifs multifonctionnels miniaturisés intelligents. Ils associent des éléments mécaniques, optiques, électromagnétiques, thermiques et fluidiques à de l'électronique. Ils assurent des fonctions de capteurs pouvant identifier des paramètres physiques de leur environnement (pression, accélération, ...) et / ou d'actionneurs pouvant agir sur cet environnement.»

On pourra utiliser indifféremment les termes MEMS, microsystemes ou micromachines. Les MEMS nécessitent un boîtier de protection (« package ») plus spécifique que les circuits électroniques conventionnels, sous air ou sous vide pour les protéger de leur environnement. Des phénomènes tels que des vibrations mécaniques, l'échauffement, des radiations, des frottements mécaniques peuvent en effet altérer le composant. Suivant les besoins, le domaine des MEMS peut devenir fortement multidisciplinaire. Il réunit en effet des compétences en microélectronique, en optique, en mécanique, en acoustique, en physique de manière générale. Des compétences en biologie peuvent être également indispensables. On parle alors de BioMEMS.

Historiquement, la notion de microsysteme apparait dès le milieu du XX^{ème} siècle. Le premier MEMS fabriqué est le transistor à grille résonante en 1967 [7]. Mais ils ne sont véritablement employés dans l'industrie qu'à partir des années 80. Des chercheurs ont montré que le silicium, matériau de la microélectronique par excellence, pouvait être utilisé également pour ses propriétés mécaniques [8] ce qui a considérablement développé son utilisation. L'un des MEMS les plus connus est le capteur de déclenchement d'airbags qui a connu un grand succès auprès des constructeurs automobiles à partir des années 90 [6]. L'essor des MEMS dans notre vie quotidienne est de plus en plus important à mesure du développement des techniques nécessaires à leur mise au point. Ces composants touchent de très nombreux secteurs où il existe un besoin de miniaturisation, pour les systèmes électroportatifs notamment. On peut constater sur le graphe suivant (Figure 1) le niveau des recettes du marché des MEMS dans le monde, qui malgré une baisse en 2009, est un marché important et en progression.

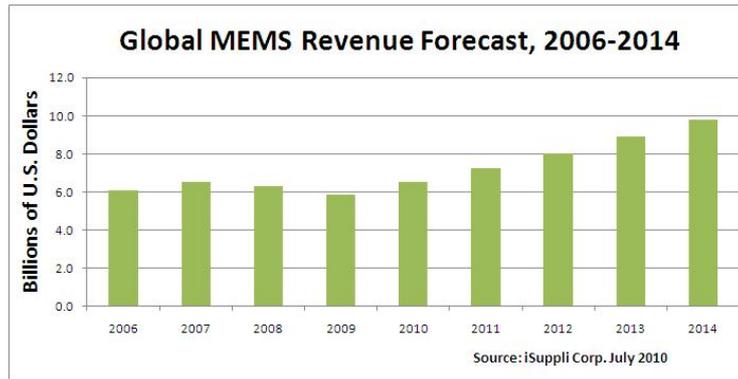


Figure 1 : Bilan provisionnel du marché des MEMS dans le monde de 2009 à 2013 établi en 2009 [9]

b) Intérêts

L'utilisation des MEMS s'impose quand la miniaturisation est recherchée afin de diminuer l'encombrement (la téléphonie mobile, le domaine médical), le poids (le domaine spatial) et le coût (le domaine grand public). C'est le cas également de l'électronique embarquée dans les moyens de transports (voiture, ...) où les microcapteurs se généralisent. Le nombre de fonctions que peuvent réaliser les systèmes intégrés dans un même boîtier (System in Package - SiP) s'est véritablement accru grâce à l'utilisation des MEMS.

Un dernier intérêt des MEMS, et non des moindres, concerne l'aspect financier. Les MEMS sont des composants qui sont potentiellement peu onéreux car :

- Leur fabrication s'appuie largement sur les techniques de fabrication des composants microélectroniques traditionnels (fabrication de formes planaires essentiellement).
- Même si les MEMS nécessitent des techniques d'usinage en 3D (donc des outils particuliers tels que la gravure profonde), les composants microélectroniques traditionnels eux-mêmes nécessitent aujourd'hui ce type de techniques, comme dans le cas par exemple des condensateurs de haute densité. Ceci permet alors de limiter le coût relatif des investissements nécessaires.
- Les MEMS, qui sont souvent des composants en 3D, doivent utiliser des matériaux possédant de bonnes propriétés mécaniques. C'est le cas du silicium, qui possède certaines propriétés mécaniques similaires à l'acier (Tableau 1). Il est donc largement utilisé aussi pour la réalisation de MEMS. Ceci contribue donc à en limiter le coût puisque la filière du silicium existe déjà.

Propriété	Silicium monocristallin	Acier inoxydable
Limite d'élasticité (10^5 N.cm^{-2})	7,0	2,1
Dureté Brinell (Kg.mm^{-2})	850	660
Module d'Young (10^7 N.cm^{-2})	1,9	2,0
Masse volumique (g.cm^{-3})	2,3	7,9
Conductivité thermique ($\text{W.cm}^{-1}.\text{°C}^{-1}$)	1,57	0,329
Dilatation thermique (10^{-6} °C^{-1})	2,33	17,3

Tableau 1 : Comparaison des propriétés mécaniques de l'acier et du silicium monocristallin [10]

c) Le boîtier de protection

Un point important lors de la mise au point d'un MEMS est sa mise en boîtier (« packaging »). D'une part, le boîtier en lui-même doit faire l'objet d'une étude particulière vis-à-vis de son interaction possible avec le MEMS. L'étape de la mise en boîtier et / ou le boîtier lui-même (et plus particulièrement les points d'encrage du boîtier, les températures employées pendant l'étape de mise en boîtier, la découpe des MEMS ou d'autres causes très variées) peuvent en effet avoir une influence sur les performances du composant que l'on se doit de vérifier [5, 11, 12]. D'autre part, le boîtier devra protéger le composant pendant toute sa durée de vie, ce qui introduit une autre notion importante lorsqu'on élabore un MEMS : la fiabilité. En raison des domaines variés dans lesquels l'utilisation d'un MEMS peut se justifier, l'étude de la fiabilité sera délicate et particulière, autant pour le MEMS que pour son boîtier de protection, pour une technologie qui reste encore nouvelle aujourd'hui, surtout pour une utilisation industrielle [13-15].

d) Exemples

L'une des grandes applications des MEMS est le capteur d'accélération, pour déclencher les airbags, en cas de chocs par exemple (Figure 2).

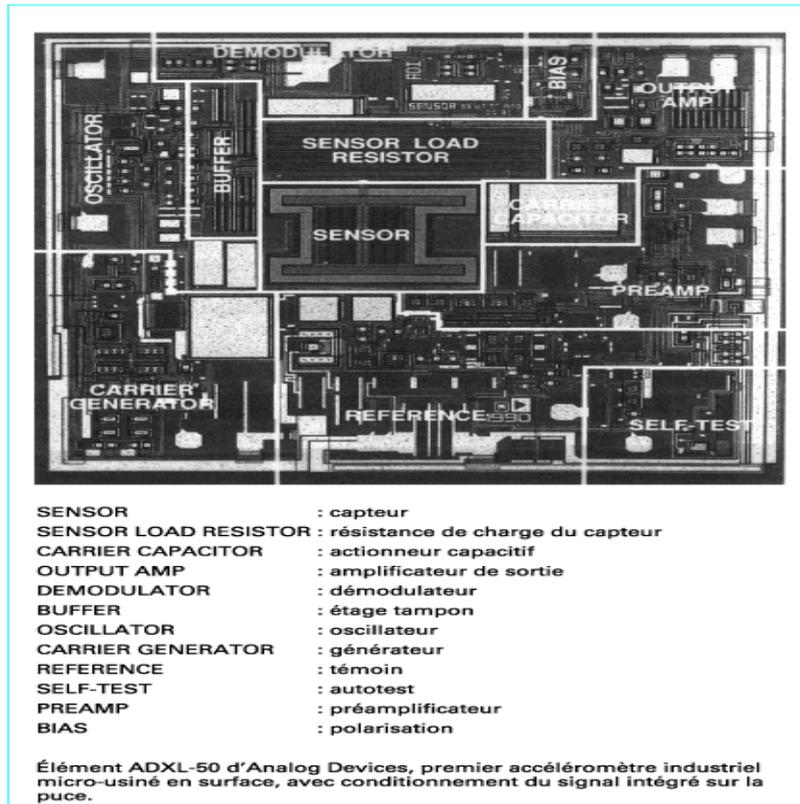


Figure 2 : Accéléromètre ADXL-50 (Analog Devices) [10] Le capteur mesure l'accélération de façon capacitive. Si l'accélération dépasse un seuil de référence, la sortie de l'airbag est déclenchée. Ici est présenté un exemple de MEMS pour lequel on reconnaît la fonction de capteur (sensor), d'actionneur (carrier generator) et de traitement du signal (les autres parties du composant).

Les applications de MEMS dans l'industrie consistent aussi en des capteurs de pression (Figure 3) dans des moteurs ou des turbines, des caméras infrarouges, de capteurs de débit dans des souffleries (Figure 4) ou encore dans l'univers des jeux vidéo (les manettes de jeu de la console Wii contiennent des gyroscopes).

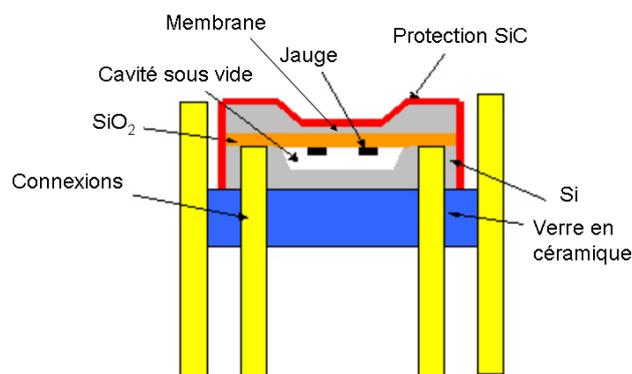


Figure 3 : Capteur de pression (LETI). La pression exercée sur la membrane crée une variation de la résistance des jauges.

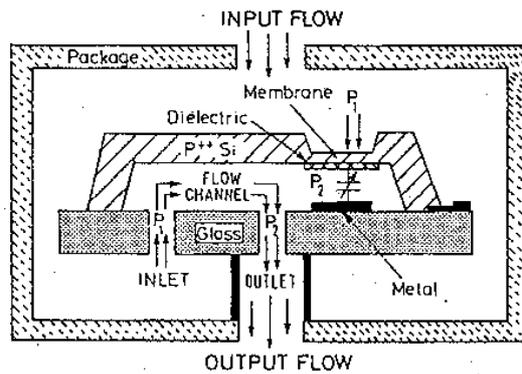


Figure 4 : Capteur de débit. La circulation du gaz dans le composant provoque une différence de pression entre l'entrée et la sortie qui déplace la membrane. Le mouvement de la membrane provoque une variation de la capacité mesurée entre les électrodes.

De manière générale, les MEMS peuvent trouver une place dans tout système où il y a besoin d'un transducteur dans un espace restreint. On peut citer également les applications telles que les injecteurs dans les imprimantes à jet d'encre, les injecteurs de carburants à haute pression dans les moteurs diesels, des micromoteurs (Figure 5), ou encore des micromiroirs qui définissent les pixels dans certains modèles de vidéoprojecteurs de Texas Instrument (Figure 6).

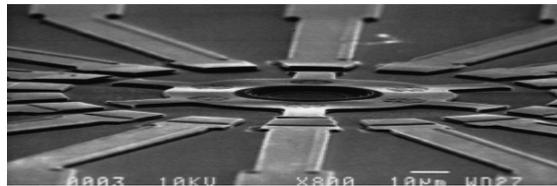


Figure 5 : Micromoteur électrostatique (LAAS)

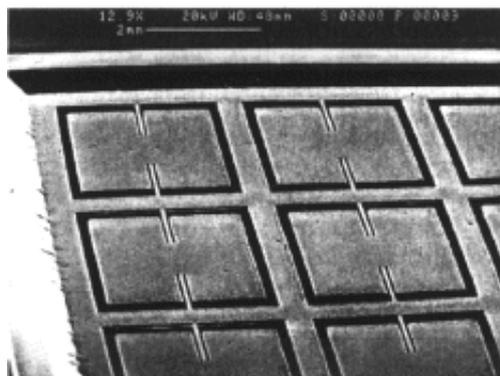


Figure 6 : Matrice de miroirs (Texas Instrument)

Pour cette étude, l'application des MEMS concerne les résonateurs pour oscillateurs dont la description fera l'objet du paragraphe suivant.

2. Les MEMS RF

Dans la course à la miniaturisation qui est particulièrement sévère en ce qui concerne les téléphones portables, certains MEMS font l'objet d'une attention particulière. Ce sont les résonateurs pour oscillateurs qui font partie de la famille des MEMS RF. En effet, malgré les propriétés remarquables du quartz (matériau utilisé pour réaliser des horloges de référence dans de très nombreuses applications dont la plus emblématique est l'ordinateur) de stabilité en température et l'expérience acquise sur ce matériau depuis plusieurs dizaines d'années, il s'avère aujourd'hui difficile voire impossible d'intégrer le quartz de manière monolithique dans les circuits silicium actuels. Les MEMS RF se présentent alors comme une alternative très attractive [16, 17].

Les applications RF dans les systèmes électroportatifs, requièrent l'utilisation d'oscillateurs capables de générer des signaux électriques avec des fréquences très précises et stables. Les résonateurs utilisés doivent donc présenter des facteurs de qualité Q très élevés. Il en va de même pour les filtres, utilisés en sortie des mélangeurs par exemple, qui doivent être extrêmement sélectifs. Ces contraintes, associées aux besoins d'une miniaturisation accrue des composants RF, justifient la recherche et la mise au point de MEMS RF.

La réalisation d'un oscillateur MEMS présente un degré d'intégration, un coût de fabrication, et une consommation qui diminuent de plus en plus aujourd'hui comparée aux oscillateurs sans MEMS, c'est-à-dire avec des circuits contenant des inductances et des condensateurs [5].

Dans ce paragraphe sont décrits les principaux MEMS RF basés sur la création d'ondes élastiques par effet piézoélectrique. Un rappel sur la nature des ondes élastiques est fait au préalable.

a) Les ondes élastiques

Une onde élastique est une perturbation qui se propage dans un milieu élastique, c'est-à-dire un milieu qui a la capacité de se déformer [18]. Les ondes élastiques ont longtemps été connues seulement au travers des ondes sismiques. A la fin du XIX^{ème} siècle, il était connu que les ondes sismiques se propageaient sous la forme d'une onde de volume longitudinale et transversale. Lord Rayleigh [18, 19] démontra alors qu'il existe des ondes se propageant à la surface qu'on appelle depuis les ondes de Rayleigh. Ces ondes de surface se déplacent à des

vitesses inférieures aux ondes transversales de volume, ces dernières se propageant également à des vitesses inférieures aux ondes longitudinales de volume. On peut voir sur les figures suivantes les différences entre ces types d'onde suivant le déplacement des atomes. Dans le cas d'une onde longitudinale (ou onde de compression), l'onde se propage dans le même sens que la polarisation (Figure 7). Dans le cas d'une onde transversale (ou onde de cisaillement), l'onde se propage perpendiculairement à la polarisation (Figure 8).

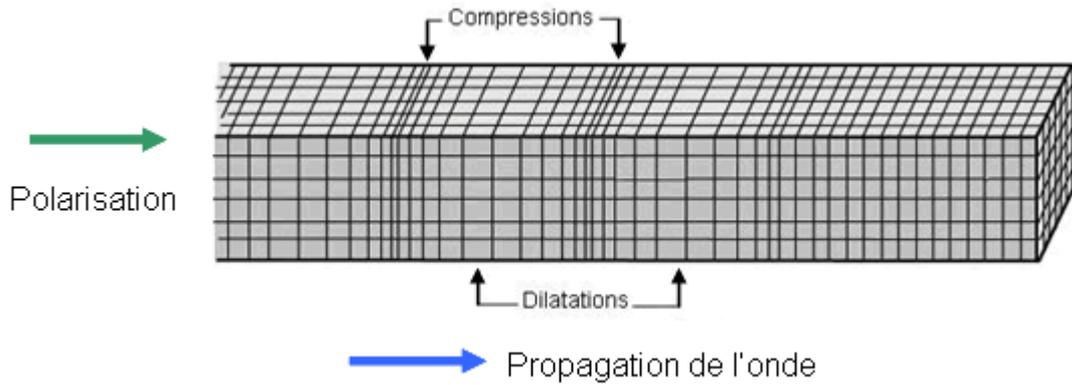


Figure 7 : Onde longitudinale de volume

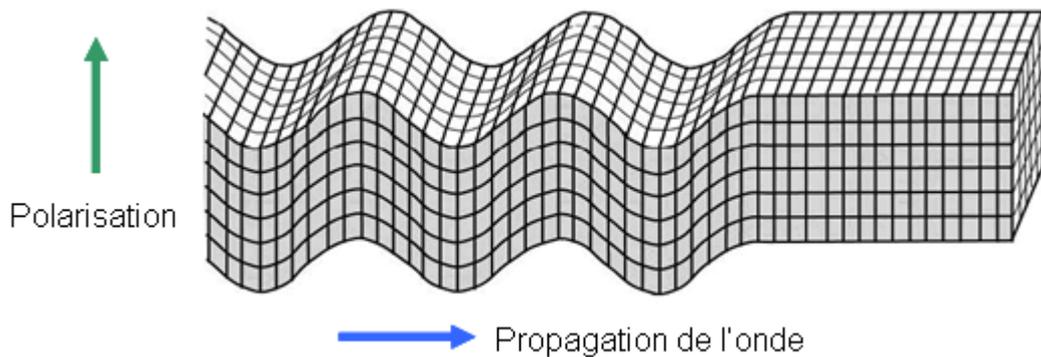


Figure 8 : Onde transversale de volume

L'onde de Rayleigh est une onde de surface. Le déplacement mécanique se compose d'une composante longitudinale (u_L) et d'une composante transversale (u_T) (Figure 9).

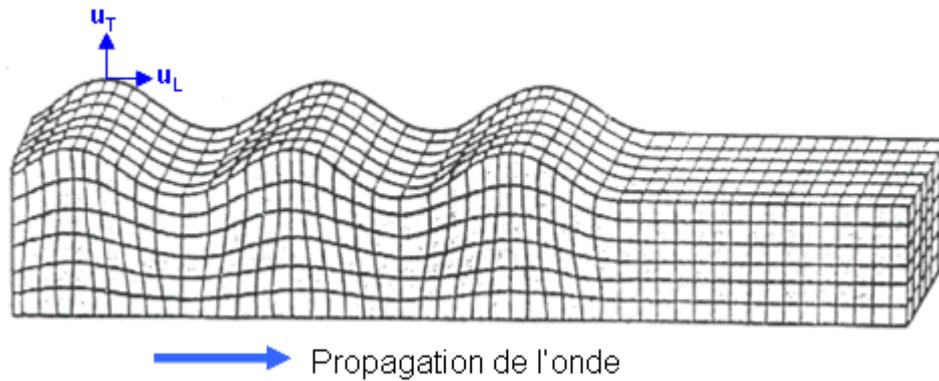


Figure 9 : Onde de Rayleigh

Les composantes de l'onde de Rayleigh se propagent dans le matériau jusqu'à une profondeur égale à deux fois la longueur d'onde (λ) au maximum (Figure 10).

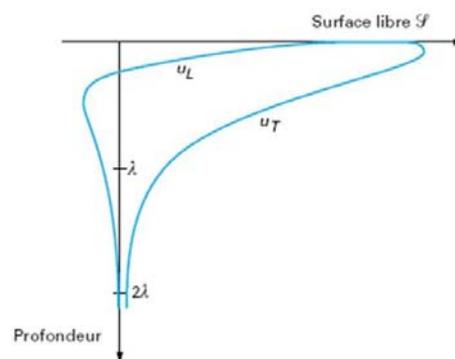


Figure 10 : Décroissance de la composante longitudinale u_L et de la composante transversale u_T en fonction de la profondeur [18].

Il est possible de générer ces différents types d'ondes au moyen de dispositifs à ondes élastiques de surface ou à ondes élastiques de volume. Une solution consiste en l'utilisation d'un matériau piézoélectrique (I.A.3) pris entre deux électrodes. On distingue en général deux types de dispositifs suivant le type d'ondes générées :

- Les résonateurs à ondes acoustiques de surface (Surface Acoustic Wave -SAW-resonators)
- Les résonateurs à ondes acoustiques de volume (Bulk Acoustic Wave -BAW-resonators)

b) SAW

Les résonateurs SAW (Figure 11) sont des dispositifs dans lesquels une onde acoustique de surface se propage grâce à des électrodes sous forme de peignes entrecroisés, séparés par un

matériau piézoélectrique. Le couple (peigne, matériau piézoélectrique) est appelé Inter Digital Transducer (IDT). Les résonateurs SAW sont constitués d'un IDT d'entrée et d'un IDT de sortie.

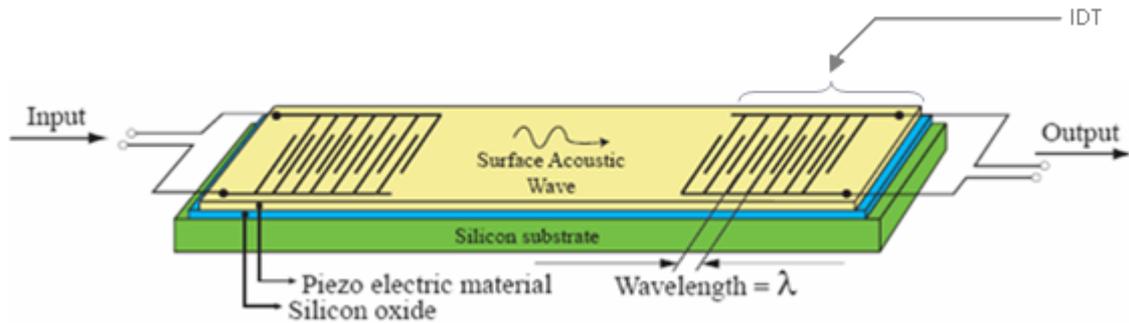


Figure 11 : Schéma d'un résonateur de type SAW

La fréquence de résonance (f_r) dépend de la vitesse de l'onde acoustique de surface (v_s) du matériau piézoélectrique et donc de la nature de celui-ci, ainsi que de la largeur des peignes (d) qui est égale à la moitié de la longueur d'onde (λ). On a alors la relation suivante:

$$f_r = \frac{v_s}{\lambda} = \frac{v_s}{2d}$$

Les résonateurs de type SAW fonctionnent jusqu'à la gamme de fréquence des gigahertz. Il existe plusieurs méthodes pour augmenter la fréquence des résonateurs de type SAW, soit en jouant sur la vitesse de propagation des ondes, soit en jouant sur la largeur des peignes :

- Une première solution consiste à jouer sur la nature du matériau piézoélectrique. La fréquence dépend de la vitesse de l'onde acoustique dans celui-ci. En utilisant de l'AlN ($v_s = 5700 \text{ m.s}^{-1}$), on peut gagner un facteur deux sur la fréquence de résonance par rapport à des dispositifs à base de Nitrure de Gallium (GaN) ($v_s = 3600 \text{ m.s}^{-1}$) ou d'Oxyde de Zinc (ZnO) ($v_s = 2500 \text{ m.s}^{-1}$).

-Le choix du substrat peut également constituer une alternative. En effet, l'amplitude de l'onde est totalement atténuée pour une profondeur de l'ordre de 2λ environ (Figure 10), qui est souvent égale à plusieurs micromètres. Dans les résonateurs SAW utilisant des films minces, une partie de l'onde acoustique de surface se propage donc dans le substrat. En choisissant un substrat tel que le saphir, la fréquence de résonance pour un résonateur de type SAW utilisant une couche d'AlN sera augmentée par rapport à un substrat en silicium ou du nitrure de silicium [20, 21]. Le diamant peut également être utilisé en tant que substrat grâce à sa vitesse

d'onde acoustique très élevée ($v_s = 11000 \text{ m.s}^{-1}$) par rapport aux autres matériaux. Il est ainsi possible de multiplier par deux la fréquence de résonance dans ce cas [22].

-L'utilisation des harmoniques de fréquence permet d'augmenter significativement la fréquence d'utilisation [23, 24]. Ceci est possible à condition d'avoir un coefficient de couplage électromécanique (k^2) suffisamment élevé (I.A.3).

-On peut également coupler plusieurs matériaux piézoélectriques pour combiner les avantages des uns et des autres, comme le ZnO et l'AlN qui permettent d'atteindre un fort couplage électromécanique et une vitesse d'onde acoustique élevée, le tout déposé sur diamant, et en sollicitant les harmoniques [25]. Cependant, il faut relativiser ces résultats car les résonateurs présentés dans cette publication sont réalisés sur substrat diamant qui est un matériau non compatible avec les technologies CMOS¹. C'est une notion importante introduite ici qui sera rappelée ultérieurement lorsque le projet sera présenté.

- Une autre solution consiste à diminuer l'écartement des doigts des peignes. Elle est limitée par la lithographie. Les motifs ont une définition limite de $0,3 \mu\text{m}$ [17] (donc $d_{\text{min}} = 0,6 \mu\text{m}$) en général sur des équipements de lithographie standards utilisés en production. Dans le cas de l'utilisation de l'AlN, la fréquence maximale atteignable serait d'environ 4,7 GHz.

-L'utilisation de techniques avancées de lithographie permet de repousser la gamme de fréquence atteignable par l'augmentation de la résolution. Par exemple, en utilisant la technique d'impression directe par faisceau d'électron, une fréquence de 5 GHz a été atteinte avec du LiTaO₃ [26], grâce à la résolution limite de la photolithographie repoussée à $0,2 \mu\text{m}$, et même jusqu'à 20 GHz selon Takagaki et al. [23] avec de l'AlN en tant que couche piézoélectrique.

c) BAW

Les résonateurs BAW sont des MEMS dans lesquels une onde acoustique de volume se propage dans un matériau piézoélectrique pris en sandwich entre deux électrodes (Figure 12).

¹ Complementary Metal Oxyde Semiconductor. Les technologies CMOS sont les techniques de fabrications de circuits microélectroniques. On parle aussi de Very Large Scale Integration (VLSI)

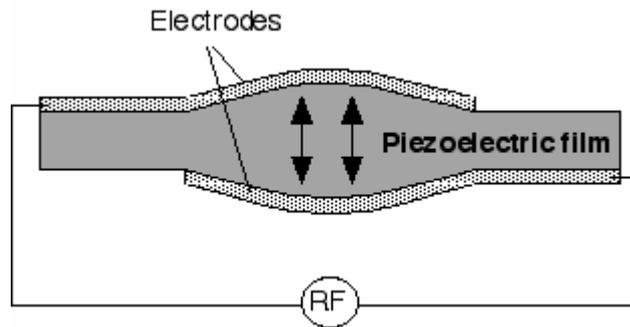


Figure 12 : Représentation schématique d'un résonateur de type BAW [27]

Lorsqu'un champ électrique alternatif est appliqué entre les deux électrodes, la structure est déformée par effet piézoélectrique inverse (I.A.3.), et une onde est alors générée dans la structure dans la direction parallèle au champ électrique. A la résonance, la longueur d'onde (λ) vaut deux fois l'épaisseur (e) de la structure résonante (empilement électrode / couche piézoélectrique / électrode). La fréquence de résonance (f_r), qui dépend cette fois-ci de la vitesse de l'onde acoustique de volume longitudinale du matériau piézoélectrique (v_v), est définie par la relation suivante:

$$f_r = \frac{v_v}{\lambda} = \frac{v_v}{2e}$$

Contrairement aux résonateurs de type SAW, la fréquence de résonance des résonateurs de type BAW ne dépend pas des dimensions latérales du dispositif, ce qui permet une plus grande intégration.

Le défi majeur concernant les résonateurs BAW concerne la capacité à confiner l'onde dans la structure résonante. Pour obtenir des résonateurs ayant de bonnes performances, il est donc nécessaire d'isoler cette structure résonante du substrat. Le principe est d'avoir immédiatement sous l'électrode inférieure une couche d'impédance acoustique très différente de celle de l'électrode. En effet, l'impédance acoustique caractérise la résistance qu'oppose un milieu à la propagation d'une onde acoustique. A l'interface de deux milieux, une onde sera presque totalement réfléchi si les impédances acoustiques des deux milieux sont très différentes. Il existe trois techniques d'isolation acoustique :

- L'utilisation d'un miroir de Bragg
- L'utilisation d'un caisson d'air par gravure en face arrière
- L'utilisation d'un caisson d'air par gravure d'une couche sacrificielle.

-La première technique consiste à intercaler entre le substrat et la structure résonante un miroir de Bragg. Un miroir de Bragg est un empilement « quart d'onde » (les films ont une épaisseur égale au quart de λ), multicouche alternant des films minces d'impédances acoustiques élevée et faible dans lequel les ondes de volume vont très rapidement s'atténuer pour finalement disparaître à l'approche du substrat. Les résonateurs utilisant un miroir de Bragg pour isoler l'empilement (électrode / couche piézoélectrique / électrode) du reste de la structure sont appelés des Solidly Mounted Resonator (SMR) (Figure 13).

Des matériaux d'impédance acoustique élevée tels que le tungstène (W), le pentoxyde de tantale (Ta_2O_5), le nitrure d'aluminium (AlN) ou le molybdène (Mo) peuvent être utilisés pour la fabrication de miroirs de Bragg intercalés avec des matériaux de faible impédance acoustique tels que l'oxyde de silicium (SiO_2) ou de l'aluminium (Al) [28- 35].

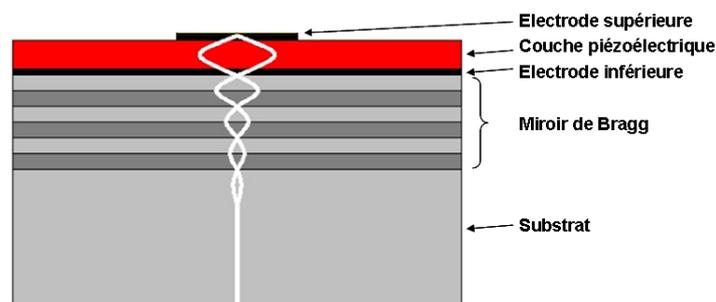


Figure 13 : Représentation schématique d'un SMR [36]

-La deuxième solution pour isoler acoustiquement la structure résonante du substrat est d'isoler l'empilement par de l'air. La méthode consiste à graver le silicium jusque sous la structure résonante, en face arrière des plaques (Figure 14). En effet, la très faible impédance acoustique de l'air permet de très bien réfléchir l'onde acoustique. Ces dispositifs sont donc mieux isolés acoustiquement que les SMR. L'étape de libération de ces résonateurs (qui se fait généralement en gravure humide du silicium monocristallin par de la potasse - KOH par exemple) peut aisément être contrôlée car elle progresse selon les plans de glissement du silicium. Il suffit alors d'ajuster la largeur d'ouverture lors de cette étape pour estimer avec précision les dimensions finales du caisson isolant. De tels dispositifs sont appelés Film Bulk Acoustic Wave Resonator (FBAR). Le défaut principal des FBAR est la manipulation délicate des plaques du fait des étapes de gravure en face arrière. Ceci oblige en effet à manipuler les plaques en face avant, alors même qu'il y a d'autres composants en cours de procédé.

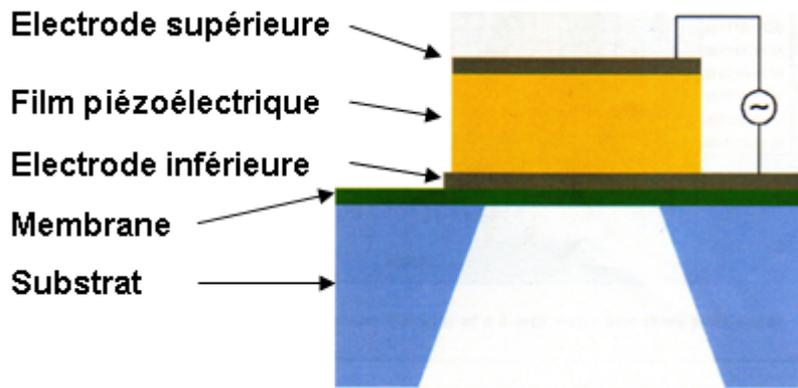


Figure 14 : Représentation schématique d'un FBAR [37]

-D'autres types de structure sont préférées aux FBAR, ce sont les résonateurs à gap d'air -Air Gap Resonator -AGR (Figure 15). Il s'agit de résonateurs où l'empilement est également isolé par une cavité d'air mais celle-ci est réalisée au moyen d'une couche sacrificielle gravée dans les dernières étapes du procédé de fabrication au moyen d'une gravure isotropique. On peut citer comme exemples de couches sacrificielles le germanium (Ge) [38], le silicium (Si) [39, 40], l'oxyde de silicium dopé au phosphore [41], ou plus simplement l'oxyde de silicium (SiO_2) [42]. A la place d'une couche sacrificielle, on peut réaliser un AGR au moyen d'une technique appelée « wafer bonding » [43]. Il s'agit de coller une plaque de silicium par-dessus une autre. L'assemblage des deux crée une cavité. Cette technique, si elle permet de s'affranchir des problèmes que peut causer la gravure d'une couche sacrificielle, est délicate et contraignante. Délicate car la plaque supérieure est très fine et donc très fragile ; contraignante car les équipements nécessaires à ce type de manipulation ne sont pas standards et donc plus chers.

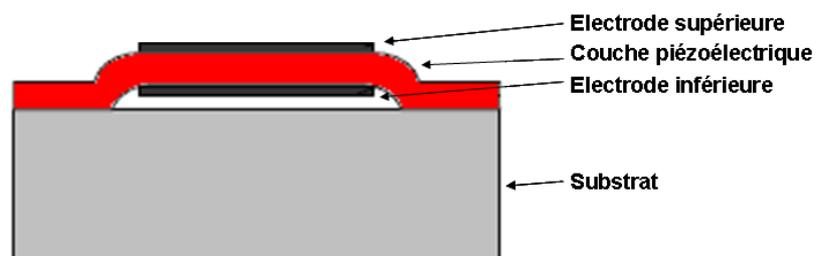


Figure 15 : Représentation schématique d'un AGR [44]

De même que pour les résonateurs SAW, la fréquence des résonateurs BAW peut être augmentée par le changement du matériau piézoélectrique utilisé, par l'utilisation des harmoniques, ou encore par la diminution de l'épaisseur du film piézoélectrique.

d) Comparaison SAW - BAW

Les résonateurs BAW présentent un meilleur degré d'intégration que les SAW et ont en général une meilleure tenue en puissance [40, 45, 46]. En effet, les électrodes des résonateurs SAW se dégradent sous l'effet de la puissance d'utilisation. C'est un phénomène amplifié avec la température [46].

Cependant, l'architecture en deux dimensions des résonateurs SAW permet de choisir précisément la fréquence de résonance désirée et de la modifier aisément puisque la fréquence est simplement déterminée par photolithographie. Ceci est plus délicat avec les résonateurs BAW car leur fréquence de résonance est fixée par le volume et donc, il faut dans ce cas modifier le procédé de fabrication pour ajuster la fréquence de résonance.

Un autre avantage des résonateurs SAW est leur simplicité de fabrication. En effet, la fabrication des résonateurs BAW peut nécessiter un grand nombre d'étapes ou des étapes complexes [17, 31, 33]. Si on prend l'exemple d'un FBAR, la libération de la membrane par gravure humide du silicium en face arrière est non seulement une étape délicate car les plaques deviennent fragiles et leur manipulation en face avant est difficile, mais en plus non standard et demande en conséquence un procédé et des outils spécifiques [45].

L'un des intérêts des résonateurs BAW est qu'ils permettent d'atteindre des fréquences de résonance plus élevées. En effet, on a vu précédemment que les résonateurs de type SAW sont limités par la résolution de la lithographie.

Concernant les différences entre les résonateurs BAW, on constate qu'il y a pour la fabrication des résonateurs FBAR un compromis à trouver entre le besoin d'une part, de réaliser la cavité d'air très tôt dans le procédé afin de faciliter ces étapes (plus la face avant sera simple et homogène, plus la protection et la manipulation des plaques en face avant sera facilitée) et d'autre part, de retarder cette réalisation dans le procédé afin de repousser le moment où les plaques seront bien plus fragiles que d'ordinaire à cause de leur amincissement et en particulier à l'endroit des cavités [43]. Dans le cas des SMR, le nombre important d'opérations nécessaires à la fabrication des miroirs de Bragg génère un surcroît de temps et de coût important. Cependant, les SMR sont des dispositifs qui utilisent, en dehors du dépôt de la couche

piézoélectrique, les mêmes outils de fabrication que les composants microélectroniques traditionnels [17, 28, 30].

Globalement, les FBAR peuvent être choisis pour leur meilleure isolation acoustique comparés aux SMR, alors que les AGR peuvent être choisis pour le procédé de fabrication plus robuste que les FBAR. Les procédés de fabrication des SMR sont plus simples, utilisent des outils standards, mais sont bien plus longs que ceux des AGR ou FBAR. Les procédés pour AGR ont une faiblesse qui est le risque de collage (« sticking ») de la membrane sur le fond de la cavité [41]. Le tableau suivant (Tableau 2) résume les caractéristiques principales des SMR, FBAR et AGR ainsi que des résonateurs SAW.

	Caractéristiques	SAW	BAW		
			SMR	FBAR	AGR
Procédé / design	Intégration	faible	élevée		
	Simple ou / et avec outils standards	O	N	O et N	
	Long	N	O	N	
	Tolérances		Très faibles		
	parties fragiles / risques de sticking	N	O		
	Choix Fr (par plaque)	$\infty \forall Fr \leq 3 \text{ GHz}$	1 !		
Performances	Gamme Fr (production)	0,03 - 3 GHz	$\approx 0,6 - 12 \text{ GHz}$		
	Tenue en puissance ($\geq 1\text{W}$)	N	O		
	Q	500-10 000	500-10 000 $\geq \text{SMR}$		
	Références	[5, 17, 25, 40, 45]	[5, 17, 28, 30, 31, 33, 45]	[5, 14, 17, 30, 38, 45, 47]	[5, 14, 17, 30, 38, 41, 43, 45, 47]

Tableau 2 : Comparatif des résonateurs SAW et BAW.

∞ : Infini \forall : Pour tout Fr : Fréquence de résonance ! : Unique
O : Oui N : Non Q : Facteur de qualité (I.A.3.c) \approx : Environ

e) Les dispositifs à ondes acoustiques de volume de type TFEAR.

Nous venons de passer en revue les principaux types de résonateurs à ondes acoustiques de surface (résonateurs SAW) et à ondes acoustiques de volume (SMR, FBAR, AGR).

Les principaux avantages des résonateurs SAW sont la gamme continue de fréquences de résonance que l'on peut définir sur une plaque (dans la limite supérieure de 3 GHz), leur coût de fabrication et la simplicité du procédé de fabrication. Cependant, ils sont limités en puissance et présentent un encombrement significatif. Dans le cas des résonateurs BAW, l'obtention d'une fréquence de résonance donnée nécessite un contrôle extrêmement précis de l'épaisseur des matériaux déposés. De 0,1 à 0,5 % d'uniformité sur l'épaisseur est en effet demandée sur des plaques de 8 pouces de diamètre (200 mm) [30, 47-49]. Cependant, on peut fabriquer des résonateurs BAW avec une forte intégration.

Pour ces quatre types de résonateurs, les facteurs de qualité que l'on peut obtenir sont de l'ordre de 10 000 [5]. Les travaux réalisés ces dix dernières années ont permis d'associer à la fois les avantages des résonateurs SAW et des résonateurs BAW grâce à la réalisation de résonateurs à ondes acoustiques de volume fonctionnant dans le mode élongation. Ces dispositifs, contrairement aux résonateurs SAW et BAW, présentent différentes formes suivant la gamme de fréquences souhaitée [50]. On en distingue trois principales (Figure 16). Les résonateurs avec une forme rectangulaire peuvent être employés pour des fréquences de résonance de 10 à 200 MHz. Les résonateurs de forme circulaire peuvent être employés pour des fréquences de résonance de 100 à 400 MHz. Les résonateurs en forme de peigne, qui s'apparentent aux résonateurs SAW, peuvent, quant à eux, être utilisés pour des fréquences de résonance allant de 200 MHz à des fréquences supérieures à 1 GHz. [50, 51]

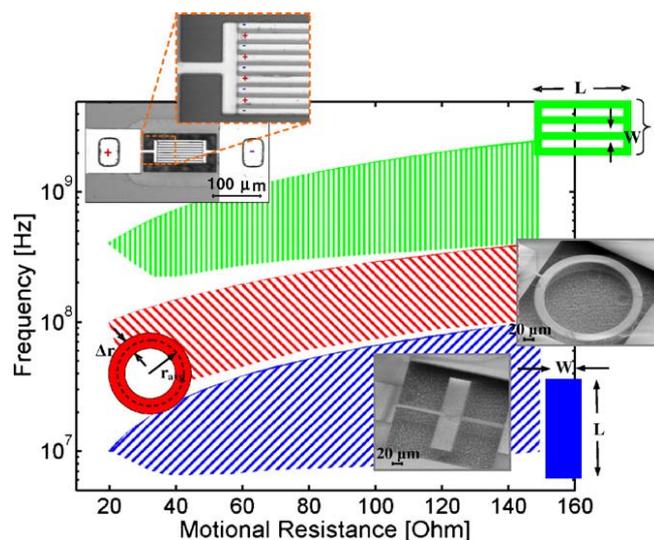


Figure 16 : Fréquence de résonance en fonction de la résistance motionale et de la forme de résonateur [50]. La résistance motionale représente les pertes mécaniques d'un résonateur (I.A.3.c)

En utilisant l'AlN principalement (I.C.1.c)) mais aussi le silicium, l'architecture de résonateurs en mode élongation permet d'obtenir des dispositifs ayant des facteurs de qualité élevés [5, 39, 40, 50-52] dans l'air comme sous vide, des fréquences de résonance au-delà du gigahertz [5, 48, 50, 51]. Les fréquences sont choisies principalement par lithographie classique à deux dimensions, ce qui offre la possibilité de définir une infinité de fréquences de résonance sur une plaque. Enfin, il est possible d'obtenir une tolérance sur les cotes plus souple que les résonateurs BAW [40].

Le TFEAR, objet de cette thèse, est un résonateur de forme rectangulaire fonctionnant dans la gamme de la dizaine de mégahertz (en accord avec [50]) utilisant la propagation d'ondes acoustiques de volume dans le mode élongation grâce à une poutre résonante libre au dessus d'une cavité d'air. La fréquence de résonance est fixée en jouant simplement sur la géométrie planaire du dispositif (Figure 17).

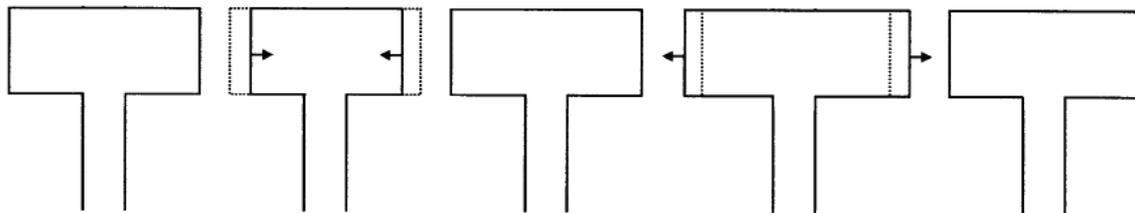


Figure 17 : Mode de résonance des résonateurs TFEAR

Avant de détailler le projet TFEAR (I.B.), nous rappellerons dans le paragraphe suivant les définitions de la piézoélectricité, les équations de la mécanique qui régissent la piézoélectricité, ainsi que les différentes grandeurs dont certaines ont déjà été partiellement évoquées, comme le facteur de qualité (Q), la résistance motionnelle (R_m) et le coefficient de couplage électromécanique (k^2).

3. La piézoélectricité

La piézoélectricité est la propriété physique sur laquelle s'appuient les résonateurs décrits précédemment. Nous allons dans ce paragraphe définir le formalisme qui permet de comprendre le lien entre les différentes grandeurs physiques qui interviennent dans la génération et la propagation des ondes acoustiques dans le solide. Puis, les principales caractéristiques piézoélectriques liées au matériau (d_{ij} , ...) et aux dispositifs à ondes

acoustiques (Q , k^2 , ...) seront données. Ce paragraphe est largement inspiré de l'ouvrage « ondes élastiques dans le solide » de D. Royer et E. Dieulesaint [18].

a) Définition

Un solide est piézoélectrique (Figure 18) s'il se polarise électriquement sous l'action d'une tension mécanique (effet direct) et se déforme lorsqu'un champ électrique lui est appliqué (effet inverse). Cette propriété a été découverte en 1880 par les frères Curie.

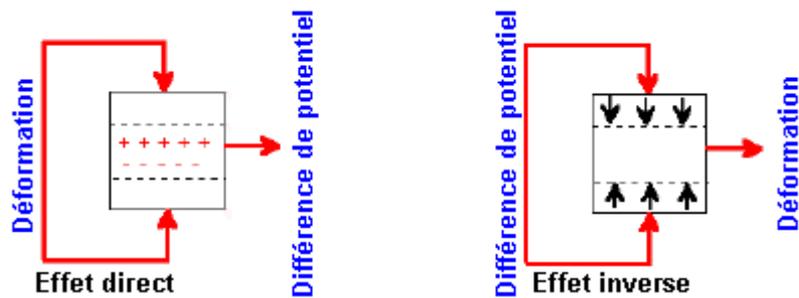


Figure 18 : Effet piézoélectrique direct et inverse

Cette propriété n'existe que pour certains solides cristallins (Figure 19). L'étude des symétries permet de déduire que les cristaux centrosymétriques ne peuvent pas être piézoélectriques.

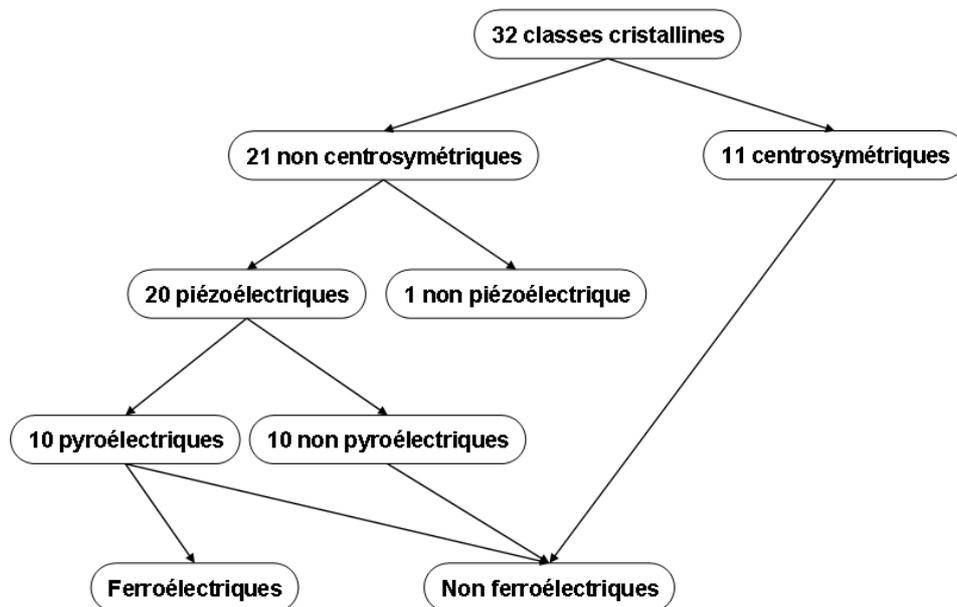


Figure 19 : Organigramme des classes cristallines

b) Equations de la piézoélectricité

La piézoélectricité fait appel à deux domaines de la physique : la mécanique et l'électricité. La résolution d'un problème relatif à la piézoélectricité fait intervenir quatre grandeurs : la contrainte mécanique T [N.m^{-2}] et la déformation S [sans unité] d'une part qui définissent l'état mécanique d'un solide, et le champ électrique E [V.m^{-1}] et l'induction électrique D [C.m^{-2}] qui définissent l'état électrique d'un solide d'autre part. Les paragraphes suivants explicitent ces termes pour arriver aux équations générales qui régissent la piézoélectricité.

-Etat mécanique d'un solide :

Il s'agit ici d'établir la relation générale qui relie les contraintes et les déformations. Lorsqu'un solide est déformé, des contraintes T_{ij} ¹ apparaissent pour s'opposer à cette déformation (Figure 20):

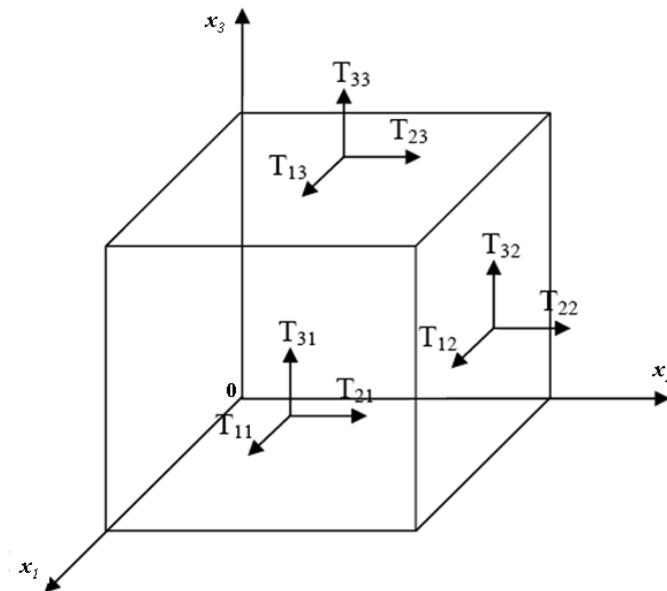


Figure 20 : Représentation des contraintes sur les faces d'un cube

Si $i = j$, alors les coefficients T_{ij} du tenseur (T_{ij}) représentent les contraintes normales relatives à un allongement ou un rétrécissement. Sinon, ils représentent les contraintes de cisaillement.

¹ Les indices utilisés font partie des ensembles suivants : $\forall (i, j, k, l) \in \llbracket 1, 3 \rrbracket^4$, $\forall (\alpha, \beta, \gamma) \in \llbracket 1, 6 \rrbracket^3$

La loi fondamentale de la dynamique s'écrit, en faisant le bilan des forces sur le volume supposé infinitésimal:

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = \sum_j \frac{\partial T_{ij}}{\partial x_j} + f_i$$

On utilisera la convention de sommation d'Einstein, c'est-à-dire que les signes (Σ) sont implicites, ce qui donne :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = \frac{\partial T_{ij}}{\partial x_j} + f_i$$

Avec :

u_i les déplacements [m]

ρ la masse volumique [kg.m^{-3}]

T_{ij} les composantes du tenseur (T_{ij})

f_i les forces de volume [N.m^{-3}]

Dans le domaine élastique (c'est-à-dire lorsque le solide retrouve son état initial une fois les forces extérieures supprimées), il existe une relation entre les contraintes T_{ij} et les déformations S_{kl} qui s'écrit :

$$T_{ij} = c_{ijkl} S_{kl}$$

La composantes S_{kl} s'écrivent, en fonction des déplacements u_i selon :

$$S_{kl} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_k}{\partial x_l} + \frac{\partial u_l}{\partial x_k} \right)$$

Les coefficients c_{ijkl} [N.m^{-2}] forment le tenseur de rigidité (c_{ijkl}), de rang 4 et qui a donc 81 (3^4) composantes indépendantes.

Les deux tenseurs (T_{ij}) et (S_{ij}) sont symétriques donc on peut écrire que :

$$c_{ijkl} = c_{jikl} \quad \text{et} \quad c_{ijkl} = c_{ijlk}$$

Les 81 composantes indépendantes du tenseur de rigidité (c_{ijkl}) sont ramenées à 36 grâce à ces relations de symétrie. On peut exprimer la contrainte mécanique en fonction des déplacements :

$$T_{ij} = \frac{1}{2} c_{ijkl} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} + \frac{1}{2} c_{ijlk} \frac{\partial u_l}{\partial x_k}$$

$$c_{ijkl} = c_{ijlk}$$

$$T_{ij} = c_{ijkl} \frac{\partial u_k}{\partial u_l}$$

Il est courant d'utiliser la notation de Voigt sur les indices (ijkl) pour simplifier les écritures. Les indices i, j, k et l sont remplacés par les indices α , β et γ de la manière suivante :

$$(11) \leftrightarrow 1 \quad (22) \leftrightarrow 2 \quad (33) \leftrightarrow 3$$

$$(23) = (32) \leftrightarrow 4 \quad (13) = (31) \leftrightarrow 5 \quad (12) = (21) \leftrightarrow 6$$

La loi de Hooke généralisée s'écrit alors :

$$T_\alpha = c_{\alpha\beta} S_\beta$$

L'inverse de $(c_{\alpha\beta})$, $(s_{\alpha\beta})$ qui permet d'exprimer les déformations en fonction des contraintes, s'appelle le tenseur de flexibilité. On a donc par définition, avec δ le symbole de Kronecker:

$$s_{\alpha\beta} c_{\beta\gamma} = \delta_{\alpha\gamma}$$

On montre également par des considérations énergétiques, que le tenseur $(c_{\alpha\beta})$ est symétrique.

Ce résultat découle du fait que les dérivées secondes de l'énergie interne (U) peuvent s'exprimer en fonction des composantes du tenseur de rigidité¹ :

$$c_{ijkl} = \frac{\partial T_{ij}}{\partial S_{kl}} = \frac{\partial^2 U}{\partial S_{kl} \partial S_{ij}} = \frac{\partial^2 U}{\partial S_{ij} \partial S_{kl}} = \frac{\partial T_{kl}}{\partial S_{ij}} = c_{klij}$$

Donc :

$$c_{\alpha\beta} = c_{\beta\alpha}$$

Au maximum, le tenseur $(c_{\alpha\beta})$ contient alors 21 composantes indépendantes. C'est le cas des cristaux du système triclinique. Dans le cas d'un cristal du système cubique, les composantes indépendantes du tenseur de rigidité sont au nombre de 3 :

$$(c_{\alpha\beta}) = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{12} & c_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} \end{pmatrix}$$

¹ L'égalité des dérivées secondes provient du théorème de Schwarz.

-Etat électrique d'un solide :

Un champ électrique E influe sur les charges électriques d'un solide. Il en résulte un déplacement électrique induit par le champ électrique, noté D et relié à ce dernier par la relation :

$$D_i = \varepsilon_{ij} E_j$$

(ε_{ij}) [$F.m^{-1}$] est un tenseur de rang 2 appelé le tenseur de permittivité électrique. Il possède au maximum 6 composantes ($\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ji}$) indépendantes (cas des cristaux du système triclinique) modélisant l'anisotropie cristalline. Le nombre de composantes peut être réduit par la symétrie des cristaux employés. Par exemple, un cristal de symétrie cubique est isotrope, le tenseur de permittivité électrique a une seule composante notée ε , inscrite sur la diagonale. Le déplacement et le champ électriques sont dans ce cas colinéaires : $D_i = \varepsilon \cdot E_i$

-Etat piézoélectrique d'un solide :

Dans le cas d'un solide piézoélectrique, la loi de Hooke et l'induction électrique se généralisent en introduisant les termes de couplage, selon :

$$\begin{cases} T_\alpha = c_{\alpha\beta}^E S_\beta - e_{i\alpha} E_i \\ D_i = \varepsilon_{ij}^S E_j + e_{i\alpha} S_\alpha \end{cases}$$

Le « E », et le « S » en exposant signifient « à champ E constant », et « à déformation S constante » respectivement. Les termes $e_{i\alpha}$ sont les composantes du tenseur des constantes piézoélectriques ($e_{i\alpha}$) [$C.m^{-2}$].

Il est possible d'exprimer différents couples de variables indépendantes par des considérations thermodynamiques. On peut ainsi obtenir les deux relations suivantes (le « T » en exposant signifie « à contrainte constante »):

$$\begin{cases} S_\alpha = s_{\alpha\beta}^E T_\beta + d_{i\alpha} E_i \\ D_i = \varepsilon_{ij}^T E_j + d_{i\alpha} T_\alpha \end{cases}$$

Le tenseur ($d_{i\alpha}$) ($m.V^{-1}$) est représenté par une matrice de rang 3 à 6 colonnes et 3 lignes selon :

$$(d_{i\alpha}) = \begin{pmatrix} d_{11} & d_{12} & d_{13} & d_{14} & d_{15} & d_{16} \\ d_{21} & d_{22} & d_{23} & d_{24} & d_{25} & d_{26} \\ d_{31} & d_{32} & d_{33} & d_{34} & d_{35} & d_{36} \end{pmatrix}$$

Comme le tenseur de rigidité ($c_{\alpha\beta}$) et le tenseur de permittivité (ε_{ij}), le nombre de composantes indépendantes du tenseur des coefficients piézoélectriques ($d_{i\alpha}$) est réduit selon les symétries du cristal considéré. Le tenseur piézoélectrique est nul dans les onze classes centrosymétriques. Les constantes piézoélectriques ne sont pas indépendantes. On a :

$$\begin{cases} e_{i\alpha} = d_{i\beta} c_{\beta\alpha}^E \\ \varepsilon_{ij}^T - \varepsilon_{ij}^S = d_{i\alpha} e_{j\alpha} \end{cases}$$

c) Grandeurs caractéristiques des résonateurs MEMS RF

-Le coefficient de couplage électromécanique :

Les matériaux piézoélectriques sont caractérisés par les grandeurs telles que le coefficient piézoélectrique d_{ij} et par le coefficient de couplage électromécanique k^2 . Ce coefficient représente le lien entre l'énergie mécanique (électrique) stockée dans le matériau piézoélectrique et l'énergie électrique (mécanique) fournie au matériau selon [53, 54].

$$k = \frac{U_m}{\sqrt{U_e U_d}}$$

U_e , U_d et U_m sont l'énergie élastique, l'énergie électrique, et l'énergie mutuelle due au couplage électromécanique, respectivement. Elles s'expriment de la manière suivante, avec v le volume du solide piézoélectrique considéré:

$$U_e = \frac{1}{2} \int_v T_\alpha s_{\alpha\beta}^E T_\beta dv$$

$$U_d = \frac{1}{2} \int_v E_i \varepsilon_{ij}^T E_j dv$$

$$U_m = \frac{1}{2} \int_v E_i d_{i\alpha} T_\alpha dv$$

Le coefficient k^2 est relativement difficile à calculer dans le cas général, sauf dans certains cas simples. Par exemple, le coefficient de couplage k_{33}^2 dans le cas d'un résonateur tel que la polarisation et l'allongement sont suivant 3 (résonateur BAW) s'écrit :

$$k_{33}^2 = \frac{d_{33}^2}{\epsilon_{33}^T s_{33}^E} [53]$$

Ou le k_{31}^2 dans le cas d'une polarisation suivant 3 et l'allongement suivant 1, ce qui est le cas du TFEAR (Annexe 1):

$$k_{31}^2 = \frac{d_{31}^2}{\epsilon_{33}^T s_{11}^E} [53]$$

A partir de l'équation fondamentale de la dynamique et des équations de la piézoélectricité, on peut calculer le déplacement de la poutre, ainsi que la contrainte, la déformation, et le déplacement électrique. Ceci permet d'exprimer le coefficient de couplage électromécanique en fonction des fréquences de résonance (f_r) et d'antirésonance (f_a) :

$$k_{33}^2 = \frac{\pi f_r}{2 f_a} \tan\left(\frac{\pi}{2} \left(1 - \frac{f_r}{f_a}\right)\right) [31, 43, 45]$$

$$\frac{k_{31}^2}{1 - k_{31}^2} = \frac{\pi f_a}{2 f_r} \tan\left(\frac{\pi}{2} \left(\frac{f_a}{f_r} - 1\right)\right) (\text{Annexe 1})$$

Un coefficient k^2 élevé est recherché (pour des fonctions de filtrage par exemple), ce qui nécessite une bonne qualité cristalline des couches déposées. Cependant, dans le cas de faibles coefficients ($k < 0,3$, c'est-à-dire $k^2 < 0,03$), la différence relative $\left(\frac{f_a - f_r}{f_r}\right)$ est très petite, on peut alors utiliser les relations approchées suivantes [54, 55] :

$$k_{33}^2 \sim \frac{\pi^2}{4} \left(1 - \frac{f_r}{f_a}\right) [30, 33, 36, 41, 42]$$

$$\frac{k_{31}^2}{1 - k_{31}^2} \sim \frac{\pi^2}{4} \left(\frac{f_a}{f_r} - 1\right) [54]$$

-Le facteur de qualité :

Le facteur de qualité (Q) décrit la capacité à maintenir un système vibrant à une fréquence donnée. Moins il y a de pertes d'énergie, plus il sera élevé. Il est défini, avec E_e , l'énergie emmagasinée par cycle et E_d , l'énergie dissipée par cycle, par [40] :

$$Q = 2\pi \frac{E_e}{E_d}$$

Ce facteur peut aussi être exprimée en fonction des fréquences f_r et f_a . Différents modèles permettent de représenter un résonateur à ondes acoustiques de volume et d'évaluer ainsi le facteur Q. Les deux les plus utilisés, le modèle de Mason et le modèle de Van Dyke-Butterworth (BVD), permettent d'analyser les résultats de mesures. Le modèle de Mason sera décrit succinctement pour se consacrer plus en détails à la description du modèle de BVD qui est le modèle utilisé pour le résonateur TFEAR.

Le modèle de Mason [55] fait appel à une analyse unidimensionnelle de la piézoélectricité qui conduit, avec une analogie entre le couple courant-tension et le couple force-déplacement, au schéma (Figure 21). Chaque élément du résonateur est représenté par un schéma à trois impédances en « T » qui modélise la propagation de l'onde acoustique dans chacune des couches. Le matériau piézoélectrique est de plus modélisé par un transformateur électrique qui traduit la conversion de l'énergie électrique en énergie mécanique et inversement. Ce modèle permet d'accéder à la fréquence de résonance et de remonter au facteur Q et au coefficient de couplage k^2 .

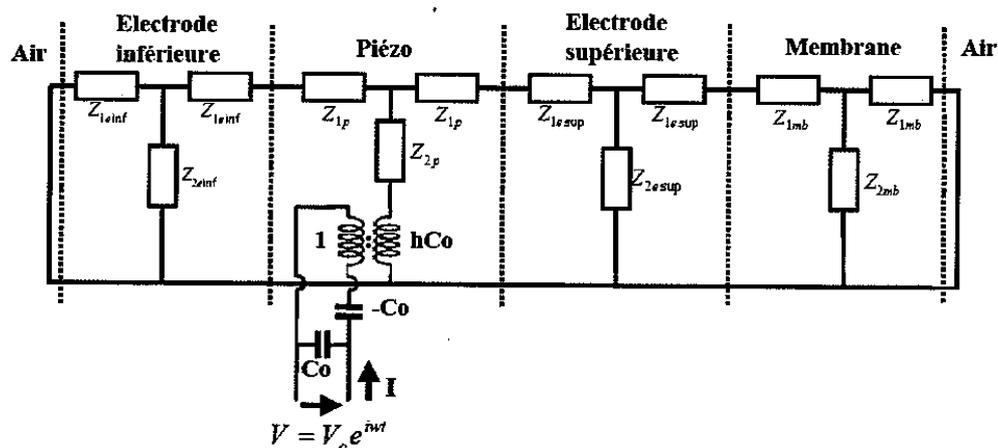


Figure 21 : Modèle électrique de Mason d'un résonateur BAW

Le modèle de BVD (Figure 22) est aussi un modèle électrique dont le résonateur est représenté à la résonance par un circuit RLC série avec [54]:

C_0 , une capacité en parallèle qui prend en compte le caractère diélectrique du matériau piézoélectrique pris entre les deux électrodes.

L_1 , C_1 , une inductance et un condensateur qui sont liés à la branche motionnelle piézoélectrique. Ils peuvent être exprimés en fonction des dimensions géométriques du résonateur (et de la masse volumique de celui-ci pour L_1) [54].

R_1 , une résistance qui représente les pertes mécaniques du résonateur à la résonance (appelée résistance motionnelle).

Sur la figure ci-dessous, on ne prend en compte ni la résistance de contact, ni les pertes diélectriques, ni les pertes de conduction. Dans le cadre de ce modèle, le facteur de qualité (Q) du résonateur s'exprime, par l'étude de l'impédance (Z) du circuit, en fonction des fréquences de résonance (ou résonance série) f_r (ou pulsation ω_R) et d'antirésonance (ou résonance parallèle) f_a (ou pulsation ω_A) et des grandeurs R_1 , L_1 , C_1 et C_0 du circuit. Par rapport au modèle de Mason, celui-ci a l'avantage de la simplicité de mise en œuvre. La connaissance de l'impédance permet de remonter à toutes les caractéristiques du résonateur.

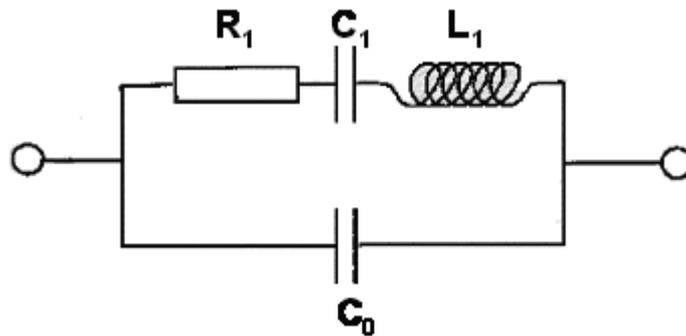


Figure 22 : Modèle électrique de BVD

L'impédance de ce circuit est :

$$Z(\omega) = \frac{1}{jC_0\omega + \frac{1}{R_1 + jL_1\omega + \frac{1}{jC_1\omega}}}$$

En posant :

$$\omega_R^2 = \frac{1}{L_1 C_1} ; \quad \omega_R = 2\pi \cdot f_r$$

$$\omega_A^2 = \omega_R^2 \left(1 + \frac{C_1}{C_0} \right) ; \quad \omega_A = 2\pi \cdot f_a$$

$$Q = \omega_R \frac{L_1}{R_1} \left(= \frac{1}{R_1} \sqrt{\frac{L_1}{C_1}} \right)$$

$$s = j\omega$$

On obtient :

$$Z = \frac{1}{sC_0} \frac{s^2 + \frac{\omega_R}{Q}s + \omega_R^2}{s^2 + \frac{\omega_R}{Q}s + \omega_A^2}$$

La fonction d'impédance (Z) (Figure 23) passe par un minimum à la fréquence de résonance (f_r) et passe par un maximum à la fréquence d'antirésonance (f_a)

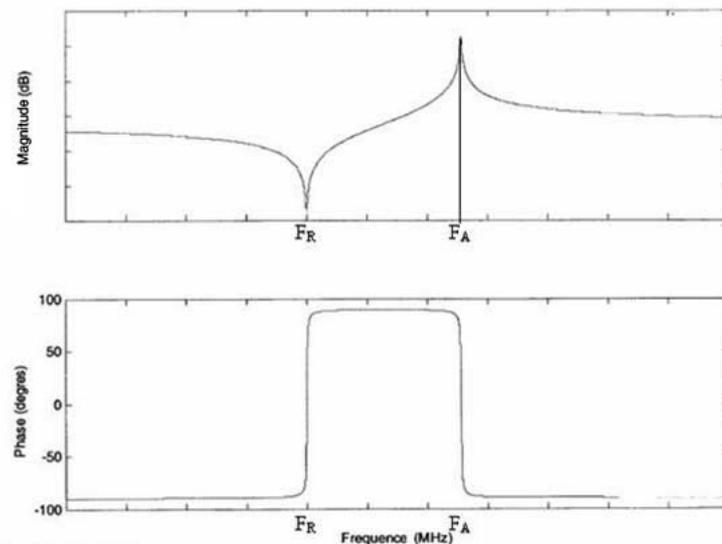


Figure 23 : Variation du module de l'impédance (magnitude) et de son argument (phase) en fonction de la fréquence

Le facteur (Q) est fonction de la fréquence f_r . On remarque qu'il dépend aussi de R_1 , la diminution des pertes mécaniques donnera un facteur Q élevé et sera par conséquent recherchée.

k^2 et Q sont les 2 facteurs à optimiser pour obtenir un résonateur de haute qualité (faible consommation, finesse des résonances aux fréquences f_r et f_a). Ils n'évoluent pas nécessairement dans le même sens et on utilise parfois la figure de mérite $Q \cdot k^2$ [27, 48] ou $Q \cdot f_r$ [56]. Ces facteurs, interdépendants par les fréquences f_r et f_a , dépendent de la qualité cristalline de la couche piézoélectrique mais aussi du procédé de fabrication.

Tout ce qui contribue aux pertes mécaniques, aux pertes électriques ou aux propriétés microstructurales (densité de joints de grains, amortissement de l'air, fixations du résonateur,

résistivité des électrodes, résistivité de la couche, pertes diélectriques, rugosité de la sous-couche, degré de texturation, ...) influencera directement les facteurs Q et k^2 [18, 40, 55, 57, 58]. Ces 2 paramètres sont importants pour les applications de type filtrage ou de type oscillation. Les films déposés doivent donc avoir de bonnes propriétés microstructurales afin d'obtenir les meilleures propriétés piézoélectriques, le tout élaboré au sein d'un procédé perfectionné.

B. Le projet TFEAR

1. Présentation du projet

a) Objectifs

L'objectif du projet TFEAR est de réaliser, de la conception à l'industrialisation, un composant passif accordable, intégré, performant et à bas coût dans la gamme de la dizaine de mégahertz. Nous avons vu dans la première partie du manuscrit l'intérêt à proposer aujourd'hui des composants sous forme de MEMS.

Succinctement, les avantages sont le coût réduit, l'existence des technologies qui rendent aujourd'hui possible l'élaboration de ce type de composants et surtout leur taille micrométrique qui permet de les intégrer dans les circuits microélectroniques.

NXP CCdN¹, qui développe des technologies Silicon Based System in Package (SbSiP²), s'intéresse à l'intégration de nouveaux composants tels que les résonateurs, les microbatteries, et les diodes électroluminescentes. Dans le contexte actuel de la course à la miniaturisation, NXP CCdN a souhaité investir dans les MEMS via le projet TFEAR.

Il s'agit d'étudier la faisabilité d'un résonateur MEMS RF piézoélectrique à base de nitrure d'aluminium (AlN) (I.C.) sur une chaîne de production pour des plaques de 6 pouces de diamètre (15,24 cm). Le projet vise à la conception, la simulation, la réalisation et la caractérisation du résonateur appelé TFEAR qui est l'acronyme de Thin Film Elongation

¹ L'entreprise NXP Semiconductors sur le site de Caen Côte de Nacre (ex-Philips Semiconductors)

² Les solutions SbSiP sont des composants où tous les composants passifs sont intégrés sur une même puce sur silicium avec des composants actifs tels que des MEMS ou des diodes.

Acoustic Resonator. C'est un résonateur à ondes acoustiques fonctionnant en mode élongation, sous forme d'un empilement de films minces (Figure 17).

Ce résonateur pourrait se substituer aux résonateurs traditionnels à quartz, qui sont non seulement difficilement intégrables, mais en plus, selon NXP CCdN, deviendraient plus chers que la solution proposée à terme par le projet TFEAR.

La première grande phase du projet est la réalisation d'un démonstrateur, étape sine qua non avant l'industrialisation des résonateurs TFEAR.

b) Etude de marché et cahier des charges

L'étude qui a été faite au sein de NXP CCdN, a permis de montrer que :

- Il existe déjà des entreprises capables de proposer des solutions intégrées d'oscillateurs à base de MEMS RF, comme Discera [59] et SiTime [60].
- Il n'existe que peu de solutions dans la gamme de la dizaine de mégahertz ce qui laisse au TFEAR une chance de se placer sur le marché.
- D'après les performances requises pour les produits, les applications possibles pour le TFEAR sont :

- Les technologies U.S.B.
- La technologie WLAN¹.
- La technologie UMTS²
- La technologie GSM³.
- La technologie Bluetooth

Pour ces applications, les résonateurs TFEAR devraient remplacer les modèles d'oscillateurs et de résonateurs suivants (Tableau 3):

¹ Wireless Local Area Network

² Universal Mobile Telecommunications System

³ Global System Mobile

Modèle	Définition	Gamme de fréquence (MHz)	Chiffre d'affaire mondial (M\$)	
			2008	2011 (Prévisions)
X-tal	Crystal Resonator (Résonateur à quartz)	> 1	868	1317
XO	Crystal Oscillator (Oscillateur à quartz)	0,5-100	395	489
OCXO	Oven Controlled Crystal Oscillator (Oscillateur à quartz thermostaté)	5-100	192	233
TCXO	Temperature Compensated Crystal Oscillator (Oscillateur à quartz contrôlé en température)	6-45	469	522

Tableau 3 : Résonateurs qui pourraient être remplacés par le TFEAR [61]

Les spécifications du projet TFEAR sont les suivantes :

- Une gamme de fréquences de résonance de 2 à 60 MHz
- Un facteur de qualité Q de 5000
- Une précision de 2500 ppm¹ sur la fréquence de résonance à court terme puis 500 ppm par la suite (à 25 °C).
- Une dérive en température de 10 ppm.K⁻¹ à court terme et 100 ppm au total sur la plage [-10 ; +60] °C par la suite.
- Une durée de vie de 10 ans.

c) Démarche, enjeux industriels

Le développement et l'industrialisation du projet est un programme en plusieurs étapes. Il s'agit dans un premier temps de faire des simulations pour prévoir le comportement du résonateur, de tester plusieurs géométries pour ne retenir que celle(s) qui montre(nt) des facteurs de qualité les plus élevés. En ce qui concerne le premier travail de cette thèse, il s'agit d'étudier et de montrer la possibilité de déposer de l'AlN cristallisé et texturé, orienté (002) sur une machine de production, qui au départ, n'était pas conçue pour l'élaboration de ce type de matériaux. Le deuxième travail consiste en la création d'un procédé industriel et son suivi jusqu'à la sortie de salle blanche, procédé qui doit être le plus simple possible pour des raisons évidentes de coût. Précisons que le procédé démarre par une plaque de silicium vierge et doit se terminer par des résonateurs TFEAR singularisés et encapsulés. Néanmoins, mon travail s'arrête à la fabrication sur plaque entière. L'étude relative aux problèmes de découpe

¹ Partie Par Million

d'amincissement et d'encapsulation (ou mise en boîtier, « packaging ») qui, on l'a vu, est critique pour les performances et l'intégrité du MEMS, concerne d'autres équipes. La figure suivante (Figure 24) permet de mieux se rendre compte de l'organisation du projet TFEAR.

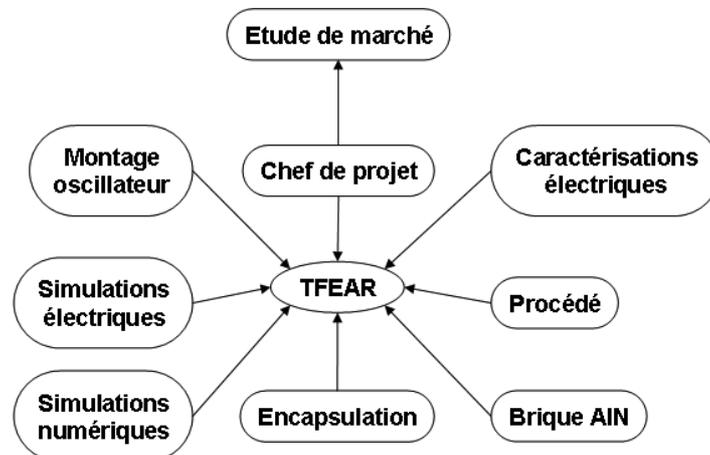


Figure 24 : Organigramme du projet TFEAR

La partie « simulations électriques » concerne l'étude du comportement électrique du résonateur grâce au modèle modifié de BVD (I.A.3.c)). La partie « simulations numériques » (par éléments finis) est relative à l'étude du comportement électromécanique du résonateur basé sur les équations de la piézoélectricité (I.A.3.b)). La brique AlN comprend le dépôt, son optimisation et sa caractérisation microstructurale (II).

Le TFEAR doit s'appuyer le plus possible sur les outils et les compétences présents sur le site NXP CCdN. Pour les compétences, il s'agit de l'expérience acquise par les membres de l'entreprise dans la conception, la réalisation, et la production de composants microélectroniques passifs. En ce qui concerne les outils, il s'agit d'une salle blanche industrielle complète (dépôts, photolithographie, gravure, diffusion, implantation) pour la fabrication de ces mêmes composants.

NXP CCdN s'appuie sur des partenaires pour pallier son manque d'expérience ou d'expertise dans certains domaines. C'est le cas pour le projet TFEAR pour lequel l'AlN est un matériau non employé sur le site et également parce que c'est le premier MEMS à visée industrielle élaboré sur le site. Les partenaires sont au nombre de deux, L'ESIEE¹ pour son expérience dans la réalisation de MEMS et la caractérisation des premiers résonateurs en salle blanche. Le

¹ : Ecole Supérieure d'Ingénieurs en Electrotechnique et en Electronique (Université Paris Est Marne-La-Vallée)

deuxième partenaire est le CRISMAT¹, incluant le LaMIPS², pour son expertise dans les domaines de la cristallographie, de la microscopie électronique, de l'analyse de défaillance des composants microélectroniques mais aussi pour ses compétences dans le domaine des dépôts de films minces par pulvérisation cathodique.

d) Forces et faiblesses du projet

Les avantages du TFEAR par rapport aux solutions commercialisées existantes, et qui doivent lui permettre de trouver une place sur le marché des MEMS RF sont :

- Sa compatibilité avec les technologies CMOS.
- La simplicité de son procédé puisqu'il ne comporte que cinq masques de photolithographie.
- La fréquence de résonance est indépendante du procédé, celle-ci peut être ajustée de manière continue sur une même plaque (dans la gamme de la dizaine de mégahertz).
- La résistance motionnelle du TFEAR est potentiellement faible ($< k\Omega$)
- Il ne nécessite pas de tension de polarisation (DC), contrairement à des solutions existantes à base de silicium [5, 52, 62].
- Il ne nécessite qu'une faible tension de fonctionnement (10 mV AC).
- Les déplacements des parties mobiles du résonateur sont de l'ordre du nanomètre, ce qui est très faible. On peut alors négliger les frottements de l'air, et le résonateur ne nécessite donc pas une encapsulation sous vide, ce qui réduit son coût.
- Les résonateurs étant très petits ($< 0,1 \text{ mm}^2$), les résonateurs encapsulés ont potentiellement une taille très réduite ($< 2 \text{ mm}^2$)
- De part sa simplicité, il peut être directement branché à la place d'un résonateur quartz (compatible « pin to pin »)

Néanmoins, le projet présente certaines faiblesses :

- Il n'y a pas de brevet le protégeant. Il peut donc être repris par un concurrent.
- Le site manque d'expertise en MEMS (fabrication, test, fiabilité) et de connaissance sur l'AIN.
- NXP CCdN est nouveau sur le marché des résonateurs MEMS.

¹ : Laboratoire de CRISTallographie et de Sciences des MATériaux de l'Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs de Caen (ENSICAEN, Caen)

² Laboratoire de Microélectronique et de Physique des Semiconducteurs (CRISMAT, ENSICAEN)

-Et du point de vue des performances, le TFEAR présente une dérive en température de la fréquence de résonance moins précise et un facteur de qualité plus faible qu'un résonateur à quartz

2. Le résonateur

Le TFEAR est un résonateur MEMS constitué d'une poutre en AlN prise entre deux électrodes métalliques. Une sous-couche en oxyde de silicium (SiO_2) vient compléter l'empilement constituant la poutre. Cette poutre est suspendue au-dessus d'une cavité d'air, lui permettant de résonner librement dans le mode élongation.

La gamme de fréquence est fixée par la nature de l'empilement et les différentes épaisseurs. La fréquence de résonance est ensuite définie par la longueur de la poutre, comme on l'a précisé dans le paragraphe précédent. On réunit ici les deux principaux avantages des résonateurs SAW et BAW, à savoir :

- Comme les résonateurs SAW, la fréquence est fixée grâce aux masques de photolithographie
- Comme les résonateurs BAW, le TFEAR peut être fortement intégré.

Préalablement à ce travail de thèse, des tests [63] et des simulations par éléments finis (avec ANSYS®) ont permis de sélectionner plusieurs géométries (Figure 25). Celle dite en « T » a présenté de meilleures caractéristiques et a donc été choisie pour le projet TFEAR [64].

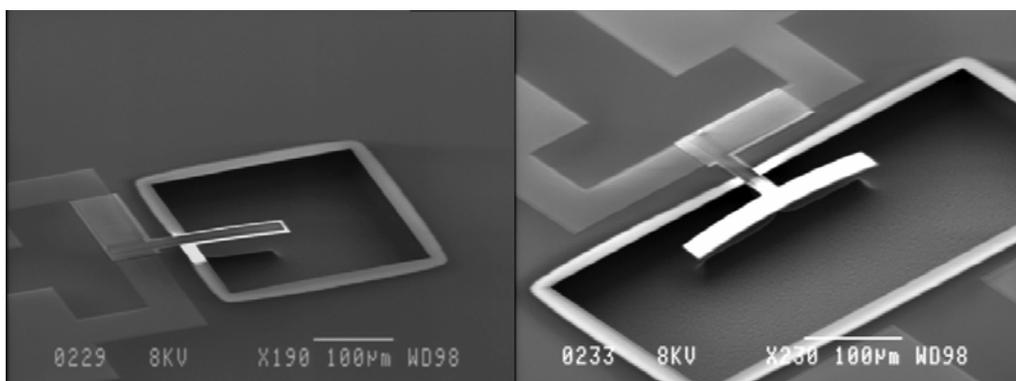


Figure 25 : Vue au MEB d'une poutre simple (à gauche) et d'une poutre en « T » (à droite)

Les tests et les simulations ont permis également de modéliser le comportement du TFEAR (Figure 26) en régimes statique et harmonique, et de déterminer la longueur des poutres pour obtenir la gamme de fréquences de résonance souhaitée.

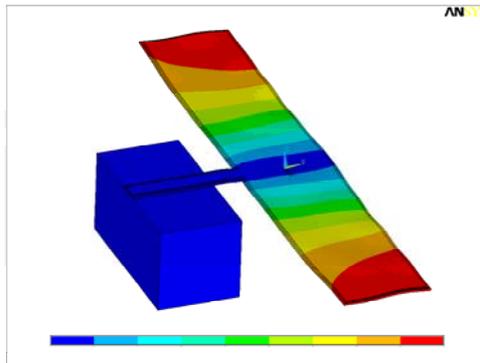


Figure 26 : Simulation par éléments finis d'un TFEAR.

L'empilement des résonateurs est le suivant :

Si : plaque 6 pouces de diamètre

SiO₂ : 600 nm

AlSiCu¹ : 200 nm

AlN : 1 μm

AlSiCu: 200 nm

Longueur des poutres : 75-350 μm

Largeur : 20-50 μm

Fréquences de résonance visées : 10-50 MHz

C. Choix du matériau actif

Il s'agit dans cette partie d'expliquer les raisons pour lesquelles l'AlN a été choisi pour le projet TFEAR, parmi les nombreux matériaux piézoélectriques existants. Une description de l'AlN sera ensuite détaillée.

1. Les matériaux piézoélectriques

Le quartz est sans doute l'un des matériaux piézoélectriques les plus connus. Très utilisé dans l'industrie de l'horlogerie jusqu'aux ordinateurs, le quartz possède des propriétés

¹ AlSi_{1%}Cu_{0,04%}

piézoélectriques plutôt moyennes, mais il est possible de faire des résonateurs d'une très grande précision sur la fréquence. De plus, il est stable en température sur une large gamme de fréquences et on a acquis sur ce matériau une expérience de plusieurs dizaines d'années. Cependant, il s'avère aujourd'hui difficile de proposer une solution intégrée (échelle micrométrique) d'un résonateur à quartz (échelle millimétrique).

Il existe de nombreux autres matériaux piézoélectriques. Ce sont presque tous des matériaux inorganiques à l'exception par exemple, du polymère polyfluorure de vinylidène (PVDF) [65]. On peut citer le sulfure de cadmium (CdS), de zinc (ZnS) [66], le niobate de lithium (LiNbO_3) [67], de potassium (KNbO_3) [68], le tantalate de lithium (LiTaO_3) [26], le nitrure de gallium (GaN) [69, 70] pour des applications telles que les résonateurs de types SAW et/ou BAW ou des capteurs. Cependant, parmi tous ces matériaux piézoélectriques, seuls quelques uns ont montré une aptitude à être déposés sous forme de film mince tout en conservant des propriétés fonctionnelles intéressantes. C'est le cas par exemple pour le CdS [71], mais trois matériaux sont particulièrement prometteurs pour une éventuelle utilisation massive dans l'industrie. Ce sont le ZnO, le zircono-titanate de plomb $\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$ (PZT) et l'AlN.

a) Le PZT

Le PZT est un matériau ferroélectrique donc piézoélectrique, qui possède de forts coefficients piézoélectriques, d'un ordre de grandeur supérieur à ceux du ZnO et de l'AlN [72]. Ceci fait du PZT un très bon candidat pour les applications telles que les microactionneurs [73], et les microcapteurs [72, 74]. Il cristallise dans une structure de type pérovskite de maille quadratique ou rhomboédrique selon sa composition, ce qui permet de moduler ses propriétés. Cependant, malgré ses bonnes propriétés piézoélectriques et même ferroélectriques [54, 75], le PZT apparaît moins intéressant en raison de la présence du plomb.

b) Le ZnO

Le ZnO est également un bon matériau piézoélectrique. Il est utilisé dans les applications telles que les capteurs [76], les résonateurs de type SAW [25, 77] et BAW [78]. C'est aussi un matériau de la famille des oxydes transparents semiconducteurs (Transparent Conducting Oxide -TCO), pouvant servir par exemple d'électrode transparente sous forme de films minces. Le ZnO cristallise dans le système hexagonal de la classe 6mm. Son coefficient k^2 est plus

élevé que celui de l'AlN [79], mais sa vitesse d'onde acoustique de volume est bien inférieure [80]. Ses propriétés piézoélectriques peuvent être améliorées par dopage [81]. Cependant, il a quelques inconvénients comme une faible résistance électrique [81] comparée à celle de l'AlN, et sa faible vitesse d'onde acoustique comparée à celles de l'AlN et du PZT.

c) L'AlN

L'AlN est un matériau piézoélectrique de la classe cristalline hexagonale 6mm, comme le ZnO. Le tableau suivant (Tableau 4) présente les propriétés piézoélectriques principales de l'AlN, comparées à celles du ZnO et du PZT.

		Caractéristique	unité	AlN	ZnO	PZT
massif	constantes piézoélectriques	e_{31}	$C.m^{-2}$	-0,58 /Al ₂ O ₃ ; -0,60	-0,61 ; -0,51	
		e_{33}		1,55 /Al ₂ O ₃ ; 1,46	1,14 ; 0,89	
		e_{15}		-0,48 /Al ₂ O ₃	-0,59	
		e_{31}		-0,58	-0,57	-3
		$e_{31,f}$		-1,05	-1,2	-9,6
film	coefficients piézoélectriques	d_{31}	$pm.V^{-1}$	-2,65 (massif)		-55 /Pt/Ta
		$d_{31,f}$		2,2 ; 1,9 /Al		100 / Pt
		d_{33}		5 ; 4,17 ; 6,83	12,4	223
		$d_{33,f}$		4,5 /Ti ; 3,9 ; 4,9 /Al	7,5 ; 13,5 *	144 ; 474 ; 400
	couplage électroméc	k^2	%	5,3 /Mo ; 4,24 /Al ; 7,2 /Ir ; 6,3 /Al/Ti ; 6,25	7,5 ; 3,3 /Mo ; 7 / Cr/Au	19,8 /Pt
	Vitesse	V_v	$m.s^{-1}$	11300 ; 10400 ; 10631	6330 ; 6100	4500
	Références			[5, 31, 33, 36, 37, 56, 57, 69, 72, 80, 82- 86]	[18, 37, 69, 72, 78, 80, 81, 87]	[72, 73, 88- 90]

Tableau 4 : Valeur des propriétés piézoélectriques du ZnO, de l'AlN et du PZT. (le substrat est précédé de « / » quand il est donné; * : dopé au Cu ; « Coeff. » : coefficient ; « Vitesse » ou « Vv » est la vitesse d'onde acoustique de volume ; l'indice « f » indique que le film est solidaire du substrat)

En résumé, le PZT possède les meilleures propriétés piézoélectriques, largement supérieures à celles du ZnO et de l'AlN ce qui explique pourquoi il a été très étudié. Cependant, le ZnO et l'AlN possèdent une vitesse d'onde acoustique plus élevée. L'AlN et le ZnO ont des propriétés piézoélectriques similaires quoique plus élevées pour ce dernier ($e_{i\alpha}$, $d_{i\alpha}$, k^2). L'AlN a non seulement une vitesse d'onde acoustique plus élevée que celle du ZnO ce qui est une donnée importante pour le projet TFEAR, mais en plus c'est un matériau stable, même à haute température. C'est un bon isolant électrique (10^{12} - 10^{16} $\Omega.cm$) et en même temps un bon conducteur thermique ($320 W.m^{-1}.K^{-1}$ sous forme massive et $12 W.m^{-1}.K^{-1}$ sous forme de film

mince) [91]. Il a une tension de claquage égale à 640 MV.m^{-1} [92]. Ses coefficients de dilatation thermique ($5,3.10^{-6} \text{ K}^{-1}$ le long de l'axe c et $4,2.10^{-6} \text{ K}^{-1}$ le long de l'axe a) proches de ceux du silicium ($2,7.10^{-6} \text{ K}^{-1}$) en font un matériau de choix pour des applications de type Silicon On Insulator (SOI) [93]. Il présente une grande résistance à l'oxydation [94, 95] et peut servir ainsi de couche de protection [96]. Enfin, l'AlN est utilisé pour la fabrication de résonateur de type SAW [23, 24] et BAW [36-38, 41, 44, 47] ou en mode élongation [40, 50, 97], ou de capteurs de pression [98]. L'AlN est donc le matériau qui a été retenu pour servir de couche piézoélectrique dans le résonateur.

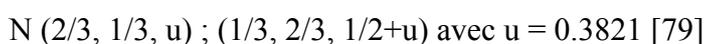
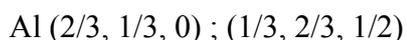
Il faut aussi préciser que l'AlN, contrairement au PZT, est un matériau de composition simple. En effet, du PZT de bonne qualité demande une optimisation plus délicate que l'AlN car il faut contrôler la composition de trois éléments (plomb, zirconium, titane), dont le plomb qui est très volatile en présence d'oxygène, le débit de deux gaz (argon, oxygène), et le tout à ajuster en fonction de l'usure des cibles. Ceci est un aspect majeur pour des applications industrielles où les considérations de coût sont de toute première importance. On rappelle que c'est le cas du TFEAR puisque l'un des objectifs est de proposer une solution bon marché.

2. Propriétés cristallographiques de l'AlN

a) Structure de l'AlN

Le nitrure d'aluminium cristallise dans une structure de type Wurtzite. La structure cristalline est formée par un empilement successif de deux sous réseaux hexagonaux compacts. L'un des deux sous réseaux est composé d'atomes d'azote (N), l'autre d'atomes d'aluminium (Al) (Figure 27). Les paramètres de la maille hexagonale sont : $a = b = 3,1114 \text{ \AA}$ et $c = 4,9792 \text{ \AA}$; $\alpha = \beta = 90^\circ$ et $\gamma = 120^\circ$ (fiche JCPDS 25-1133). Le rapport $c/a = 1,600$ contre 1,633 pour une structure hexagonale compacte idéale.

Les atomes Al et N se placent sur les sites suivants :



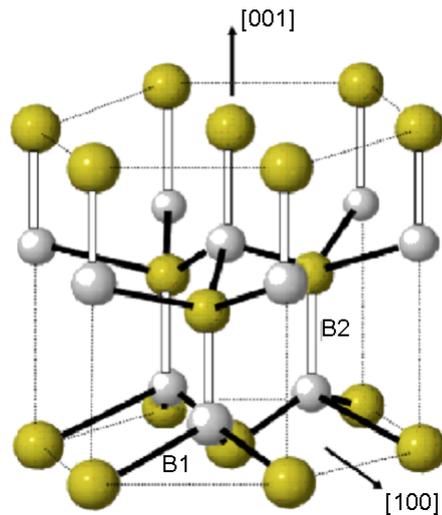


Figure 27 : Structure cristalline Wurtzite de l'AlN [99].
(Atomes d'aluminium en jaune, atomes d'azote en blanc)

Dans cette structure, chaque atome d'aluminium est entouré de quatre atomes d'azote, formant ainsi un tétraèdre avec trois liaisons Al-N proches du plan (001) appelées B₁ et une liaison Al-N dans le plan (100) appelée B₂ (Figure 28). Dans la maille cristalline de l'AlN, les atomes d'aluminium et d'azote forment des orbitales hybrides de type sp³. Chaque atome d'aluminium possède trois orbitales à moitié pleines et une vide. Chaque atome d'azote possède trois orbitales à moitié pleines et une pleine. La liaison B₂ est formée par le couplage de l'orbitale vide des atomes d'aluminium et de l'orbitale pleine de l'azote. En conséquence, la liaison B₂ est plus ionique que B₁, son énergie de liaison est plus petite que celle de B₁ et plus facile à briser. L'énergie de liaison de B₁ est plus élevée que celle de B₂ et les plans (001) sont alors plus faciles à former [100].

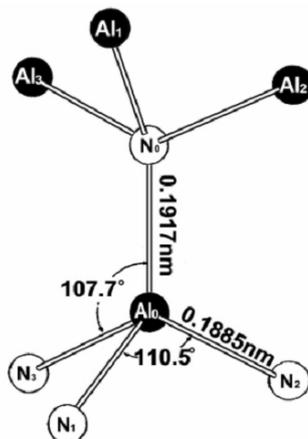


Figure 28 : Tétraèdres formés par les atomes d'aluminium et d'azote [100].

La structure Wurtzite appartient au système hexagonal et est non centrosymétrique, donc, l'AlN est piézoélectrique. Le groupe d'espace de l'AlN est P6₃mc.

b) Justifications de l'orientation de l'AlN

La classe cristalline 6mm de l'AlN permet de réduire le nombre de composantes indépendantes des tenseurs représentant ses propriétés physiques. Par exemple, le tenseur des coefficients piézoélectriques ($d_{i\alpha}$) de l'AlN est :

$$(d_{i\alpha}) = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 & 0 \\ d_{31} & d_{31} & d_{33} & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

Les valeurs des coefficients élastiques, piézoélectriques et diélectriques sont données en annexe (Annexe 2). On précise que les indices utilisés pour désigner les propriétés physiques de l'AlN sont confondus avec ceux du substrat. C'est-à-dire que l'axe 3 (direction de l'axe c) de l'AlN est aussi la direction perpendiculaire au substrat et le plan défini par les axes 1 et 2 (direction des axes a et b) de l'AlN est confondu avec le plan défini par le substrat.

Pour la partie élaboration de l'AlN, le projet TFEAR repose sur la capacité à déposer de l'AlN cristallisé, texturé, orienté selon les plans {002}. En effet, l'élongation selon l'axe 1 est sollicitée pour une polarisation suivant 3 ce qui permet de bénéficier au maximum des propriétés piézoélectriques de l'AlN via le coefficient d_{31} égale à 2,65 pm.V⁻¹. Les deux autres coefficients piézoélectriques indépendants sont plus élevés que le d_{31} , mais comme on l'a vu précédemment, on ne peut pas se servir du coefficient d_{33} car le résonateur fonctionnera dans le mode élongation. Pour pouvoir accéder au coefficient d_{15} , il faudrait déposer de l'AlN orienté selon les plans {100} ce qui est une orientation inhabituelle, peu utilisée pour des applications à visées industrielles et assez difficile à obtenir [27, 99, 100]. Au contraire, l'AlN orienté selon les plans {002} ayant de bonnes propriétés cristallines et piézoélectriques est obtenu plus couramment, et ceci de manière uniforme en terme d'épaisseur, de propriétés cristallines et de propriétés piézoélectriques sur des plaques de 15 et même 20 cm de diamètre [37, 49].

Chapitre II

Les dépôts de films d'AIN

Chapitre II. Les dépôts de films d'AlN

L'état de l'art bibliographique sur les paramètres de dépôt des différentes couches constituant le résonateur est détaillé dans ce paragraphe, ainsi que la technique de dépôt de films d'AlN et des électrodes métalliques. Le fonctionnement de la technique de diffraction des rayons X, qui a servi à caractériser la qualité cristalline des films minces sera rappelé dans ce chapitre. Le principe de la mesure du coefficient piézoélectrique d_{33} des films minces d'AlN, effectuée au moyen d'un vibromètre laser, sera rappelé également dans ce chapitre. Enfin, nous présentons les étapes d'optimisation des différents films constituant le TFEAR ainsi que certains résultats de caractérisation électrique. Nous précisons que les tests présentés dans ce chapitre correspondent à une exploration plutôt qu'à une optimisation poussée de la texture du nitrure d'aluminium en raison des contraintes industrielles. Seuls quelques essais ont pu être effectués en vue de la sélection d'une recette permettant la texturation de la couche piézoélectrique.

A. Etude bibliographique de l'AlN élaboré par pulvérisation cathodique

L'objectif de ce paragraphe est de rappeler le principe de la pulvérisation cathodique utilisée pour l'élaboration de la couche piézoélectrique d'AlN et des électrodes métalliques d'AlSiCu. Les différents paramètres influençant la microstructure et donc les propriétés des films minces sont également présentés. Le but est d'obtenir une couche d'AlN la mieux cristallisée possible (caractérisée par une intensité en diffraction des rayons X la plus élevée possible et une largeur à mi-hauteur des pics de diffraction la plus faible possible). C'est à cette condition que seront obtenus les coefficients piézoélectriques les plus élevés [57, 58].

1. Le choix de la technique de dépôt

a) Les différentes techniques en phase vapeur

L'élaboration de films minces fait appel aux techniques de dépôts sous vide. Il en existe deux grandes familles qui ont en commun le dépôt d'un matériau par transfert de particules sous forme d'une vapeur. Ce sont la CVD¹ et la PVD². Les dépôts par CVD consistent en la

¹ Chemical Vapor Deposition

² Physical Vapor Deposition

réaction de précurseurs sous forme gazeuse pour déposer le matériau voulu sur un substrat solide. Dans le cas de la PVD, l'un des précurseurs au moins est sous forme solide.

Différentes techniques sont utilisées pour déposer de l'AlN parmi lesquelles on peut citer, pour les techniques de PVD, la pulvérisation cathodique en mode DC¹ [20, 100, 101], DC pulsé [57, 58, 102] ou RF² [21, 42, 95, 99, 103], ainsi que l'ablation par laser pulsé (PLD³) [104] ou par une méthode de recondensation-sublimation [105, 106]. Pour les techniques de CVD, on peut citer la MOCVD⁴ [86, 107] en utilisant les précurseurs triéthylaluminium (TMA) et ammoniac ou la PECVD [108] en utilisant également le précurseur TMA avec de l'azote en tant que gaz réactif.

Les dépôts par MOCVD nécessitent généralement des températures très élevées (≈ 1100 °C [107]) ce qui risque de détériorer les circuits en raison de la présence d'aluminium dont la température de fusion est de 660 °C. La technique de PLD permet d'obtenir des matériaux avec de bonnes propriétés mais seulement sur de petites surfaces alors que le procédé TFEAR utilise une chaîne de production pour des plaques de 6 pouces de diamètre. De plus, nos travaux concernent la phase de développement du projet ce qui ne justifie pas au démarrage de ce projet l'achat d'une machine spécifique alors que la pulvérisation cathodique, qui est une technique déjà présente sur le site de NXP CCdN, permet de déposer à la fois les électrodes en AlSiCu (électrode standard à NXP CCdN) et la couche piézoélectrique en AlN.

La pulvérisation cathodique étant la méthode de dépôt utilisée dans nos travaux, elle est détaillée dans le prochain paragraphe.

b) La pulvérisation cathodique

La pulvérisation cathodique est une technique couramment utilisée dans l'industrie pour les dépôts métalliques tels que les matériaux à base d'aluminium, de titane, d'or ou de platine. C'est une technique relativement simple, pouvant avoir un haut débit (nombre de plaques par heure) et permettant de déposer des matériaux à température relativement basse ce qui est un

¹ Direct Current

² Radio Fréquence

³ Pulsed Laser Deposition

⁴ Metal Organic CVD

avantage dans les procédés CMOS. Elle permet en outre de déposer plusieurs matériaux avec le même bâti, sur de grandes surfaces tout en ayant une assez bonne homogénéité. Ce paragraphe est inspiré des ouvrages de Aimé Richardt et Anne-Marie Durand [109, 110].

-Principe :

Le procédé de dépôt par pulvérisation cathodique est une méthode de synthèse de films minces par transfert d'atomes d'une cible (cathode) vers un substrat (anode). Ce transfert est provoqué par un bombardement d'ions provenant d'un plasma.

Le dépôt comprend 3 étapes :

- La production de l'espèce appropriée (atomique, moléculaire ou ionique).
- Le transport des espèces vers le substrat au travers d'un vide.
- La condensation sur le substrat pour former un dépôt solide.

La figure suivante (Figure 29) permet de comprendre le processus de dépôt par pulvérisation cathodique DC. Une fois le vide créé ($\approx 10^{-6}$ - 10^{-7} Torr) et le substrat chauffé à la température désirée, on injecte dans l'enceinte un gaz plasmagène (en général de l'argon - Ar) jusqu'à une pression de dépôt de quelques millitorr à une dizaine de millitorr, puis une décharge électrique est initiée et entretenue entre la cathode et l'anode. Un plasma (milieu contenant des ions positifs et des électrons en quantité égales ainsi que des molécules excitées) s'établit alors. Les ions positifs d'argon (Ar^+) sont extraits du plasma sous l'effet de la tension négative de la cathode, et viennent bombarder ainsi la cible. Ils en éjectent des atomes. Une partie de ceux qui parviennent à traverser le plasma vont se déposer sur le substrat.

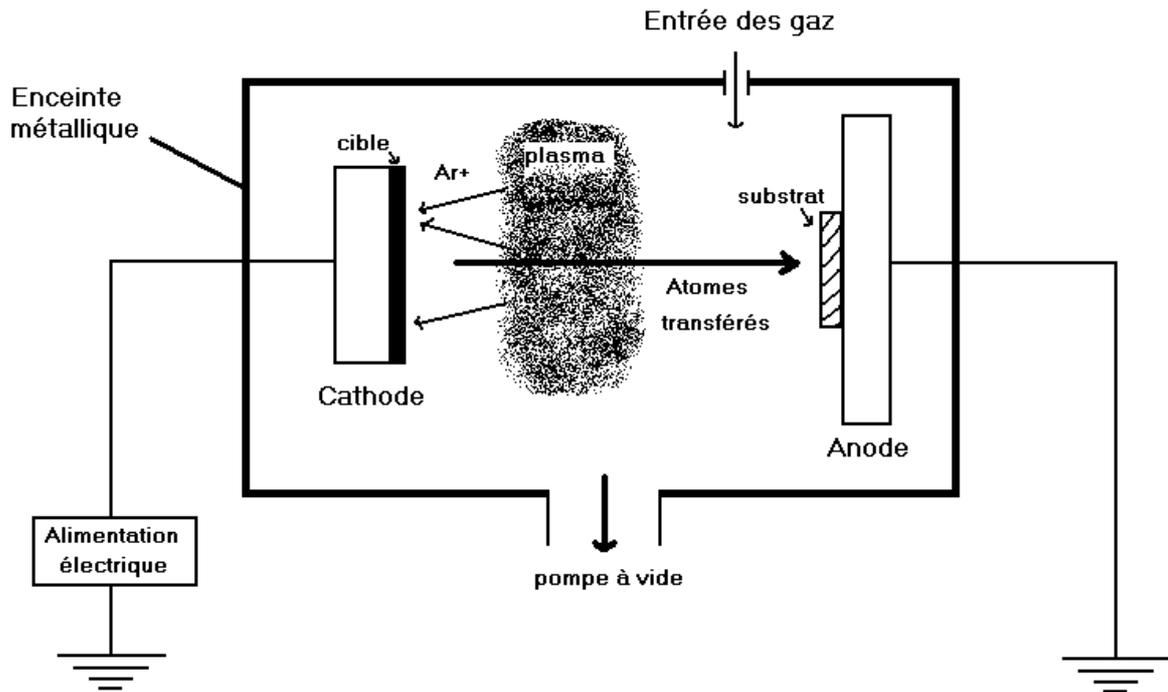


Figure 29 : Schéma de principe de la pulvérisation cathodique.

Un plasma est un gaz électriquement neutre qui est le siège d'interactions entre des électrons primaires extraits de la cathode à cause de la tension négative qui lui est appliquée, des électrons secondaires à cause de l'ionisation des atomes d'argon (Ar^+), des ions créés par ces collisions, des atomes et des molécules. Le plasma est séparé de la cathode par un espace sombre au sein duquel existe un fort champ électrique qui va permettre l'accélération des ions positifs du plasma.

-Pulvérisation cathodique RF ou DC pulsé :

La pulvérisation cathodique DC convient très bien pour des dépôts de matériaux conducteurs, mais ne peut pas être utilisée pour le dépôt de matériaux à partir de cibles isolantes. En effet, dans cette configuration, des charges positives s'accumulent à la surface de la cible au court du temps. Ces charges piégées repoussent les ions incidents et entraînent très rapidement l'arrêt de la pulvérisation.

Pour y remédier, on utilise un générateur RF (13,56 MHz). A cette fréquence, les ions ne peuvent pas suivre les variations du champ électrique (en raison de leur masse élevée) et les atomes y sont insensibles. Seuls les électrons vont suivre ces variations. Du fait du caractère isolant de la cible, une accumulation de charges négatives se produit sur sa surface : c'est le

phénomène d'autopolarisation. Une fois l'autopolarisation initiée, le processus de pulvérisation de la cathode par les ions positifs du plasma peut se mettre en place. Dans le cas de l'utilisation d'une cible métallique, un condensateur de blocage relié à la cible empêche l'évacuation des électrons et la cible reste alors à un potentiel négatif permettant la pulvérisation.

Cette technique permet de déposer des matériaux conducteurs, isolants, semiconducteurs et supraconducteurs, comme par exemple $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCuO}$ [111]. La vitesse de dépôt est plus lente qu'en DC [112, 113]. On peut également utiliser un générateur DC pulsé. On profite ainsi de la vitesse de dépôt plus élevée du mode DC tout en gardant la possibilité de déposer des films isolants.

-Pulvérisation cathodique magnétron :

Pour une configuration simple telle qu'on vient de le décrire, le rendement de pulvérisation et donc la vitesse de dépôts sont faibles. En effet, une partie des électrons est perdue sur les parois de la chambre. Les vitesses de dépôt peuvent être augmentées (de 5 à 20 fois) grâce à l'emploi de cathode magnétron. Dans ce type de cathode, des aimants puissants sont placés derrière la cible. Les champs magnétiques produits par ces aimants sont utilisés pour piéger les électrons et les confiner dans l'environnement immédiat de la cible. La pulvérisation sera plus efficace, plus importante d'où une vitesse de dépôt plus élevée.

-Pulvérisation cathodique réactive :

La pulvérisation cathodique est utilisée classiquement avec un gaz rare (le plus souvent de l'argon), mais on peut utiliser avec (ou à la place de) l'argon un gaz susceptible de réagir avec les constituants de la cible (azote, oxygène, ...). Ce gaz est appelé gaz réactif. La pulvérisation réactive permet de déposer des matériaux complexes à partir de cibles métalliques relativement simples à préparer [109] comme des matériaux à base de PZT [75, 114] et, ce qui est notre cas, permet de déposer des couches isolantes à partir d'une cible métallique.

L'inconvénient majeur est la complexité des réactions se produisant dans l'enceinte de pulvérisation. D'après Aimé et Richardt [109], les réactions peuvent se produire à la surface de la cible, pendant le transport des atomes éjectés, ainsi que sur le substrat. En tout état de cause, la pulvérisation réactive a le défaut de diminuer la vitesse de dépôt.

L'obtention d'une couche stœchiométrique nécessite de contrôler précisément le pourcentage du gaz réactif [22, 109, 115, 116].

-Pulvérisation cathodique polarisée :

En pulvérisation cathodique, les substrats fixés sur l'anode sont reliés à la masse mais il peut être intéressant de les polariser négativement (bias sputtering). Ceci entraîne un bombardement ionique du substrat dont l'effet principal est l'élimination des atomes qui n'ont que des liaisons faibles avec le substrat. De ce fait, on obtiendra des films avec des modifications de taille de grains, de la densité, de l'orientation cristalline, des paramètres de maille, des contraintes internes, ...

Par exemple, en ajustant la tension de polarisation, les contraintes internes peuvent être contrôlées [37, 99, 116]. Ceci n'est malheureusement pas possible avec la machine utilisée pour le TFEAR (voir paragraphe suivant).

c) Le système de pulvérisation cathodique ECLIPSE MRC utilisé

Cette machine industrielle sert habituellement aux dépôts métalliques, comme les électrodes pour le résonateur TFEAR. Parmi les 3 machines utilisées à NXP CCdN, une a été adaptée pour les dépôts d'AlN (Figure 30). Cette machine de pulvérisation cathodique fonctionne en mode DC simple pour les électrodes et en mode DC réactif pour la couche d'AlN. Les dépôts d'AlN se font à partir d'une cible pure d'aluminium avec de l'argon en tant que gaz plasmagène et de l'azote (N₂) en tant que gaz réactif.

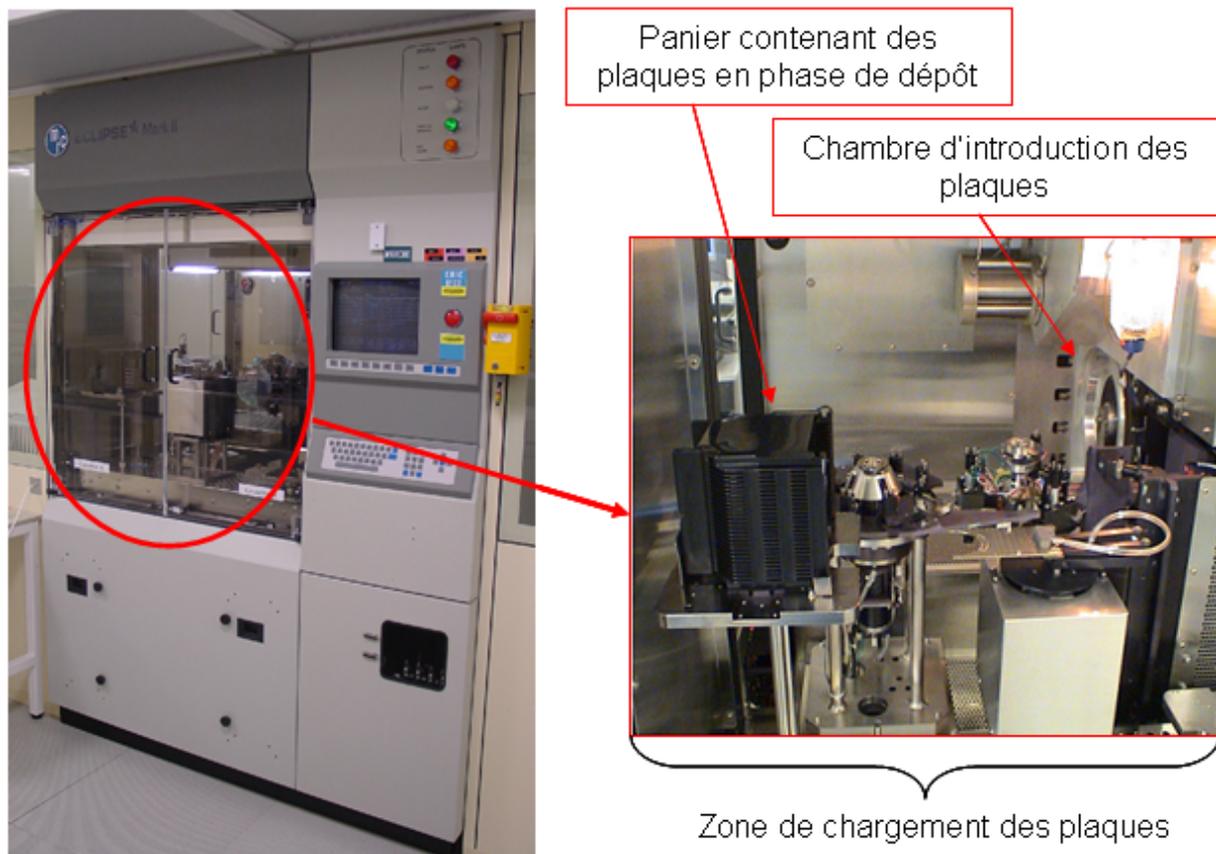


Figure 30 : Photos de la façade de la machine MRC (à gauche) et de la zone de chargement des plaques (à droite)

L'argon étant le seul gaz utilisé avant cette étude, une arrivée d'azote a dû être installée pour les besoins du projet TFEAR. Le bâti est constitué de 5 chambres indépendantes (pression, température, ...), ayant toutes une fonction particulière mais les plaques doivent passer dans toutes ces chambres. La première sert à l'introduction des plaques. La deuxième sert au décapage des plaques ; fonction qui ne sera pas utilisée pour les plaques TFEAR. Les 3 autres chambres sont des chambres de dépôt contenant différentes cibles selon les besoins, dont une d'aluminium pour le dépôt d'AlN et une d'AlSiCu pour les électrodes et les pistes métalliques en général (Figure 31).

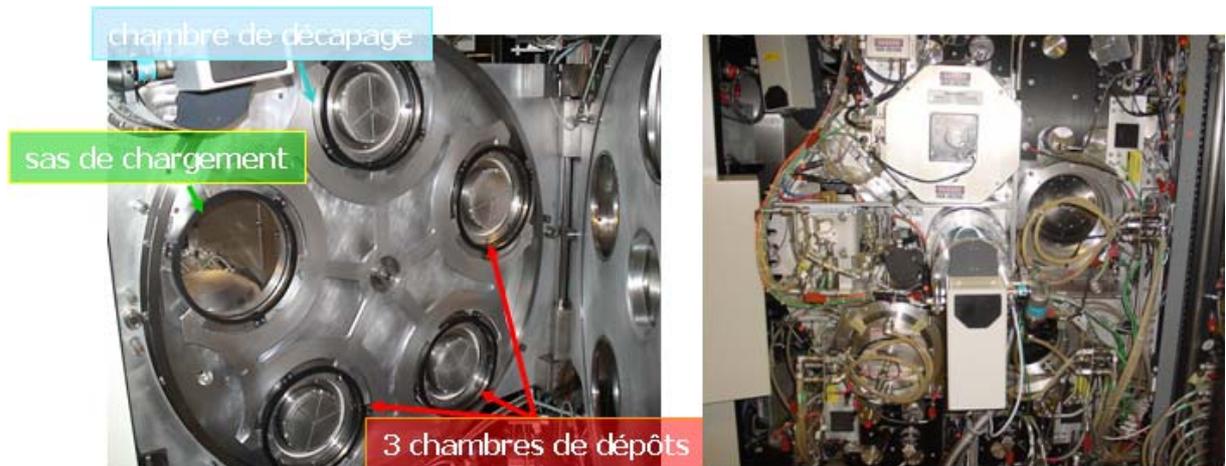


Figure 31 : Photos du carrousel qui permet l'accès aux 5 chambres (face avant à gauche, face arrière à droite)

Les cathodes sont à magnétron. Comme on vient de le préciser, la pulvérisation est en mode DC, il y a donc un réglage délicat des pressions partielles des gaz à atteindre pour élaborer de l'AlN sans empoisonner la surface de la cible d'aluminium par de l'azote. La chambre ne possède pas de système de polarisation du substrat, donc, les contraintes internes seront difficilement contrôlables. D'une manière générale, il faut préciser que cette machine n'est malheureusement pas entièrement adaptée pour déposer le dépôt de l'AlN. La machine n'est pas équipée de générateur pour polariser le substrat, les dépôts se font en mode DC et comme cette machine n'est pas conçue pour l'élaboration de matériaux tels que l'AlN, il n'existe pas de gestion de l'usure des cibles.

On rappelle que le but de ce travail est de créer un démonstrateur TFEAR. Une deuxième phase, si le succès du démonstrateur est avéré, consistera à acheter une machine de dépôt d'AlN dédiée telle que les machines fabriquées par Oerlikon [49], Tegal [116] ou Trikon [117].

Pour finir, les cibles font un diamètre de 10 pouces de diamètre (25,4 cm) pour déposer des matériaux sur des substrats de 6 pouces de diamètre (15,24 cm). On assure de cette manière un dépôt uniforme pour les dépôts de matériaux standards.

Le graphe suivant (Figure 32) montre le comportement de la machine pour un des premiers dépôts d'AlN effectués sur cette machine, via les mesures de tension et de courant. On remarque que la tension et le courant sont stables, limitant le risque d'arcage.

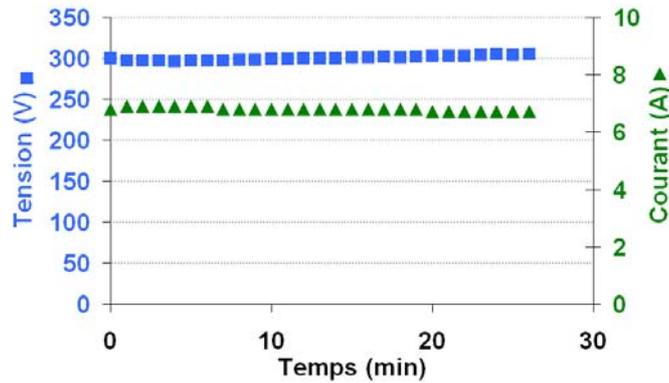


Figure 32 : Graphe d'un test illustrant la stabilité du dépôt d'AlN (La concentration en azote est de 60%)

Pour les électrodes en AlSiCu, les degrés de liberté sont :

- La puissance appliquée entre les deux électrodes
- La pression de travail (la pression de base est égale à $5 \cdot 10^{-7}$ Torr)
- La température du substrat

Pour les dépôts d'AlN, les degrés de liberté sont, en plus de ceux de l'AlSiCu :

- La pression partielle d'azote
- Le taux d'azote dans le mélange gazeux azote-argon

Ces paramètres ajustables seront discutés dans la suite de ce travail (II.C.). Nous rappelons que l'on cherche l'orientation {002}-AlN afin d'obtenir les coefficients piézoélectriques les plus élevés possible.

2. Influence des paramètres de dépôt de l'AlN

a) La morphologie

Les travaux de Movchan et Demchishin [118] ont permis de lier la microstructure d'un film mince réalisé par pulvérisation cathodique à la température du substrat. Le modèle a depuis été développé et on le représente aujourd'hui en tenant compte également de la pression à laquelle les films minces ont été élaborés, grâce aux travaux de Thornton [119]. Ce diagramme (Figure 33) bien connu qui porte son nom, est appelé également modèle de zone structurale (SZM).

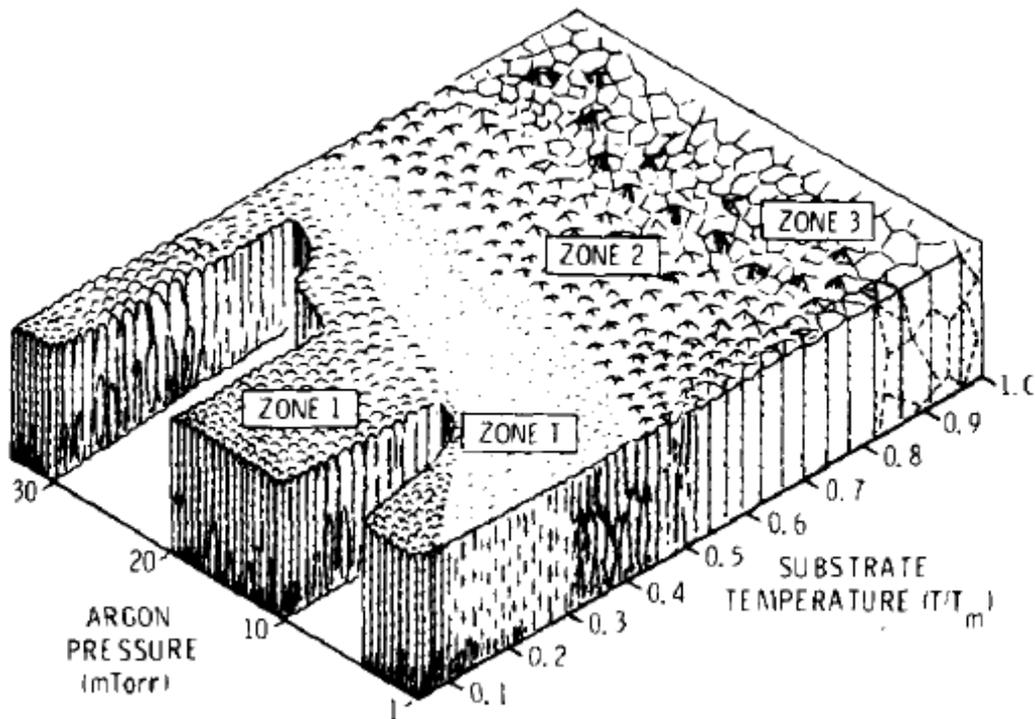


Figure 33 : Modèle de zone structurale. T/T_m est le rapport de la température d'élaboration sur la température de fusion [$K.K^{-1}$] [119].

Ce modèle représente la structure des films minces qui passe progressivement d'une structure mal définie, poreuse, constituée de petits grains, due à la faible mobilité des adatoms possédant une faible énergie, à une structure dense, polycristalline, ayant une orientation préférentielle, avec des grains de formes colonnaires et faisant apparaître des phénomènes de recristallisation, à mesure que l'on s'approche de la température de fusion grâce à l'énergie thermique apportée par le système constituant la pulvérisation cathodique, en plus du bombardement ionique.

Dans ce modèle, 4 zones distinctes ont été recensées :

- Zone 1 : Structure poreuse, grains mal définis, pas de mobilité, pas d'orientation cristalline préférentielle, dimension des grains petite, rugosité importante, effet d'ombrage important.

- Zone T : Structure de fibre dense, grains mal définis, contraintes internes élevées possibles, surface peu rugueuse.

- Zone 2 : Croissance des adatoms, grains plus gros et colonnaires, diffusion de surface, la topographie devient facettée. La diminution de l'effet d'ombrage limite les contraintes internes.

-Zone 3 : Structure dominée par la diffusion de volume, recristallisation proche de la température de fusion, grains plus gros. La recristallisation limite les contraintes internes.

Ce modèle a été développé et généralisé par S. Mahieu et al. [120], pour devenir le modèle de structure de zone étendue. Dans ce modèle, on distingue une première phase à faible température où la mobilité des atomes est nulle ce qui implique un dépôt directement dépendant de la trajectoire des atomes provenant du plasma (dépôt « balistique »). Ensuite seulement le bombardement ionique remplit les trous créés par le dépôt balistique, indépendamment de la température dont l'influence entre en compte dans les zones décrites ensuite. C'est la grande différence avec les modèles précédents où la température joue un rôle prépondérant à chaque changement de structure.

Ces différents modèles décrivent la morphologie des films minces en fonction de la température et de la pression. Il est évident que plusieurs autres paramètres vont influencer également la mobilité des adatoms et la croissance cristalline des grains d'une manière générale. Ces descriptions sont valables à la fois pour l'AlSiCu et l'AlN dont l'influence des paramètres sera discutée dans le prochain paragraphe.

On prend comme températures de fusion 933 K (660 °C) et 2573 K (2300 °C) pour l'aluminium et l'AlN respectivement. 2300 °C est en fait la température à laquelle l'AlN commence à se décomposer. Les températures de dépôt pour l'AlSiCu sont inférieures à 250 °C, on s'attend donc d'après le diagramme précédent, à ce que les structures des zones T et 2 soient celles des films minces d'AlSiCu obtenus. Pour les films minces d'AlN, on s'attend à ce que les structures des zones 1 et T soient celles obtenues car leur température d'élaboration est inférieure à 500 °C. Dans les 2 cas, la zone 1 doit être évitée car les films minces obtenus seraient dans ce cas poreuses. En ce qui concerne l'AlN, il n'est pas possible d'explorer une gamme de températures plus élevées à cause du système chauffant de la machine et de la température de fusion élevée de ce matériau.

b) La nature de l'électrode inférieure

-Choix de l'électrode inférieure :

Avant de discuter des paramètres de dépôts de l'AlN, il convient de sélectionner la bonne électrode métallique qui permettra de faire croître des films d'AlN avec la meilleure qualité cristalline possible. Parmi les nombreuses électrodes métalliques, on peut citer, parmi celles qui donnent les meilleurs films minces d'AlN, le tungstène, le molybdène (Mo) [117], le platine (Pt), l'aluminium (Al) et des alliages d'aluminium, l'or [121]. C'est une tendance caractérisée à la fois par une faible largeur à mi-hauteur en mode rocking-curve (FWHM¹) des pics de diffraction de l'orientation selon les plans {002} de l'AlN ou de l'intensité de ces pics, et par une faible rugosité des différentes sous-couches.

Même si les publications montrent de meilleurs résultats de croissance d'AlN sur platine [121], sur tungstène ou sur molybdène [117], l'aluminium a été retenu pour le TFEAR. La principale raison est son utilisation massive pour toutes les pistes métalliques (l'alliage AlSiCu²) à NXP CCdN, c'est aussi le matériau utilisé (aluminium pur) dans le procédé à l'ESIEE et les simulations ont été faites avec ce métal avant la mise en place du procédé industriel. Une deuxième raison est le prix bon marché de l'aluminium et de ses alliages en comparaison des autres métaux. Ensuite, les étapes standards pour usiner les électrodes d'aluminium existent sur le site de NXP CCdN ce qui constitue un gain de temps important. Pour finir, l'aluminium a une résistivité inférieure au platine ou au molybdène ce qui permet d'obtenir en théorie, des facteurs de qualité plus élevés [40].

Finalement, c'est l'AlSiCu qui sera utilisé plutôt que l'aluminium pur, en raison des risques d'électromigration au sein de l'aluminium, limités par la présence de cuivre, et du captage de silicium par l'aluminium, limités par la présence de silicium [122].

-Qualité de l'électrode inférieure :

La texture de l'AlN dépend non seulement de la nature de la sous-couche comme on vient de le voir, mais aussi de sa texture ainsi que de sa rugosité. En effet, plus la qualité cristalline de

¹ Full Width at Half Maximum

² AlSi_{1%}Cu_{0.04%}

l'électrode inférieure sera élevée, meilleure sera celle de l'AlN [37, 116, 117]. Plus sa rugosité (RMS¹) est faible, plus la qualité cristalline de l'AlN sera élevée [123, 124] (Figure 34). Il convient donc de discuter des paramètres d'élaboration de la sous-couche afin de favoriser le plus possible la croissance cristalline de l'AlN.

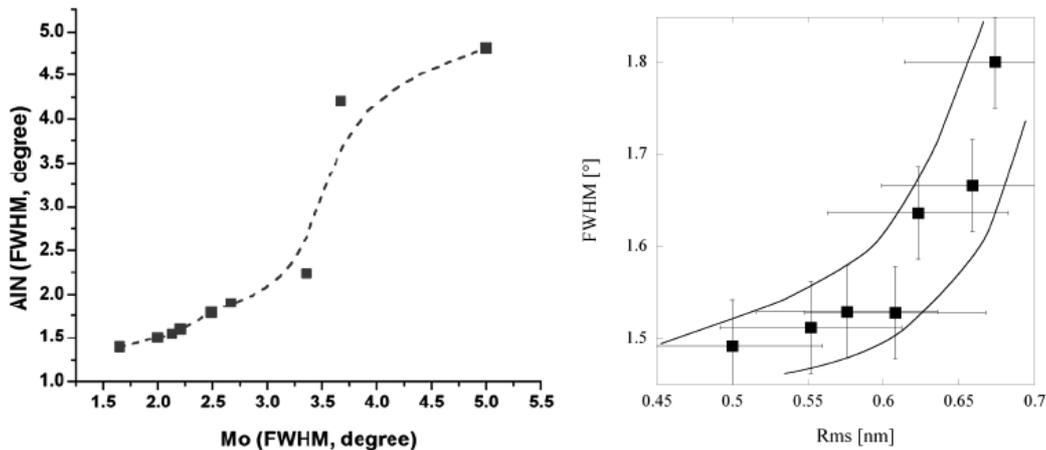


Figure 34 : Largeur FWHM de {002}-AlN en fonction de la largeur FWHM du substrat de {110}-Mo à gauche [116] et en fonction de la rugosité du substrat de {111}-Pt à droite [124].

-Paramètres de dépôt pour l'AlSiCu :

L'électrode inférieure d'aluminium s'oriente généralement selon les plans {111} sur SiO₂. Or, cette orientation est favorable à l'orientation des plans {002} de l'AlN car l'hexagone formé par les atomes des plans {002} de l'AlN sera favorisé par l'hexagone formé par les atomes des plans {111} de l'aluminium [121, 125]. Par conséquent, les propriétés cristallines de {002}-AlN nécessiteront l'optimisation des propriétés cristallines de l'aluminium en termes d'intensité élevée, de largeur FWHM fine et de rugosité faible.

Sans chauffer le substrat, et du simple fait du bombardement ionique, la température est au moins supérieure à 50 °C [109] même si le substrat est refroidi (ce qui est le cas de la machine de dépôt utilisée). Par conséquent, on s'attend à ce que la structure des films d'AlSiCu exclut en grande partie la zone 1 (voir Figure 33). D'après la description faite du diagramme de Thornton, une température élevée est recherchée pour atteindre une orientation cristalline bien définie des cristallites et en l'occurrence, l'orientation des plans {111} de l'aluminium.

¹ Root Mean Square

En ce qui concerne la pression, S.P.Kim et al. ont montré [126] qu'une pression comprise entre 1 et 20 mTorr favorise a priori l'orientation (111) de l'aluminium. C'est cette gamme de pression qui sera donc recherchée.

Quant à la puissance, elle influence directement la vitesse de dépôt de manière linéaire [109]. En effet, une puissance élevée conduit à une vitesse des ions élevée et donc à une vitesse de dépôt élevée. La puissance à appliquer entre les deux électrodes doit donc être élevée pour obtenir un temps d'étape court et ainsi diminuer son coût et donc le coût du procédé dans son ensemble. Cette puissance sera cependant limitée par les possibilités du générateur.

-Utilisation d'une couche tampon :

La couche tampon est une très fine couche (quelques nanomètres d'épaisseur) d'un matériau intercalé entre l'électrode inférieure et le film d'AlN, et dont le but est d'améliorer la texture de ce dernier. Une couche tampon de 15 nm de nitrure de titane (TiN) améliore ainsi la texture de l'AlN [127]. Cette couche tampon peut également être déposée sous l'électrode pour améliorer la texture de celle-ci et par voie de conséquence, et d'après ce qu'on vient de voir, celle de l'AlN. Une couche tampon de Ti de 15 nm permet d'améliorer la texture de l'électrode [128].

c) La puissance DC

La puissance appliquée à la cathode est l'un des principaux paramètres pour optimiser les dépôts d'AlN par pulvérisation cathodique. On peut noter que les puissances n'ont qu'une valeur arbitraire en raison des différents types de générateurs (DC, RF, DC pulsé) utilisés, et de la surface des cibles. On peut alors parler de densité de puissance. Donc, à puissance égale, les conditions de croissance ne sont pas nécessairement les mêmes. On retiendra la tendance au lieu des valeurs.

Pour bon nombre d'auteurs [100, 129-131], une puissance élevée favorise l'orientation (001) de l'AlN. Cependant, selon Cheng et al. [132], une puissance élevée favorise plutôt l'orientation des pans {101}. Ce dernier considère que la vitesse de croissance des plans, plus élevée pour les plans {101} que pour les plans {001}, favorise la croissance des premiers. Lorsque la puissance augmente, la vitesse de dépôts augmente. Cheng et al. considèrent que les adatoms ont moins de temps pour se réarranger dans des configurations à faible énergie (c'est-

à-dire les plans compacts {002}) avant que la couche suivante ne soit déposée. La croissance de l'AlN orienté selon les plans {101} est ainsi favorisée.

Cependant, Xu et al. [100] (Figure 35) ont montré qu'à une trop forte puissance, plusieurs orientations de l'AlN apparaissent (Selon les plans {101}, {002} et {100}) ainsi que certaines orientations de l'aluminium. La présence de pics d'aluminium est due à des atomes d'aluminium qui se sont directement déposés sur le substrat.

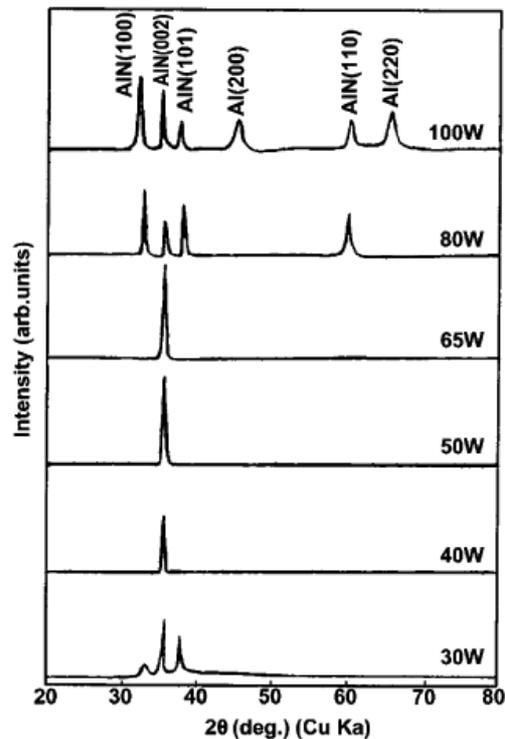


Figure 35 : Evolution des diagrammes de diffraction X de couches d'AlN en fonction de la puissance appliquée [100].

Il semble que d'une manière générale, une trop forte puissance détériore l'orientation préférentielle selon les plans {002} de l'AlN. Il existe une puissance pour laquelle cette orientation sera favorisée en terme de FWHM [123], ou en terme d'intensité mais pas en terme de FWHM [133]. Contrairement à Cheng et al., Chiu et al. [123] considèrent qu'augmenter la puissance augmente la vitesse de dépôt mais aussi l'énergie des adatoms ce qui conduit à une augmentation de la probabilité de se déposer dans les sites correspondant aux plans denses {002}. Lorsque la puissance est trop forte, on rejoint le raisonnement de Cheng et al. où les adatoms n'ont pas le temps de s'arranger de manière préférentielle conduisant à d'autres orientations, en plus de l'orientation selon les plans {002}.

Les différents travaux rappelés dans ce paragraphe montrent que la puissance doit être choisie de manière adéquate. On retiendra cependant que l'orientation $\{002\}$ -AlN est favorisée pour des puissances relativement élevées.

d) La pression

La pression totale dans l'enceinte est un des autres paramètres à régler car il influence, comme la puissance, l'orientation des films. Une pression trop faible entraîne un plasma instable, avec un film peu ou pas cristallisé. Une pression trop importante et les ions perdent trop d'énergie à cause de multiples collisions et conduit à une faible orientation [134]. Entre les deux, une pression relativement faible favorise l'orientation selon les plans $\{001\}$ tandis qu'une pression relativement élevée favorise l'orientation selon les plans $\{100\}$ (Figure 36) comme l'attestent de nombreux auteurs sur ce point [100, 129, 131, 132, 135, 136].

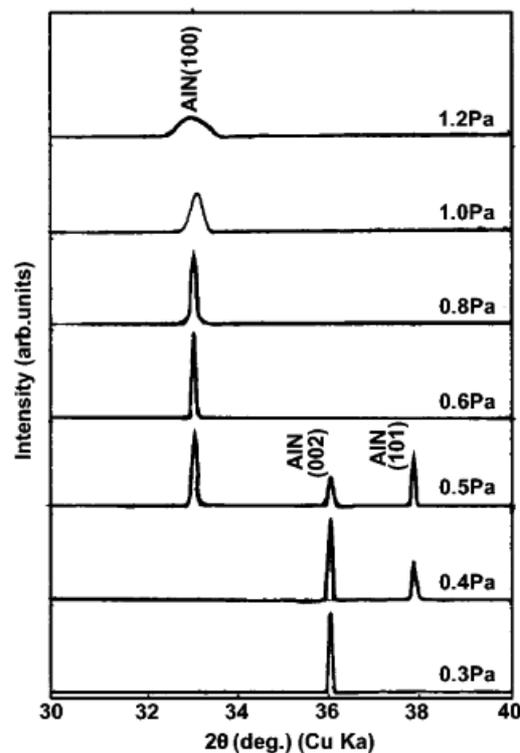


Figure 36 : Evolution des diagrammes de diffraction X des couches d'AlN en fonction de la pression de travail [100].

L'orientation de l'AlN en fonction de la pression peut s'expliquer par le libre parcours moyen des particules lors du dépôt des films minces. Si la pression est élevée, il y a un grand nombre de particules dans l'enceinte et le libre parcours moyen est faible. Inversement, si la pression est faible, il y a un petit nombre de particules dans l'enceinte et le libre parcours moyen est

augmenté. Lorsque le libre parcours moyen est supérieur à la distance cible-substrat, la plupart des particules parviennent jusqu'au substrat sans collision et l'énergie des particules pulvérisées est grande ce qui est bénéfique pour la liaison B_2 (I.C.2.a)), la vitesse de formation des plans $\{001\}$ est supérieure à celle des plans $\{100\}$ et l'orientation selon les plans $\{001\}$ de l'AlN est favorisée. Lorsque le libre parcours moyen est inférieur à la distance cible-substrat, la plupart des particules ont des collisions entre elles avant d'atteindre le substrat, donc, l'énergie des particules diminue ou ces particules forment des agrégats d'AlN. Dans ce cas la vitesse de formation des plans $\{100\}$ est supérieure à celle des plans $\{001\}$ et l'orientation selon les plans $\{100\}$ de l'AlN est favorisée [100].

La figure suivante (Figure 37) montre l'influence de la distance cible-substrat et de la pression de travail sur l'orientation préférentielle de l'AlN. Cette figure est en accord avec les explications précédentes.

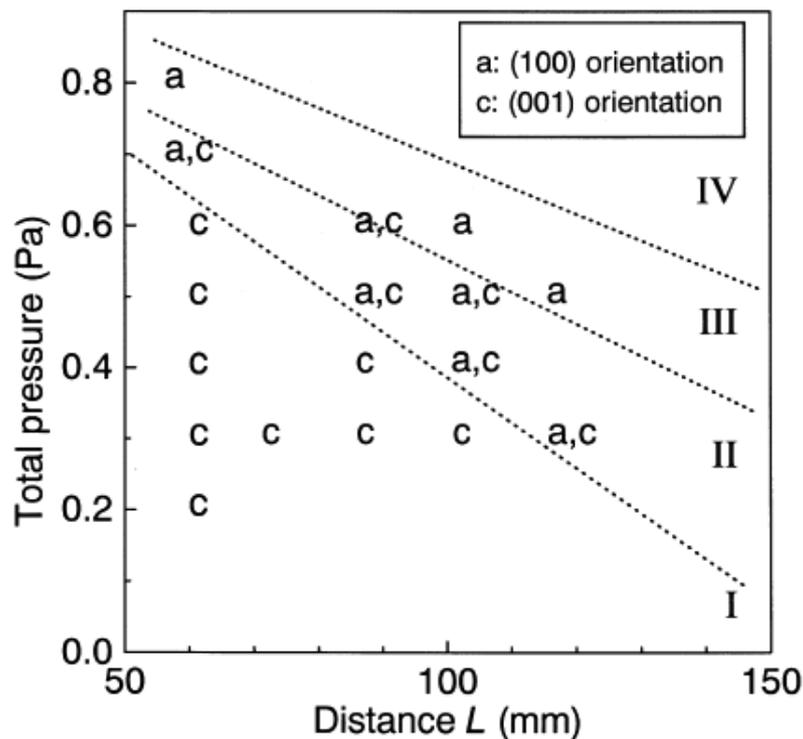


Figure 37 : Orientation préférentielle des couches d'AlN en fonction de la pression de travail et de la distance cible-substrat [131].

Il faut noter également que la pression influence les contraintes internes du matériau déposé. Suivant la pression, elles seront en compression ou en tension [137]. Les contraintes internes sont donc délicates à contrôler par la pression car elle influence aussi, à la fois l'orientation des

films comme on vient de le voir, et l'uniformité des dépôts [49], ce qui est une donnée importante pour la mise en place d'un procédé de fabrication industriel.

e) La température

En ce qui concerne l'influence de la température sur l'orientation cristalline de l'AlN, les auteurs ne sont pas tous d'accord. Pour certains, une température élevée permet d'obtenir une couche de meilleure qualité cristalline orientée selon les plans {001} [58, 102, 123, 138, 139]. Cependant, une température trop importante semble favoriser l'orientation selon les plans {100} [99, 134] ou en tout cas diminuer fortement l'orientation selon les plans {001} dans le cas d'une sous-couche en aluminium [117]. L'orientation selon les plans {100} est majoritaire pour pratiquement toutes les températures sous certaines conditions pour Cheng et al. [132]. Pour Oliveira et al., l'orientation cristallographique ne dépend même pas de la température [140].

Medjani et al. [99] observent que l'orientation cristalline de l'AlN est majoritaire selon les plans {001} à basse température pour basculer selon les plans {100} à plus haute température et est finalement à la fois selon les plans {001} et {100} à très haute température. Le raisonnement avancé pour expliquer le changement d'orientation à haute température est basé encore une fois sur la nature des liaisons dans la structure cristalline de l'AlN. A basse température, il y a nucléation principalement dans les plans {100} ou {001}. Si la mobilité d'un atome adsorbé dans un plan (001) est plus petite que celle dans un plan (100), c'est-à-dire si un atome est plus stable dans un plan (001), la croissance des cristallites orientées (001) sera plus rapide que celle en (100) et conduira au dépôt du film orienté préférentiellement selon les plans {001}. Lorsqu'on augmente la température du substrat jusqu'à 400°C, sous certaines conditions, l'orientation selon les plans {100} est prédominante. Si on considère la nature des liaisons B_2 et B_1 , celle de B_2 est plus fragile que celle de B_1 , qui peut donc être plus facilement brisée à haute température. Ceci mène à la diminution de la vitesse de croissance des plans {001}. La croissance des plans {100} devient plus importante que celle des plans {001}, le film aura alors une orientation selon les plans {100} préférentielle. A 800 °C, les deux types de liaisons, B_1 et B_2 , peuvent être facilement brisées. On observe alors les deux types de croissance, selon les plans {100} et {001}.

On retiendra que pour la majorité des auteurs, la température est un paramètre influençant sur l'orientation cristalline de l'AlN et la qualité de celle-ci.

f) Le rapport azote argon

C'est un taux délicat à fixer car il peut modifier l'orientation des films déposés [131, 132, 141]. Un taux trop faible et le dépôt sera métallique [115]. Un taux trop élevé peut empoisonner la cible en mode DC (I.A.1.b)). On retrouve l'influence de la distance cible-substrat sur la suivante (Figure 38), conformément au raisonnement énoncé pour la pression.

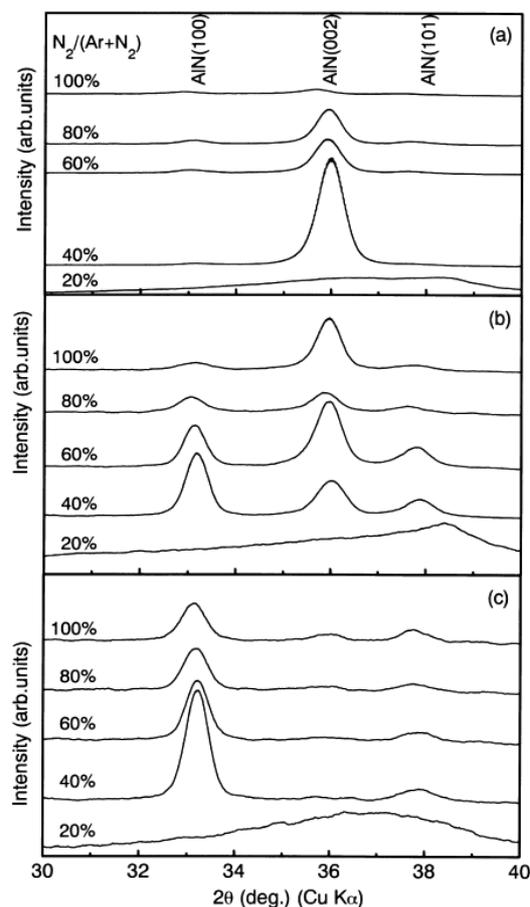


Figure 38 : Orientation préférentielle des couches d'AlN en fonction de la concentration en azote et de la distance cible-substrat [131] : a) 60 mm ; b) 90 mm ; c) 120 mm.

Cependant, certains travaux ont montré que le taux d'azote n'a pas d'influence sur l'orientation de l'AlN obtenu, dans une gamme allant de 25 à 100% en azote [20, 103, 129]. De plus, il faut un taux suffisamment élevé pour obtenir des dépôts stœchiométriques [115] (Figure 39).

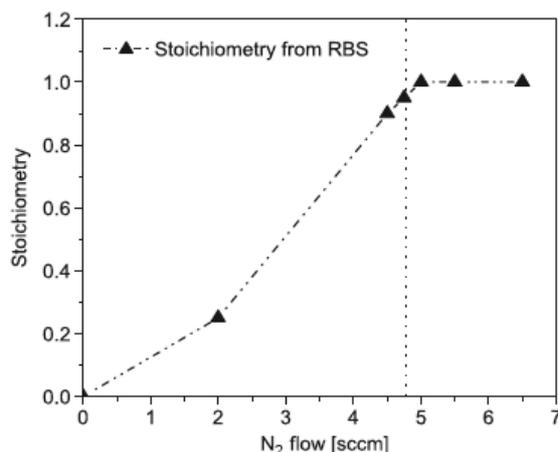


Figure 39 : Stœchiométrie de l'AlN_x en fonction du débit d'azote [115].

Par ailleurs, la vitesse de dépôt sera plus faible en présence d'azote car le taux de pulvérisation de l'azote est beaucoup plus faible que celui de l'argon en raison de sa masse plus faible [115, 141, 142]. Il y a donc un compromis à faire entre la nature du composé déposé et la vitesse de dépôt. Un dépôt trop lent sera incompatible avec les contraintes industrielles d'une part, et non viable pour le procédé d'autre part (coût plus élevé, délais plus longs, temps de machine trop élevé bloquant les autres procédés). Pour Cheng et al., la vitesse de dépôt augmente avec le taux d'azote avant de diminuer pour les plus hauts taux, en justifiant la faible vitesse de dépôt à faible taux d'azote par la rétrodiffusion d'atomes d'argon venant de la cible qui ne participent pas au dépôt [141].

Un autre paramètre à prendre en compte dans le réglage du taux d'azote dans une enceinte de pulvérisation cathodique est la couverture totale de la cible par un matériau isolant, ce qu'on appelle le mode « poison » (« poisoning effect » ou « poison mode »), et qui peut conduire à la création d'arc dans l'enceinte de dépôt [112, 116]. Cet effet est appréhendé par la mesure de la tension de décharge en fonction du taux d'azote dans le mélange gazeux azote-argon. Lorsque le gaz est de l'oxygène à la place de l'argon, un cycle d'hystérésis est souvent observé [112, 143] ce qui ne semble pas systématique dans le cas de l'utilisation de l'azote [115, 143]. Il faut donc vérifier ce comportement afin évidemment d'ajuster au mieux le taux d'azote entre un dépôt métallique si le milieu est trop pauvre en azote et l'empoisonnement de la cible jusqu'à la présence d'arcs si le mélange gazeux est trop riche en azote. On peut observer sur la figure suivante (Figure 40) un cycle d'hystérésis lors de la mesure de la tension de décharge en fonction du taux d'azote. La tension diminue progressivement à mesure que le taux d'azote augmente pour chuter brutalement lorsque la cible est totalement recouverte par de l'AlN. La diminution de l'azote provoque la pulvérisation progressive de l'AlN venant de la cible, ce qui

se manifeste par l'augmentation de la tension de décharge jusqu'à ce que cette dernière augmente brutalement lorsque la surface de la cible redevient conductrice. Felmetsger et al. [116] ont choisi un point de fonctionnement sur le retour de l'hystérésis considérant que le taux d'azote est suffisant pour avoir un dépôt d'AlN dans des proportions stœchiométriques sans empoisonner la cible, parce que les dépôts sont stables à ce taux.

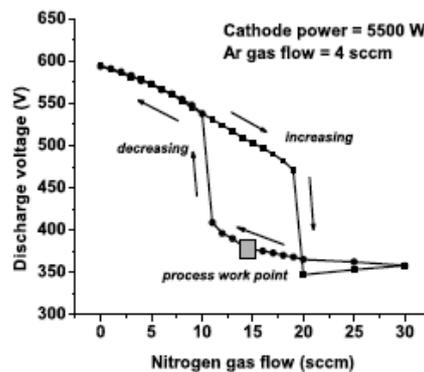


Figure 40 : tension de décharge en fonction du débit d'azote pour un dépôt en mode AC¹ [116].

En tout état de cause, les différents travaux qui montrent l'influence du taux d'azote sur les dépôts d'AlN prouvent que ce paramètre devra être choisi avec précaution lors du dépôt de l'AlN. Dans un premier temps, il devra être choisi pour cerner la gamme de fonctionnement et de stabilité de la machine de dépôt et, seulement dans un deuxième temps, choisi pour contrôler l'orientation de l'AlN si les autres paramètres (puissance, température, pression) ne suffisent pas.

g) Les autres paramètres

De nombreux autres paramètres influencent la qualité et l'orientation des films d'AlN, mais ils ne sont pas détaillés ici car ce sont des paramètres fixes sur la machine de dépôt utilisée pour ce travail, ou inexistantes.

La distance cible-substrat par exemple, influence l'orientation et la qualité cristalline de l'AlN [100, 123, 129, 131, 136]. Cela a déjà été discuté indirectement dans les paragraphes précédents au sujet de la pression et du libre parcours moyen. A pression fixée, une faible distance privilégie l'orientation selon les plans {001} de l'AlN, une plus grande distance favorise l'orientation selon les plans {100}. Cette distance est fixée à 2 pouces (5,08 cm). Au

¹ Alternative Current

regard des valeurs données sur les figures précédentes, on suppose que c'est une valeur courte et donc qu'il sera plus aisé d'obtenir l'orientation selon les plans {001}, recherchée pour ce projet.

La polarisation du substrat (« bias sputtering ») est également un paramètre qui a une importance pour l'AlN. Elle permet de contrôler à la fois l'orientation des cristallites et leur qualité. Elle permet également de contrôler la valeur et le signe des contraintes internes [37, 99, 137, 142]. Malheureusement, c'est un système dont on ne dispose pas sur la machine utilisée à NXP CCdN. 50 000 € aurait été nécessaire pour ajouter la polarisation, ce qui n'était pas justifié compte tenu de l'avancement du projet sachant qu'une autre machine aurait probablement été utilisée dans le cas de l'industrialisation et de la commercialisation des résonateurs TFEAR.

D'après l'étude qui vient d'être faite, la croissance des films d'AlN orienté selon les plans {002} est délicate à optimiser à cause des nombreux paramètres qui influencent la qualité des films déposés. Nous venons de montrer en effet que cette optimisation implique de choisir de manière adéquate, non seulement les paramètres de dépôts de l'AlN, mais également la nature de la sous-couche, sa rugosité mais également ses propres paramètres de dépôt. Devant le nombre limité de paramètres ajustables sur la machine de dépôt utilisée à NXP CCdN, la qualité cristalline que nous pourrions obtenir sera donc limitée. De plus, les figures exposées dans cette partie montrent que certains des paramètres d'élaboration des films d'AlN sont corrélés. L'optimisation de leur qualité cristalline devrait donc faire partie d'un plan d'expérience ou chaque paramètre évolue simultanément à un autre (Figure 38 par exemple). Les nombreux dépôts que cette démarche nécessite, impliquent un temps d'exploration des paramètres (dépôts et caractérisations) important. Nous rappelons toutefois que l'AlN s'inscrit dans un projet d'élaboration de résonateurs à visée industrielle. Les décisions qui doivent être prises pour l'optimisation de celui-ci devront donc tenir compte également des contraintes industrielles, c'est-à-dire que le temps alloué à l'optimisation est limité puisque nous devons évoluer au sein d'autres projets de développement et surtout, nous devons évoluer au sein de la production, prioritaire devant les projets de développement. En conséquence, il a été possible pour l'électrode inférieure, compte tenu de l'expérience du site dans les dépôts de métaux et en particulier ceux à base d'aluminium, de faire un plan d'expérience portant sur plus d'une vingtaine d'échantillons en faisant varier 3 paramètres de dépôt (la puissance, la température, la pression). Par contre, ceci n'a pas été le cas pour la croissance des films d'AlN et le nombre

total d'essais a été limité à une dizaine. Par conséquent seules quelques tendances, des paramètres de dépôt sur la qualité cristalline des films d'AlN, ont pu être déduites. Le caractère industriel de la machine a fortement limité l'évolution du bâti servant aux dépôts car celui-ci est qualifié pour la production. Il a été possible néanmoins d'ajouter une ligne d'azote, condition sine qua non des dépôts d'AlN à NXP CCdN. Le travail consistant à optimiser la qualité cristalline est présenté dans un paragraphe ultérieur.

B. Techniques de caractérisation expérimentales

Les principales méthodes et techniques expérimentales utilisées pour caractériser les propriétés structurales et physiques des films minces élaborés tout au long de ce travail de thèse sont exposées dans ce paragraphe.

1. Analyses cristallographiques

La diffraction des rayons X (XRD¹) permet une analyse en volume de l'orientation cristalline de matériaux tels que les films minces élaborés par PVD. Cette technique, qui est en général non destructive pour des films minces élaborées sur des échantillons de taille avoisinant 1 cm², est en revanche considérée comme destructive pour les échantillons élaborés à NXP CCdN car les plaques de 6 pouces de diamètre sont à caractériser sur des supports inférieurs à 2 cm². Ceci est important car toutes les plaques qui doivent être caractérisées par XRD sont inmanquablement éliminées du procédé de fabrication des TFEAR.

a) La loi de Bragg

La structure cristalline est un arrangement périodique d'atomes. Ceux-ci forment des familles de plans (hkl) séparés par une distance appelée d_{hkl} . L'angle d'incidence (θ) du faisceau de rayons X diffracté est caractéristique de d_{hkl} (Figure 41). Quand la différence de marche entre les rayons incidents et les rayons diffractés par les atomes est égale à un nombre entier (n) de fois la longueur d'onde (λ), il y a interférence constructive. La loi de Bragg réunit ces différents facteurs de la manière suivante :

$$n \cdot \lambda = 2d_{hkl} \cdot \sin(\theta)$$

¹ X-Ray Diffraction

Où :

n est l'ordre de la réflexion

λ est la longueur d'onde des rayons X incidents (nm)

d_{hkl} est la distance entre deux plans hkl (nm)

θ est l'angle des rayons incidents ($^{\circ}$)

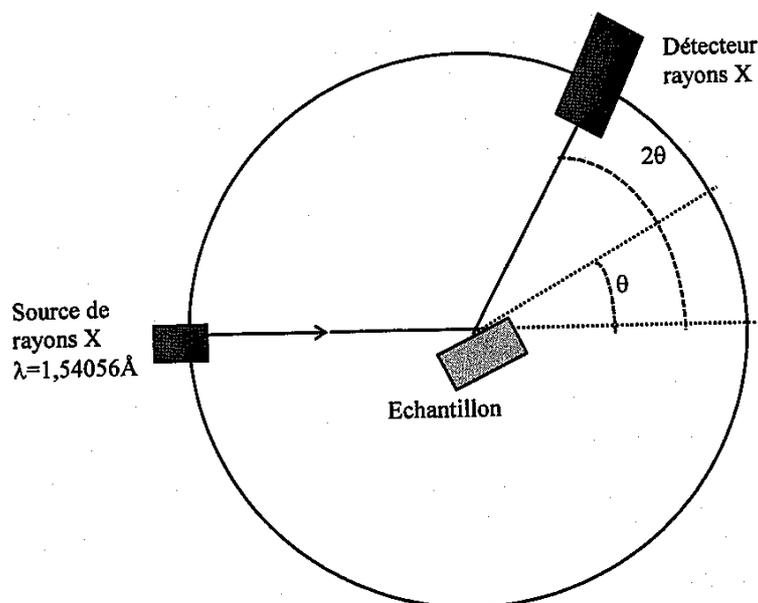


Figure 41: Schéma de principe de la XRD en mode θ - 2θ avec la géométrie Bragg-Brentano.

b) Le diffractomètre Seifert XRD 3000

La longueur d'onde utilisée est celle de la raie $K_{\alpha 1}$ du cuivre qui vaut $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$. Il existe plusieurs modes d'utilisation d'un diffractomètre. Dans le cas du mode θ - 2θ , on observe la présence de phases cristallines au sein de l'échantillon en fonction de l'angle de diffraction, uniquement pour les plans parallèles au plan de l'échantillon. Le porte-échantillon se déplace d'un angle θ alors que le détecteur se déplace d'un angle 2θ . Le résultat est un diagramme représentant l'intensité diffractée en fonction de l'angle θ , ou plutôt 2θ dans les faits (Figure 42). Les pics obtenus sont caractéristiques des phases cristallines présentes dans l'échantillon. Plus l'intensité est élevée, plus le nombre de cristallites orientées (hkl) est élevé.

Un autre mode est le balayage en ω (Ω ou θ) ou mode « rocking-curve ». On place le détecteur à une valeur 2θ constante correspondante à l'angle d'un pic de diffraction de l'échantillon. Le balayage en ω permet alors de mesurer la dispersion angulaire selon l'axe de croissance. On obtient une courbe d'intensité en fonction de l'angle d'incidence Ω (Figure 42). La

caractéristique mesurée est la largeur à mi-hauteur (FWHM¹). Dans la suite de ce travail, on énoncera toujours FWHM pour désigner la largeur à mi-hauteur en mode rocking-curve. Plus la FWHM est fine, plus les cristallites sont « bien » orientées selon une orientation (hkl).

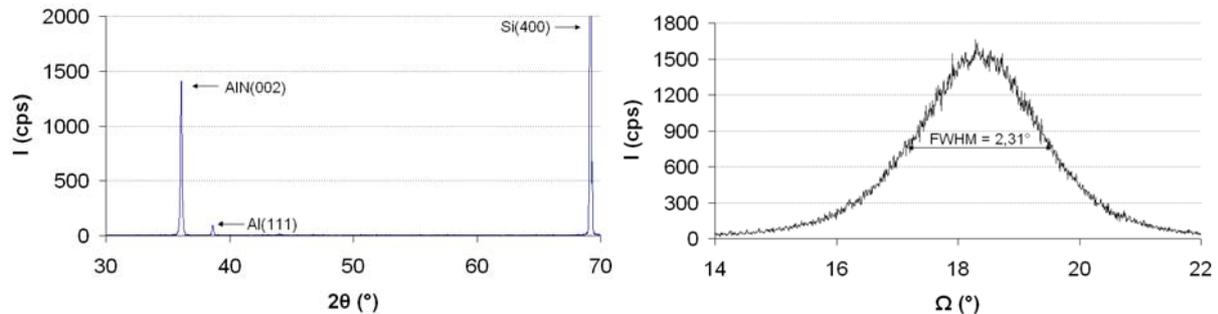


Figure 42 : Exemple de diffractogramme en mode 2θ (à gauche) et en mode ω (à droite) de mesures faites sur des couches d'AlN avec le diffractomètre Seifert XRD 3000.

La figure suivante (Figure 43) présente le diffractomètre Seifert qui a servi à caractériser tous les films déposés à NXP CCdN. C'est un appareil de mesure du CRISMAT qui permet une caractérisation rapide et systématique des couches minces polycristallines.

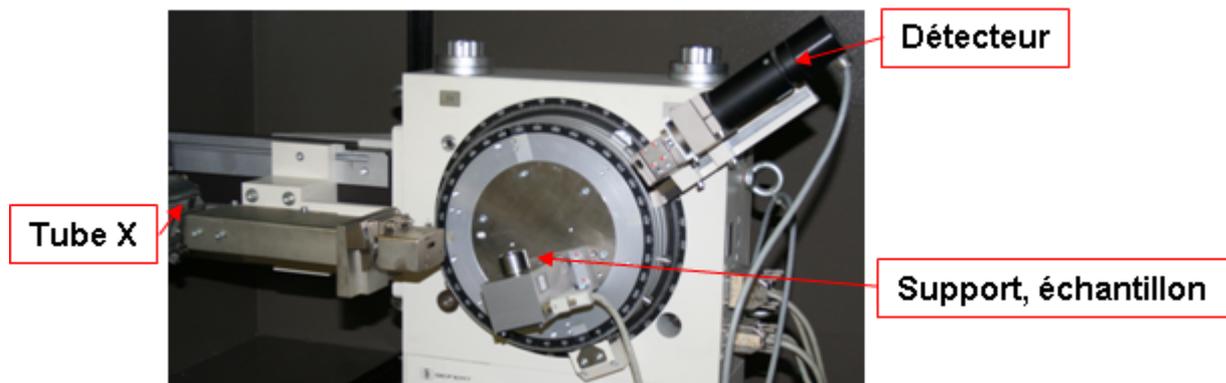


Figure 43 : Diffractomètre Seifert XRD 3000

c) Le diffractomètre INEL

Certains échantillons, présentant des résultats remarquables en termes d'intensité et de FWHM déduites des mesures faites avec le diffractomètre Seifert, ont été caractérisés plus précisément avec le diffractomètre INEL muni d'un goniomètre 4-cercles Huber et d'un détecteur CPS-INEL (Figure 44).

¹ Full Width at Half Maximum

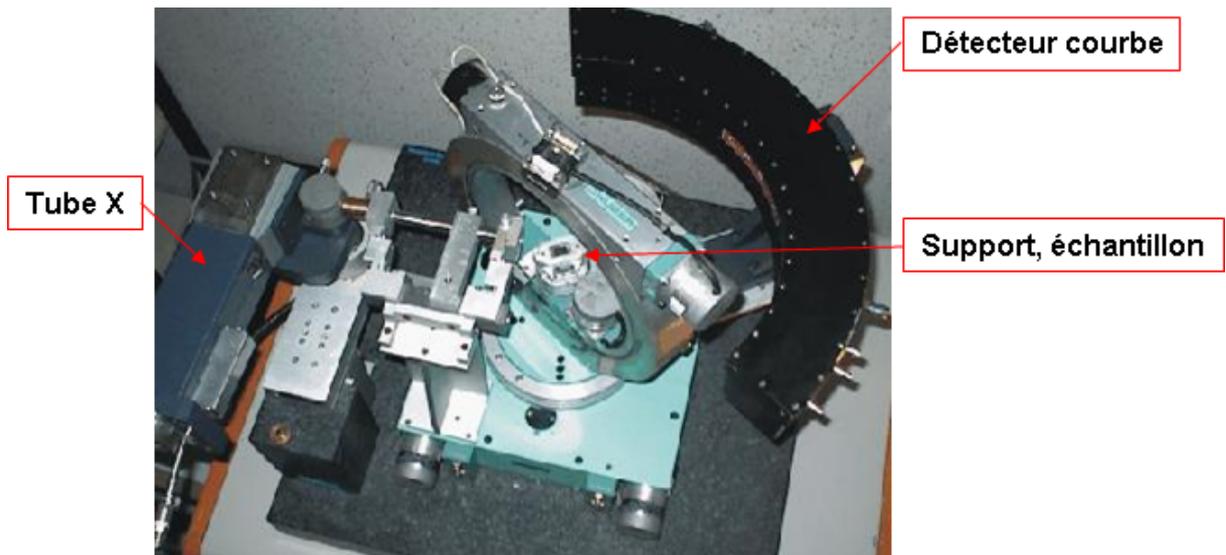


Figure 44 : Diffractomètre INEL couplé à un détecteur courbe CPS-INEL

Cet appareil, couplé au logiciel MAUD¹ [144], permet de caractériser totalement un échantillon polycristallin tel que ceux élaborés par pulvérisation cathodique. En effet, en plus des degrés de liberté Ω (ou ω) et 2θ du diffractomètre Seifert, celui-ci possède en plus les degrés de liberté χ et φ d'où l'appellation 4 cercles pour les 4 degrés de libertés (Figure 45).

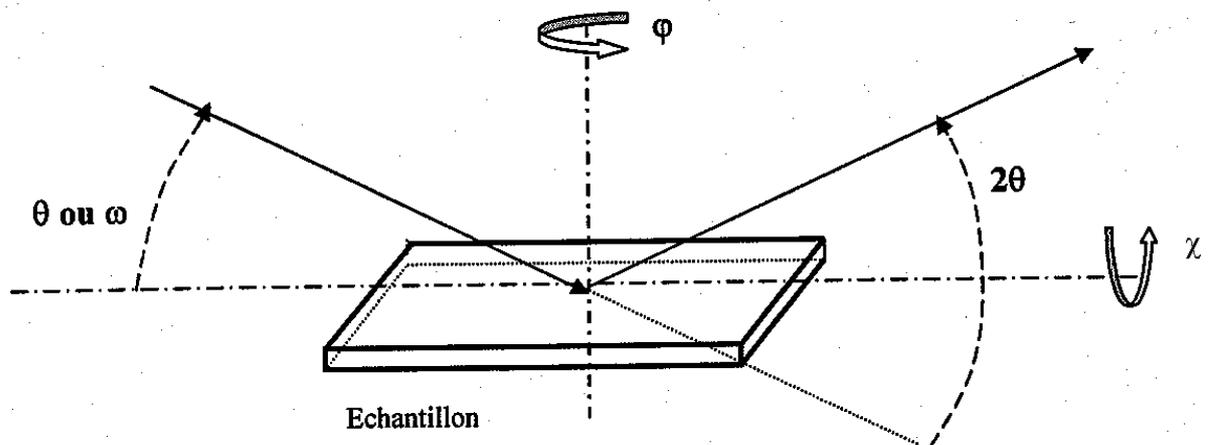


Figure 45 : Les différents angles significatifs dans la configuration 4 cercles.

Le diffractomètre INEL permet, grâce à son détecteur courbe, de mesurer instantanément un spectre θ - 2θ pour une position (χ, φ) donnée (Figure 46).

¹ Material Analysis Using Diffraction

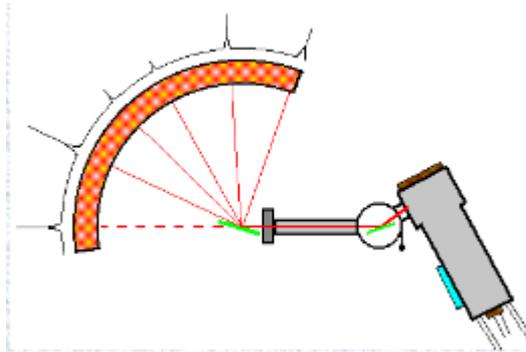


Figure 46 : Schéma du diffractomètre à détecteur courbe

Le logiciel MAUD permet d'extraire des mesures XRD des grandeurs physiques comme le degré de texturation des films minces pour chaque orientation, les paramètres de maille, les contraintes mécaniques résiduelles, ainsi que la taille des grains au moyen de l'analyse combinée. C'est une technique qui permet de calculer les Fonctions de Distribution des Orientations (ODF) des cristallites par itérations successives. La texture représente la répartition des cristallites dans un matériau polycristallin. Une ODF représente la densité de distribution d'orientation des orientations cristallines. Elle s'exprime en m.r.d. (multiple of random distribution) et peut prendre des valeurs entre 0 et l'infini :

- Si $ODF = 0$ m.r.d, le matériau ne représente pas de cristallite orienté dans la zone observée.
- Si $ODF = 1$ m.r.d, le matériau est composé de cristallites orientés aléatoirement (cas d'une poudre).
- Si ODF tend vers l'infini, le matériau est composé de cristallites qui sont tous orientés exactement dans la même orientation.

Le degré de texturation sera représenté sous forme de figure de pôles, en fonction des angles entre les cristallites et l'échantillon. Une figure de pôles constitue la mesure de la distribution des normales aux plans (hkl) dans le repère de l'échantillon. Les figures de pôles pour les couches d'aluminium et d'AlN ont été mesurées par rotation de 360° autour de la normale à l'échantillon (par pas de 5°) autour de φ . Pour chaque cercle concentrique, elles ont été mesurées (par pas de $2,5^\circ$) pour l'angle χ entre 0 et 55° . La technique d'analyse de texture avec le logiciel MAUD est détaillée dans la thèse de Eric Derniaux [145].

Dans le cadre de notre travail, il s'agit de réaliser des films minces d'AlN orientés selon les plans $\{002\}$ et d'optimiser cette orientation (intensité la plus haute, FWHM la plus petite) en jouant sur les paramètres de dépôt de la machine de pulvérisation cathodique présentée au

paragraphe précédent. C'est à cette condition que les coefficients piézoélectriques seront les plus élevés, donc, le facteur de qualité, et donc, les performances des résonateurs TFEAR.

2. Mesures de la permittivité $\epsilon_{33,f}$

Au début du projet, les valeurs théoriques des coefficients diélectriques et piézoélectriques (Annexe 2) de l'AlN ont été utilisées pour simuler le comportement électromécanique des résonateurs TFEAR (I.B.2.), à défaut de pouvoir utiliser les valeurs mesurées sur les couches élaborées à NXP CCdN. Le travail de simulation a été effectué par Olivier Mareschal, au cours de sa thèse sur la simulation et les caractérisations électriques des résonateurs TFEAR [146]. Néanmoins, par la suite, pour caractériser les résonateurs, les coefficients ϵ_{33} et d_{33} ont pu être mesurés. De plus, corrélées aux caractérisations des films par XRD, Microscope Electronique en Transmission (TEM), Microscope Electronique à Balayage (MEB), et Microscope à Force Atomique (AFM), ces valeurs permettent de mieux décrire les couches élaborées à NXP CCdN.

La permittivité ϵ_{33}^T est une première valeur caractéristique de la qualité des films obtenus. On n'a pas accès directement à la valeur de ce coefficient lors des mesures, mais au coefficient effectif $\epsilon_{33,f}$. Le film est en effet rigidement lié au substrat de telle sorte que le seul degré de liberté est suivant 3 (perpendiculaire au plan du support). Selon la relation ci-dessous et les valeurs prises dans l'annexe 2, la valeur maximale théorique pour le $\epsilon_{33,f}$ est de 10,2 environ. Cette mesure peut être une mesure indirecte de la valeur du coefficient d_{31} .

$$\epsilon_{33,f} = \epsilon_{33}^T - 2 \frac{d_{31}^2}{s_{11}^E + s_{12}^E} \quad (\text{Annexe 3})$$

On peut voir sur la figure suivante (Figure 47) la zone de mesure des capacités dans un PCM, qui nous permettent de déduire les valeurs de permittivité. Cette zone est une couche d'AlN prise entre deux électrodes d'AlSiCu (Figure 48) sur laquelle s'effectuent les mesures à l'aide d'un banc de mesures sous pointes et d'un LCRmètre.

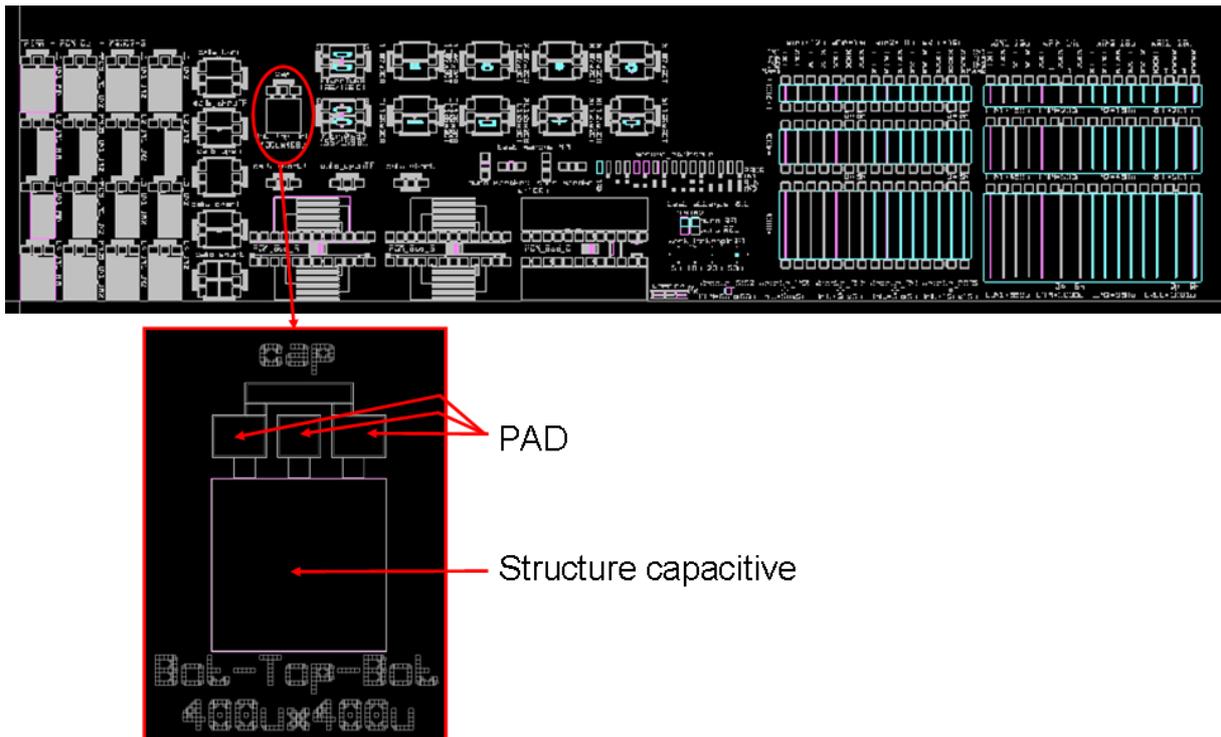


Figure 47 : Dessin technique représentant la zone de mesures de la permittivité $\epsilon_{33,f}$ dans un PCM¹.

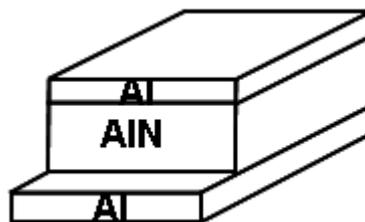


Figure 48 : Structure capacitive pour la mesure de la permittivité $\epsilon_{33,f}$.

3. Mesure du coefficient piézoélectrique $d_{33,f}$

Le coefficient d_{33} , même s'il ne participe pas directement à la résonance des résonateurs TFEAR (rappelons en effet que c'est le coefficient d_{31} qui importe), permet d'avoir assez rapidement une idée de la qualité du résonateur que l'on peut obtenir pour deux raisons :

- La mesure de ce coefficient est plus rapide et plus simple que celle du coefficient d_{31} .
- Sa valeur permet d'estimer grossièrement celle du d_{31} , ou tout au moins permet de pouvoir comparer les échantillons les uns aux autres. En effet, selon Berlincourt et al. [66], on peut considérer que :

$$-\frac{d_{33}}{d_{31}} \approx 2$$

¹ Process Control Measurement (Chapitre III)

C'est une relation utilisée quelquefois [82, 147]. Cependant, ce rapport est strictement supérieur à 2 pour Tsubouchi et al. [85], et Bernardini et al. [148].

En pratique, comme pour la permittivité dans le paragraphe précédent, on n'a pas accès directement au coefficient d_{33} mais au coefficient effectif $d_{33,f}$ [149]. Selon la relation ci-dessous et les valeurs prise dans l'annexe 2, la valeur maximale théorique pour le $d_{33,f}$ est de $3,93 \text{ pm.V}^{-1}$.

$$d_{33,f} = d_{33} - 2 \frac{s_{13}^E}{s_{11}^E + s_{12}^E} d_{31} \quad (\text{Annexe 3})$$

Les mesures du coefficient piézoélectrique $d_{33,f}$ ont été effectuées dans 2 laboratoires. Celles sur plaque processée ont été effectuées à l'ESIEE sans préparation particulière. L'outil utilisé est un vibromètre laser à effet Doppler. La structure est excitée par une tension (V_0) d'amplitude 0,1 à 3 V à une fréquence de 150 kHz. La mesure consiste à relever l'amplitude de vibration de la poutre (u_3) et permet ainsi de déterminer $d_{33,f}$ au moyen de la relation suivante :

$$u_3 = d_{33,f} V_0 \quad (\text{Annexe 3})$$

On peut voir sur la figure suivante (Figure 49) la zone de mesure des coefficients $d_{33,f}$ dans un PCM. Cette zone est une poutre d'AlN prise entre deux électrodes d'AlSiCu.

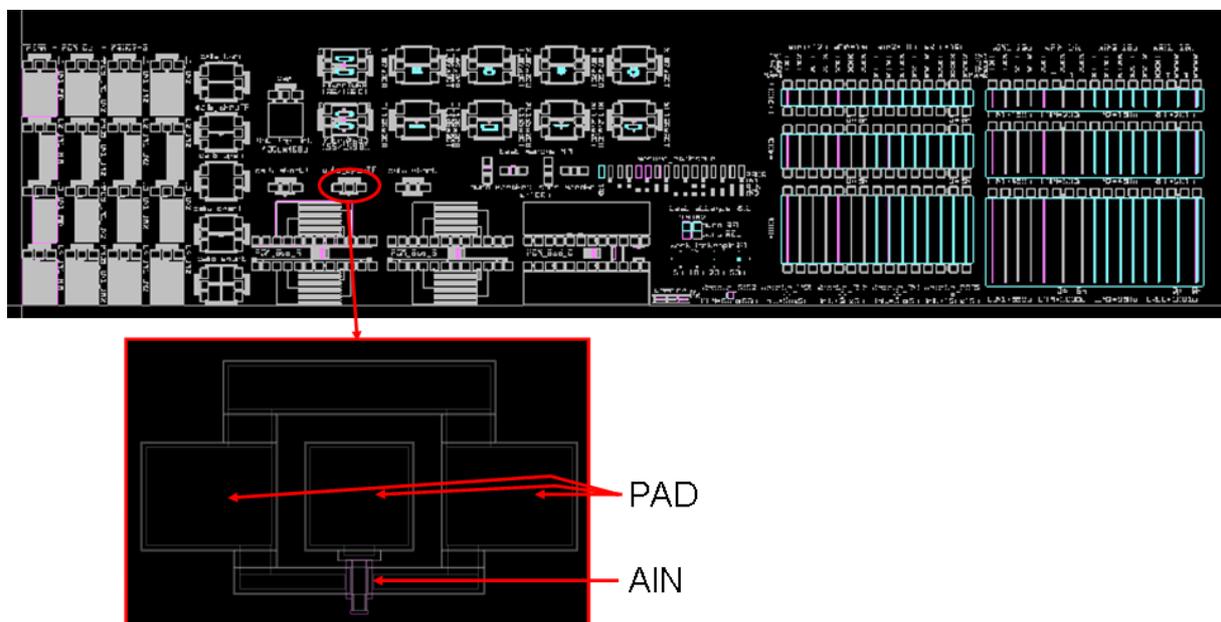


Figure 49 : Zone de mesures du coefficient $d_{33,f}$ dans un PCM.

Les mesures du coefficient piézoélectrique $d_{33,f}$ sur échantillon « pleine plaque » ont été réalisées à l'IEMN¹ (UMR 8520 - Université Lille 1) à Villeneuve d'Ascq par l'équipe du professeur Denis Remiens. La méthode utilisée est décrite dans la thèse de R.Herdier [150] et nécessite le dépôt d'une électrode supérieure. Le principe utilisé est le même que pour les mesures faites à l'ESIEE (tension de 1 V à une fréquence de 10 kHz, polarisation entre 0 et 35 V). Les échantillons ont nécessité une préparation au préalable. L'AlN a été partiellement gravé pour permettre l'accès à l'électrode inférieure. Cette étape a été réalisée au LaMIPS (CRISMAT).

C. Exploration des conditions de dépôts

1. Choix de la technique d'élaboration de la couche de SiO₂

On rappelle qu'une couche de SiO₂ isole le silicium du résonateur. Le SiO₂, sous l'électrode inférieure, a une épaisseur de 600 nm. Il existe 3 techniques à NXP CCdN pour élaborer cette couche : l'oxydation thermique, la PECVD² et la LPCVD³. Ces 3 techniques donnent des couches de SiO₂ de qualité différente, ce qui donne en conséquence des électrodes de qualité différentes [151]. Une couche de 600 nm de SiO₂ a donc été élaborée par ces 3 techniques sur des plaques de silicium de 6 pouces de diamètre. Une couche d'AlSiCu de 250 nm a ensuite été déposée par pulvérisation cathodique sur chacune de ces plaques puis analysée. L'épaisseur de SiO₂ a été mesurée par ellipsométrie et celle de l'AlSiCu a été mesurée par mesure de résistivité.

a) La qualité cristalline de l'AlSiCu en fonction des couches de SiO₂

La figure suivante (Figure 50) représente l'intensité et la largeur FWHM de l'AlSiCu en fonction de la nature de la sous-couche. L'oxyde thermique donne de bien meilleurs résultats que l'oxyde obtenu par PECVD et par LPCVD. C'est une première information importante qui montre que l'oxydation thermique est la technique qui devra être utilisée dans le procédé TFEAR.

¹ Institut d'Electronique, de Microélectronique, et de Nanoélectronique.

² Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition

³ Low Pressure Chemical Vapor Deposition

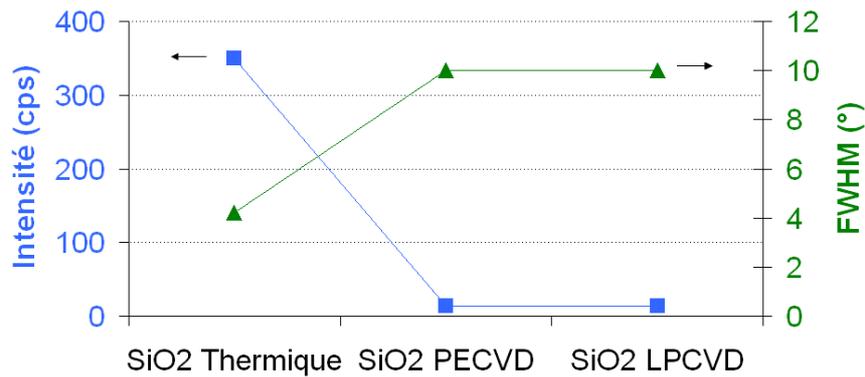


Figure 50 : Intensité et largeur FWHM de {111}-Al de l'AlSiCu en fonction de la nature de la couche de SiO₂

b) La rugosité de l'AlSiCu en fonction des couches de SiO₂

La Figure 51, représente la rugosité RMS de l'AlSiCu en fonction de la nature de la sous-couche. Nous pouvons remarquer qu'il n'y a que peu de différences entre les résultats même si l'AlSiCu déposé sur SiO₂ PECVD semble légèrement plus rugueux en accord avec [151]. L'analyse de la rugosité de l'AlSiCu en fonction de la sous-couche ne permet donc pas de distinguer les différentes couches d'AlSiCu.

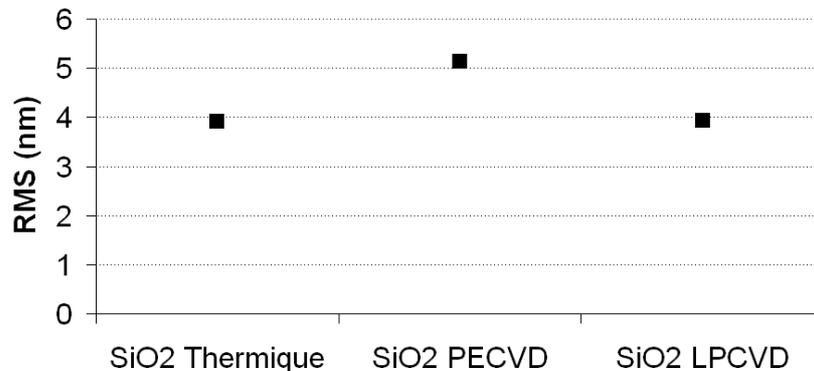


Figure 51 : Rugosité RMS de l'AlSiCu en fonction de la nature de la couche de SiO₂

c) La taille des cristallites de l'AlSiCu en fonction des couches de SiO₂

La taille des cristallites de l'AlSiCu élaboré sur les 3 types de couches de SiO₂ a été estimée pour comparer la qualité des électrodes inférieures ainsi obtenues. La méthode a consisté en la mesure approximative du nombre de cristallites sur des images réalisées au MEB (Figure 52). Les images montrent une topologie de surface uniforme pour les 3 échantillons. L'AlSiCu a été déposé à 200 °C ce qui correspond, conformément au diagramme de Thornton (II.A.2.a)), à une

topographie des zones T et 2, à savoir une surface peu rugueuse qui devient facettée à cette température.

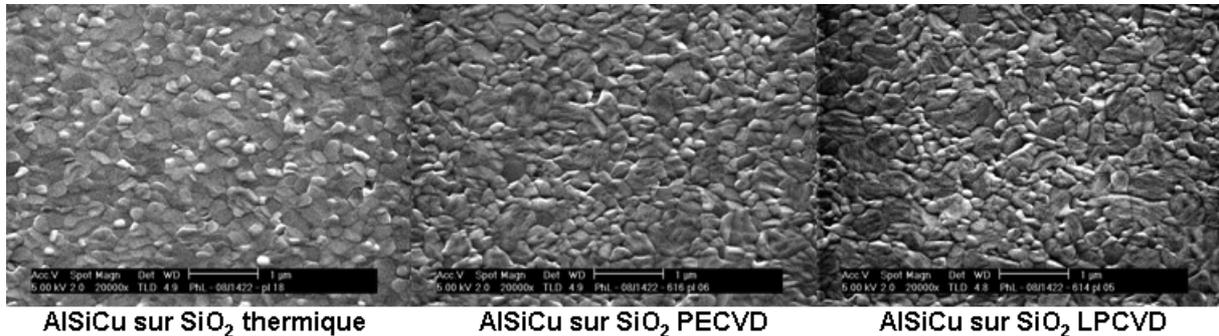


Figure 52 : Topologies de surface de couches d'AlSiCu sur différentes sous-couches de SiO₂. Images réalisées au MEB.

On remarque sur la Figure 53 une faible différence entre les 3 populations. Compte tenu des barres d'erreurs, la taille moyenne des cristallites d'AlSiCu est similaire pour les 3 types de couches de SiO₂.

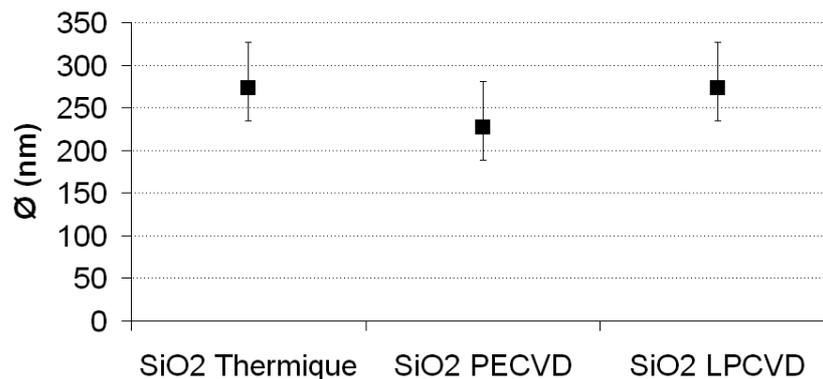


Figure 53 : Diamètre des cristallites d'AlSiCu en fonction de la nature de la couche de SiO₂.

d) Comparaison de la rugosité des couches de SiO₂

Les 2 graphes précédents (Figure 51 et Figure 53) ne permettent pas d'expliquer les résultats de diffraction par rayons X qui montrent de meilleurs résultats pour l'AlSiCu élaboré sur SiO₂ par voie thermique. Nous avons alors mesuré leur rugosité. Celle des couches de SiO₂ par voie thermique et par LPCVD est inférieure à 1 nm dans les 2 cas. Elle est cependant entre 3,5 et 4 nm pour le SiO₂ élaboré par PECVD. Ceci pourrait expliquer la différence de rugosité pour l'AlSiCu déposé par-dessus (Figure 51). Cependant, nous avons observé les différentes couches de SiO₂ au MEB (Figure 54). Ces images ne montrent pas de différences significatives

entre les 3 différentes couches de SiO₂. On peut voir en effet qu'il y a très peu de reliefs sur les 3 clichés.

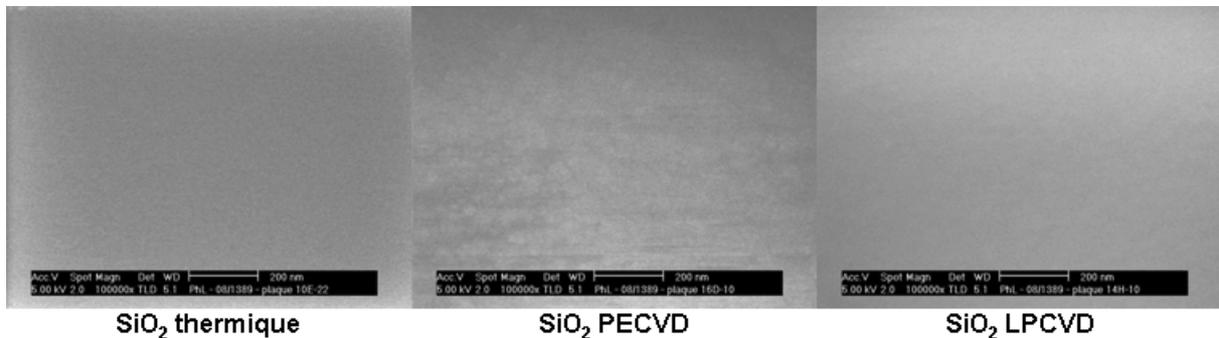


Figure 54 : Topologies de surface de sous-couches de SiO₂. Images réalisées au MEB.

Au regard des résultats, l'oxyde thermique est la technique choisie pour élaborer du SiO₂ dans le procédé TFEAR. C'est en effet par cette technique qu'on obtient les meilleurs résultats en termes de diffraction des rayons X et de rugosité. Toutefois, les analyses effectuées ne permettent pas d'expliquer la différence de comportement entre les sous-couches. Tous les résultats présentés dans la suite de ce travail concernent des films pour lesquels la sous-couche sera du SiO₂ élaboré par voie thermique.

2. Choix de l'électrode inférieure

Nous avons justifié dans le chapitre II (II.A.2)) l'utilisation de l'alliage d'aluminium AlSiCu à la place de l'aluminium pur pour les électrodes des résonateurs TFEAR, par le fait que c'est le matériau usuel pour les pistes métalliques dans les procédés standards à NXP CCdN. Cependant, nous nous devons de vérifier que la qualité cristalline de l'AlSiCu est au moins égale à celle de l'aluminium pur. Pour ce faire, nous avons élaboré des films d'AlSiCu et d'aluminium pur de 200 nm d'épaisseur dans 2 conditions de dépôt différentes et comparé les résultats. La Figure 55 présente les mesures de qualité cristalline par diffraction de rayons X. Les conditions d'élaboration, les résultats de diffraction des rayons X ainsi que la rugosité des différentes couches d'aluminium et d'AlSiCu sont résumés dans le Tableau 5. Dans tous les cas, nous pouvons constater la présence d'un pic de diffraction, correspondant à l'orientation (111) de l'aluminium. Nous remarquons que l'intensité et la largeur FWHM sont meilleures pour l'AlSiCu que pour l'aluminium pur pour des échantillons de taille similaires. Pour l'AlSiCu, l'intensité est plus élevée pour une pression de 14 mTorr que pour 3 mTorr.

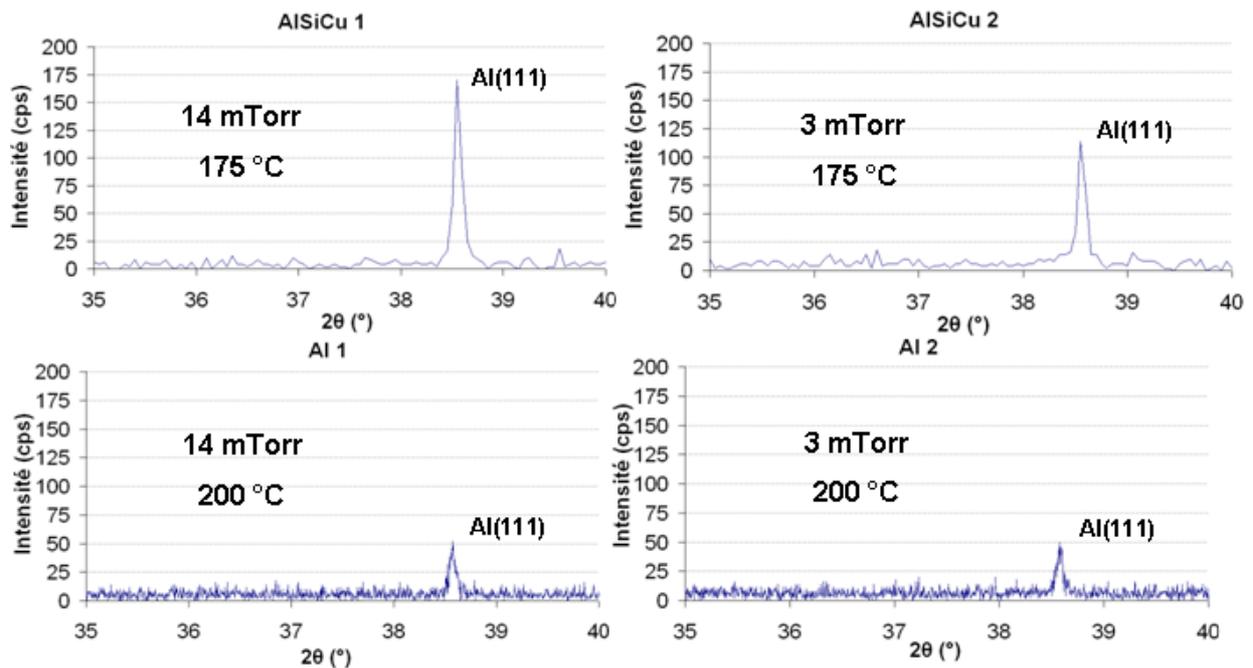


Figure 55 : Comparaison de l'intensité de {111}-Al de différentes électrodes métalliques par diffraction des rayons X (AlSiCu pour AlSiCu 1 et 2 ; aluminium pur pour Al 1 et 2)

La différence entre ces échantillons, est la température d'élaboration qui est de 175 °C pour l'AlSiCu et 200 °C pour l'aluminium pur (température d'élaboration dans le procédé de l'ESIEE). On remarque également que la rugosité de l'AlSiCu est plus faible que celle de l'aluminium pur, et plus faible à 14 mTorr qu'à 3 mTorr, contrairement à celles de l'aluminium pur.

n°	Nature de l'électrode	Puissance (kW)	Pression (mTorr)	Température (°C)	Intensité (cps)	FWHM (°)	Rugosité RMS (nm)
AlSiCu 1	AlSiCu	8	14	175	170	5.15	4.41
AlSiCu 2	AlSiCu	8	3	175	114	6.48	3.17
Al 1	Al	8	14	200	48	> 7	4.62
Al 2	Al	8	3	200	50	> 7	6.77

Tableau 5 : Comparaison de couches d'AlSiCu et d'aluminium pur

Par ailleurs, on retient que pour l'AlSiCu, une pression élevée semble favoriser l'orientation selon les plans {111} de l'aluminium. On peut voir dans [117] que les résultats sont également meilleurs pour un alliage d'aluminium (Al-Cu_{0.5%}) que pour l'aluminium pur, en terme de largeur FWHM. La rugosité de l'aluminium, mentionnée dans cette publication, est du même ordre de grandeur que celles mesurées pour nos échantillons. Dans notre cas, il y a toutefois

une différence de 25 °C entre les uns et les autres, mais des essais ont montré que les résultats sont très proches pour des échantillons élaborés à 175 ou 200 °C.

Dans tous les cas, l'alliage d'aluminium AlSiCu semble plus favorable à la croissance d'AlN pour la réalisation de résonateurs. Nous confortons ainsi l'utilisation de l'AlSiCu plutôt que l'aluminium pur pour la réalisation du projet TFEAR.

3. Optimisation des conditions d'élaboration de l'électrode inférieure

Il s'agit dans ce paragraphe d'exposer la démarche que nous avons suivie pour l'exploration des conditions de dépôt d'AlSiCu à l'issue de laquelle nous avons choisi une recette correspondante à de {111}-Al ayant la qualité cristalline la plus élevée parmi celles obtenues. Des films d'AlSiCu d'une épaisseur de 200 nm ont été déposés sur du SiO₂ lui-même élaboré par voie thermique sur des plaques de silicium de 6 pouces de diamètre. L'exploration s'est faite en fonction de la pression dans la chambre pendant les dépôts, ainsi que de la température d'élaboration et de la puissance appliquée à la cible d'AlSiCu.

a) La qualité cristalline de l'AlSiCu en fonction des conditions de dépôt

L'intensité et la largeur FWHM de l'AlSiCu, ainsi que la rugosité RMS des films, ont été mesurées pour déterminer les meilleurs paramètres à appliquer (Figure 56).

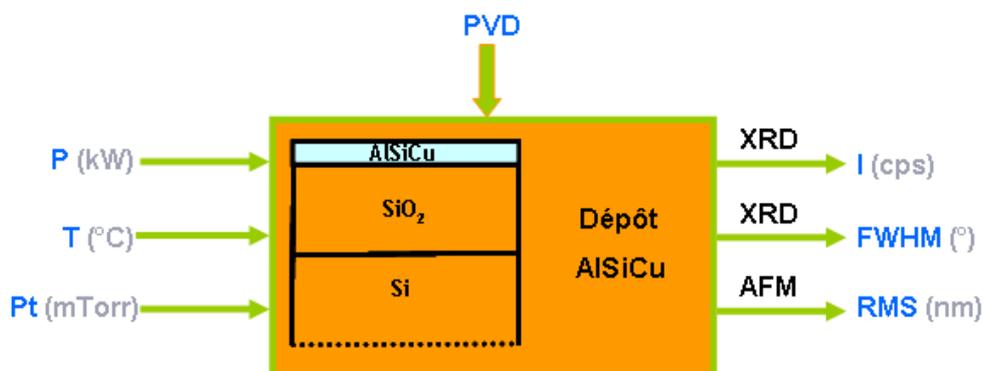


Figure 56 : Diagramme fonctionnel des dépôts de {111}-Al

Pour ce faire, un plan d'expérience a été élaboré avec comme paramètres ajustables la température, la pression et la puissance appliquée à la cible. Celui-ci est reporté dans le Tableau 6 et comporte 24 essais. Les variations de l'intensité du pic de diffraction et de la largeur

FWHM de {111}-Al sont reproduites dans les 3 graphes suivants. Chaque point, pour un des 3 paramètres donné, correspond à une moyenne sur la variation des 2 autres paramètres. Par exemple, le point à 100 °C correspond à une moyenne sur 6 points où nous avons fait varier la pression et la puissance.

Pression (mTorr)	Puissance (kW)			Température (°C)		
	2	5	8	0,40 T/Tm	0,48 T/Tm	0,56 T/Tm
				100	175	250
3	1	0	0	1	0	0
	0	1	0	1	0	0
10	0	1	0	1	0	0
	0	0	1	1	0	0
14	0	1	0	1	0	0
	0	0	1	1	0	0
3	1	0	0	0	1	0
	0	1	0	0	1	0
	0	0	1	0	1	0
10	1	0	0	0	1	0
	0	1	0	0	1	0
	0	0	1	0	1	0
14	1	0	0	0	1	0
	0	1	0	0	1	0
	0	0	1	0	1	0
3	1	0	0	0	0	1
	0	1	0	0	0	1
	0	0	1	0	0	1
10	1	0	0	0	0	1
	0	1	0	0	0	1
	0	0	1	0	0	1
14	1	0	0	0	0	1
	0	1	0	0	0	1
	0	0	1	0	0	1

Tableau 6 : Plan d'expérience sur les conditions de dépôts des couches d'AlSiCu
« T » : température (K), « Tm » : température de fusion (K)

La Figure 57 représente la mesure de l'intensité du pic de diffraction et de la largeur FWHM de {111}-Al en fonction de la température de dépôt. Nous pouvons remarquer qu'une température médiane donne la plus haute intensité. Elle correspond approximativement aux zones T et 2 du diagramme de Thornton comme dans le paragraphe précédent (AlSiCu sur SiO₂ thermique). Le comportement de la courbe de la largeur FWHM confirme cette évolution. La température médiane est, en effet, également celle pour laquelle la largeur FWHM est la meilleure (la plus fine).

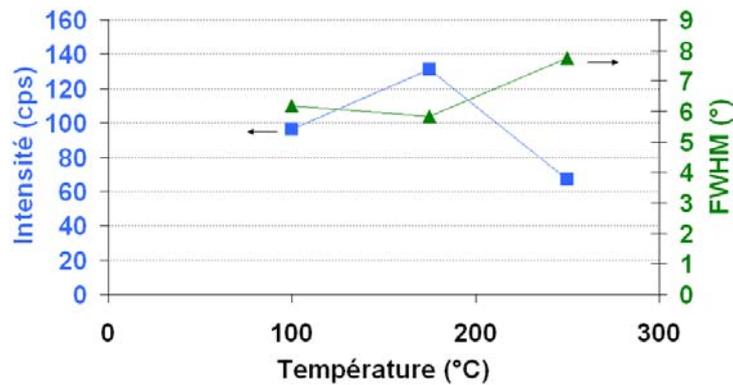


Figure 57 : Intensité et largeur FWHM du pic de diffraction de {111}-Al en fonction de la température de dépôt

La Figure 58 décrit l'intensité du pic de diffraction et de la largeur FWHM de {111}-Al en fonction de la pression pendant les dépôts. En accord avec la référence [126], des pressions inférieures à 20 mTorr favorisent l'orientation selon les plans {111}-Al. En effet, S.P.Kim et al. montrent que dans cette gamme de pressions, les films se caractérisent par des contraintes résiduelles en tension, et que l'orientation selon les plans {111} de l'aluminium est favorisée pour des contraintes en tension. De plus, une pression médiane donne la plus haute intensité. Quant à la largeur FWHM, les meilleurs résultats sont pour des pressions relativement élevées. On note que les largeurs FWHM à 10 et à 15 mTorr sont similaires.

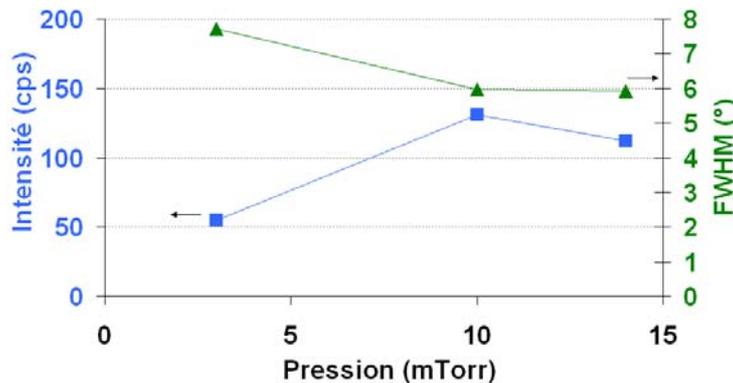


Figure 58 : Intensité et largeur FWHM du pic de diffraction de {111}-Al en fonction de la pression pendant le dépôt

La Figure 59 représente l'intensité du pic de diffraction et la largeur FWHM de {111}-Al en fonction de la puissance appliquée à la cible d'AlSiCu. On remarque que plus la puissance est élevée, plus l'intensité est élevée. Ceci peut s'expliquer par les ions provenant de la cible qui sont dans ce cas plus énergétiques qui leur permet de se déposer de manière plus ordonnée, ce qui favorise ici l'orientation selon les plans {111}. Une puissance élevée permet en plus, dans notre cas, de déposer l'AlSiCu plus rapidement qu'à des puissances faibles, donc de gagner du

temps au niveau du procédé. La largeur FWHM suit la même tendance que celle de l'intensité, à savoir qu'une puissance élevée donne un meilleur résultat (une largeur FWHM fine).

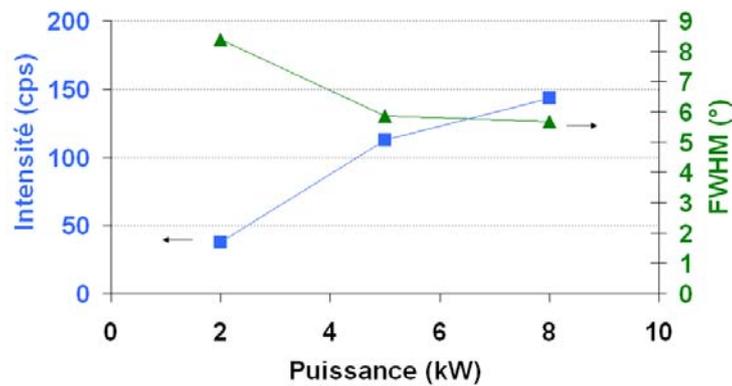


Figure 59 : Intensité et largeur FWHM du pic de diffraction de {111}-Al en fonction de la puissance appliquée à la cible d'AlSiCu

Concernant l'évolution de la qualité cristalline de {111}-Al en fonction des conditions de dépôt de l'AlSiCu, le meilleur résultat obtenu correspond à une température et une pression médianes (175 °C, 10 mTorr), et une puissance élevée (8 kW). Dans ces conditions, l'AlSiCu présente une intensité de 210 coups pour une largeur FWHM égale à 4,47 °. Cette valeur de largeur FWHM est similaire à celle citée dans [121] pour de l'aluminium pur.

b) La rugosité de l'AlSiCu en fonction des conditions de dépôt

La Figure 60 représente la rugosité RMS de l'AlSiCu en fonction de la température de dépôt. Nous remarquons que la rugosité la plus faible correspond à un dépôt à une température médiane, ce qui correspond au meilleur résultat en terme de qualité cristalline. Nous constatons une rugosité plus importante à 250 °C. Ceci peut être expliqué par la topographie de surface qui devient facettée lorsqu'on se trouve dans la zone II du diagramme de Thornton (II.A.2.a)).

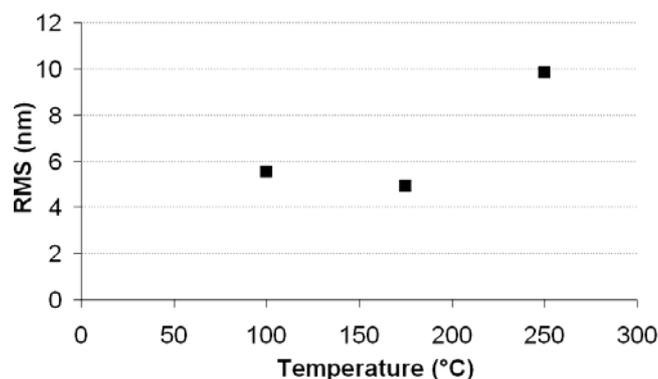


Figure 60 : Rugosité RMS de l'AlSiCu en fonction de la température de dépôt.

La Figure 61 montre la rugosité RMS de l'AlSiCu en fonction de la pression pendant les dépôts. Les rugosités mesurées ont des valeurs proches et donc aucune tendance ne peut être observée pour ce paramètre.

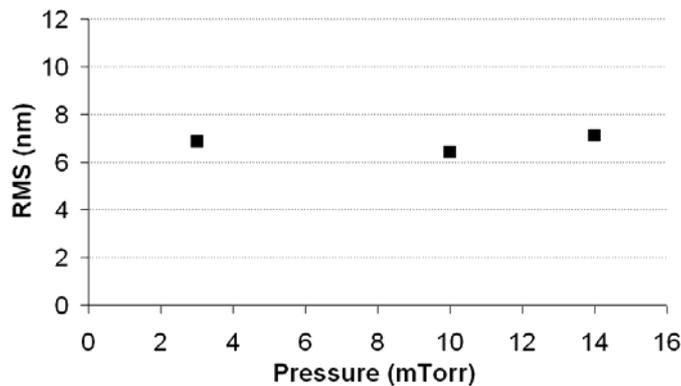


Figure 61 : Rugosité RMS de l'AlSiCu en fonction de la pression pendant le dépôt.

La Figure 62 expose la rugosité RMS en fonction de la puissance appliquée à la cible d'AlSiCu. Nous constatons qu'elle est plus faible pour les puissances les plus élevées. On peut expliquer ce comportement si on considère que les ions ont peu d'énergie à faible puissance. Ceci peut conduire à un dépôt « balistique », et donc conduire à des effets d'ombrage importants et donc à une rugosité importante. Inversement, à plus forte puissance, l'énergie acquise par les ions leur permettent d'être déposés plus uniformément ce qui peut conduire à une rugosité plus faible.

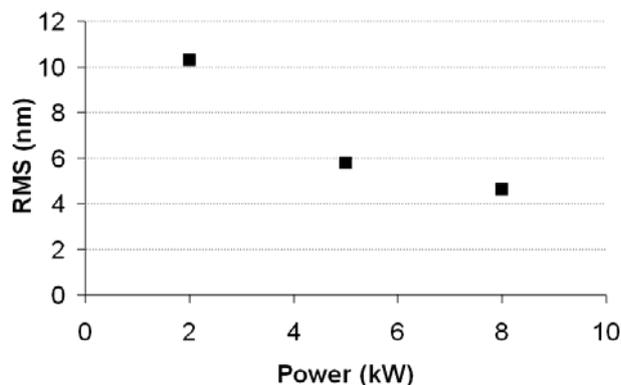


Figure 62 : Rugosité RMS de l'AlSiCu en fonction de la puissance appliquée à la cible d'AlSiCu.

Comme pour la qualité cristalline, les meilleurs résultats sont pour une température et une pression médiane ainsi que pour une puissance élevée. La rugosité RMS pour l'AlSiCu élaboré

à 175 °C, 10 mTorr et 8 kW est égale à 3,92 nm. C'est une valeur supérieure à 2,7 nm, donnée dans [151].

Rappelons qu'une intensité élevée, qu'une largeur FWHM et qu'une rugosité faibles sont recherchées. D'une manière générale et d'après les graphes précédents, la rugosité a une tendance similaire à celle de la qualité cristalline en termes d'intensité et de largeur FWHM. C'est-à-dire que nous trouvons les meilleurs résultats en termes de qualité cristalline et de rugosité pour une température (175 °C) et une pression (10 mTorr) médiane ainsi qu'une puissance élevée (8 kW). Ces conditions sont alors celles sélectionnées pour le dépôt des électrodes des résonateurs TFEAR.

4. Optimisation des conditions d'élaboration de la couche d'AlN

Dans ce paragraphe, les paramètres de dépôt de la couche d'AlN sont discutés. Une première étape concerne le taux d'azote dans le mélange gazeux azote-argon. En effet, nous avons vu qu'il est important de l'ajuster pour permettre l'élaboration par pulvérisation cathodique réactive DC d'un matériau isolant comme l'AlN dans de bonnes conditions. Les paragraphes suivants décrivent l'exploration des conditions de dépôt de l'AlN, à savoir la température du substrat, la pression de travail et la puissance appliquée à la cible d'aluminium. Comme pour l'AlSiCu, nous recherchons l'intensité maximale et la largeur FWHM la plus fine. Nous précisons que les couches d'AlN ont toutes une épaisseur de 1 µm environ.

a) Le taux d'azote

Pour déterminer un taux de fonctionnement de l'azote dans le mélange gazeux argon-azote, nous avons mesuré la tension de décharge en fonction du débit d'azote pour une puissance appliquée à la cible d'aluminium ainsi qu'un débit d'argon fixes. Nous pouvons observer sur les 3 graphes suivants ces mesures pour lesquelles nous avons choisi une puissance de 5,6 kW avec un débit d'argon de 30 sccm¹ (Figure 63), puis une puissance de 8 kW avec le même débit d'argon (Figure 64) et enfin une puissance de 8 kW également mais avec un débit d'argon de 40 sccm (Figure 65). Les flèches indiquent le sens des cycles d'hystérésis observés. Comme pour Felmetzger et al. [116], la tension de décharge des 3 graphes diminue au fur et à mesure

¹ Standard Cubic Centimeters per Minute

de l'introduction d'azote dans le mélange gazeux, pour se stabiliser lorsque la chambre de dépôt et la surface de la cible d'aluminium sont saturées en azote. La surface est alors constituée majoritairement de molécules d'AlN et est alors isolante. Lorsque le taux d'azote dans le mélange gazeux diminue, la tension augmente brutalement lorsque la cible d'aluminium s'appauvrit elle-même en azote. Elle redevient alors conductrice. La tension retrouve sa valeur initiale lorsqu'il n'y a plus d'azote dans la chambre de dépôt.

Pour le premier graphe (Figure 63), on peut observer le début du cycle d'hystérésis vers un débit d'argon de l'ordre de 25 sccm pour se terminer vers 35 sccm. La tension de décharge initiale est de l'ordre de 625-635 V.

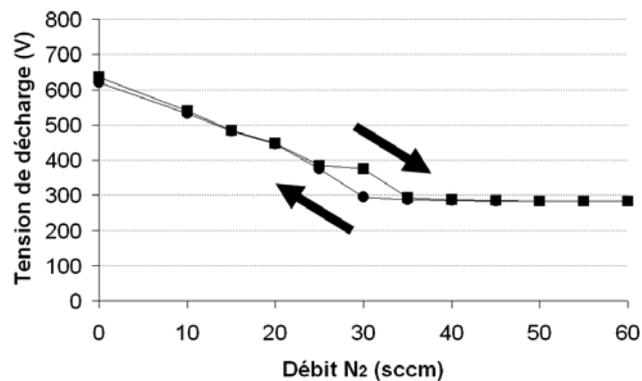


Figure 63 : Tension de décharge en fonction du débit d'azote pour une puissance appliquée à la cible de 5,6 kW avec un débit d'argon de 30 sccm

Le deuxième graphe (Figure 64) se caractérise par un cycle d'hystérésis qui démarre vers 30 sccm pour se terminer vers 40 sccm. La tension de décharge initiale est de l'ordre de 700 V.

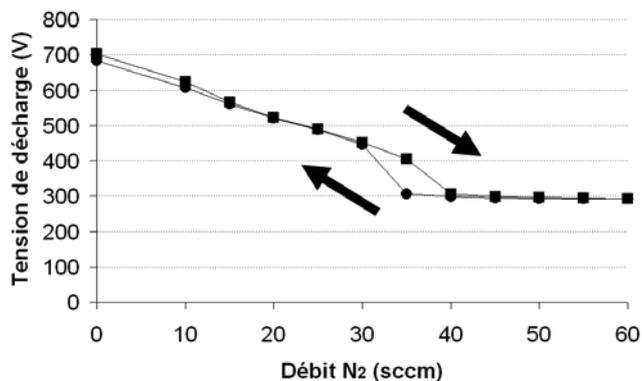


Figure 64 : Tension de décharge en fonction du débit d'azote pour une puissance appliquée à la cible de 8 kW avec un débit d'argon de 30 sccm

Le dernier des 3 graphes (Figure 65) se caractérise par un cycle d'hystérésis qui démarre vers 30 sccm pour se terminer vers 45 sccm. La tension de décharge initiale est de l'ordre de 650 V. Dans les 3 cas, la tension de décharge vers des taux élevés d'azote est de l'ordre de 300 V.

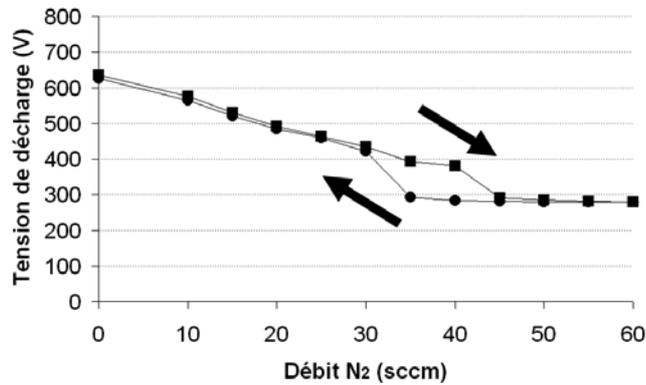


Figure 65 : Tension de décharge en fonction du débit d'azote pour une puissance appliquée à la cible de 8 kW avec un débit d'argon de 40 sccm

Pour expliquer ces 3 comportements, nous pouvons effectuer le raisonnement suivant : la cible devient isolante lorsque la vitesse de pulvérisation devient inférieure à la vitesse de formation de l'AlN sur la cible [143]. Lorsque la puissance augmente (Figure 63 vers Figure 64), la vitesse de pulvérisation de l'aluminium augmente [109]. Il faut alors un plus grand débit d'azote pour observer une chute brutale de la tension de décharge. J. Schulte et G. Sobe expliquent en effet que la tension chute brutalement quand la vitesse de formation de l'isolant sur la cible est supérieure à la vitesse de pulvérisation [143]. Ceci expliquerait que le cycle d'hystérésis démarre avec un débit d'azote plus important dans le deuxième graphique que dans le premier.

Ensuite, lorsque le débit d'argon augmente (Figure 64 et Figure 65), le pourcentage d'azote est plus faible pour un même débit d'azote que précédemment. La pulvérisation est alors plus efficace que précédemment car le mélange gazeux est plus riche en argon et le taux d'ionisation de l'argon est plus élevé que celui de l'azote (car de poids atomique plus élevé). Il faut alors un débit d'azote plus élevé que précédemment pour empoisonner la cible ce qui expliquerait que le cycle d'hystérésis se termine avec un débit d'azote plus élevé.

Pour ce qui nous concerne, nous pouvons considérer que le dépôt d'AlN est stœchiométrique pour un débit d'azote supérieur à 50 sccm [115]. Un débit de 30 sccm d'argon et un débit de 50 sccm d'azote ont alors été fixés pour tous les dépôts d'AlN sur la machine de pulvérisation

cathodique de NXP CCdN utilisée au cours du projet TFEAR. Le taux d'azote dans le mélange gazeux est donc fixé à 62,5%.

b) La qualité cristalline de l'AlN en fonction des conditions de dépôt

L'intensité et la largeur FWHM des plans {002} de l'AlN ont été mesurées pour déterminer les meilleurs paramètres à appliquer (Figure 66). Des films d'AlN de 1 μm d'épaisseur ont été déposés sur des films d'AlSiCu de 200 nm d'épaisseur déposés dans les conditions fixées précédemment. Le taux d'azote ayant été fixé au paragraphe précédent, les paramètres ajustables de la machine de dépôt sont alors, comme pour l'AlSiCu, la température du substrat, la pression dans l'enceinte pendant les dépôts et la puissance appliquée à la cible d'aluminium.

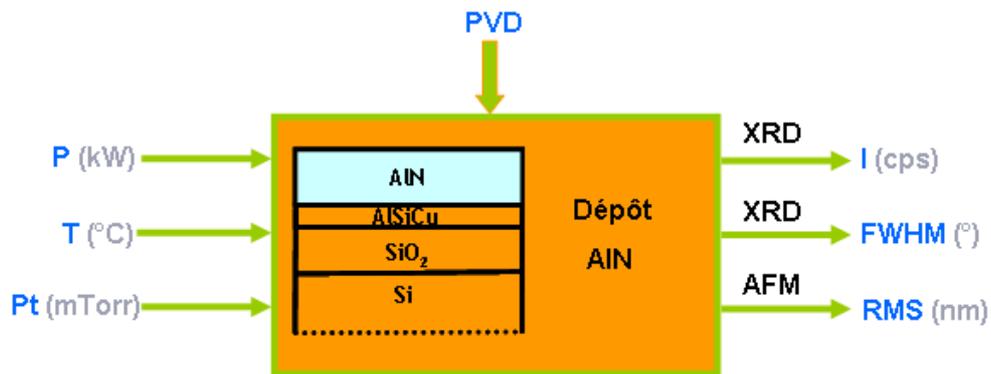


Figure 66 : Diagramme fonctionnel des dépôts de {002}-AlN

Le premier graphe représente la mesure de l'intensité du pic de diffraction et la largeur FWHM (Figure 67) de {002}-AlN en fonction de la température de dépôt. Nous pouvons remarquer qu'une température élevée donne la plus haute intensité. Le comportement de la courbe de la largeur FWHM est similaire à l'intensité. C'est-à-dire que la température la plus élevée est également celle pour laquelle elle est la plus fine. Ceci peut s'expliquer en considérant que plus la température est élevée, plus les particules qui arrivent sur le substrat ont de l'énergie qui leur permet de se déposer uniformément. Il serait intéressant de caractériser des échantillons élaborés à des températures supérieures à 450 °C, mais celle-ci est la limite supérieure des conditions de fonctionnement de la machine. Ces résultats sont en accord avec les travaux présentés dans les références [58, 123, 138].

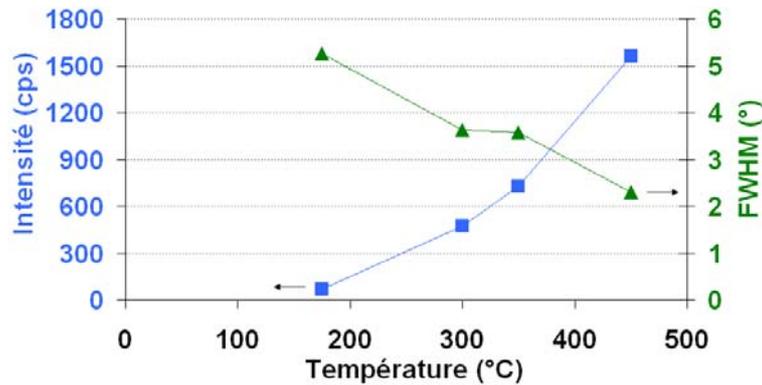


Figure 67 : Intensité et largeur FWHM du pic de diffraction de {002}-AlN en fonction de la température de dépôt (8 kW, 5 mTorr)

La Figure 68 expose la mesure de l'intensité du pic de diffraction et la largeur FWHM de {002}-AlN en fonction de la pression pendant les dépôts. Nous constatons qu'une pression faible donne de meilleurs résultats qu'une pression élevée, à la fois en termes d'intensité et de largeur FWHM. Ceci est conforme aux résultats donnés par les auteurs (II.A.2.d)) qui, rappelons le, sont tous d'accord sur ce point. Une pression inférieure à 5 mTorr pourrait conduire à de meilleurs résultats mais dans ce cas, le plasma devient instable.

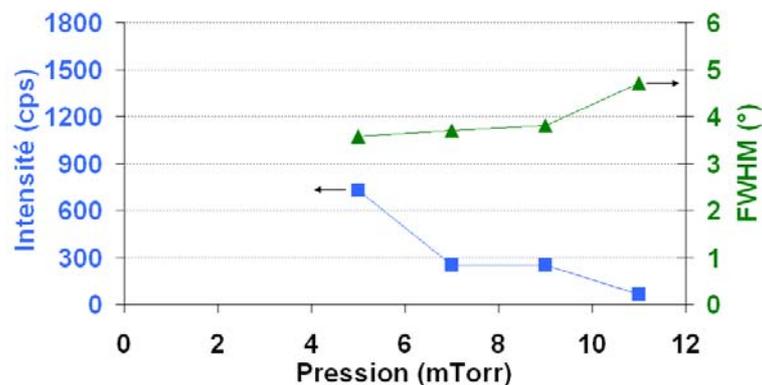


Figure 68 : Intensité et largeur FWHM du pic de diffraction de {002}-AlN en fonction de la pression pendant le dépôt (8 kW, 350 °C)

Le dernier graphe représente l'intensité du pic de diffraction et la largeur FWHM (Figure 69) de {002}-AlN en fonction de la puissance appliquée à la cible d'aluminium. On précise que, contrairement aux conditions précédentes, la couche d'AlSiCu a ici une épaisseur de 250 nm. La valeur absolue des intensités n'est alors qu'une information arbitraire. Seule la tendance compte. Les puissances élevées donnent les meilleurs résultats, à la fois en terme d'intensité et en terme de largeur FWHM. Ceci est conforme aux résultats énoncés par certaines publications [129-131]. Nous n'avons cependant pas observé de dégradation de la texture pour les puissances les plus élevées (ce qui est le cas pour [100] où une telle dégradation est pourtant relevée pour une densité de puissance beaucoup plus petite).

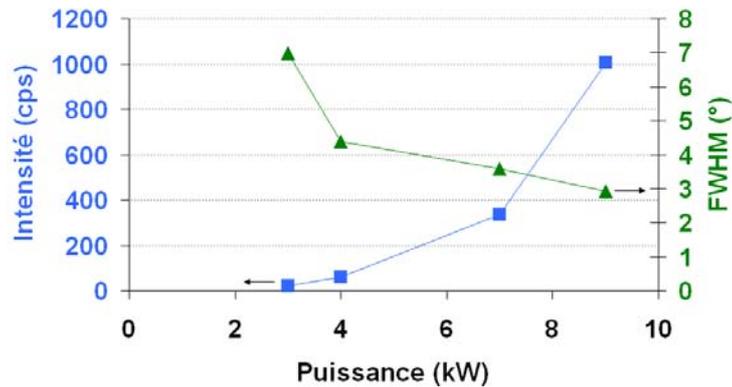


Figure 69 : Intensité et largeur FWHM du pic de diffraction de {002}-AlN en fonction de la puissance appliquée à la cible (350 °C, 5 mTorr)

En termes d'intensité et de largeur FWHM, les couches d'AlN les plus texturées sont obtenues pour une température élevée (450 °C), une pression faible (5 mTorr) et une puissance élevée (9 kW).

c) La rugosité de l'AlN en fonction des conditions de dépôt

Que ce soit pour la température, la pression ou la puissance, les rugosités sont toutes entre 4 et 14 nm. Aucune tendance n'a pu être déduite des courbes de la rugosité en fonction des conditions de dépôt (contrairement à la référence [132] où la rugosité augmente avec la puissance de dépôt). Sachant que la couche inférieure a une rugosité RMS égale de 3,92 nm environ, on peut en déduire que l'AlN suit au minimum les aspérités de la couche inférieure.

d) L'AlN observé au MEB

On peut voir sur la Figure 70, un cliché MEB de la surface d'un film d'AlN élaboré dans les conditions sélectionnées dans le paragraphe précédent (450 °C, 5 mTorr, 8 kW). Nous constatons que la surface est majoritairement constituée de cristallites de tailles différentes. La Figure 71 permet de comprendre que ce sont en fait des cristallites de formes colonnaires dont on aperçoit ici les sommets. Cette couche d'AlN présente un aspect dense et présente en effet une croissance colonnaire des cristallites comme dans [95, 98, 116, 123]. La température d'élaboration de cette couche correspond, selon le diagramme de Thornton, à celle pour laquelle le film présente une structure des zones 1 et T. On constate en effet qu'on a une structure de fibre dense, avec des grains ou cristallites mal définis.

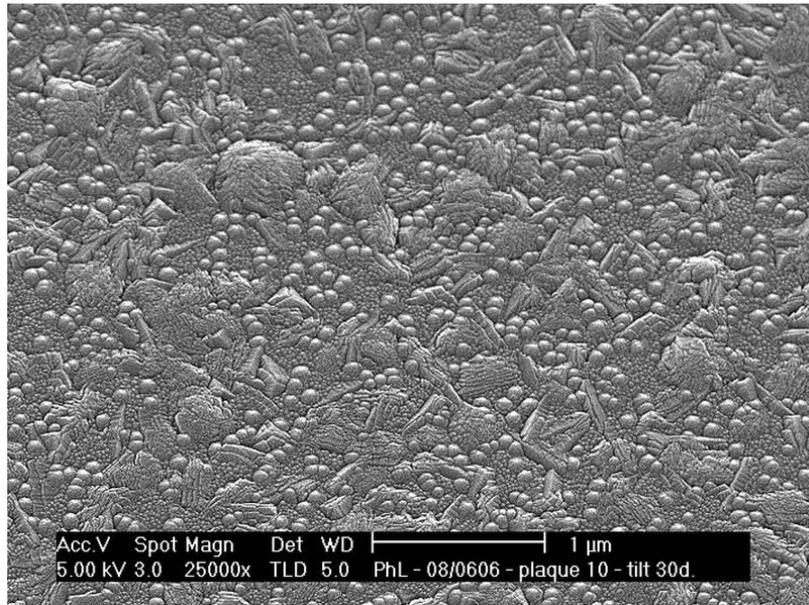


Figure 70 : Micrographie de surface d'un film d'AlN (450 °C, 8 kW, 5 mTorr).
Image réalisée au MEB.

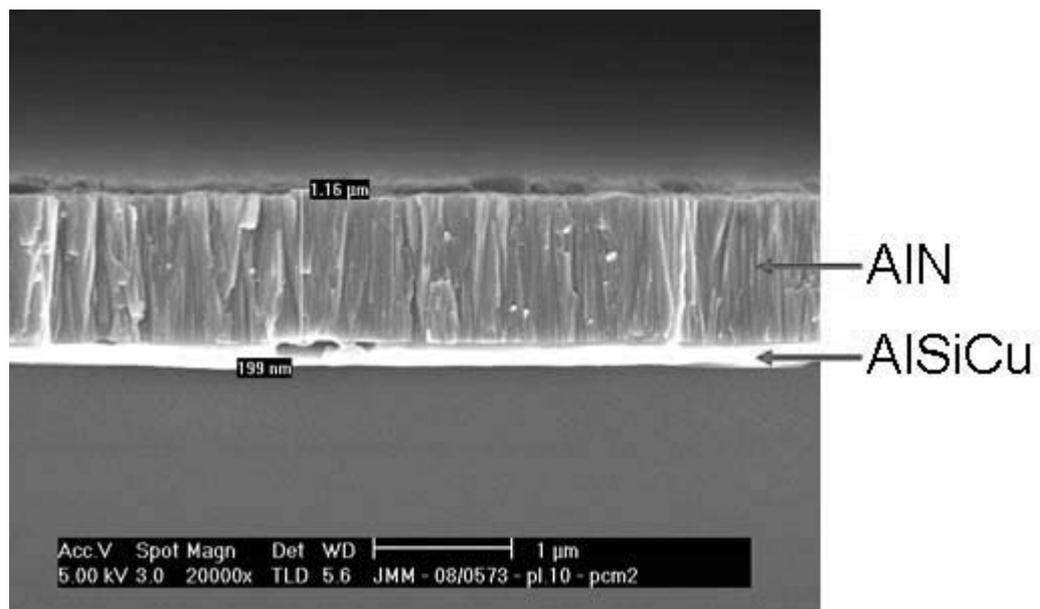


Figure 71 : Micrographie de surface d'un film d'AlN (450 °C, 8 kW, 5 mTorr) vu en coupe. Image réalisée au MEB.

L'analyse de texture des couches d'AlN a permis de déterminer des conditions de dépôt pour lesquelles l'intensité et la largeur FWHM des pics de diffraction de {002}-AlN sont les meilleures. Cependant, l'observation des clichés MEB de ces films montre des fissures importantes pour ceux élaborés aux plus hautes valeurs de la gamme de température explorée et pour ceux élaborés à des puissances élevées (Figure 72 et Figure 73). Ces températures correspondent dans le diagramme de Thornton et al. à la zone T où les contraintes peuvent être importantes [119]. Quant à la puissance, plus elle est élevée, plus les contraintes internes le sont également [130]. En ce qui concerne nos couches d'AlN, on peut en déduire que les

contraintes internes ont augmenté avec la puissance, sans pour autant en dégrader la texture comme l'atteste le graphe précédent (Figure 69). Dans tous les cas, les contraintes ont été tellement importantes qu'elles ont abouti à la rupture des couches comme l'attestent les micrographies présentées. Thornton et al. expliquent que des fissures sont communément observées pour des matériaux qui ont des températures de fusion élevées et déposés à des températures relativement faibles.

On peut voir en effet sur la figure (Figure 72) la micrographie de surface de la même couche d'AlN que celle de la Figure 70. Ces fissures sont à éviter le plus possible car elles ne permettront pas au résonateur de fonctionner, ou au mieux de fonctionner dans de bonnes conditions. De plus, ces fissures peuvent se prolonger jusque dans l'électrode inférieure ce qui, dans ce cas, ne permettrait même pas de polariser la structure. La température d'élaboration des couches d'AlN doit alors être limitée à des valeurs inférieures à 400 °C. Un refroidissement lent des films après leur dépôt, avant leur sortie de la machine pourrait permettre d'éliminer ou de fortement diminuer ces fissures, mais il n'est pas possible sur la machine utilisée de refroidir les échantillons par une rampe de température. Le contrôle des contraintes dans les films par une polarisation du substrat pourrait également réduire ces fissures par la réduction des contraintes internes [37, 99, 116], mais rappelons que la machine utilisée pour ce projet ne dispose pas d'un tel système.

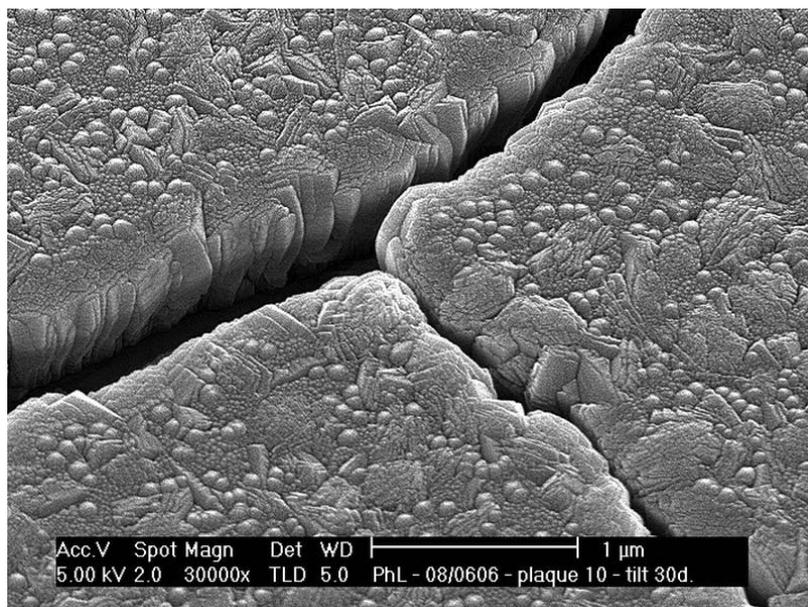


Figure 72 : Fissures observées sur une micrographie de surface d'un film d'AlN (450 °C, 8 kW, 5 mTorr). Image réalisée au MEB.

La Figure 73 montre une micrographie de surface d'un film d'AlN élaboré à haute puissance. On constate également la présence de fissures rédhibitoires pour la réalisation des résonateurs. Nous pouvons remarquer sur cette figure ainsi que sur la précédente la présence de formes pyramidales parmi les grains d'AlN. D'après Capilla et al. [152], nous estimons que ce pourrait être des grains d'AlN orientés selon les plans {002}, mais inclinés. Ce serait donc autant de grains qui ne participeront pas ou peu aux propriétés piézoélectriques.

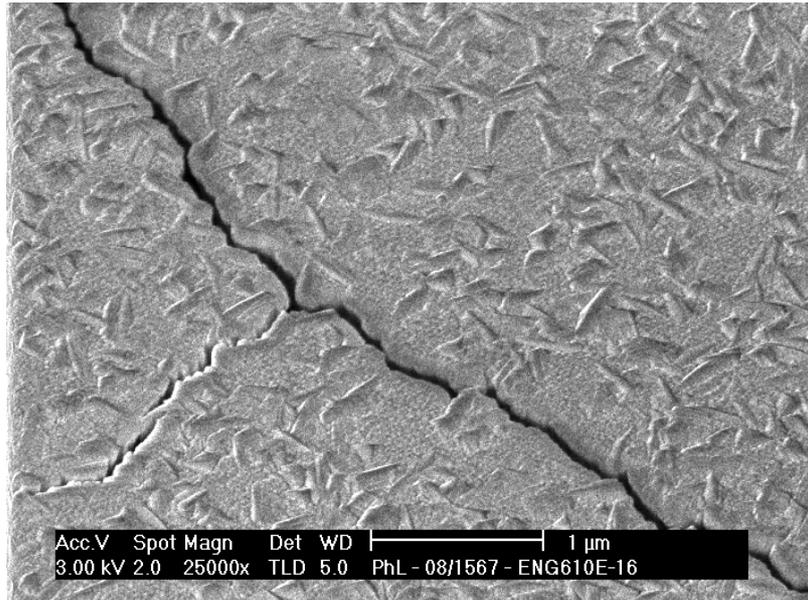
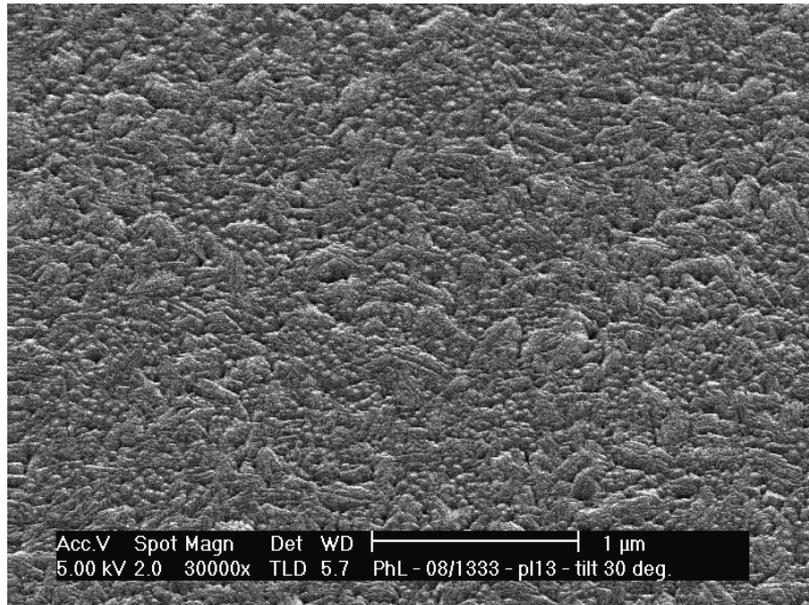


Figure 73 : Fissures observées sur une micrographie de surface d'un film d'AlN (350 °C, 9 kW, 5 mTorr). Image réalisée au MEB.

Un compromis a donc été nécessaire entre la texture la plus élevée possible d'une part, et la taille des fissures que l'on se doit d'éliminer ou de diminuer fortement d'autre part. La Figure 74 montre une micrographie de surface d'un film d'AlN élaboré à une température de 350 °C et à une puissance de 4 kW (à une pression de 5 mTorr). On constate alors l'absence de fissures dans la couche. Selon Haja et al. [153] qui ont observé aussi des fissures dans leurs couches d'AlN, celles-ci peuvent disparaître par un traitement des plaques après le dépôt (recuit à 400 °C dans un mélange d'argon et de dihydrogène pendant 20 min).



**Figure 74 : Micrographie de surface d'un film d'AlN (350 °C, 4 kW, 5 mTorr).
Image réalisée au MEB.**

Enfin, l'analyse de la texture des couches d'AlN, a permis de déterminer des conditions d'élaboration pour lesquelles l'AlN présente l'intensité la plus haute ainsi que la largeur FWHM la plus fine. Cependant, un compromis est nécessaire entre ces conditions, les meilleures d'un point de vue de la texture, et les fissures observées à la surface des micrographies. Des conditions moins favorables à la texture orientée selon les plans {002} de l'AlN, mais pour lesquelles les couches d'AlN ne présentent pas de fissures, ont été fixées.

D. Utilisation d'une couche tampon en titane

Dans ce paragraphe sont présentées des solutions visant à améliorer la qualité cristalline de l'AlN par des moyens autres que les paramètres de dépôts. 2 solutions sont exposées dans ce paragraphe : l'ajout d'une couche tampon en titane sous l'électrode inférieure et la même couche sous l'AlN.

1. Couche tampon en titane sous l'AlSiCu

a) Etude de la texture de l'AlSiCu sur Ti / SiO₂ / Si

En vue d'améliorer la croissance de l'AlN, nous avons déposé une couche tampon de titane sous l'AlSiCu pour améliorer la texture de celle-ci. Le schéma sur la Figure 75 permet d'illustrer l'emplacement de la couche de titane (Ti) dans l'empilement des couches.

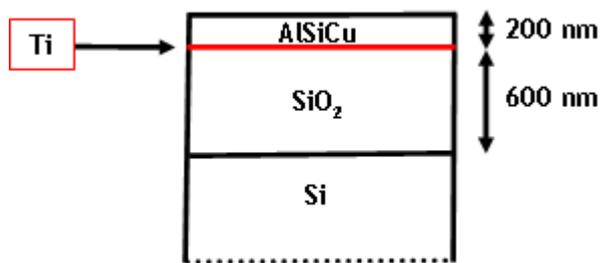


Figure 75 : Schéma descriptif de l'empilement des couches pour l'optimisation de la texture de l'électrode inférieure, avec du titane en tant que couche tampon.

L'utilisation du titane peut permettre en effet d'améliorer la texture de l'électrode inférieure [128]. Une fine couche de titane de différentes épaisseurs a été déposée par pulvérisation cathodique sur des plaques contenant 600 nm de SiO₂ sur silicium. Grâce à l'expérience acquise par le CRISMAT pour le dépôt de films de PZT, et celle acquise pendant le stage de master [154], nous estimons que les couches de titane doivent être très fines (de l'ordre de quelques nanomètres) pour favoriser la croissance cristalline des couches déposées par-dessus. Un étalonnage préalable de la vitesse de dépôt de titane a permis d'estimer l'épaisseur des couches tampons de titane déposée. Les plaques sortant de la machine entre chaque dépôt, la couche de titane est alors oxydée.

Le graphe suivant présente l'intensité et la largeur FWHM (Figure 76) du pic de diffraction de {111}-Al en fonction de l'épaisseur de titane, approximative en raison de sa faible valeur. Nous constatons que l'insertion d'une fine couche de titane modifie les propriétés cristallines de celle-ci. L'intensité ainsi que la largeur FWHM de l'AlSiCu semblent s'améliorer lorsque l'épaisseur de titane augmente. L'AlSiCu déposé sur une couche d'environ 20 nm de titane présente une meilleure qualité cristalline que de l'AlSiCu sans titane. Précisons qu'il n'a pas été possible d'observer l'effet du titane pour des épaisseurs supérieures à 20 nm en raison des contraintes de production.

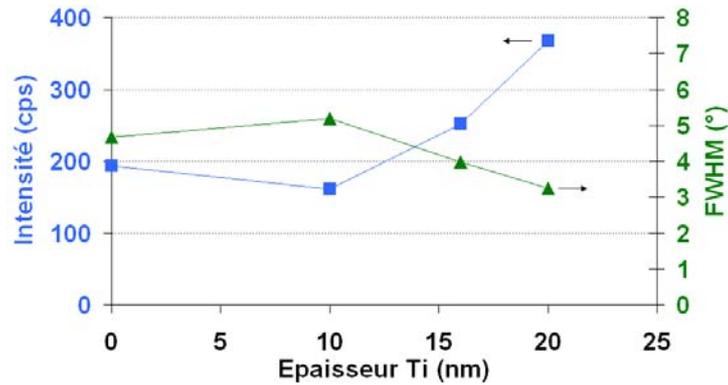


Figure 76 : Intensité et largeur FWHM du pic de diffraction de {111}-Al en fonction de l'épaisseur de la couche tampon de titane

La rugosité de l'AlSiCu en fonction de l'épaisseur de titane déposée dessous est présentée sur la Figure 77. Nous pouvons observer que celle-ci ne semble pas évoluer en fonction de l'épaisseur de titane.

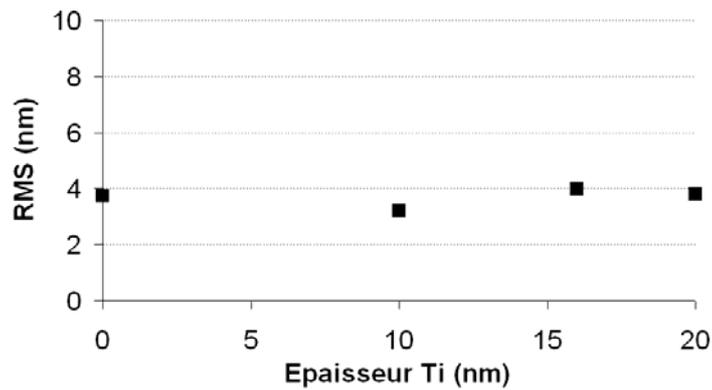


Figure 77 : Rugosité RMS de l'AlSiCu en fonction de l'épaisseur de la couche tampon de titane

b) Etude de la texture de l'AlN sur AlSiCu / Ti / SiO₂ / Si

Il s'agit maintenant d'examiner l'influence de cette couche de titane, déposée sous l'AlSiCu, sur la texture de l'AlN. Le schéma suivant (Figure 78) explicite l'empilement des couches étudiées. Les conditions d'élaboration de la couche d'AlN sont 350 °C, 5 mTorr, 4 kW.

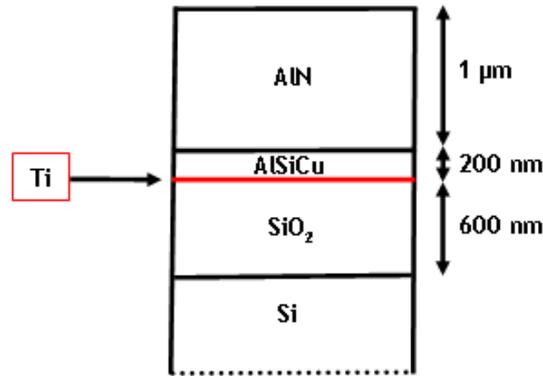


Figure 78 : Schéma descriptif de l'empilement des couches pour l'optimisation de la texture de l'AlN, avec du titane sous l'électrode inférieure.

Le graphe suivant présente l'intensité et la largeur FWHM du pic de diffraction de {002}-AlN en fonction de l'épaisseur de la couche de titane déposée sous l'électrode inférieure d'AlSiCu (Figure 79). Nous pouvons observer que la tendance de l'intensité suit celle de la largeur FWHM, c'est-à-dire qu'une intensité élevée correspond une largeur FWHM fine. Nous remarquons également que la texture de l'AlN est significativement améliorée lorsqu'il existe une couche de titane sous l'AlSiCu. Toutefois, la texture de l'AlN ne suit pas systématiquement celle de l'AlSiCu (Figure 76), c'est-à-dire que la meilleure texture de l'AlN n'est pas celle pour laquelle on trouve la meilleure de l'AlSiCu. On peut relativiser cette tendance au regard des épaisseurs de titane, très proches les unes des autres, et de valeurs très faibles, donc difficilement contrôlables avec précision.

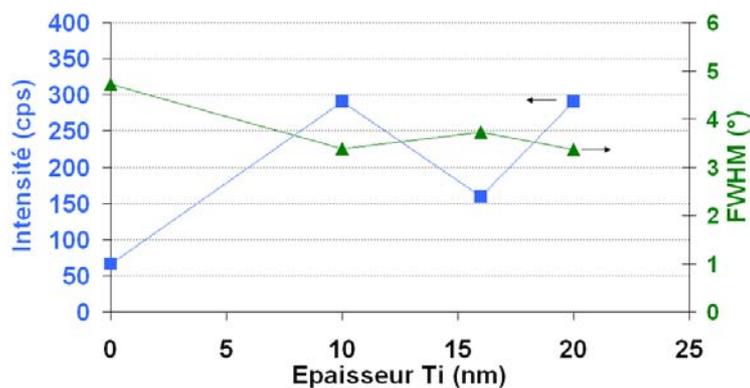


Figure 79 : Intensité et largeur FWHM du pic de diffraction de {002}-AlN en fonction de l'épaisseur de la couche tampon de titane déposée sous l'AlSiCu

Le dernier graphe de ce paragraphe (Figure 80), montre la rugosité RMS de l'AlN en fonction de l'épaisseur de titane déposée sous la couche d'AlSiCu. Compte tenu de l'absence d'évolution significative de la rugosité de la couche d'AlSiCu (Figure 77) lorsqu'on dépose du titane sous celle-ci, il est difficile de déterminer une tendance de la rugosité de l'AlN par

rapport à celle de la couche d'AlSiCu, tout ceci en fonction de l'épaisseur de titane déposée sous l'AlSiCu.

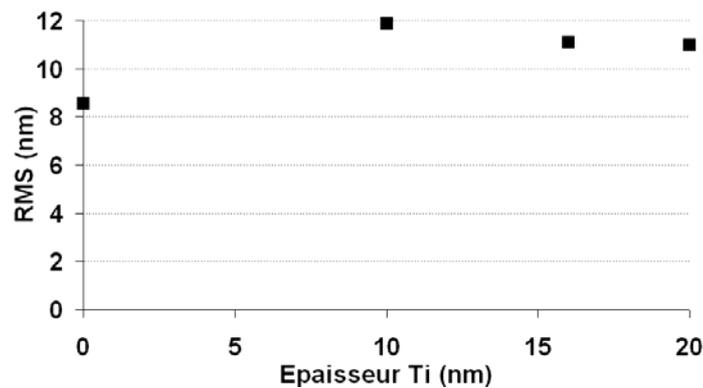


Figure 80 : Rugosité RMS de l'AlN en fonction de l'épaisseur de la couche de tampon de titane déposée sous l'AlSiCu

2. Couche tampon en titane sous l'AlN

a) Etude de la texture de l'AlN sur Ti / AlSiCu / SiO₂ / Si

La solution testée ici est le dépôt d'une fine couche tampon de titane directement sous la couche d'AlN. En effet, il a été montré qu'une fine couche de titane ou de nitrure de titane peut améliorer la texture d'AlN [127]. Comme dans le paragraphe précédent, le titane est déposé par pulvérisation cathodique et est oxydé à la sortie de la plaque à l'air libre. Le schéma suivant (Figure 81) expose la structure de l'empilement qu'on se propose d'étudier dans ce paragraphe.

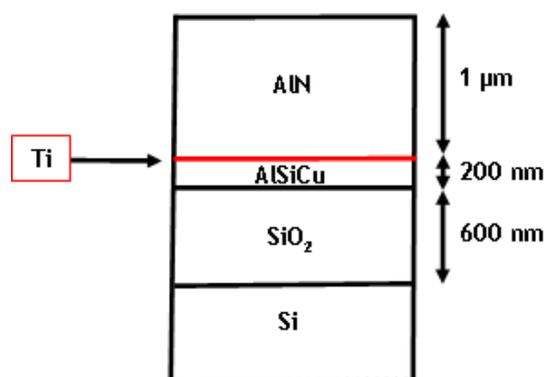


Figure 81 : Schéma descriptif de l'empilement des couches pour l'optimisation de la texture de l'AlN, avec du titane directement sous celle-ci.

Le graphe suivant montre l'intensité et la largeur FWHM de l'AlN en fonction de l'épaisseur de titane déposée sous celle-ci (Figure 82). Compte tenu du faible nombre d'essais qu'il a pu

être possible de faire, ces résultats suggèrent que la texture est améliorée par l'ajout d'une très fine couche de titane. Toutefois, on note que pour 10 nm de titane, la texture diminue assez fortement indiquant l'existence d'une épaisseur optimale.

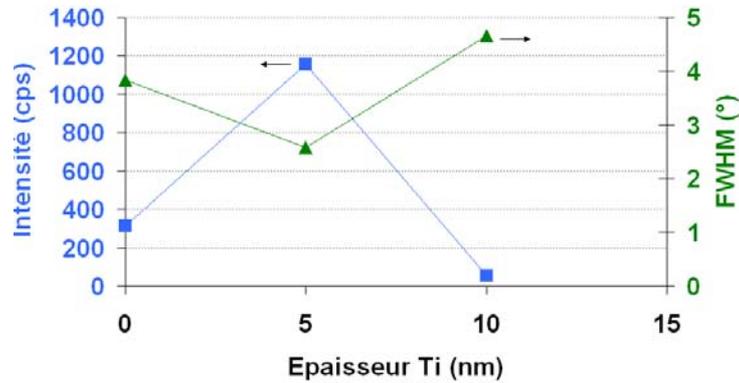


Figure 82 : Intensité et largeur FWHM du pic de diffraction de {002}-AlN en fonction de l'épaisseur de la couche de tampon de titane

Lorsqu'on observe le graphe représentant la rugosité RMS de l'AlN en fonction de l'épaisseur de titane déposée directement sous celle-ci (Figure 83), on peut constater que la rugosité, comme le graphe équivalent montré précédemment (Figure 80), augmente avec l'amélioration de la qualité cristalline. On voit en effet que pour une épaisseur de titane de 5 nm, la qualité cristalline est la plus élevée parmi les 3 épaisseurs testées, et c'est aussi le point pour lequel la rugosité est la plus élevée.

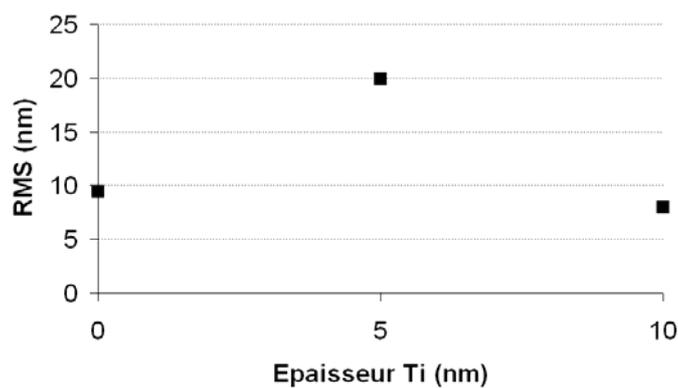


Figure 83 : Rugosité RMS de la couche d'AlN en fonction de l'épaisseur de la couche de tampon de titane

b) Etude de la texture de l'AlN sur Ti / AlSiCu / Ti / SiO₂ / Si

Une dernière étude concernant l'utilisation de titane en tant que couche tampon est présentée ici. Il s'agit de déposer une couche de titane à la fois sous l'électrode inférieure d'AlSiCu et sous la couche piézoélectrique d'AlN, tel qu'il est schématisé sur la figure ci-dessous (Figure

84). La couche de titane sous l'AlN a une épaisseur fixe de 5 nm tandis que la variation observée dans ce paragraphe concerne l'épaisseur de titane sous l'AlSiCu.

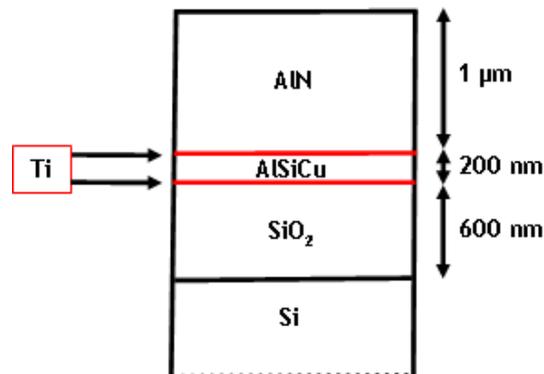


Figure 84 : Schéma descriptif de l'empilement des couches pour l'optimisation de la texture de l'AlN, avec du titane sous l'électrode inférieure et sous la couche d'AlN.

Le graphique suivant présente l'intensité et la largeur FWHM de l'AlN en fonction de l'épaisseur de titane déposée sous l'AlSiCu (Figure 85). Nous remarquons que la qualité cristalline de l'AlN est améliorée en présence d'une couche de titane sous l'AlSiCu. La meilleure qualité cristalline semble être obtenue pour une épaisseur de titane d'environ 10 nm.

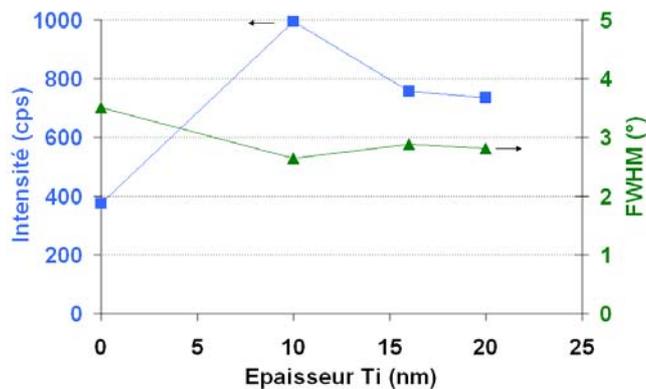


Figure 85 : Intensité et largeur FWHM du pic de diffraction de {002}-AlN en fonction de l'épaisseur de la couche tampon de titane déposée sous l'AlSiCu pour une épaisseur fixe de titane sous l'AlN de 5 nm.

La Figure 86 montre la rugosité RMS de l'AlN en fonction de l'épaisseur de titane déposée sous l'AlSiCu. D'après les valeurs de la rugosité RMS, il n'y a pas de tendance significative.

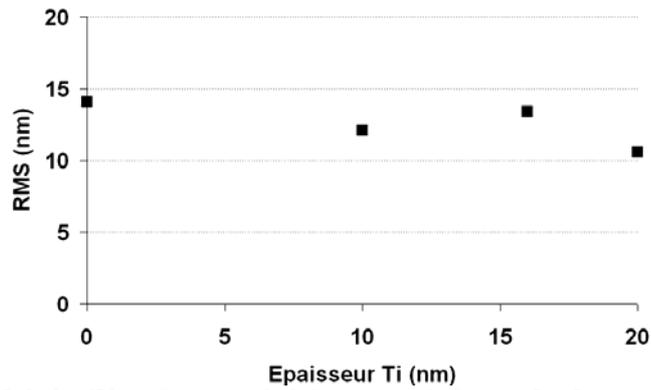


Figure 86 : Rugosité RSM de l'AlN en fonction de l'épaisseur de la couche de tampon de titane déposée sous l'AlSiCu.

-Conclusion sur l'effet du titane :

Dans ce paragraphe, nous avons cherché à améliorer la texture de l'AlN avec une fine couche de titane, déposée soit sous l'électrode inférieure d'AlSiCu, soit directement sous la couche d'AlN, soit les deux. La qualité cristalline de la couche d'AlSiCu est améliorée lorsqu'on dépose une couche de titane d'une épaisseur d'environ 10 à 20 nm sous celle-ci (Figure 76). Néanmoins, nous n'observons pas de variation significative de la rugosité RMS de l'AlSiCu (Figure 77). Nous observons alors une amélioration de la qualité cristalline de l'AlN avec du titane déposée sous l'AlSiCu, la tendance de celle-ci en fonction de l'épaisseur de titane n'étant pas évidente (Figure 79). La rugosité RMS de l'AlN augmente avec la présence de la couche de titane et, de même que pour la texture, la tendance de celle-ci en fonction de l'épaisseur de titane n'est pas significative (Figure 80).

Lorsque l'on dépose du titane directement sous l'AlN, la qualité cristalline de celle-ci est améliorée pour une épaisseur de titane de 5 nm environ (Figure 82) mais dégradée pour une épaisseur de titane de 10 nm. La rugosité de l'AlN semble plus élevée également pour 5 nm de titane plutôt que pour 10 nm (Figure 83).

Enfin, nous avons déposé une fine couche de titane à la fois sous l'AlN et sous l'AlSiCu. Ayant obtenu une meilleure qualité cristalline de l'AlN avec une couche de titane de 5 nm environ (Figure 82), déposée directement sous celle-ci, nous avons choisi de fixer l'épaisseur de titane sous l'AlN à cette valeur tandis que nous avons fait varier l'épaisseur de titane déposée sous l'AlSiCu. D'après la Figure 85, la qualité cristalline de l'AlN s'améliore lorsqu'il y a une couche de titane déposée sous l'AlSiCu et sous l'AlN. Nous n'observons pas de tendance significative de la rugosité RMS de l'AlN en fonction de l'épaisseur de titane (Figure 86).

Dans le cadre du projet TFEAR, une fine couche de titane de 10 nm d'épaisseur sous l'AlSiCu et de 5 nm sous l'AlN, permet d'améliorer la qualité cristalline de l'AlN et donc, devrait nous permettre d'augmenter les performances des futurs résonateurs. La possibilité d'intégrer cette très fine couche de titane dans le procédé sera discutée dans le chapitre III.

E. Caractérisation piézoélectrique et diélectrique des couches d'AlN

Les plaques aux propriétés cristallines les plus intéressantes ont été découpées et partiellement gravées pour accéder à l'électrode inférieure. Des mesures de coefficients $d_{33,f}$ ont été effectuées par l'équipe de D. Remiens. Des électrodes supérieures en platine (recuites à 500 °C pendant 1 h) ont été déposées préalablement à ces mesures [150]. La capacité diélectrique des échantillons a également été mesurée, ce qui nous a permis de déduire la permittivité $\epsilon_{33,f}$ de l'AlN. L'ensemble de ces mesures constitue l'objet du premier paragraphe.

L'objet du second paragraphe concerne des couches d'AlN élaborées par des équipementiers sur des substrats élaborés à NXP CCdN. Ceci nous a permis de comparer succinctement la qualité de films d'AlN réalisés avec des machines conçues pour le dépôt d'AlN avec nos couches réalisées avec une machine qui n'a pas été conçue pour.

1. Propriétés des films d'AlN élaborés à NXP CCdN

25 échantillons élaborés à NXP CCdN ont été sélectionnés parmi les meilleurs films d'AlN en termes d'intensité et de largeur FWHM. Nous rappelons que le « f » dans les termes $d_{33,f}$ et $\epsilon_{33,f}$ indique que les mesures ont été faites sur des films d'AlN solidaires des substrats. Nous rappelons également que le coefficient $d_{33,f}$ a pour maximum théorique 3,93 pm.V⁻¹ et que la permittivité $\epsilon_{33,f}$ a pour maximum théorique 10,2 environ.

a) Les mesures de permittivité $\epsilon_{33,f}$.

Nous avons souhaité étudier les variations de la permittivité $\epsilon_{33,f}$ en fonction des paramètres de dépôt de l'AlN. Compte tenu des contraintes de production, nous n'avons pas pu effectuer de nombreux essais en ne faisant varier qu'un seul paramètre à la fois. C'est pourquoi il nous a paru intéressant de regrouper tous les essais en faisant apparaître la permittivité $\epsilon_{33,f}$ en fonction

de la qualité cristalline de l'AlN, ce qui fait l'objet des 2 graphes suivants. Ils montrent l'évolution de la permittivité $\epsilon_{33,f}$ en fonction de l'intensité (Figure 87) et de la largeur FWHM (Figure 88) du pic de diffraction de {002}-AlN.

Les valeurs de permittivité dépassent le maximum théorique. Nous pensons que ces valeurs élevées proviennent de la surestimation de l'épaisseur de l'AlN. Il se peut en effet que la diffusion de l'aluminium dans l'AlN lors des recuits des électrodes supérieures de platine ait conduit à une épaisseur plus faible de l'AlN actif. Il est également possible que cette surestimation provienne de l'influence des capacités parasites dont la valeur (quelques picofarads) correspond à l'ordre de grandeur des capacités présentées par les condensateurs d'AlN. L'amélioration de la mesure passerait donc par une augmentation significative de la section des plots mesurées (qui est ici de $0,017 \text{ mm}^2$).

Nous remarquons également que la permittivité augmente avec l'amélioration de la qualité cristalline. La courbe de tendance ajoutée sur la figure permet d'en rendre compte. Les 2 points étoilés, sur chacun des graphes, sont les couches d'AlN pour lesquelles la température de dépôt est de $450 \text{ }^\circ\text{C}$ pour le premier et la puissance appliquée à la cible d'AlN est de 9 kW pour le second. Nous remarquons, d'après les paragraphes précédents (II.C.4.d)) que ce sont les 2 conditions pour lesquelles l'AlN présente des fissures importantes. Ceci montre que même si la qualité cristalline des couches d'AlN déposées à NXP CCdN a été améliorée en jouant sur les conditions d'élaboration, la permittivité est dégradée à cause des fissures. Ces courbes montrent globalement la corrélation entre la qualité cristalline et l'amélioration des propriétés diélectriques.

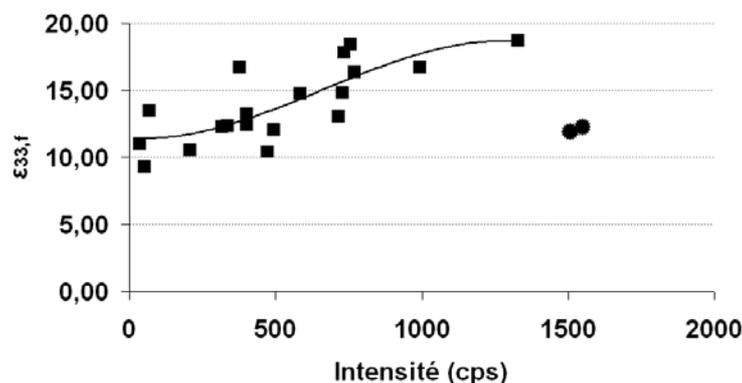


Figure 87 : La permittivité $\epsilon_{33,f}$ en fonction de l'intensité du pic de diffraction {002}-AlN

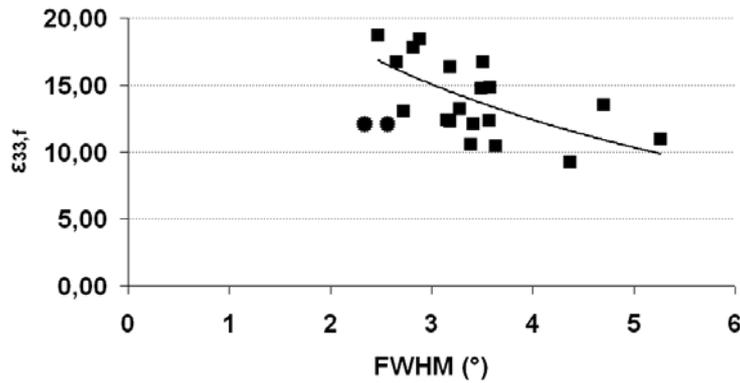


Figure 88 : La permittivité $\epsilon_{33,f}$ en fonction de la largeur FWHM du pic de diffraction {002}-AlN

b) Les mesures de $d_{33,f}$.

-Le coefficient $d_{33,f}$ en fonction de la texture de l'AlN :

Les 2 graphes suivants exposent les mesures de $d_{33,f}$ en fonction de l'intensité (Figure 89) et de la largeur FWHM (Figure 90) du pic de diffraction de {002}-AlN. Comme précédemment, nous avons ajouté des courbes de tendances pour essayer de dégager les grandes lignes des variations.

Il apparaît difficile de tirer des conclusions définitives même s'il semble globalement qu'une amélioration des propriétés cristallines s'accompagne d'une amélioration de la réponse piézoélectrique. Néanmoins, nous ne nous expliquons pas pourquoi l'amélioration de la propriété piézoélectrique n'est pas plus marquée et pourquoi les valeurs de coefficients $d_{33,f}$ restent inférieures à $1,50 \text{ pm.V}^{-1}$. Il est possible que la diffusion d'aluminium dans l'AlN lors du recuit de l'électrode supérieure de platine est altérée les propriétés de la couche active.

Les 2 points étoilés sont 2 films pour lesquels l'AlN a été élaboré à 450 °C pour l'un et à 9 kW pour l'autre. On a vu au paragraphe II.C.4.d) que ce sont des conditions de dépôt pour lesquelles l'AlN présente des fissures. Nous voyons ici une des conséquences qui est la dégradation significative des propriétés piézoélectriques.

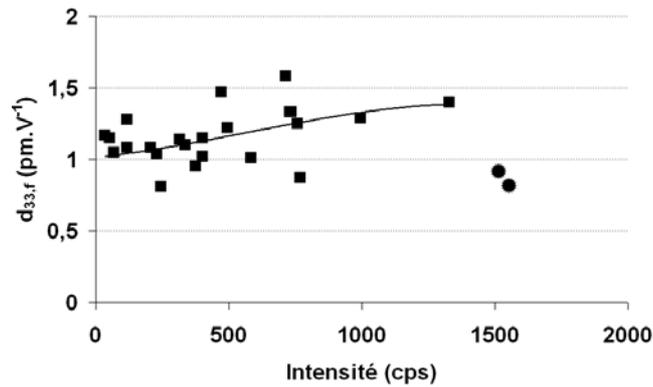


Figure 89 : Coefficient $d_{33,f}$ en fonction de l'intensité du pic de diffraction {002}-AlN

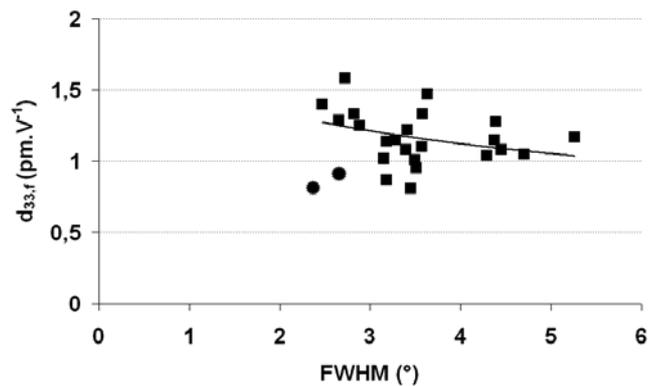


Figure 90 : Coefficient $d_{33,f}$ en fonction de la largeur FWHM du pic de diffraction {002}-AlN

-Effet de la température de dépôt sur le coefficient $d_{33,f}$:

Le coefficient piézoélectrique $d_{33,f}$ semble s'améliorer avec l'augmentation de la qualité cristalline. Cette tendance a pu être établie en analysant plus de 25 échantillons réalisés selon diverses conditions de dépôt. Nous présentons sur le graphe suivant les résultats de mesures du coefficient $d_{33,f}$ en fonction de la seule température de dépôt des films d'AlN (Figure 91). Nous pouvons voir que le coefficient $d_{33,f}$ diminue lorsque la température d'élaboration de la couche d'AlN augmente. Ceci est une tendance qui va dans le sens inverse de celle observée pour la qualité cristalline de l'AlN (II.C.4.d), Figure 89). Paradoxalement, la meilleure réponse en terme de texture est celle pour laquelle on obtient la plus basse réponse en terme de coefficient piézoélectrique.

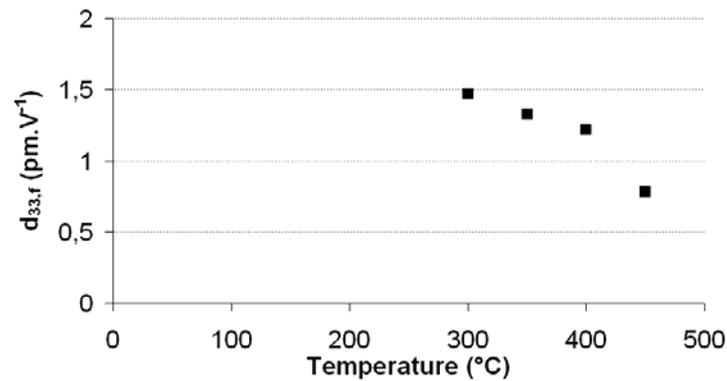


Figure 91 : Le coefficient $d_{33,f}$ en fonction de la température de dépôt de couches d'AlN (8 kW, 5 mTorr)

Les 3 photos suivantes (Figure 92) présentent la topologie de surface de films d'AlN élaborées aux températures correspondantes au graphe ci-dessus. Nous remarquons que plus la température d'élaboration est élevée, plus la taille des fissures est importante. Ceci explique que les valeurs de $d_{33,f}$ des films réalisés à haute température sont moins élevées, même si les diffractogrammes de rayons X sont meilleurs. En effet, la présence de fissures n'est pas incompatible avec la mesure de valeurs d'intensité élevée et de largeur FWHM faible en diffraction des rayons X alors que les propriétés piézoélectriques seront affectées par celles-ci. Elles sont ici d'autant plus dégradées que la taille des fissures est importante en taille.

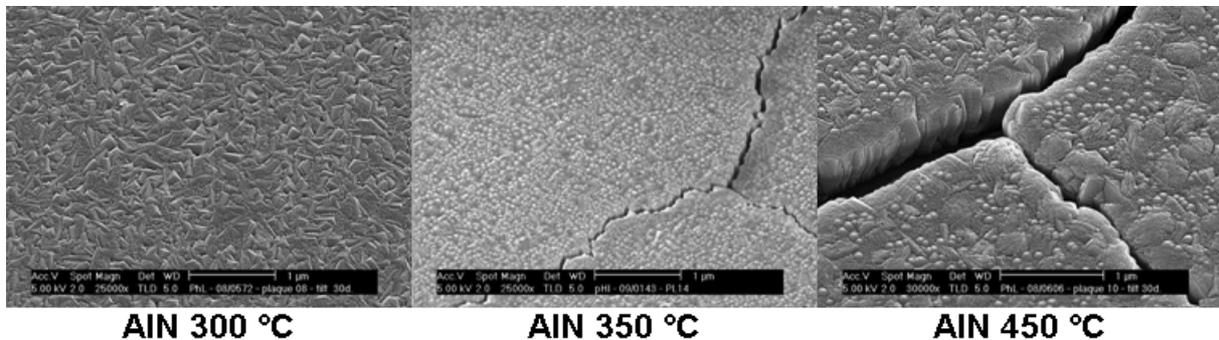


Figure 92 : Topologies de surface de couches d'AlN élaborées à différentes températures, réalisées au MEB (8 kW, 5 mTorr)

En tenant compte des images réalisées au MEB, ainsi que de l'incertitude des mesures du coefficient $d_{33,f}$, on peut en déduire que les mesures du coefficient $d_{33,f}$ corréleront dans l'ensemble assez bien les mesures de texture de la couche d'AlN. Ceci confirme l'étude faite par L. Valbin [155].

c) Conclusion sur les mesures de permittivité ϵ_{33} et de coefficient $d_{33,f}$.

Même si les résultats présentés dans ce paragraphe ne permettent pas de mettre en évidence de manière flagrante la corrélation entre la qualité cristalline des films d'une part, et leurs propriétés diélectriques et piézoélectriques d'autre part, il apparaît malgré tout que l'obtention de films avec de bonnes propriétés cristallines est préférable [57].

Les conditions de dépôt pour lesquelles nous obtenons la qualité cristalline la plus élevée seront donc recherchées en vue d'optimiser les propriétés des futurs résonateurs TFEAR. Toutefois, cette conclusion doit être pondérée par le fait que les films d'AlN présentant les caractéristiques de microstructure optimales sont aussi ceux présentant des fissures préjudiciables au fonctionnement des résonateurs. Ces films sont obtenus pour des conditions de dépôt extrêmes, relativement à la gamme de paramètre explorée et pour lesquelles les coefficients diélectriques et piézoélectriques sont faibles. Compte tenu des caractéristiques de la machine de dépôt que nous avons utilisée, ces conditions de dépôts doivent donc être éliminées au bénéfice de conditions a priori moins favorables.

2. Propriétés des films d'AlN élaborés chez des équipementiers

Parallèlement à nos investigations, nous avons fait appel à des équipementiers industriels pour comparer nos couches d'AlN à celles élaborées par des systèmes dédiés AlN. Le but est d'explorer toutes les voies pouvant nous permettre de fabriquer les résonateurs les plus performants possibles. Durant le projet TFEAR, 2 équipementiers (Oerlikon et Tegal) ont accepté d'élaborer des couches d'AlN sur nos structures Si / SiO₂ / AlSiCu avec leur machine de pulvérisation. Nous exposons ici les résultats de caractérisation d'échantillons de couches d'AlN élaborées par chacun d'eux.

Les films élaborés par Oerlikon et Tegal ont été caractérisés par diffraction des rayons X. La Figure 93 expose le résultat de ces mesures, comparativement à des couches d'AlN élaborées à NXP CCdN. Les grandeurs caractéristiques sont résumées dans le tableau ci-après (Tableau 7).

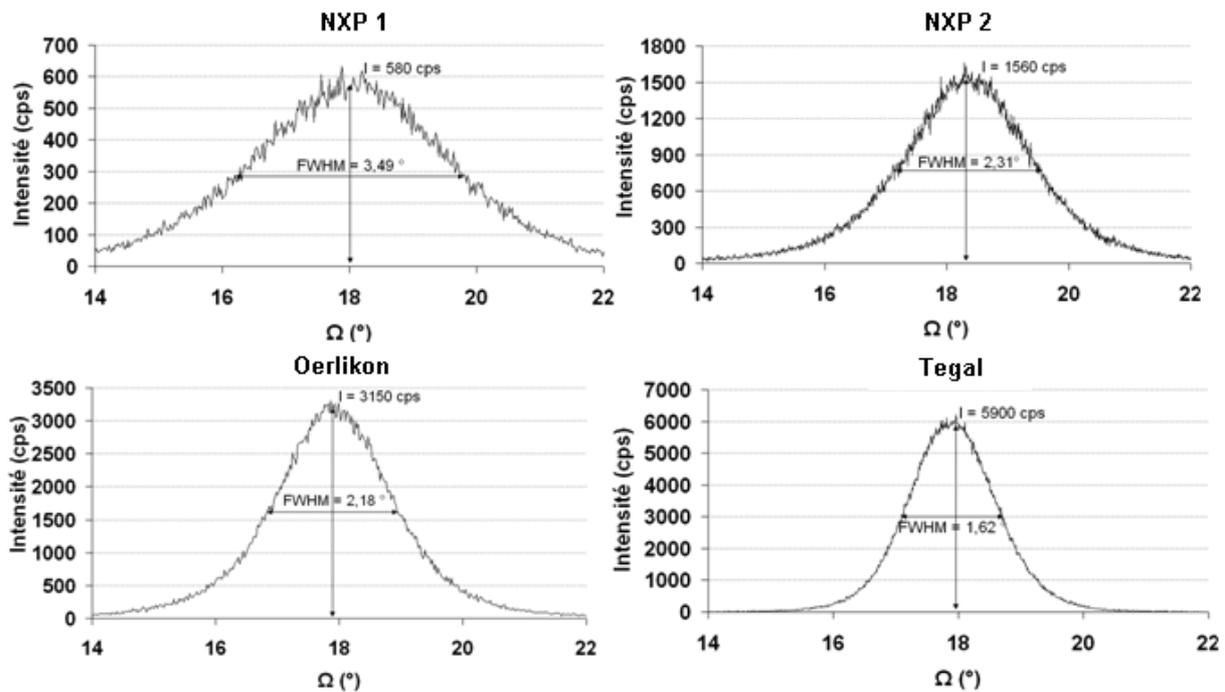


Figure 93 : Diffractogramme de couches d'AlN centrés sur le pic de diffraction de {002}-AlN

Ce tableau indique également la méthode de dépôt pour chacune des 3 machines utilisées. La qualité cristalline des films d'AlN élaborés par Oerlikon et Tegal est significativement plus élevée que celle des films élaborés à NXP CCdN. La configuration des machines de dépôt, pour Oerlikon et Tegal a été spécialement étudiée pour la croissance de films d'AlN sans contraintes internes. Il existe également sur ces 2 machines, et contrairement à celle de NXP CCdN, une gestion précise des dépôts en fonction de l'usure des cibles. Elles fonctionnent en mode DC pulsé ou RF, comme bon nombre de travaux recensés dans la littérature [21, 24, 25, 33, 34, 36-38, 41, 42, 58, 95, 98, 99, 113, 116, 117, 123, 130, 132, 135, 136, 140]. Ceci permet, par exemple, d'explorer la variation du pourcentage d'azote dans le mélange gazeux argon-azote sur une large gamme, sans risquer des problèmes d'arcage, ce qui n'est pas le cas de la machine utilisée à NXP CCdN.

n°	Mode	Puissance (kW)	Pression (mTorr)	Température (°C)	Intensité (cps)	FWHM (°)
NXP 1	DC	4	5	350	580	3,49
NXP 2	DC	8	5	450	1550	2,31
Oerlikon	DC pulsé	-	-	220	3150	2,18
Tegal	RF	-	-	-	5900	1,62

Tableau 7 : Comparaison de couches d'AlN élaborées à NXP CCdN et chez des équipementiers

Malheureusement, le partenariat naissant avec les équipementiers n'a pas pu être poursuivi suite à l'arrêt du projet.

Le coefficient $d_{33,f}$ a été mesuré sur des échantillons d'Oerlikon et de Tegal. Nous avons obtenu un coefficient égal à $2,72 \text{ pm.V}^{-1}$ pour celui d'Oerlikon et de $2,26 \text{ pm.V}^{-1}$ pour celui de Tegal. Les 2 échantillons n'ayant pas été mesurés sur le même banc, il est donc difficile à ce stade de comparer les valeurs. On retient que ce sont des valeurs supérieures à celles mesurées sur toutes les plaques contenant des films d'AlN élaborés à NXP CCdN.

La comparaison de la morphologie de surface des films d'AlN décrite ci-dessous permet de voir que ceux élaborés par Oerlikon et Tegal ne présentent aucune fissure (Figure 94). La surface semble également plus homogène et dense que ceux de NXP.

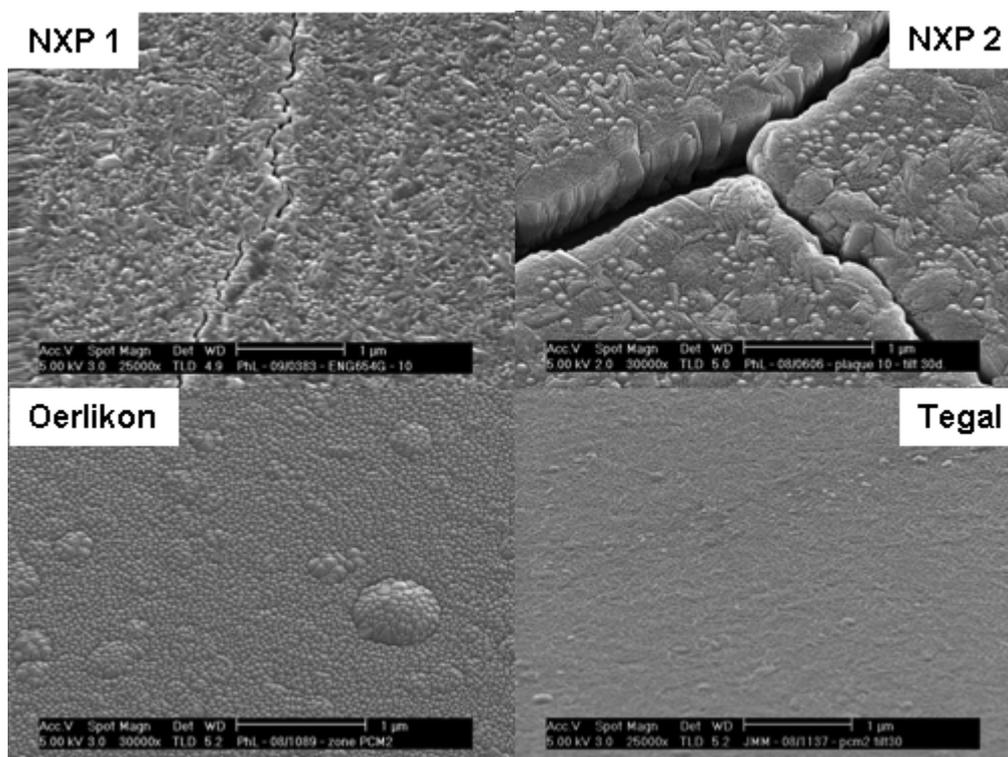


Figure 94 : Topologie de surface de films d'AlN élaborés à NXP CCdN et chez des équipementiers

F. Conclusion des différentes couches d'AlN

Les essais effectués sur la machine de dépôts à NXP CCdN ont permis de sélectionner une série d'étapes et des paramètres de dépôt permettant d'obtenir des films d'AlN cristallisés et orientés selon les plans $\{002\}$. Nous avons choisi 2 principales recettes d'élaboration des films

d'AlN qui doivent servir dans le procédé pour la réalisation des résonateurs TFEAR. Parallèlement à ces essais, nous avons cherché à améliorer la qualité cristalline de l'AlN par des paramètres autres que ceux de la machine de dépôt. Une couche tampon de titane a été testée sous l'AlSiCu, ou sous l'AlN ou les deux. Nous avons constaté une amélioration significative de cette texture dans ces différents cas. Si le titane améliore la texture de {002}-AlN, la tendance de celle-ci en fonction de l'épaisseur de titane déposée sous l'AlSiCu n'est cependant pas claire. Lorsque cette couche tampon est déposée directement sous l'AlN, nous avons observé un maximum de la texture de {002}-AlN pour une épaisseur de 5 nm de titane. Un plus grand nombre d'essais aurait été nécessaire pour clarifier l'effet de la couche tampon.

La caractérisation diélectrique et piézoélectrique des films d'AlN ainsi obtenus a permis de mettre en évidence des tendances en fonction des conditions d'élaboration. Les conditions pour lesquelles la qualité cristalline est meilleure donneront également de meilleures propriétés diélectriques et piézoélectriques. Il faut néanmoins relativiser ces tendances par la présence, dans les films élaborés à NXP CCdN, de fissures dans les films qui présentent les meilleures propriétés cristallographiques élaborés en conditions extrêmes.

Les conditions d'élaboration qui serviront pour les résonateurs TFEAR seront appelées « conditions standards ». Les films élaborés dans ce cas présentent une qualité cristalline ainsi que des propriétés diélectriques et piézoélectriques plutôt moyennes. Cependant, nous verrons dans le chapitre III que les résonateurs fonctionneront aux fréquences de résonance attendues.

Enfin, l'AlN élaboré par les équipementiers présente une qualité cristalline ainsi qu'un coefficient piézoélectrique $d_{33,f}$ significativement meilleurs que ceux élaborés à NXP CCdN.

G. Caractérisation micro- et nano-structurale

5 échantillons présentant les propriétés cristallines jugées les plus intéressantes ont été caractérisés avec un TEM par B. Domengès (CRISMAT) pour déterminer la taille des cristallites d'AlSiCu et d'AlN, le degré de cristallinité, ainsi que l'épaisseur de titane lorsqu'il était présent, ceci de manière précise, mais localisée. Des mesures de diffraction par rayons X, faites en collaboration avec D. Chateigner (CRISMAT) ont permis de faire des simulations et de caractériser complètement la texture de ces 5 échantillons. Ces mesures ont été faites avec le diffractomètre INEL muni du goniomètre 4-cercles Huber et du détecteur CPS (II.B.1.c)).

1. Présentation des échantillons

Nous avons vu que, globalement, les propriétés piézoélectriques tendent à s'améliorer avec l'augmentation de la qualité cristalline mesurée en utilisant le diffractomètre Seifert (nuages de points sur les Figure 89 et Figure 90). Cependant, il nous a paru intéressant d'effectuer des analyses de manière plus élaborée que celles effectuées avec le diffractomètre Seifert. Ceci nous permettrait de comprendre les paramètres influant sur le coefficient piézoélectrique $d_{33,f}$ par la mesure et l'affinement complets de la texture de films d'AlN. 5 échantillons, parmi ceux ayant une qualité cristalline élevée, mesurée en utilisant le diffractomètre Seifert, ont été sélectionnés pour cette étude (Tableau 8).

Les échantillons sélectionnés, sauf le 12, ont au moins un paramètre de dépôt qui diffère des conditions standards, c'est-à-dire celles utilisées pour le procédé TFEAR (pas de titane, 4 kW, 350 °C, 5 mTorr pour la couche d'AlN). Ces conditions sont précisées dans la deuxième colonne du Tableau 8. Il convient de préciser que l'électrode supérieure en platine (Pt), qui a servi pour les mesures du coefficient $d_{33,f}$, a été déposée et recuite à 500 °C pendant une heure. Les diffractogrammes avant et après recuit ne montrent cependant pas d'évolution notable de la qualité cristalline de l'AlN.

N°	Particularité à l'élaboration	Ti	AlSiCu	Ti	AlN	Pt	I (cps) ; FWHM (°)	$d_{33,f}$ (pm.V ⁻¹)
		Epaisseur (µm)						
10	T = 450 °C, P = 8 kW	-	0,2	-	1	-	1563 ; 2,31	0,79
12	Standard	-	0,2	-	1	-	400 ; 3,15	1,02
19	Ti sous l'AlN	-	0,2	5.10^{-3}	1	0,1	1329 ; 2,47	1,40
16	P = 9 kW	-	0,25	-	1	0,1	1531 ; 2,57	0,89
23	Ti sous l'AlSiCu et sous l'AlN	10.10^{-3}	0,2	5.10^{-3}	1	0,1	994 ; 2,65	1,29

Tableau 8 : Composition des échantillons analysés avec MAUD et avec le TEM, et caractéristiques mesurées sur le diffractomètre Seifert. Le substrat est Si / SiO₂ (600 nm). T : Température, P : Puissance

Les intensités directes dépendent des taux de porosité, de l'état de contrainte, de l'épaisseur des couches, des tailles de cristaux, ... et ne sont par conséquent pas directement comparables d'un échantillon à un autre. Ainsi, par exemple, en comparant les échantillons 19 et 16, nous constatons qu'un échantillon ayant une largeur FWHM plus faible ne montre pas forcément

une intensité maximale plus élevée. De plus, si les orientations sont légèrement différentes, l'influence sur les intensités directes peut être grande. Ceci confirme l'intérêt d'utiliser des outils tel que MAUD, complémentaire des analyses faites via le diffractomètre Seifert. L'analyse des échantillons avec le TEM a permis d'évaluer la nanostructure des films, en particulier celle de l'AlN.

2. Caractérisation microstructurale au moyen de MAUD

a) Exemples de données extraites du logiciel MAUD.

Nous présentons dans ce paragraphe 2 exemples de graphes que nous pouvons extraire des données affinées par le logiciel MAUD.

Le premier graphe montre l'intensité mesurée par le diffractomètre INEL et l'intensité affinée par le logiciel MAUD (échantillon 10 présenté sur la Figure 95). Pour chaque échantillon, nous avons mesuré plus de 1200 diagrammes (« Spectrum » en ordonnée) en mode θ - 2θ , pour autant d'orientation (χ , φ) de l'échantillon. Nous rappelons que l'angle χ est balayé de 0 à 55 ° par pas de 2,5 °. L'angle φ est balayé de 0 à 355 ° par pas de 5 °. Nous constatons sur cet exemple que l'affinement des simulations effectuées avec le logiciel MAUD (partie haute de la Figure 95), permet de bien représenter les mesures (partie basse de la Figure 95).

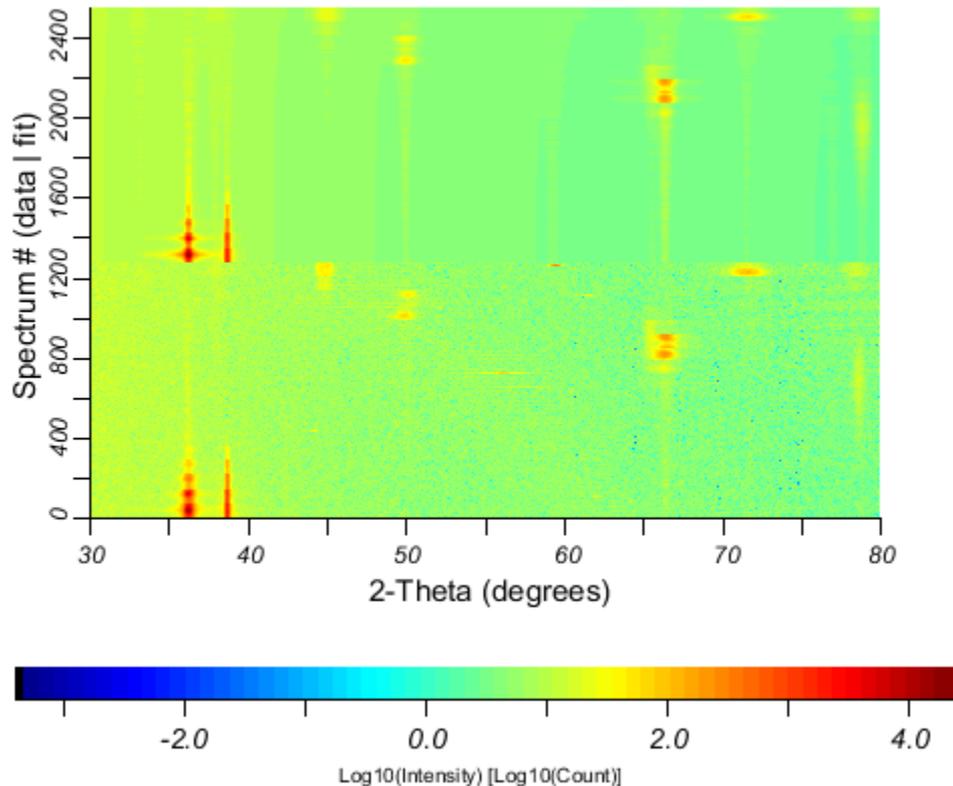


Figure 95 : Comparaison typique des 1225 diagrammes mesurés (partie basse) et affinés par analyse combinée en utilisant le logiciel MAUD (partie haute) pour l'échantillon 10

Dans le but d'évaluer la qualité de l'affinement par rapport aux mesures, il existe plusieurs facteurs dont les principaux sont R_w et R_{exp} (Annexe 4). Par exemple, nous obtenons pour le graphe précédent :

$$R_w = 36,187\% \qquad R_{exp} = 31,592\%$$

Chaque diagramme comporte environ 3000 points de mesure, ce qui représente environ $3 \cdot 10^6$ points de mesure au total. Pour obtenir un facteur de qualité d'affinement, il est nécessaire de calculer le facteur χ^2 , qui vaut $(R_w/R_{exp})^2 = 1,31$. Celui-ci est proche de 1 et l'affinement est donc satisfaisant.

La Figure 96 représente un exemple de figures de pôles normalisées $\{002\}$ -AlN et de $\{100\}$ -AlN. La texture est exprimée en m.r.d. (multiple of random distribution). Nous obtenons sur cette figure de pôle un maximum de 172,63 mrd pour $\{002\}$ -AlN qui est la texture la plus élevée parmi les 5 échantillons mesurés. Rappelons qu'une poudre (échantillon sans orientation préférentielle) présenterait des figures de pôles homogènes dont les valeurs de densité seraient toutes égales à 1 mrd. Cette figure montre une très forte orientation telle que les axes cristallins $\langle 002 \rangle$ sont répartis en moyenne autour de la normale au plan du film x_3 . Toutefois, si le pôle

de densité central est très prononcé et de largeur à mi-hauteur faible (1 ou 2 °), nous observons que ce pôle s'étale jusqu'à des valeurs atteignant 15 °. Ceci pourrait avoir une influence non négligeable sur les propriétés piézoélectriques. D'autre part, la figure de pôle {100}-AlN montre des directions <100> aléatoirement réparties autour de x_3 . Cette caractéristique est la signature d'une texture sans caractère hétéroépitaxial.

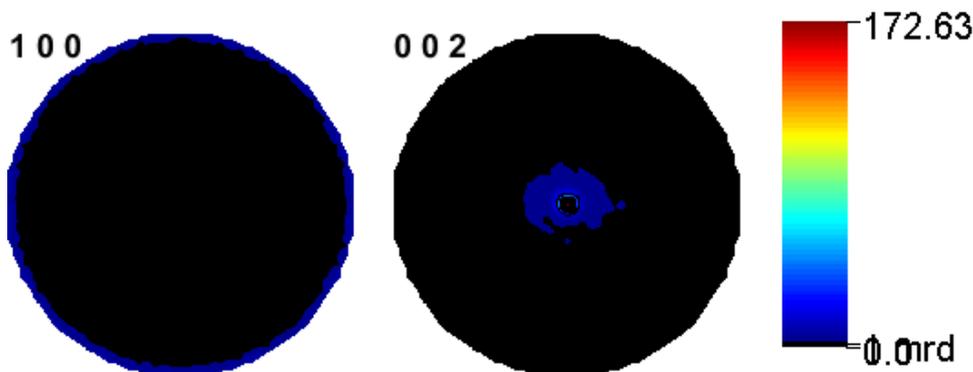


Figure 96 : Exemple de figures de pôles normalisées {002}-AlN et {100}-AlN pour l'échantillon 23

La Figure 97 représente un exemple de figures de pôles normalisées de {111}-Al, {200}-Al et de {220}-Al pour l'électrode inférieure d'AlSiCu. Il s'agit de l'aluminium situé sous l'AlN de l'échantillon 23. La texture présente un maximum de 142,99 mrd pour les plans {111} de l'aluminium. C'est également pour cet échantillon que nous obtenons le maximum de texture parmi les 5 échantillons.

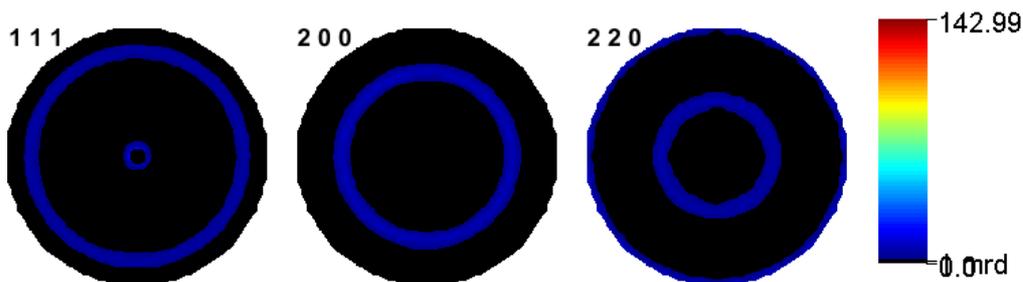


Figure 97 : Exemple de figures de pôles normalisées de {111}-Al, de l'Al(200) et de l'Al(220) pour l'échantillon 23

b) Tendances déduites des données extraites du logiciel MAUD

Les graphes suivants présentent quelques tendances que nous avons pu déduire des résultats d'affinement.

La Figure 98 montre le coefficient piézoélectrique $d_{33,f}$ en fonction de la taille des cristallites obtenue par analyse combinée. Nous avons choisi pour plus de simplicité un modèle d'affinement selon lequel les cristallites sont représentées sous forme de sphères. Nous pouvons remarquer qu'une taille de cristallite plus faible conduit à une valeur de coefficient piézoélectrique élevée.

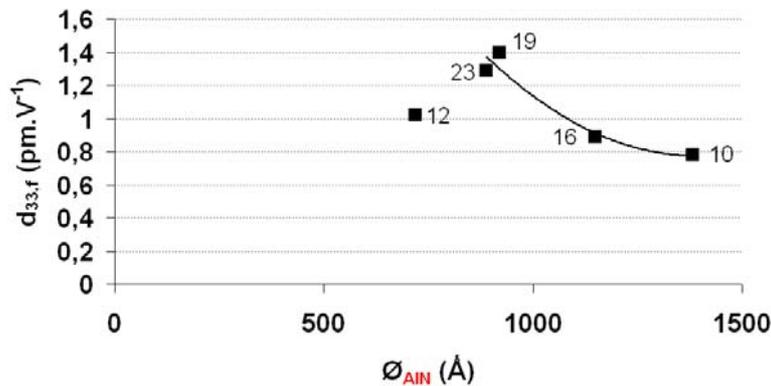


Figure 98 : Coefficient $d_{33,f}$ de nos films en fonction du diamètre moyen des cristallites de la couche d'AlN

La Figure 99 montre la variation du maximum de la figure de pôles de $\{002\}$ -AlN en fonction de celui de $\{111\}$ -Al. Nous constatons qu'un maximum de densité d'orientation élevé de la figure de pôles de $\{111\}$ -Al entraîne un maximum de densité d'orientation de la figure de pôles de $\{002\}$ -AlN (échantillon 12 excepté), et que la relation est quasi-linéaire.

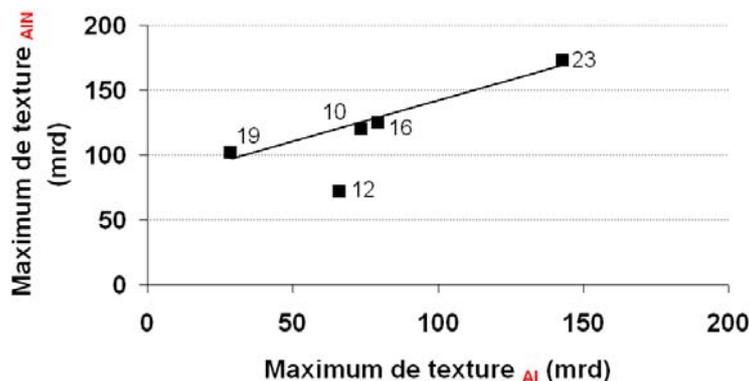


Figure 99 : Maximum de la densité d'orientation de la figure de pôles de $\{002\}$ -AlN en fonction de celui de $\{111\}$ -Al

Nous remarquons cependant que les échantillons 19 et 23 sont aux extrêmes de la courbe sur la Figure 99, or, nous constatons qu'ils manifestent un coefficient piézoélectrique et ont des cristallites de tailles similaires. La Figure 100 représente les figures de pôles normalisées de $\{002\}$ -AlN et de $\{100\}$ -AlN pour l'échantillon 19. En comparant avec les mêmes figures de pôles de l'échantillon 23 sur la Figure 96, nous constatons que, si le maximum de texture des

échantillons 23 et 19 est différent, le pied de la figure de pôle de $\{002\}$ -AlN est plus large pour l'échantillon 19 que pour l'échantillon 23 indiquant un plus grand nombre de cristallites légèrement désorientés. Il est donc probable qu'en réalité, des quantités similaires de cristallites sont orientés selon les plans $\{002\}$ -AlN et contribuent au coefficient $d_{33,f}$ des échantillons 19 et 23, d'où leur valeur comparable. Ceci montre qu'une légère désorientation des cristallites par rapport à la direction optimale ($\{002\}$ -AlN) ne réduit pas significativement le coefficient $d_{33,f}$. L'échantillon 12, qui possède les plus petites cristallites, montre par contre une texture d'AlN plus faible. Il semble donc logique que cet échantillon montre aussi un coefficient $d_{33,f}$ inférieur aux autres.

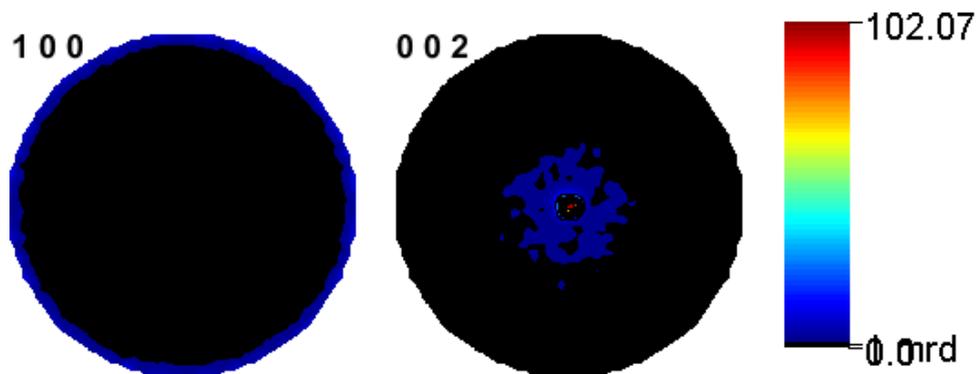


Figure 100 : Figures de pôles normalisées de $\{002\}$ -AlN et de $\{100\}$ -AlN pour l'échantillon 19

C'est ici que l'on peut entrevoir l'importance d'une caractérisation fine de la texture, plus complète que le rocking curves ou le simple balayage en mode θ - 2θ . Dans l'ensemble, ces résultats confirment que l'amélioration de la qualité cristalline de l'électrode inférieure est nécessaire pour obtenir la texture de $\{002\}$ -AlN la plus élevée le long de x_3 et montre un lien fort entre $\{002\}$ -AlN et $\{111\}$ -Al de l'AlSiCu.

Nous avons également affiné par analyse combinée les contraintes résiduelles T_{11} , T_{22} et T_{12} indépendamment (la contrainte mécanique T_{13} est considérée comme nulle dans un film pour l'équilibre mécanique). Les données déduites par le logiciel MAUD montrent que les contraintes internes T_{11} , T_{22} , T_{12} sont faibles voir nulles pour la couche d'aluminium. Ces contraintes sont non nulles pour la couche d'AlN. Ceci pourrait signifier que l'électrode inférieure d'aluminium impose ses contraintes au film déposé. Nous n'avons pas remarqué d'évolution caractéristique du coefficient $d_{33,f}$ en fonction des contraintes T_{11} , T_{22} de l'AlN qui ne sont pas isotropes dans le plan de l'échantillon. Par contre, nous pouvons observer (Figure 101) une dépendance monotone du coefficient $d_{33,f}$ en fonction de la contrainte de cisaillement

T_{12} , qui peut prendre des valeurs allant jusqu'à 140 MPa. Nous constatons que ces contraintes de cisaillement sont toutes positives et que plus elles sont proches de 0 MPa, plus le coefficient $d_{33,f}$ est élevé. De telles valeurs de cisaillement pourraient expliquer le développement dans certains films de fissures (Les échantillons 10 et 16 pour lesquels les valeurs de contraintes de cisaillement sont les plus élevées).

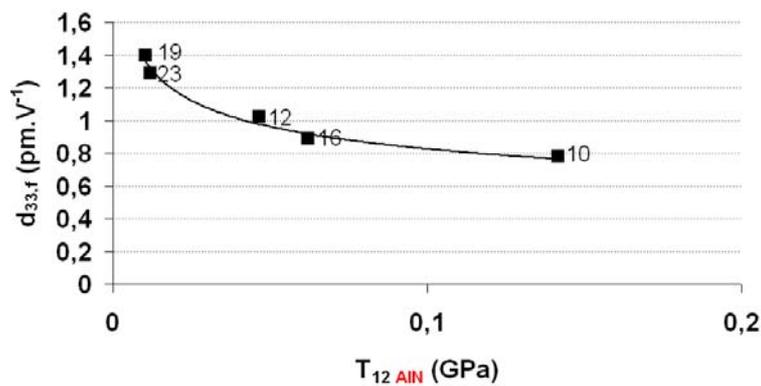


Figure 101 : Coefficient piézoélectrique $d_{33,f}$ en fonction de la contrainte de cisaillement T_{12} de la couche d'AlN

Pour mieux comprendre cette tendance, nous joignons à ce graphe celui qui montre le paramètre de maille « a » de la structure cristalline de l'AlN en fonction de T_{12} de l'AlN (Figure 102). T_{12} étant positive, elle correspond à une extension de « a ». Une contrainte de cisaillement en extension dans le plan (a,b) de la structure a donc un effet néfaste sur le coefficient $d_{33,f}$.

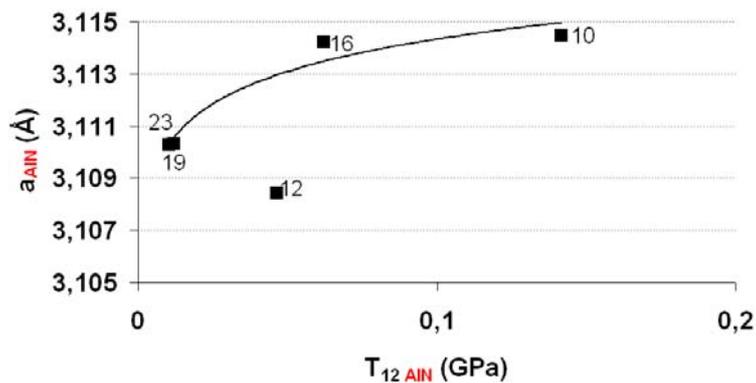


Figure 102 : Paramètre de maille « a » de la structure cristalline de l'AlN en fonction de la contrainte de cisaillement T_{12} de l'AlN

Nous pouvons raisonnablement supposer qu'une tension en cisaillement des plans (a,b) limite quelque peu les déplacements atomiques dans une direction perpendiculaire à ces plans, ce qui impliquerait les coefficients $d_{33,f}$ observés.

La Figure 103 représente la variation du paramètre de maille « a » de la structure cristalline de l'AlN en fonction du paramètre du plan de base de {111}-Al. En effet, comme l'aluminium est orienté (111), l'hexagone sur lequel les atomes qui vont former la couche d'AlN a pour côté un paramètre égal à $2^{1/2} \cdot a_{Al}$. En prenant en compte les 5 échantillons, nous constatons que le paramètre de maille du plan (111) est centré sur une valeur proche de 5,700 Å. Nous supposons que cette valeur correspond au paramètre de maille de l'alliage d'aluminium AlSiCu. Le paramètre de maille « a » de la structure cristalline de l'AlN est alors proche de 3,110 Å. Il faut cependant modérer cette tendance au regard des faibles écarts entre les différentes valeurs.

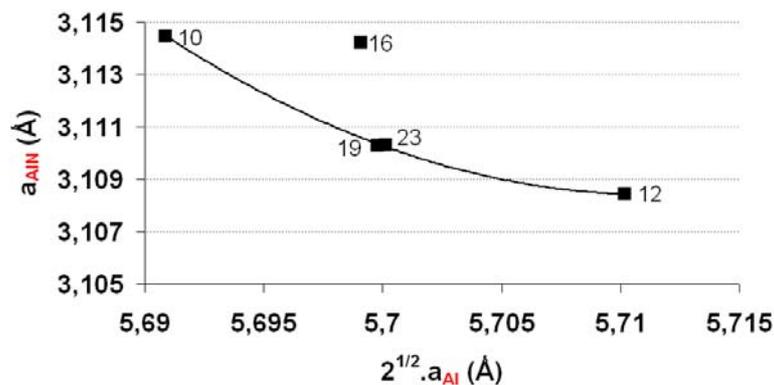


Figure 103 : Paramètre de maille « a » de la structure cristalline de l'AlN en fonction du paramètre du plan de base de {111}-Al

En prenant en compte les graphes précédents, nous constatons toutefois que les échantillons pour lesquels les valeurs des paramètres de maille sont proches de 5,700 Å pour l'aluminium et 3,110 Å pour l'AlN correspondent aux échantillons pour lesquels les contraintes de cisaillement T_{12} sont les plus proches de 0 MPa. Nous obtenons dans ces conditions les valeurs de coefficient piézoélectrique $d_{33,f}$ les plus élevées parmi ces 5 échantillons. Nous constatons également que l'échantillon 12, qui a un paramètre de maille du plan (111) supérieur à la valeur de 5,700 Å, est aussi celui pour lequel le paramètre de maille « a » de l'AlN est inférieur à 3,110 Å et inversement pour les échantillons 16 et 10. Nous pouvons en déduire que la couche d'AlSiCu a une certaine influence sur la couche d'AlN.

c) Conclusion sur les données extraites du logiciel MAUD

L'analyse combinée de nos films par diffraction X a permis d'entrevoir les liens entre les paramètres des mailles cristallines de l'aluminium et de l'AlN, la contrainte de cisaillement de l'AlN, ainsi que la texture des 2 couches polycristallines, avec le coefficient piézoélectrique $d_{33,f}$. Lorsque le paramètre de maille du plan (111) de l'aluminium est centré sur une valeur

autour de $5,700 \text{ \AA}$, le paramètre « a » de la maille de l'AlN se rapproche d'une valeur proche de 3.110 \AA . Dans ce cas, les contraintes de cisaillement T_{12} de l'AlN sont minimales et le coefficient piézoélectrique $d_{33,f}$ est maximal. Ceci confirme le lien primordial entre les différentes couches constituant les futurs résonateurs et donc l'importance des paramètres d'élaboration de l'AlN et de l'électrode inférieure en AlSiCu.

Pour obtenir de l'AlN avec des propriétés piézoélectriques élevées, il faut donc obtenir une texture élevée grâce à l'optimisation des conditions d'élaboration et l'utilisation éventuelle de couche tampon. De plus, nous venons de voir qu'il faut également contrôler la taille des cristallites d'AlN. Nous avons vu pour nos échantillons qu'une taille de cristallite petite conduit à de plus forts coefficients piézoélectriques. Un dernier facteur important que nous avons confirmé est le contrôle des contraintes internes dans la couche piézoélectrique. Ceci pourrait être réalisé par l'ajustement de la polarisation négative lors des dépôts des couches minces d'AlN. Malheureusement, la machine industrielle de dépôt des films minces d'AlN que nous avons utilisée ne permet pas ce contrôle. Il nous a donc été impossible d'ajuster au mieux tous les paramètres d'élaboration pour atteindre les coefficients piézoélectriques les plus élevés.

L'analyse combinée de la structure des films peut être longue et délicate dans le cadre du développement industriel d'un résonateur tel que le TFEAR. Cependant, la diffraction des rayons X et l'analyse combinée avec MAUD présentent un grand intérêt puisqu'ils permettent de déterminer par exemple les contraintes internes des couches dans un empilement multicouche ce qui est impossible avec les outils traditionnels. Tout ceci demanderait bien sûr du temps et des analyses supplémentaires sur d'autres échantillons pour confirmer nos conclusions.

3. Caractérisation nanostructurale au moyen du TEM

a) Observations des échantillons avec le TEM

La caractérisation en microscopie électronique en transmission (TEM) nous a permis d'évaluer la nanostructure des différentes couches à l'échelle locale. Aucun échantillon n'a été recuit avant l'observation au TEM. La Figure 104 montre que la couche d'AlN des 5 échantillons présente une microstructure typique d'une croissance colonnaire. Les grains d'aluminium apparaissent beaucoup plus larges (au moins 500 nm) que ceux de l'AlN (inférieur à 100 nm).

Il apparaît également une légère évolution de la microstructure du bas de la couche vers le haut. Ainsi, une zone plus perturbée d'une centaine de nanomètres d'épaisseur est observée, proche de l'interface AlN / AlSiCu, qui correspond à la mise en place de la croissance colonnaire.

Cette morphologie colonnaire a été confirmée par les résultats de diffraction électronique par sélection d'aire (Selected Area Electron Diffraction - SAED). Cette technique consiste à sélectionner à l'aide d'un diaphragme (en général de 150 nm de diamètre) une zone diffractante de la lame mince.

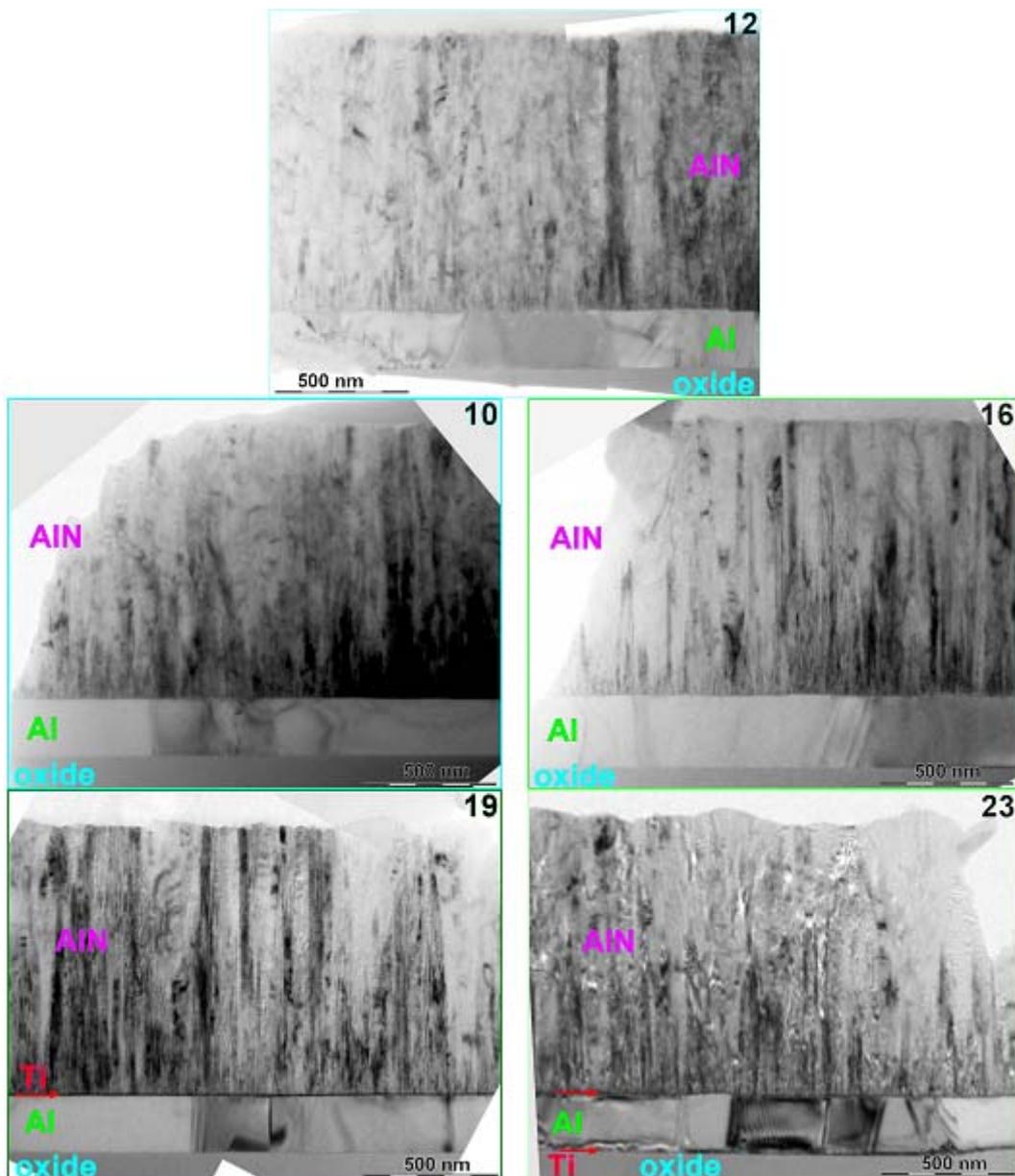


Figure 104 : Observation au TEM en mode haute résolution des 5 échantillons.

Dans le cas de l'échantillon 12, les diagrammes de diffraction obtenus montrent de nombreuses taches situées sur des cercles de diamètre caractéristique des distances inter-réticulaires de la structure de l'AlN. Les images correspondantes présentent des contrastes de Moiré dû à la superposition de plusieurs grains cristallins sur le trajet des électrons (Figure 105 et Figure 106). On peut en déduire que la taille des cristallites de cette couche est nettement inférieure à la centaine de nanomètre. Pour les autres échantillons, on observe des contrastes d'images similaires. Cependant, la diffraction électronique met en évidence une orientation plus prononcée des grains d'AlN (soit $\langle 002 \rangle$ à peu près perpendiculaire au plan du film). Dans ce cas, comme présenté sur le cliché SAED de l'échantillon 19 (Figure 106), on observe des taches 002 en forme d'arc de cercle centré sur un axe parallèle à l'axe $\langle 001 \rangle$ du substrat de silicium (normal au film).

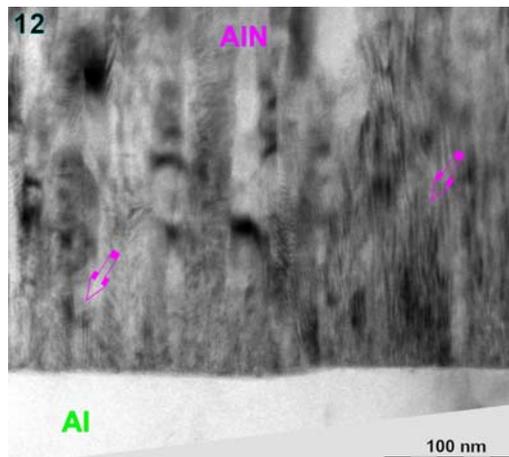


Figure 105 : Observation de l'échantillon 12 au TEM en mode haute résolution. Les flèches indiquent les contrastes de Moiré. La largeur des grains est d'environ 20 nm.

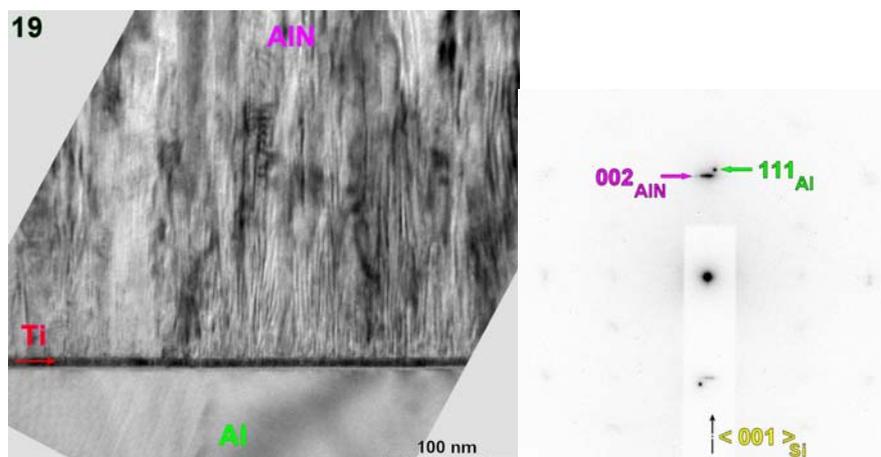


Figure 106 : Observation de l'échantillon 19 au TEM en mode haute résolution (A gauche) où sont visibles de nombreux contrastes de Moiré. La largeur des grains est d'environ 20 nm. Le cliché SAED de l'échantillon 19 (A droite) montre que l'axe $\langle 111 \rangle$ de l'aluminium est légèrement désorienté par rapport à la normale au film (axe $\langle 001 \rangle$ du substrat).

Les figures suivantes (Figure 107, Figure 108 et Figure 109) présentent la différence de qualité cristalline les échantillons 12, 19 et 23. L'échantillon 12 qui a été élaboré dans les conditions standards du procédé TFEAR, présente la qualité cristalline la plus faible tandis que l'échantillon 19 présente des grains d'AlN ayant une meilleure orientation $\langle 001 \rangle$. L'échantillon 23 présente quant à lui des grains d'AlN globalement bien orientés, plus gros, mais l'axe $\langle 001 \rangle$ n'est pas parfaitement perpendiculaire au plan du film.

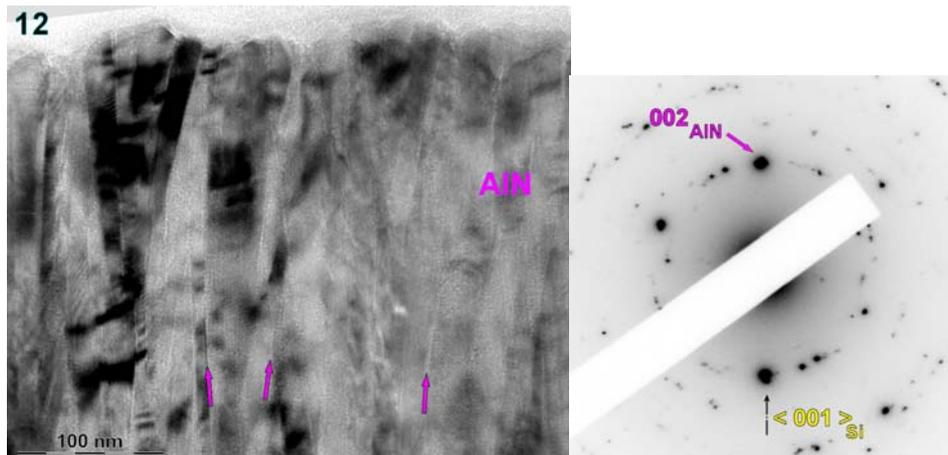


Figure 107 : Observation de l'échantillon 12 au TEM en mode haute résolution (A gauche). L'image est fortement défocalisée afin de mieux visualiser les joints de grains (Flèches). La largeur des grains reste faible (de 10 à 20 nm). Le cliché SAED de l'échantillon 12 (A droite) montre une faible orientation préférentielle des grains d'AlN.

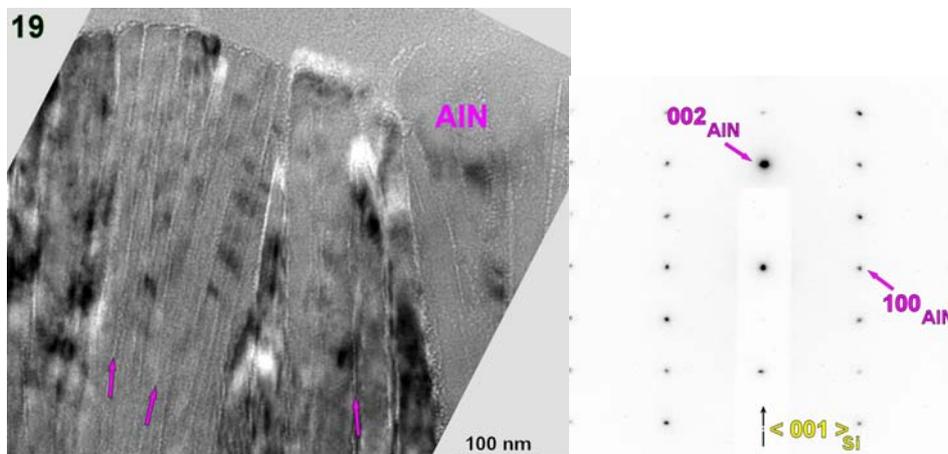


Figure 108 : Observation de l'échantillon 19 au TEM en mode haute résolution (A gauche). La largeur des grains reste faible (de 10 à 20 nm). Le cliché SAED de l'échantillon 19 (A droite) montre que les grains présentent tous la même orientation.

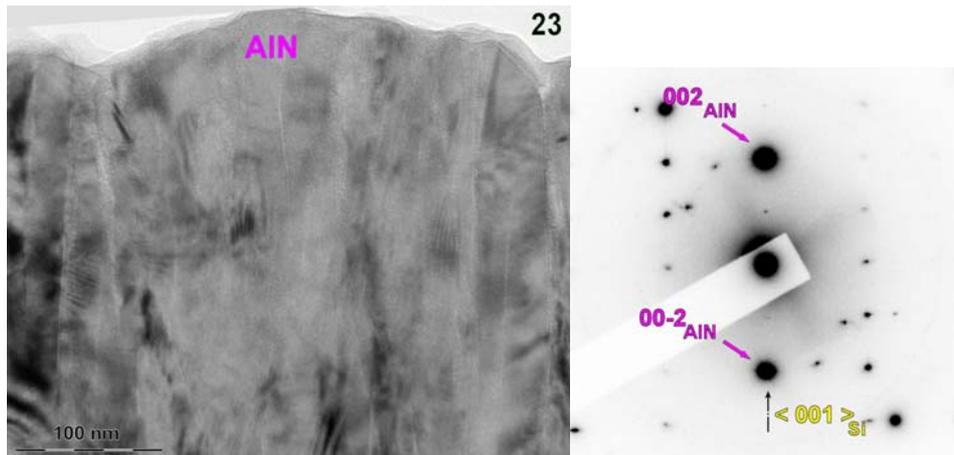


Figure 109 : Observation de l'échantillon 23 au TEM en mode haute résolution (A gauche). La largeur des grains est plus élevée (de 20 à 40 nm). Le cliché SAED de l'échantillon 23 (A droite) montre que l'axe $\langle 001 \rangle$ n'est pas parfaitement perpendiculaire au plan du film (dissymétrie d'intensité entre 002 et 00-2).

Une étude complémentaire des échantillons comportant des sous-couches de titane (Echantillons 23 et 19) a été réalisée (Figure 110). Les résultats sont similaires pour les deux échantillons. Les couches de titane sont bien cristallisées. L'observation en STEM-HAADF¹ confirme que la couche supérieure est moins épaisse que celle à l'interface SiO₂ / aluminium. Les images haute résolution des 2 couches de titane (Figure 111) ont mis en évidence la présence d'une couche amorphe d'environ 1,5 nm d'épaisseur contenant de l'oxygène (analyse ponctuelle par EDX²).

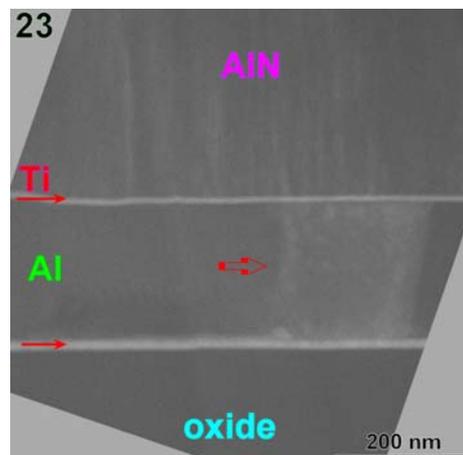


Figure 110 : Observation de l'échantillon 23 au TEM en mode STEM-HAADF. Le contraste observé est proportionnel au numéro atomique des éléments traversés par le faisceau électronique. Il apparaît nettement qu'un phénomène de diffusion du titane dans la couche d'aluminium a eu lieu (phénomène confirmé par les analyses ponctuelles en EDX) indiquée par la flèche.

¹ Scanning TEM High Angle Annular Dark Field - Imagerie champ noir en détection annulaire à grand angle dans le mode balayage du TEM

² Energy Dispersive X-ray spectrometry - Analyse dispersive en énergie des rayons X.

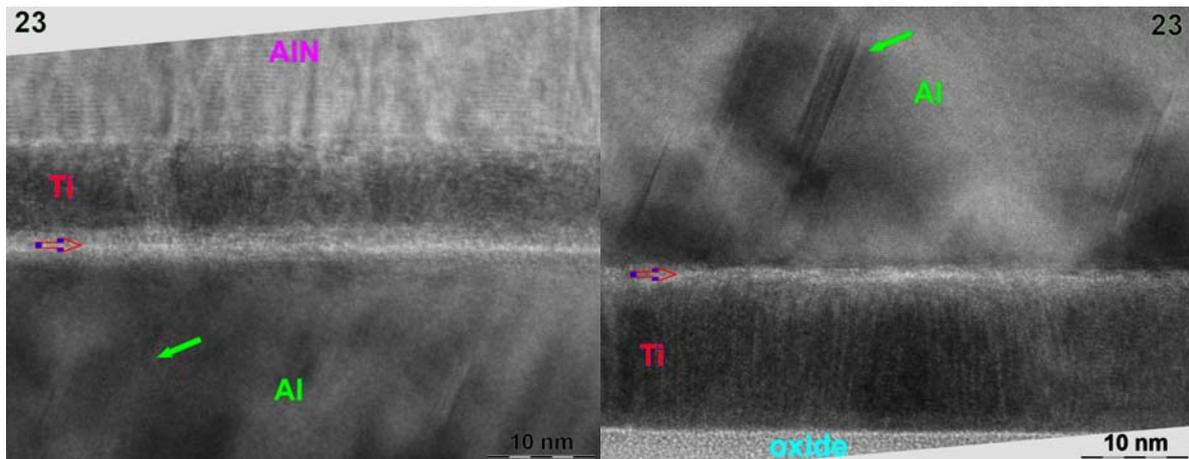


Figure 111 : Observations de l'échantillon 23 au TEM en mode haute résolution. Sur la photo de gauche, l'alternance des plans d'aluminium et d'azote peut être observée. Nous constatons la présence d'une couche amorphe à l'interface aluminium / titane (flèche rouge) ainsi que des défauts cristallins dans l'aluminium. Cette couche a également été observée dans l'échantillon 19. Sur la photo de droite, nous constatons également la présence d'une couche amorphe à l'interface titane / aluminium. Des défauts d'empilement sont également présents dans la couche d'aluminium.

b) Conclusion de la caractérisation TEM

L'analyse TEM des 5 échantillons que nous avons sélectionnés a permis de mettre en évidence la croissance colonnaire de l'AlN. La largeur des domaines est faible, de l'ordre de 10 à 20 nm. L'échantillon 12, qui a été élaboré avec la recette standard utilisée pour le projet TFEAR présente la structure cristalline la plus faible des 5 échantillons. Ceci est en accord avec les mesures du coefficient $d_{33,f}$, qui est le plus petit pour cet échantillon (Tableau 8). L'échantillon 19, au contraire de l'échantillon 12 présente la qualité cristalline la plus élevée puisque les clichés ci-dessus montrent que les grains d'AlN présentent une meilleure orientation. Le coefficient $d_{33,f}$ mesuré pour cet échantillon est d'ailleurs le plus élevée de la série. L'analyse des échantillons 19 et 23 a mis en évidence la diffusion partielle de la couche tampon de titane entre le SiO_2 et l'aluminium, ainsi qu'entre l'aluminium et l'AlN. Elle a permis également de mesurer précisément l'épaisseur de cette couche, qui est cristallisée.

4. Conclusion des caractérisations au moyen de MAUD et du TEM

Les analyses complémentaires faites à l'aide du logiciel MAUD et du TEM ont permis la caractérisation poussée de 5 échantillons. L'analyse faite avec MAUD a montré de façon globale le lien étroit entre la qualité cristalline des couches, les contraintes internes pour chaque phase et la taille des cristallites et a permis de faire un lien avec les propriétés piézoélectriques. Les observations au TEM ont permis de constater la croissance colonnaire de l'AlN, de révéler

les différences d'orientation cristalline entre les échantillons, et de mesurer précisément l'épaisseur de la couche tampon de titane pour les échantillons 19 et 23.

La comparaison des analyses faites par MAUD et par TEM montre des similitudes, en particulier la qualité cristalline plutôt faible de l'échantillon 12 et de la qualité cristalline plutôt élevée des échantillons 19 et 23. Ceci est corrélé avec la mesure des coefficients piézoélectrique $d_{33,f}$ qui est faible pour l'échantillon 12 et plus élevé pour les 2 autres échantillons. Cependant, alors que la taille des cristallites est évaluée à quelques centaines de nanomètres par MAUD, elle est estimée à quelques dizaines de nanomètre par le TEM. Nous pouvons lever cette ambiguïté si nous constatons que nous avons choisi de modéliser les cristallites sous forme de sphère par MAUD alors que nous observons sur les clichés TEM en mode haute résolution la croissance colonnaires des grains d'AlN. Les volumes des grains considérés par les 2 techniques sont certainement donc similaires, mais leur forme est mieux mise en évidence au TEM.

Pour tenir compte de la forme colonnaire des domaines de l'AlN, nous pourrions modéliser les cristallites sous forme de colonnes. Ceci exigerait des mesures supplémentaires afin de recueillir plus d'informations pour favoriser ainsi l'émergence de solutions satisfaisantes.

CHAPITRE III
Le procédé TFEAR

Chapitre III. Le procédé TFEAR

Dans le chapitre I ont été présentés les résonateurs MEMS et le projet TFEAR. Nous avons établi les principales spécificités du projet. Nous avons exposé une bibliographie sur la technique et les paramètres de dépôt de l'AlN. Les conditions de dépôt ont été explorées dans le chapitre II et une recette pour chaque couche constituant le résonateur a été sélectionnée. Il s'agit maintenant dans ce chapitre de présenter l'environnement dans lequel le résonateur sera fabriqué, de présenter l'élaboration et la mise en œuvre du procédé TFEAR, d'établir les modifications par rapport au procédé de l'ESIEE, et d'en recenser les étapes critiques. La deuxième partie de ce chapitre est consacrée aux étapes technologiques du procédé et nous montrons les difficultés rencontrées et les solutions adoptées ou proposées. Des résultats de caractérisations électriques sont présentés. Enfin, la dernière partie de ce chapitre est une étude qui devrait permettre d'améliorer la sélectivité de gravure entre l'aluminium et l'AlN, principale difficulté à ce stade du projet.

A. Etude du transfert du procédé de l'ESIEE vers NXP CCdN

Le résonateur TFEAR est fabriqué dans une salle blanche industrielle¹. Après avoir présenté rapidement le procédé de fabrication des résonateurs de l'ESIEE, nous recensons les principales étapes qui vont le différencier de celui de NXP CCdN, ainsi que les points critiques du procédé que nous devons résoudre pour mener à bien la fabrication des résonateurs.

1. L'adaptation du procédé de l'ESIEE

Nous présentons succinctement dans ce paragraphe le procédé de fabrication des résonateurs élaborés à l'ESIEE [64, 155]. Le but est de montrer la base à partir de laquelle sera élaboré le procédé TFEAR de NXP CCdN. Les modifications apportées à ce procédé, permettant de répondre aux spécifications du projet, sont exposées par la suite.

¹ La salle blanche industrielle de NXP CCdN est de classe 100 hors flux laminaire et de classe 10 sous flux laminaire

a) Le procédé de l'ESIEE

C'est un procédé qui contient 4 masques de photolithographie sur plaques de 4 pouces de diamètre (10,16 cm) de Si(001). Le schéma de la Figure 112 en illustre les différentes étapes.

-Figure a) : Croissance de SiO_2 par oxydation thermique du silicium.

-Figure b) : Dépôt d'une couche d'aluminium, par pulvérisation cathodique DC.

Définition de l'électrode inférieure par photolithographie (masque 1). Gravure sèche anisotropique (chimie chlorée).

-Figure c) : Dépôt d'une couche d'AlN par pulvérisation cathodique DC réactive.

Définition des poutres par photolithographie (masque 2). Gravure humide anisotropique (TMAH).

-Figure d) : Dépôt d'une couche d'aluminium, par pulvérisation cathodique DC.

Définition de l'électrode supérieure par photolithographie (masque 3). Gravure sèche anisotropique (chimie chlorée).

-Figure e) : Définition des cavités par photolithographie (masque 4). Gravure sèche isotropique du SiO_2 et du silicium (chimie fluorée)

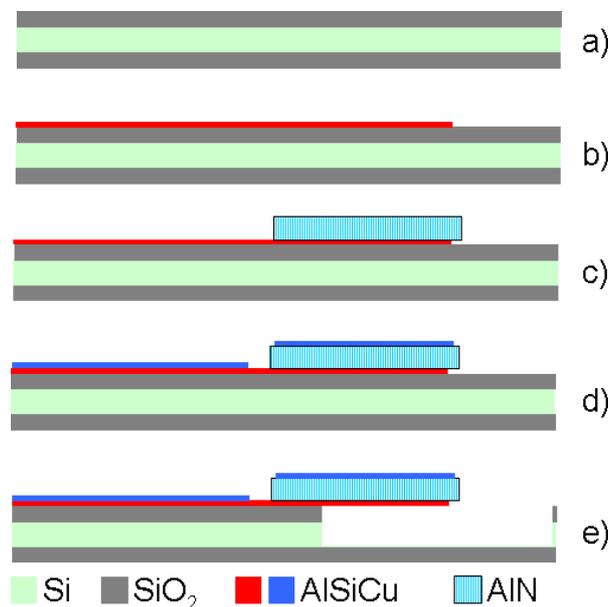


Figure 112 : vue du procédé TFEAR de l'ESIEE en coupe

b) Le problème de la dérive en température de la fréquence de résonance

La fréquence de résonance des poutres varie en fonction de la température. On caractérise cette dérive par un coefficient dit TCF (Temperature Coefficient of Frequency). Le TCF dépend des

coefficients de dilatation thermique des matériaux constituant les poutres (l'AlN et l'aluminium) et dépend également de la variation des coefficients d'élasticité de ces matériaux. Ces derniers (ceux de l'aluminium et de l'AlN) diminuent avec la température.

Dans le procédé de l'ESIEE, une couche de SiO₂ isole électriquement le silicium du reste de la structure mais est gravée sous les poutres lors de leur libération. Puisque les coefficients élastiques du SiO₂, au contraire de l'aluminium et de l'AlN, augmentent avec la température, on peut alors compenser la dérive en température des poutres [39, 156]. Le degré de compensation est ajusté en jouant sur l'épaisseur du SiO₂ que l'on gardera sous les poutres dans le procédé de NXP CCdN. Les simulations par éléments finis ont montré qu'une épaisseur de 600 nm de SiO₂ doit permettre d'obtenir une dérive en température minimale.

c) La mise en boîtier

Les résonateurs TFEAR de l'ESIEE sont des prototypes et ne contiennent pas de boîtier de protection mais il est prévu d'incorporer un tel boîtier avec la version industriel de NXP CCdN pour sa commercialisation (I.B.1.b)). On a vu précédemment qu'il protège le résonateur de l'environnement et participe à sa fiabilité. Rappelons que le boîtier du TFEAR ne nécessite pas une mise sous vide. Le boîtier de protection testé, qui sera utilisé dans la première phase du projet pour protéger les résonateurs, est un boîtier en silicium qui se fixe autour des résonateurs au moyen d'une colle ou polymère (BCB¹, époxy², ...) (Figure 113).

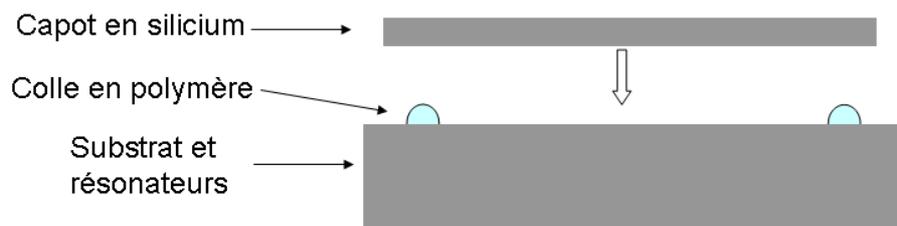


Figure 113 : représentation schématique de la mise en place du boîtier de protection des résonateurs TFEAR.

La colle en polymère se fixe mal sur SiO₂ mais adhère bien sur AlSiCu³. Il faut donc prévoir un dépôt d'AlSiCu à l'endroit où la colle sera déposée. On peut voir sur la Figure 114 le dessin technique (« design ») du cerclage en AlSiCu, autour d'un résonateur TFEAR de 87 µm de long. Il sera créé en même temps que les électrodes pour ne pas compliquer le procédé.

¹ Polymère à base de BenzoCycloButène

² Polymère polyépoxyde

³ AlSi_{1%}Cu_{0.04%}

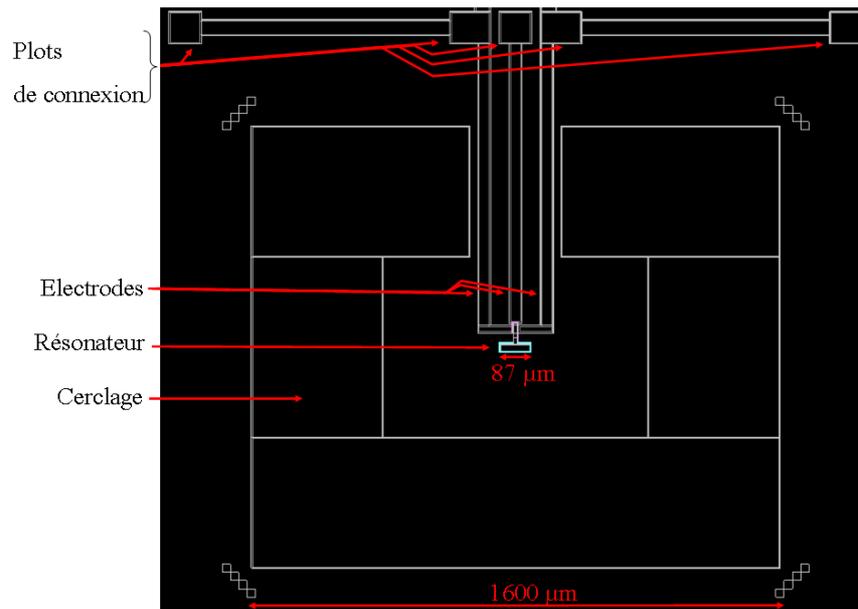


Figure 114 : Exemple de dessin technique d'un cerclage autour d'un résonateur TFEAR

Le capot utilisé pour l'encapsulation des résonateurs TFEAR est très encombrant par rapport aux tailles des résonateurs. Cette solution est temporaire et devra donc être remplacée par une solution plus adaptée aux tailles micrométriques du TFEAR lorsque le projet sera plus avancé.

d) Les contreforts des résonateurs

Lorsque la colle est déposée sur les cerclages en AlSiCu, elle est écrasée et s'étale sur les côtés risquant d'atteindre les poutres. Pour diminuer l'impact de l'écrasement de la colle, l'idée est de déposer des contreforts autour des résonateurs pour le protéger en contenant la colle. Ces contreforts doivent être hauts pour augmenter leur efficacité et nombreux plutôt que larges pour retenir un maximum de colle. Pour ne pas compliquer le procédé, comme pour le cerclage, la solution recherchée doit s'inscrire si possible dans l'un des 5 masques de photolithographie existants. Celui de l'AlN a été choisi et une série de contreforts a été créée autour des résonateurs. Ils seront donc en AlN et déposés en même temps que la couche active des résonateurs. On peut voir sur le dessin technique de la Figure 115 ces contreforts, tous d'une largeur de 5 μm, autour d'un résonateur d'une longueur de 90 μm ici.

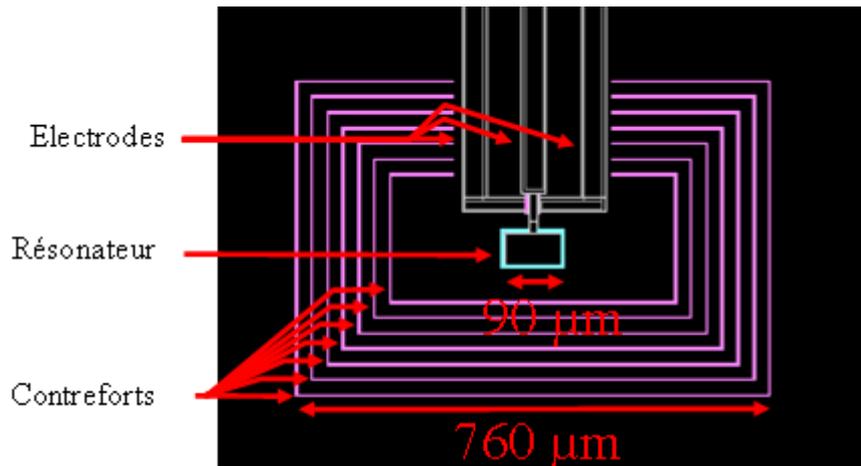


Figure 115 : Exemple de dessin technique des contreforts autour d'un résonateur TFEAR

e) Les plots de connexion

Il n'y a pas de plots de connexion dans les prototypes de l'ESIEE qui sont cependant nécessaires pour connecter électriquement les résonateurs élaborés industriellement. Un masque photolithographique a donc du être ajouté au procédé de NXP CCdN par rapport au procédé de l'ESIEE (Figure 112) Ces plots doivent être placés loin de la structure à cause de la grande taille des boîtiers de protection, comme on vient de l'énoncer dans le paragraphe précédent. Ils sont classiquement en AlSiCu, comme les électrodes et ont une épaisseur de 2 μm pour permettre des connexions soudées. Pour conserver l'avantage de la simplicité du procédé TFEAR, les plots de connexion seront élaborés en début de procédé (Figure 116).

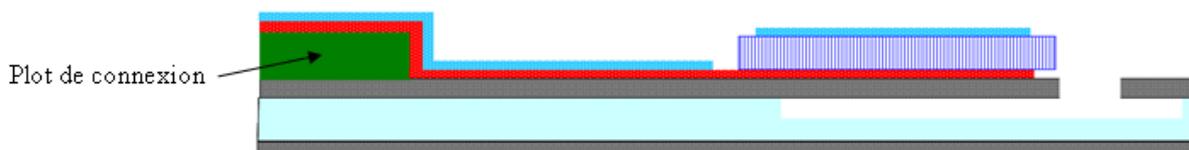


Figure 116 : Vue schématique d'un TFEAR en coupe avec présence d'un plot de connexion

f) L'étape de dépôt d'AlN

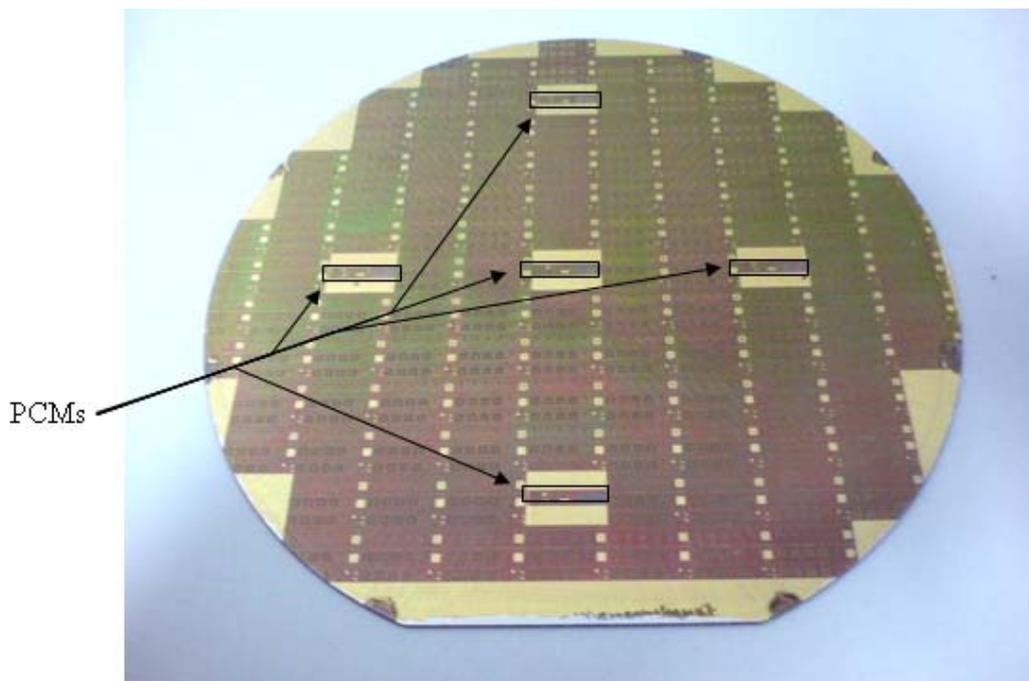
L'AlN (I.C.2.) est déposé par pulvérisation cathodique DC réactive (II.A.1.c)) sous forme de films minces dans le procédé de l'ESIEE et on se propose de faire de même pour le procédé à NXP CCdN. Comme nous l'avons précisé dans le chapitre précédent, la machine de dépôt employée n'est pas une machine dédiée, c'est-à-dire qu'elle n'est ni spécialement conçue pour déposer de l'AlN, ni utilisée habituellement et uniquement pour déposer de l'AlN. Ceci implique que cette machine doit être adaptée le temps d'effectuer la première grande étape de

ce projet qui est la réalisation d'un démonstrateur. Cette machine sert habituellement à déposer des métaux et en particulier l'AlSiCu. Le caractère industriel de cette machine implique une difficulté majeure pour sa modification. En effet, une machine de production est qualifiée pour un ou des procédés et sa modification nécessite sa requalification. Pour les besoins du projet TFEAR, il a été nécessaire d'ajouter une ligne d'azote pour le dépôt d'AlN et de vérifier qu'il est possible d'utiliser cette machine fonctionnant en DC pour déposer un isolant. Ces étapes ont été validées et donc l'AlN n'a pas besoin, par exemple, d'être sous-traité à ce stade du projet, ce qui aurait impliqué évidemment un surcoût et du temps supplémentaire importants.

L'épaisseur maximale de l'AlN a été fixée à 1 μm pour limiter les difficultés de gravure de ce matériau.

g) Les points de contrôle

Les étapes du procédé TFEAR sont contrôlées tout au long du procédé de fabrication dans des zones spécialement aménagées, soit électriquement en fin de procédé soit visuellement au cours de procédé. Ces zones sont appelés PCM¹ et sont au nombre de 5 par plaque (Figure 117).



¹ Process Control Measurement

Figure 117 : Photo d'une plaque sur laquelle sont montrés les PCMs

Ce sont des zones dans lesquelles vont pouvoir être contrôlées la bonne conformité d'une étape, les épaisseurs, l'uniformité de ces épaisseurs ainsi que la qualité des étapes puisque les PCMs sont répartis sur la plaque. On peut voir sur la Figure 118 le dessin technique d'un PCM.

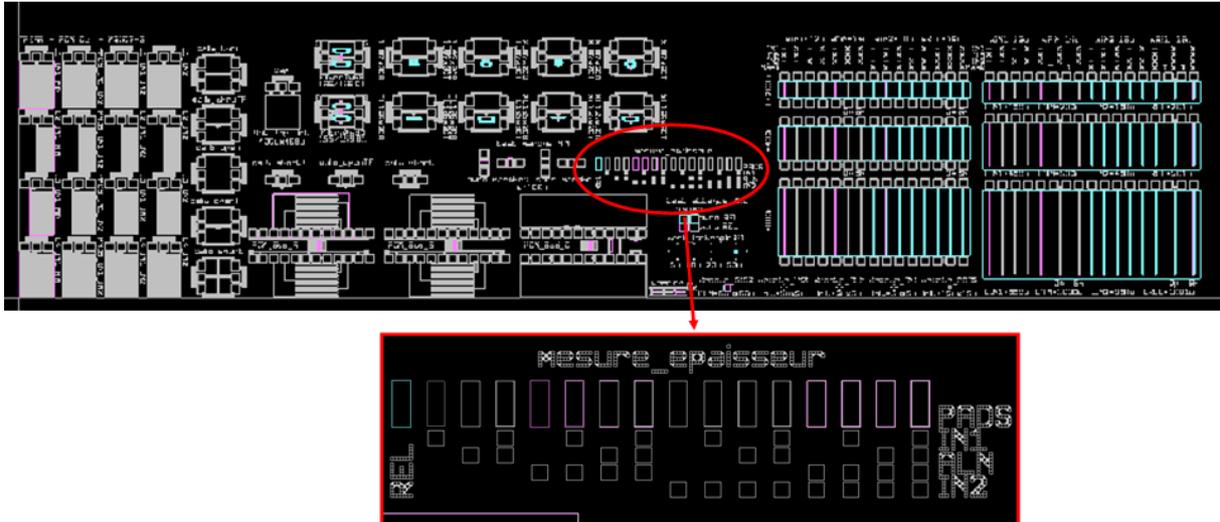


Figure 118 : Dessin technique d'un PCM avec une zone particulière sur laquelle on peut qualifier la qualité des étapes.

Pour la réalisation des résonateurs TFEAR, les PCMs sont constituées de diverses zones de contrôle spécifiques (contrôle de valeurs de résistances, d'inductances, de capacités, ...), ainsi que de poutres de très grandes longueurs pour tester leur résistance mécanique. La Figure 119 est un grossissement d'une zone prise avec un microscope optique, où nous pouvons mesurer et contrôler les épaisseurs des différentes couches déposées ainsi que les combinaisons entre elles.

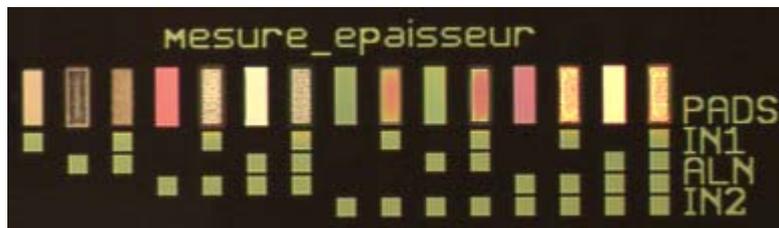


Figure 119 : Vue au microscope d'un PCM dans la zone de mesures des épaisseurs d'une plaque au cours du procédé TFEAR

2. Le dessin technique

Le procédé de l'ESIEE et les considérations précédentes ont permis de créer un procédé complet partant d'une plaque de silicium de 6 pouces de diamètre jusqu'à l'élaboration de

résonateurs sur plaques, avec les outils industriels de NXP CCdN. Le procédé est articulé autour des 6 étapes technologiques que sont :

- L'oxydation partielle du silicium (OX)
- Le dépôt des plots de connexion (PAD)
- Le dépôt de l'électrode inférieure (IN1)
- Le dépôt de la couche d'AlN (ALN)
- Le dépôt de l'électrode supérieure (IN2).
- Les étapes de libération des poutres (REL)

Le Tableau 9 présente une version simplifiée des étapes du procédé TFEAR.

Etape lotissement	Lotissement substrats
	Oxydation 30 nm
	Marquage des plaques face avant
	Lavage
Marques d'alignement	Pelliculage / Exposition / Révélation
	Gravure
	Délaquage
	Mesure marche marques d'alignement
	Désoxydation 60 nm
	Oxydation 600 nm
Etape PAD	Dépôt AlSiCu 2 μm
	Mesure épaisseur AlSiCu
	Pelliculage / Exposition / Révélation / Contrôle visuel
	Cuisson
	Gravure humide AlSiCu
	Délaquage
	Contrôle visuel
Etape IN1	Dépôt AlSiCu 200 nm
	Mesure épaisseur AlSiCu
	Pelliculage / Exposition / Révélation / Contrôle visuel
	Cuisson
	Gravure sèche AlSiCu
	Délaquage
	Contrôle visuel
Etape ALN	Dépôt AlN 1 μm
	Pelliculage / Exposition / Révélation / Contrôle visuel
	Cuisson
	Gravure humide AlN
	Délaquage
Etape IN2	Contrôle visuel
	(voir Etape IN1)
Etape REL	Pelliculage / Exposition / Révélation / Contrôle visuel
	Gravure sèche SiO ₂
	Contrôle visuel
	Gravure sèche Si
	Délaquage
	Contrôle visuel

Tableau 9 : Procédé TFEAR simplifié. Les étapes technologiques « Lotissement » et « marques d'alignement » sont des étapes standards communes à tous les procédés de NXP CCdN

Il y a 5 masques de photolithographie (PAD, IN1, ALN, IN2, REL). Chaque masque de photolithographie représente un motif (une cellule) qui est répété sur toute la plaque moins les 5 réservées aux PCMs. On peut voir sur la Figure 120 une cellule complète sous forme de schéma technique. Grâce aux figures précédentes, nous pouvons reconnaître les plots de connexion, les contreforts (en rose), les cerclages et les électrodes. Les poutres sont à

l'intérieur des contreforts lorsqu'ils existent. En effet, certains résonateurs n'ont pas de contreforts ou de cerclage afin de vérifier leur impact sur les performances électriques des résonateurs en fin de procédé. On peut apercevoir également en haut de la figure une série de 24 résonateurs sur la même ligne. Ces résonateurs ont tous des longueurs de poutre différentes, une pour chaque fréquence de résonance souhaitée.

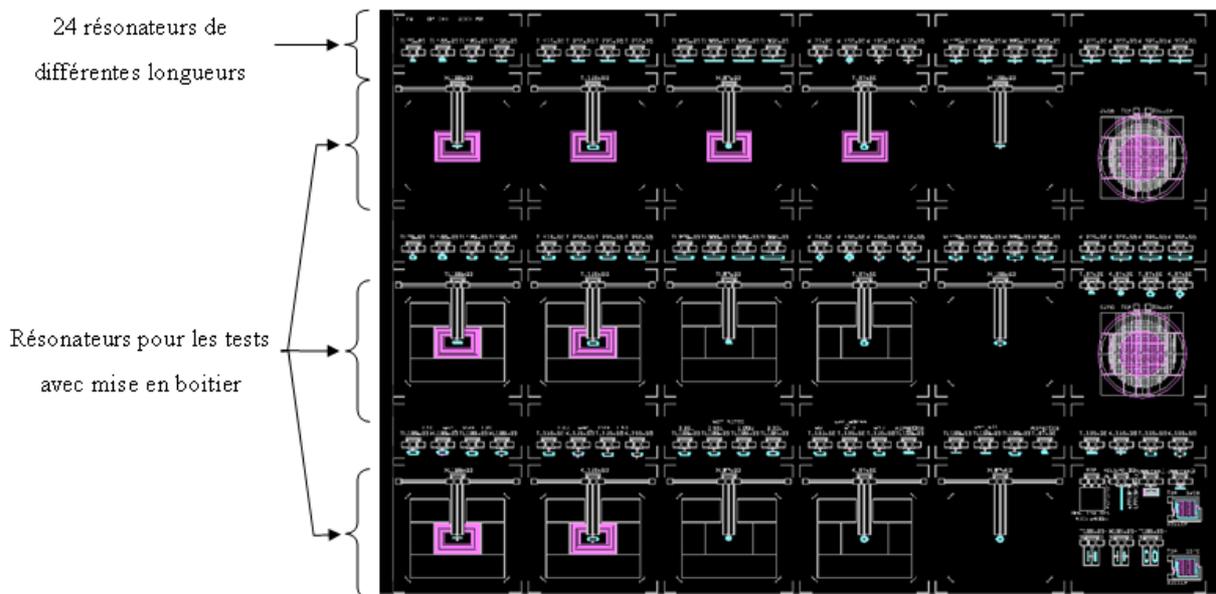


Figure 120 : Le dessin technique complet d'une cellule représentant des résonateurs de différentes longueurs ainsi que de différentes formes.

La Figure 113 représente les 5 schémas techniques pour chaque masque de photolithographie avec dans l'ordre :

- Le schéma technique pour l'étape technologique PAD (Figure a))
- Le schéma technique précédent plus celui de l'étape technologique IN1 (Figure b))
- Le schéma technique précédent plus celui de l'étape technologique ALN (Figure c))
- Le schéma technique précédent plus celui de l'étape technologique IN2 (Figure d))
- Le schéma technique précédent plus celui de l'étape technologique REL (Figure e))

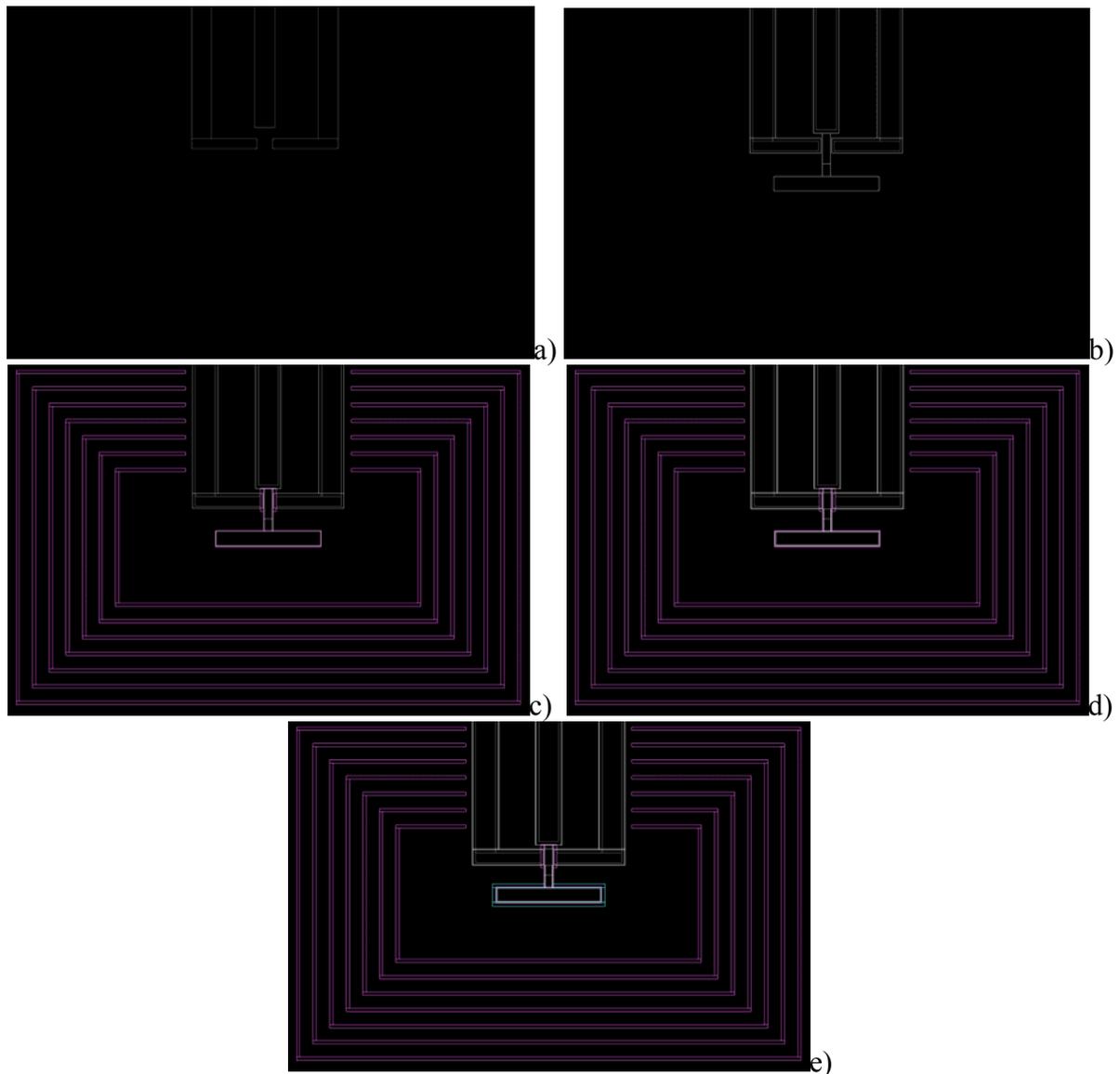


Figure 121 : Dessins techniques des masques de photolithographie du procédé TFEAR

A la première étape, les plots de connexion sont déposés jusqu'au pied des futurs résonateurs (a). Ensuite, l'électrode inférieure est déposée sur les plots ainsi que sous les futurs résonateurs et définit ainsi leur longueur (b)). Puis l'AlN ainsi que les contreforts sont déposés (c)). L'AlSiCu est ensuite déposé par-dessus la poutre pour réaliser l'électrode supérieure (d)). Enfin, les gravures de la dernière étape technologique sont définies à la dernière image par le rectangle bleu ciel tout autour de la poutre (e)).

3. Les étapes critiques

Deux difficultés ont été recensées avant la mise en place du procédé : la gravure de l'AlN et la sélectivité de gravure entre les électrodes d'AlSiCu et la couche d'AlN, et les étapes de libération des poutres.

a) La gravure de l'AlN

Il n'y a que relativement peu de solutions pour graver l'AlN. Les solutions en gravure humide sont à base d'ions hydroxyde (OH^-) et peuvent être du KOH [157, 158], du NaOH [158], ou un produit de développement de résine photosensible AZ400K qui contient du KOH [158]. La base forte TMAH¹, utilisée à l'ESIEE, grave également l'AlN et présente l'avantage de ne pas contenir d'ions métalliques qui peuvent endommager les circuits. Les gaz utilisés en gravure sèche par plasma, pour graver l'AlN, sont à bases d'halogènes et peuvent être du SF_6 ² [159, 160], du BCl_3 ³ [161, 162] ou / et du Cl_2 ⁴ [159, 162, 163] ou encore un mélange ICl ⁵ / IBr ⁶ [164].

Pour rester le plus proche possible du procédé de l'ESIEE, le TMAH sera également utilisé pour graver l'AlN en gravure humide. Il est contenu, à hauteur de 2,38 %, dans un produit commercial « ad-10 » qui est un produit de développement de résine photosensible. Le TMAH grave aussi l'aluminium [165], la sélectivité de gravure entre les deux matériaux devra donc être évaluée.

Cependant, les machines de dépôts utilisées pour l'élaboration de l'AlN à l'ESIEE et à NXP CCdN sont différentes, même si elles fonctionnent toutes les deux en mode DC. Les conditions de dépôts seront donc nécessairement différentes. De plus, l'AlN élaboré à l'ESIEE est déposé sur aluminium tandis que celui de NXP CCdN est déposé sur AlSiCu⁷. L'AlN élaboré à NXP CCdN ne sera donc pas forcément de même qualité que celui élaboré à l'ESIEE. La gravure des couches d'AlN devrait donc être différente.

¹ Hydroxyde de TetraMethylAmmonium

² Hexa Fluorure de Soufre

³ TriChlorure de Bore

⁴ DiChlorure

⁵ Chlorure d'Iode

⁶ Bromure d'Iode

⁷ On rappelle ici que c'est l'alliage d'aluminium $\text{AlSi}_{1\%}\text{Cu}_{0,04\%}$

Les résultats obtenus à l'ESIEE (Tableau 10) montrent que la sélectivité de gravure entre l'aluminium et l'AlN est suffisamment élevée pour permettre la gravure de l'AlN sans difficulté. En effet, la sélectivité de gravure entre l'AlN et l'aluminium est de ~21 à température ambiante. Cependant, nous ne pouvons pas prévoir quelles seront les difficultés de gravure de l'AlN ni quelle sera la sélectivité à NXP CCdN.

TMAH (%)	Température (°C)	Vg PR (nm.min ⁻¹)	Vg AlN (nm.min ⁻¹)	Vg Al (nm.min ⁻¹)	Rapport AlN/PR	Rapport AlN/Al
2	20	0,0616	39,597	1,8806	642,8	21,1
2	40	0,4667	57,553	5,6303	123,3	10,2
2	60	6,1826	2856,2	223,35	462,0	12,8
2	80	Très rapide	NT	NT	NT	NT
5	20	Très rapide	214,66	15,006	< 1	14,3

Tableau 10 : Vitesses de gravure (Vg) de l'AlN et de l'aluminium(Al) en gravure humide (PR pour PhotoResist -résine photosensible, NT pour Non Testé) par du TMAH. Mesures faites à l'ESIEE par l'équipe de L. Valbin.

b) La libération des poutres

La libération des poutres est une série d'étapes technologiques nouvelles à NXP CCdN. En effet, il faut concevoir une recette inexistante sur ce site qui permette de libérer une structure, c'est-à-dire ici graver le SiO₂ et le silicium en-dessous des poutres pour que celles-ci puissent se déformer librement. De plus, les simulations ont montré que la compensation de la dérive en température est possible à condition de garder une couche de SiO₂ sous la poutre, comme nous l'avons déjà souligné. La gravure du silicium doit donc être très sélective par rapport au SiO₂.

L'idée est d'effectuer la gravure en deux étapes, contrairement au procédé de l'ESIEE. Une première gravure sèche anisotrope grave le SiO₂ (CF₄¹ / CHF₃² par DRIE³) et définit ainsi les dimensions latérales du futur caisson d'air dans lequel les poutres vont pouvoir se déformer (Figure 122 a)). La deuxième étape est une gravure sèche isotrope du silicium (NF₃⁴ par RIE⁵)

¹ TetraFluorure de Carbone

² TriFluoroMéthane

³ Deep Reactive Ion Etching

⁴ TriFluorure d'azote

⁵ Reactive Ion Etching

sélective par rapport au SiO_2 (Figure 122 b)). Des essais devront déterminer les temps de gravure de chacune des deux étapes.

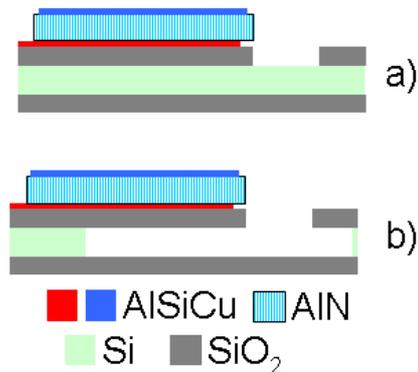


Figure 122 : Représentation schématique de la création du caisson

Après cette étape technologique de libération des poutres, les poutres elles-mêmes peuvent être une deuxième difficulté. En effet, une fois libérées, les poutres sont sensibles au « sticking », c'est-à-dire qu'elles peuvent coller au fond du caisson surtout si elles se trouvent dans un liquide [14, 41], et si le caisson n'est pas assez profond. Il faut donc prendre soin d'éliminer toute étape en environnement humide dès lors que les poutres sont libérées. Par exemple, les étapes de délaquage se font traditionnellement en deux temps. Une première étape consiste en une gravure sèche pour enlever la résine qui protégeait certaines parties des circuits, suivie d'une deuxième étape de gravure humide pour bien éliminer tout résidu de résine. Il est clair que cette dernière étape en environnement humide sera à proscrire une fois les poutres libérées.

c) Autres étapes critiques

Concevoir des résonateurs fonctionnant à des fréquences précises nécessite un procédé fiable et un contrôle précis de chaque étape. La machine de dépôt nous permet d'élaborer des couches minces d'AlN, mais ces dépôts ne sont pas uniformes sur les plaques. Si cette machine est, à terme, destinée à l'industrialisation des résonateurs, l'uniformité devra alors être optimisée.

Un autre aspect à prendre en compte pour l'élaboration des MEMS concerne les contraintes internes dans les différentes couches constituant les résonateurs. Ces contraintes sont soit des contraintes thermiques (provenant de la différence des coefficients de dilatation thermique), soit des contraintes mécaniques (dues à la croissance des films [119]). Ces contraintes peuvent avoir pour conséquences la courbure des poutres et la dégradation des performances électriques

comme le suppose Lanz et al. [41]. De plus, si on se place à l'échelle des plaques, des contraintes internes trop importantes courbent celles-ci. Lorsque l'on dépasse un certain seuil, caractérisé par le rayon de courbure des plaques, celles-ci peuvent même ne plus passer sur certains équipements. Par exemple, les plaques ne peuvent passer sur les machines d'exposition, lors des étapes de photolithographie, que si leur rayon de courbure est supérieur à +20 m ou inférieur à -15 m. Enfin, des cracks dans les couches peuvent être observés à cause de contraintes trop élevées [119, 153]. Il est donc important d'ajuster, ou sinon, d'évaluer les contraintes internes [37, 99, 124, 126, 137]. Par exemple, il est possible d'élaborer de l'AIN avec des contraintes nulles en ajustant le taux d'azote dans le mélange gazeux pendant les dépôts [137]. Les contraintes peuvent également être contrôlées en polarisant le substrat lors de dépôts par pulvérisation cathodique sur des machines équipées [37, 99].

Une dernière étape critique concerne la mise en boîtier. Cette étape est effectuée quand les poutres sont libérées. Les résonateurs sont alors fragiles et le plus grand soin devra être apporté pendant la manipulation des plaques ainsi que pendant leur découpe.

B. Les étapes technologiques

Nous proposons dans ce chapitre de suivre l'enchaînement des étapes du procédé TFEAR. Nous développerons les parties qui ont demandé une adaptation par rapport aux étapes standards usuellement utilisées sur le site de NXP CCdN (Nous rappelons que le procédé est décrit dans le Tableau 9).

1. L'étape technologique PAD

On rappelle que l'étape technologique PAD est une série d'étapes à l'issue desquelles les plots de connexion des futurs résonateurs sont déposés. On énumère succinctement ces étapes :

- Dépôt de 2 μm d'AlSiCu par pulvérisation cathodique DC
- Pelliculage
- Exposition¹ avec le masque PAD
- Révélation de la laque
- Gravure humide dans un mélange d'acides phosphorique -80%, acétique, et nitrique

¹ Exposition à un rayonnement ultraviolet lorsque mentionné

-Délaquage

La Figure 123 illustre l'étape technologique PAD. La photo, à gauche prise au microscope optique, expose un résonateur TFEAR à la fin de l'étape technologique ALN. Le dessin technique du résonateur, à droite, permet de faire le parallèle entre la théorie et la réalité. La photo représente bien le dessin technique. Nous pouvons observer la poutre qui, à cette étape, est constituée des couches IN1 et ALN. L'électrode inférieure (IN1) est déposée par-dessus les plots de connexion (PAD). Cette couche fait le lien entre les plots de connexion et la poutre (en rose) au niveau du pied du résonateur.

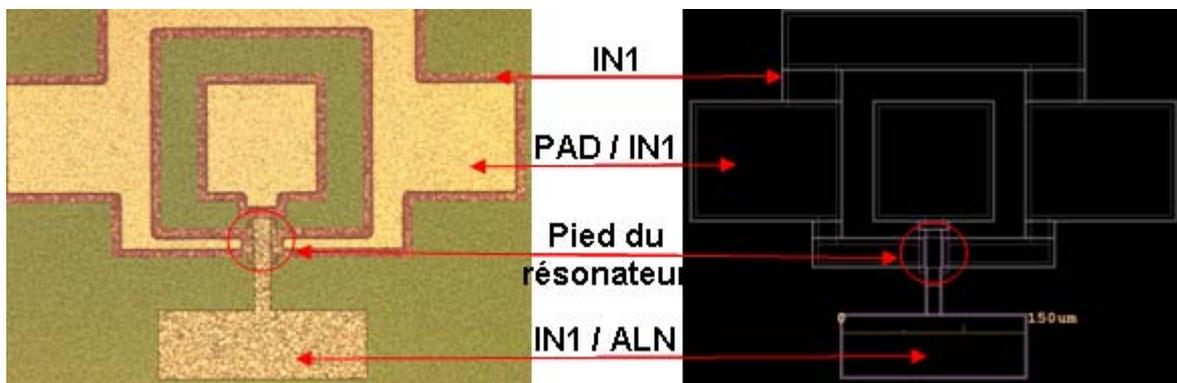


Figure 123 : Photo prise au microscope optique (à gauche) et dessin technique (à droite) d'un résonateur TFEAR à la fin de l'étape technologique « ALN »

La Figure 124, réalisée au MEB, montre un plot de connexion (PAD) vue en coupe. La gravure humide de l'AlSiCu, permettant la définition des plots de connexion, est rapide mais n'a qu'une faible définition latérale. On peut voir en effet que le flanc du plot n'est pas vertical, mais oblique. Ceci n'est pas critique pour les performances des résonateurs car ils n'entrent pas en compte dans la résonance des poutres. Les côtes, à l'incertitude de mesure près, correspondent au cahier des charges. On a bien obtenu à cette étape le dépôt de plots en AlSiCu de 2 µm d'épaisseur environ.

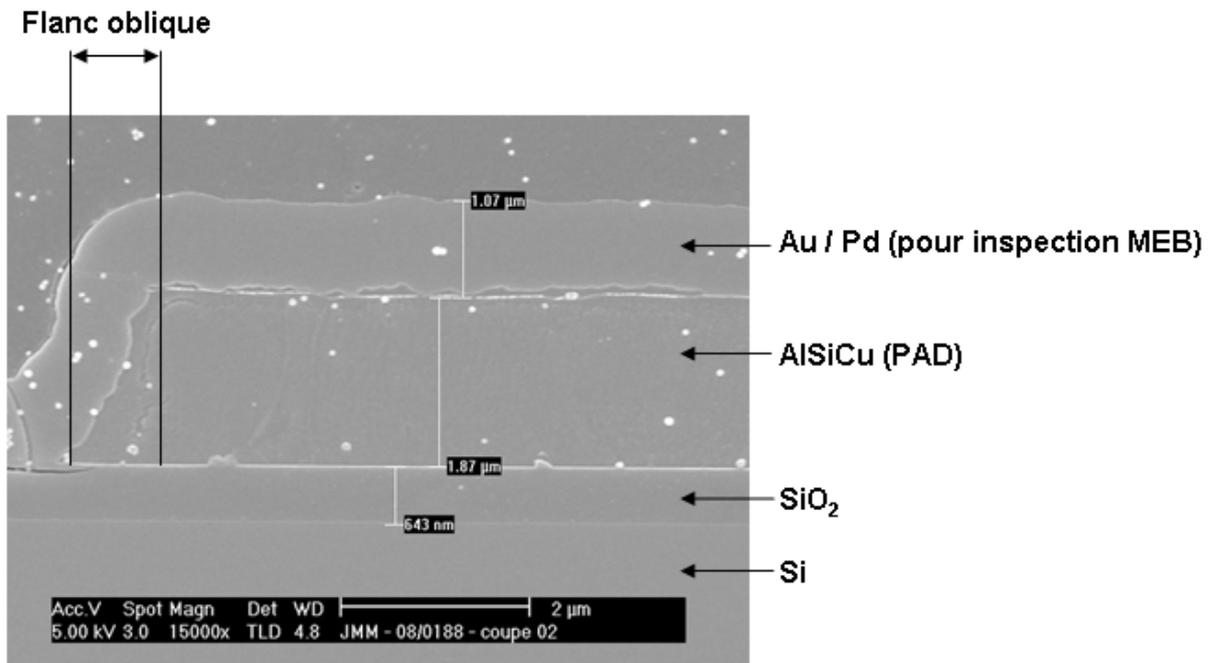


Figure 124 : Topologie d'un plot de connexion en AlSiCu vu en coupe, lors du procédé TFEAR. Image réalisée au MEB.

Cependant, l'observation de clichés réalisés au MEB (exemple sur la Figure 125) et au microscope optique, a permis de se rendre compte de la présence indésirable de grains de silicium (Si) sous l'électrode inférieure (IN1). Ces grains proviennent de l'AlSiCu lors de la gravure humide des plots de connexion à l'étape technologique PAD. La présence de ces grains est préjudiciable à la croissance des couches minces. Nous observons que l'IN1 et l'ALN suivent la topographie engendrée par ces grains.

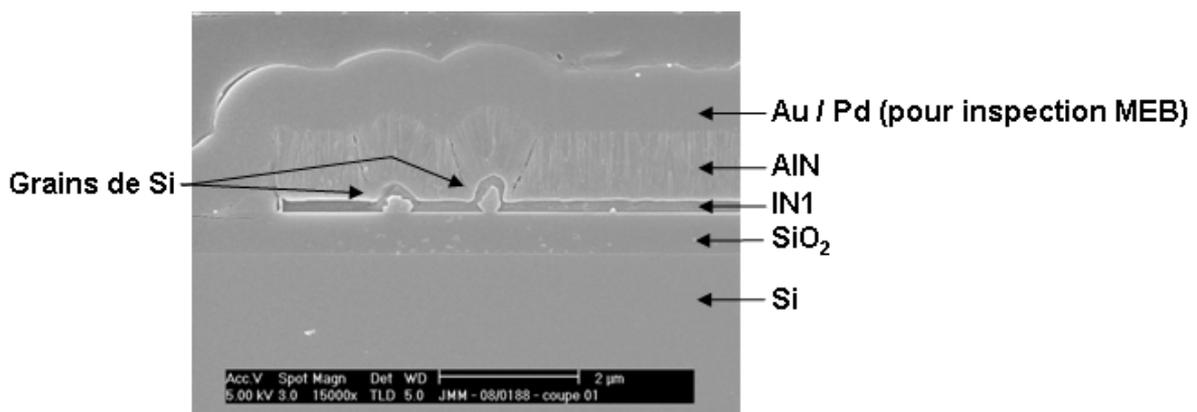


Figure 125 : Topologie d'une poutre vue en coupe, lors du procédé TFEAR. Image réalisée au MEB.

Pour résoudre ce problème, une étape de gravure spécifique a été ajoutée au procédé TFEAR initiale. Cette gravure sert uniquement à éliminer les grains de silicium, après gravure humide des plots de connexion. Le nom commercial de la solution utilisée est « Freckle Etch ». C'est

un mélange d'acides contenant également de l'acide phosphorique, de l'acide acétique et de l'acide nitrique ainsi que de l'acide fluoroborique (1-5 %). La Figure 126 montre un résonateur TFEAR avant le délaquage de la laque photosensible, à l'étape technologique ALN. On remarque le fond vert uniforme (SiO_2) contrairement au fond piqueté par les grains de silicium visible à l'image précédente (Figure 123).

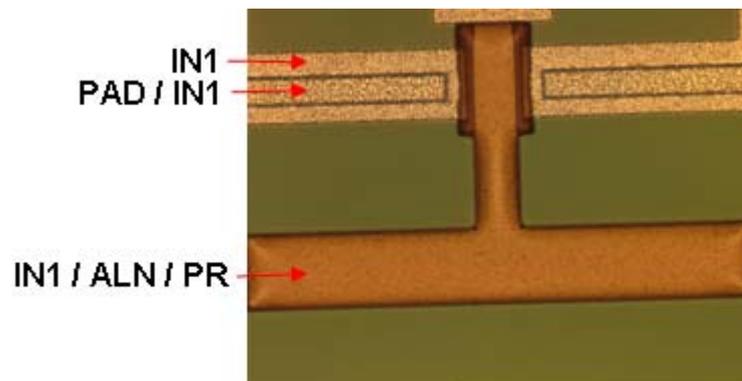


Figure 126 : Photo prise au microscope optique d'un résonateur TFEAR à l'étape technologique ALN, avant le délaquage. PR est la laque photosensible (« PhotoResist »)

2. L'étape technologique ALN

L'étape technologique « ALN » est une série d'opérations à l'issue de laquelle la couche piézoélectrique en AlN est déposée et définie. Cette recette se compose des opérations suivantes :

- Dépôt de 1 μm d'AlN par pulvérisation cathodique DC réactive
- Pelliculage
- Exposition avec le masque ALN
- Révélation de la laque
- Cuisson de la laque¹
- Gravure humide dans du TMAH
- Délaquage

a) Le dépôt des films d'AlN

Nous précisons que le procédé TFEAR a été mis en place en même temps que la recherche d'une recette de dépôt de la couche d'AlN. La recette à utiliser a évolué en même temps que le

¹ Il s'agit de traitements de recuit et d'insolation spécifiques des laques appelées « fusion ». Nous utiliserons le terme de cuisson dans toute la suite de ce travail

procédé. Les images présentées dans ce paragraphe correspondent donc à des films d'AlN de qualité diverse.

La figure ci-dessous (Figure 127) expose un exemple de pied de poutre en AlN pris entre les 2 électrodes d'AlSiCu (IN1 et IN2). Le dessin technique à gauche permet de situer l'emplacement dans le résonateur de l'image MEB à droite. Nous pouvons remarquer sur l'image MEB la croissance colonnaire de l'AlN, conformément aux résultats de dépôt que nous avons exposés dans le chapitre II. Les couches ont bien l'épaisseur souhaitée, à la précision de mesure du MEB près. C'est-à-dire que le SiO₂ a bien une épaisseur de 600 nm, les électrodes inférieure et supérieure une épaisseur de 200 nm environ et l'AlN une épaisseur de 1 µm. La côte de 45 nm environ indiquée sur la photo correspond à la gravure partielle de la couche de SiO₂ lors de la gravure de l'électrode inférieure. On s'assure ainsi que l'électrode inférieure est totalement gravée. Enfin, on peut remarquer une fissure dans la couche d'AlN (cerclée en rouge). Cette fissure paraît importante, et nous pourrions penser qu'elle risque de court-circuiter les 2 électrodes. Malgré tout, nous verrons dans le paragraphe de résultats (III.B.4.) que les résonateurs fonctionnent et donnent des caractéristiques qui prouvent que cette fissure n'est pas un problème majeur.

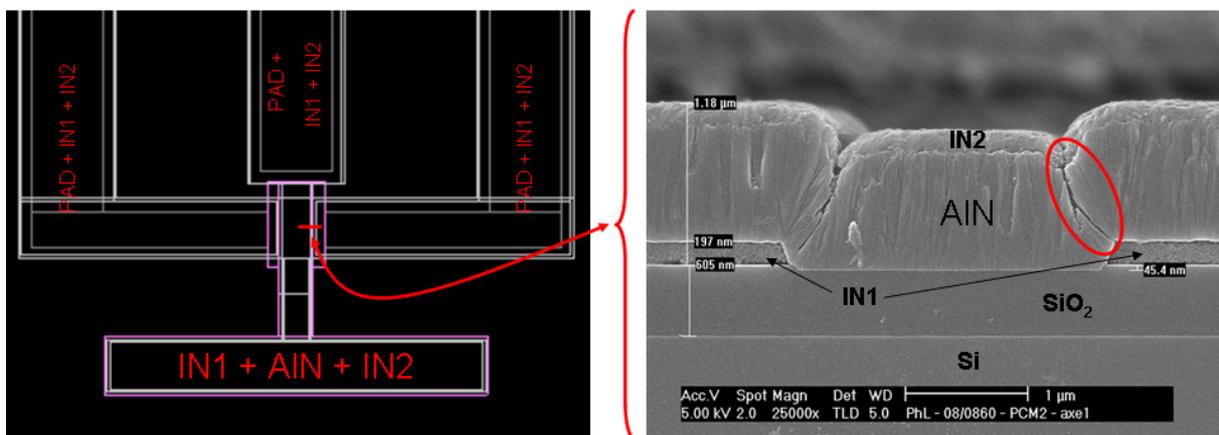


Figure 127 : Exemple de dépôt AlN où apparaissent également les électrodes IN1 et IN2 ainsi que les plots de connexion PAD. L'image de gauche montre le dessin technique (avec la couche d'AlN en rose) permettant de comprendre la micrographie en coupe réalisée au MEB sur l'image de droite.

b) Evaluation de la vitesse de gravure de l'AlSiCu et de l'AlN au TMAH

Dans le procédé TFEAR, lors de la gravure de l'AlN, le produit de gravure -TMAH- doit s'arrêter au niveau de l'électrode inférieure en AlSiCu et en SiO₂. On peut estimer que la

sélectivité de gravure entre l'AlN et le SiO₂ est très élevée [166]. Cependant, ceci n'est pas le cas entre l'AlSiCu et l'AlN qui doit être évaluée (III.A.3.a)).

-Evaluation de la vitesse de gravure de l'AlSiCu dans le TMAH :

Pour cette expérience, nous avons déposé de l'AlSiCu sur des plaques tests contenant une couche de SiO₂. Nous avons ensuite plongé les plaques tests dans du TMAH pendant un temps déterminé. La mesure de l'épaisseur d'AlSiCu avant et après gravure nous a permis de déduire l'épaisseur gravée et la vitesse de gravure de l'AlSiCu telles qu'on peut le voir sur le graphe suivant (Figure 128). L'expérience a été faite dans l'environnement confiné de la salle blanche à 20 °C. La courbe en noir est la moyenne des mesures tandis que les 2 courbes en bleu sont les valeurs maximales et minimales.

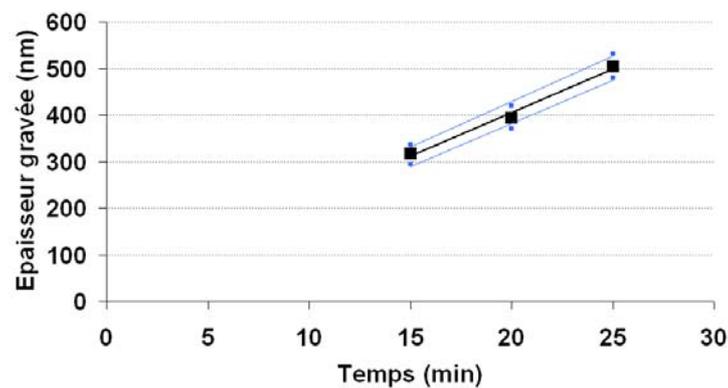


Figure 128 : Épaisseur d'AlSiCu gravée par du TMAH en fonction du temps

Nous avons obtenu alors une vitesse moyenne de gravure de l'AlSiCu par le TMAH de 20 nm.mn⁻¹. Ceci est une première donnée importante à mettre en relief puisqu'elle est très différente de celle donnée par l'ESIEE (Tableau 10). Il y est précisé en effet que la vitesse de gravure de l'aluminium par du TMAH de 1,88 nm.mn⁻¹ environ. Nous avons alors effectué la même expérience avec de l'aluminium pur et nous avons trouvé également une vitesse de gravure de l'ordre de 20 nm.mn⁻¹. La valeur de l'ESIEE, 10 fois inférieure à la notre, peut s'expliquer par 2 raisons. La première serait la différence des produits contenus dans les solutions commerciales utilisées à l'ESIEE et à NXP CCdN. La deuxième, plus probable, pourrait être la différence de qualité cristalline entre l'aluminium élaboré à l'ESIEE et celui élaboré à NXP CCdN.

-Evaluation de la vitesse de gravure de l'AlN dans le TMAH :

La vitesse de gravure de l'AlN a été évaluée de la même manière que celle de l'AlSiCu. Le graphe de la Figure 129 présente les mesures de l'épaisseur gravée d'AlN par du TMAH en fonction du temps. La courbe en noire représente la valeur moyenne des mesures tandis que les courbes en bleu sont les valeurs minimales et maximales.

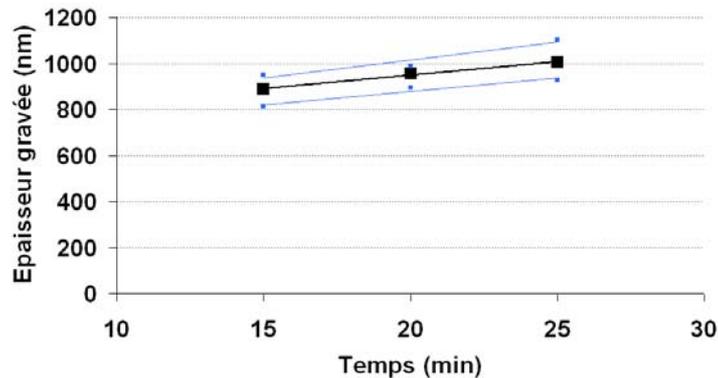


Figure 129 : Epaisseur d'AlN gravée par du TMAH en fonction du temps

Nous avons déduit de ces mesures une vitesse de gravure de l'AlN par du TMAH de l'ordre de 50 nm.mn^{-1} . Compte tenu de l'incertitude, cette valeur est comparable, quoique légèrement supérieure à celle donnée dans le Tableau 10 où une valeur de 40 nm.mn^{-1} environ est mentionnée. Comme pour l'AlSiCu, la différence de vitesse de gravure de l'AlN entre l'ESIEE et NXP CCdN proviendrait de la nature des solutions commerciales ainsi que de la différence de qualité cristalline entre les couches obtenues à l'ESIEE et celles obtenues à NXP CCdN.

De ces expériences, nous retenons qu'il faut 25 minutes environ pour graver l'AlN, d'épaisseur $1 \mu\text{m}$, dans du TMAH, dans les conditions de NXP CCdN. De plus, la sélectivité de gravure entre l'AlSiCu et l'AlN est de l'ordre de 2,5. Cette valeur est presque 10 fois moins élevée que celle de l'ESIEE. Cette faible sélectivité est dommageable car cela rend difficile la gravure de l'AlN tout en voulant précisément s'arrêter sur l'électrode d'AlSiCu dont l'épaisseur est de surcroît 5 fois plus faible. Pour cette raison, l'étape de gravure de l'AlN est une étape très délicate, mais aussi parce que la qualité cristalline évolue en fonction des conditions d'élaboration des films d'AlN, c'est-à-dire en fonction des évolutions du procédé pour obtenir, à terme, des résonateurs performants. A chaque changement de recette d'élaboration de l'AlN, il conviendra d'adapter les conditions de gravure.

c) Le choix de la laque photosensible

Les procédés habituels de NXP CCdN nécessitent des étapes pour lesquelles les temps de gravure sont relativement faibles (3 minutes environ) contrairement à l'étape « ALN ». Nous prévoyons en effet 25 minutes environ pour graver une épaisseur de 1 μm d'AlN. Les tests qui ont permis de choisir une laque et le traitement associé à celle-ci sont présentés dans ce paragraphe. Le Tableau 10 montre que la sélectivité de gravure Al / AlN est la plus élevée à 20 °C. La gravure des plaques TFEAR se fera donc à cette température.

Le choix de la laque s'est fait en 2 temps :

-Evaluation de la perte des laques en épaisseur.

-Evaluation de la perte latérale des laques.

-Evaluation de la perte des laques en épaisseur :

Pour cette première étape, nous avons déposé les différents types de laques disponibles sur différentes plaques tests. Des traitements de recuit et d'insolation spécifiques (appelés cuissons) ont été appliqués à certaines laques. Nous avons ensuite plongé les plaques de 6 pouces de diamètre dans des béciers de 4 L contenant du TMAH, pendant 10 mn avant de les rincer et sécher. La mesure de l'épaisseur avant et après gravure a permis d'évaluer la perte d'épaisseur des laques et d'éliminer celles qui ne résistent pas au TMAH. Le Tableau 11 résume les différents cas. Les programmes A, B et C désignent différentes recettes de cuisson. D'après ces résultats, la laque SPR6118 est éliminée ainsi que la laque SPR6125 avec le programme A. La laque SPR6125 sans cuisson est gravée partiellement par le TMAH. Dans un premier temps, nous avons alors gardé celle de 3 μm d'épaisseur au détriment de celle de 2,45 μm d'épaisseur. Il nous reste donc 3 recettes : la laque SPR6125 d'une épaisseur de 2,45 μm avec le programme B, la même laque d'une épaisseur de 3 μm avec et sans le programme C.

Laque	SPR6125				SPR6118		
Epaisseur déposée (μm)	2,45		3		1,72		
Programme de cuisson	-	A	B	-	C	-	A
Temps passé dans le TMAH (min)	10						
Perte de l'épaisseur (μm)	> 0,38	2,45	0,04	> 0,38	0	1,72	1,72

Tableau 11 : Pertes des épaisseurs de laques, plongées 10 minutes dans du TMAH.

-Evaluation de la perte latérale des laques :

Cette deuxième étape vise à évaluer les pertes latérales des laques lorsqu'elles sont plongées dans le TMAH. Les laques ayant passées avec succès la première étape, ont été déposées sur des plaques tests. Celles-ci ont subi une étape d'exposition au travers d'un masque de photolithographie de test. Elles ont été révélées et ont ensuite été plongées dans un b cher de 4 L contenant du TMAH. Le graphe suivant (Figure 130) permet de clarifier cette s rie d' tapes. Il repr sente une exp rience qui a  t  r alis e 2 fois pour chacune des 3 recettes s lectionn es pr c demment. Les mesures pr sent es ci-apr s ont  t  faites sur les 5 diff rents PCMs de chaque plaque.

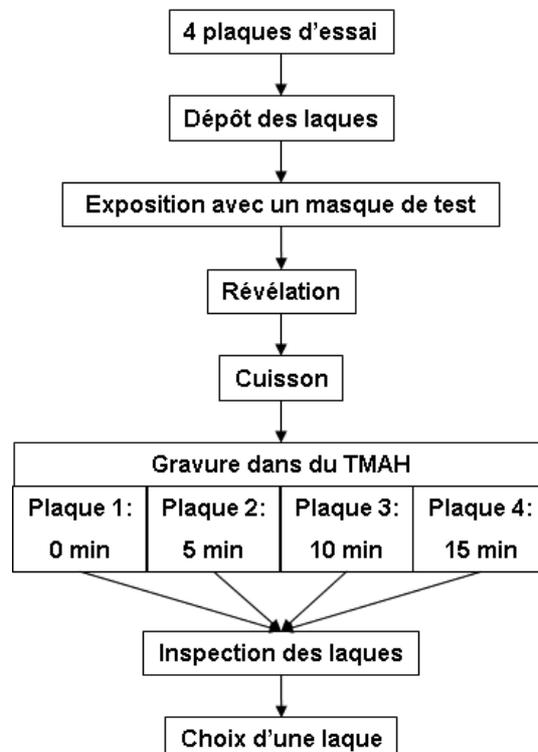


Figure 130 : Graphe fonctionnel d' tapes pour la s lection de la laque photosensible pour l' tape de gravure humide de l'AlN par le TMAH

-La laque SPR6125 de 3  m d' paisseur sans cuisson :

La photo de la Figure 131 est un exemple qui montre la laque d'une  paisseur de 3  m, d pos e sur une couche d'AlN. Cette image r alis e au MEB correspond   l'une des 2 plaques avant gravure par le TMAH.

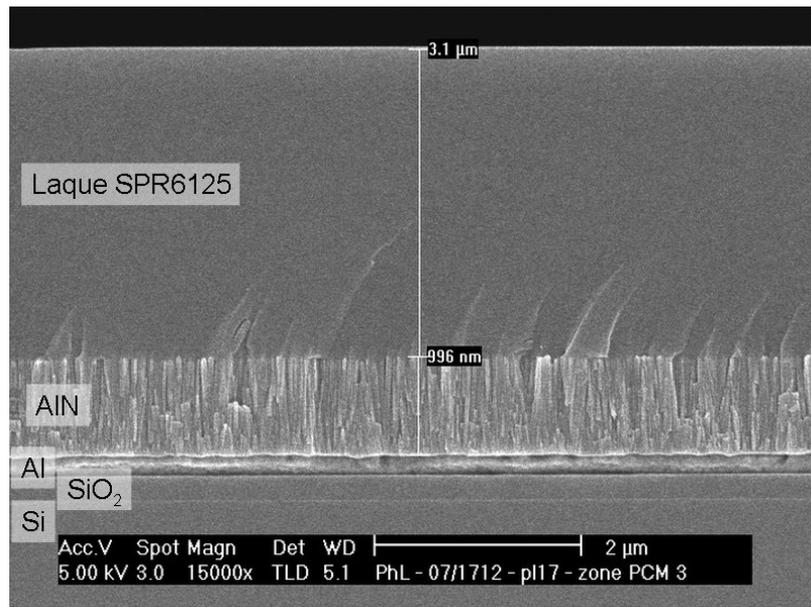


Figure 131 : Laque SPR6125 déposée sur ALN.

Les quatre photos suivantes (Figure 132) montrent la largeur des doigts de laque, pour chaque temps de gravure, au moment de leur inspection. Il s'agit de la recette où la laque a une épaisseur de 3 μm et ne subit pas de cuisson. Nous avons déjà noté la perte d'épaisseur de celle-ci lors de la première étape de sélection de la laque (Tableau 11). Nous remarquons que les doigts de la laque deviennent de plus en plus fins à mesure que le temps de plongée dans le TMAH augmente. On constate même la présence de trous dans la laque au bout des doigts pour les temps de plongée de 10 et 15 mn. Le cliché MEB sur la figure suivante montre également cette perte latérale de laque pour un temps de gravure de 5 min (la zone rouge sur la Figure 133). On constate que le TMAH a commencé à graver l'AlN qui était protégé au départ par la laque sur une longueur estimée sur le cliché à 5,59 μm environ. Cette expérience élimine définitivement cette recette.

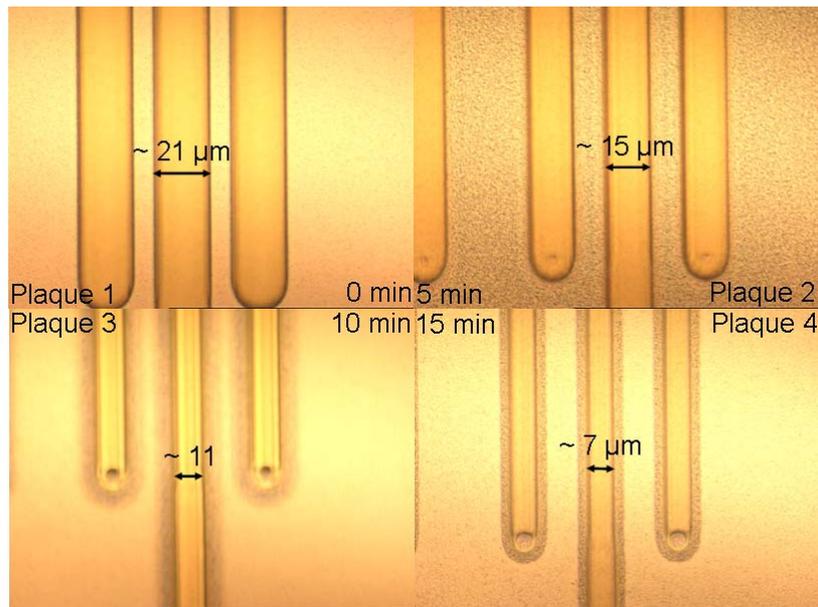


Figure 132 : Largeur des doigts de laque pour chaque temps de plongée dans du TMAH. (Laque SPR6125 d'une épaisseur de 3 μm sans cuisson)

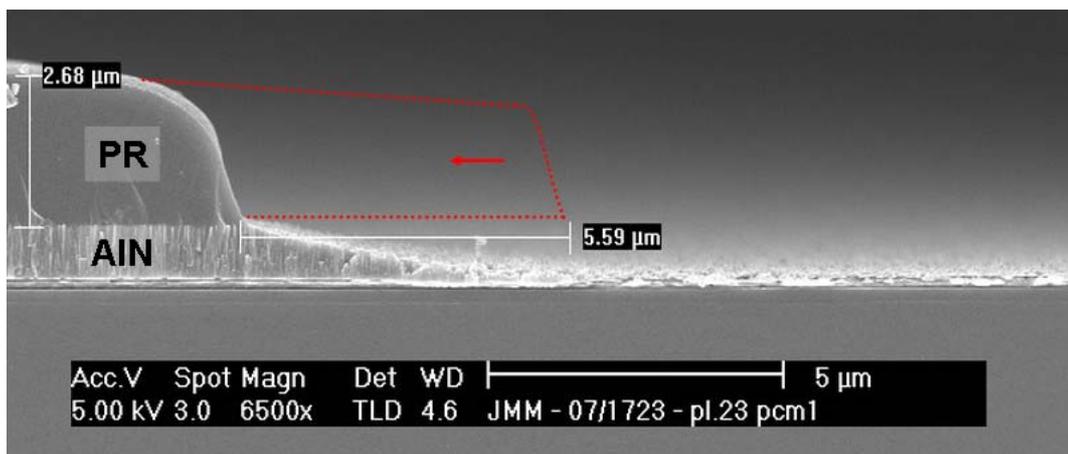


Figure 133 : Micrographie MEB de la gravure de la laque SPR6125 et de l'AlN par le TMAH (5 min). Vues en coupe.

-La laque SPR6125 de 3 μm d'épaisseur avec le programme C :

Nous avons renouvelé ces étapes avec la laque SPR6125 d'une épaisseur de 3 μm avec le programme de cuisson C. Nous observons sur la série de photos suivantes (Figure 134) qu'elle ne subit aucune perte latérale quelque soit le temps de plongée dans le TMAH. Les motifs restent bien nets jusqu'à 15 min de plongée.

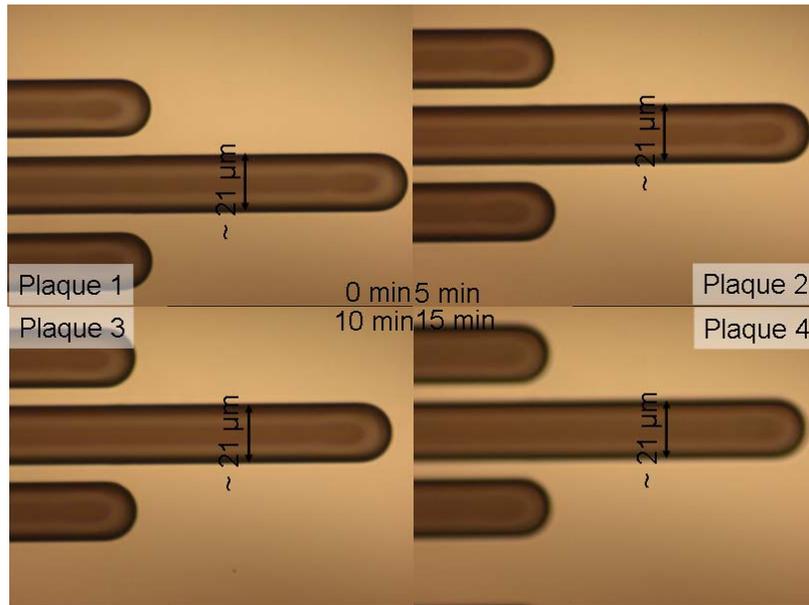


Figure 134 : Largeur des doigts de laque pour chaque temps de plongée dans du TMAH.
(Laque SPR61425 d'une épaisseur de 3 μm avec le programme C)

-La laque SPR6125 de 2,45 μm d'épaisseur avec le programme B :

De même que pour la recette précédente, la laque SPR6125 d'une épaisseur de 2,45 μm d'épaisseur avec le programme de cuisson B résiste bien au TMAH.

-Comparaison des 2 dernières recettes :

Les 2 séries de photos précédentes montrent que les 2 dernières recettes pour la laque photosensible lors de l'étape de gravure de l'AlN par le TMAH conviennent. Cependant, les 2 séries de photos suivantes (Figure 135 et Figure 136) montrent la topologie de surface des 2 dernières laques inspectées, avec un grossissement plus fort que précédemment.

Pour la laque SPR6125 de 3 μm d'épaisseur avec le programme C, on remarque que la surface de celle-ci n'est pas uniforme avant même la plongée dans le TMAH (Figure 135). De plus, l'aspect de la laque change au fur et à mesure du temps de plongée dans le TMAH. Par contre, la laque SPR6125 de 2,45 μm d'épaisseur avec le programme B présente un aspect identique quelque soit le temps de plongée (Figure 136).

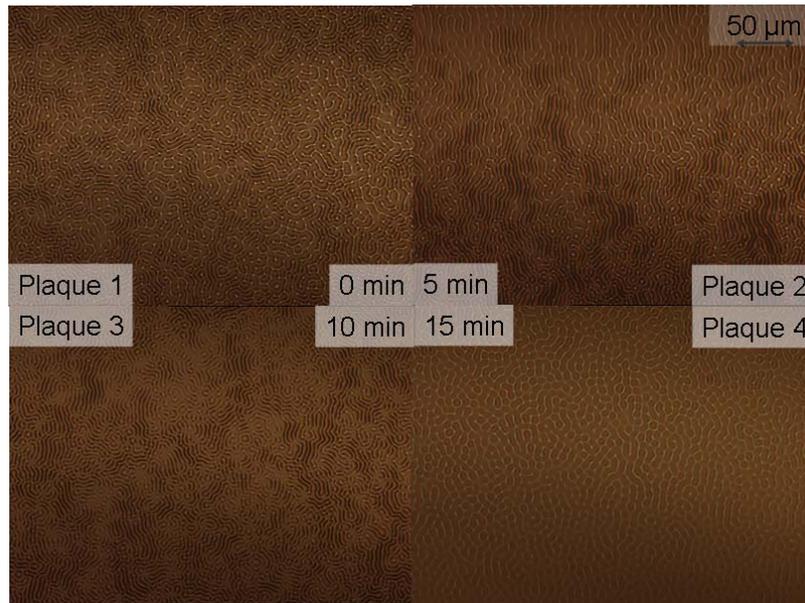


Figure 135 : Topologie de surface de la laque SPR6125 d’une épaisseur de 3 μm avec le programme C, pour différentes temps de pongée dans du TMAH.



Figure 136 : Topologie de surface de la laque SPR6125 d’une épaisseur de 2,45 μm avec le programme B, pour différentes temps de pongée dans du TMAH.

-Test de plongée dans le TMAH pendant un temps long :

D’après la série d’expériences précédentes, la laque SPR6125 d’une épaisseur de 2,45 μm d’épaisseur semble convenir en tant que laque photosensible pour l’étape technologique « ALN ». Cependant, le temps de gravure de l’AlN par le TMAH est estimé à 25 minutes environ. Une dernière série de tests doit entériner ce choix. Nous avons donc suivi la même série d’étape que celle présentée dans le diagramme fonctionnel de la Figure 130. Les différences sont les temps de gravure, plus longs. Une seule plaque ici a subi l’ensemble des

gravures. L'aspect ainsi que les dimensions des motifs avant et après les gravures sont identiques, même pour un temps de plongée dans le TMAH long.

La laque SPR6125 μm d'une épaisseur de 2,45 μm d'épaisseur est définitivement la laque qui servira lors de l'étape technologique ALN.

d) Mise en place du banc de gravure de l'AlN dans le procédé TFEAR

La série d'étapes précédentes a permis de mettre en œuvre un banc spécifique de gravure de l'AlN par le TMAH. Ne connaissant pas les contaminations éventuelles du TMAH ainsi que des produits de gravure des plaques TFEAR par le TMAH sur l'ensemble du secteur gravure, nous avons dû effectuer la gravure de l'AlN dans un espace isolé du secteur gravure. La gravure de l'AlN, tout au long du projet TFEAR est donc restée une étape largement manuelle. A terme, toujours dans l'optique de projet industriel, cette étape devrait être automatisée et faite sur un banc de gravure industriel. Cependant, les temps et conditions de gravure dépendant de la qualité de l'AlN et donc de ses conditions d'élaboration, cette étape n'a pu être automatisée. Succinctement, on peut décrire que la gravure de l'AlN a été effectuée dans un bécher de 4 L, plaque par plaque, dans un espace isolé (Figure 137). Le rinçage a été effectué également dans un bécher de 4 L contenant de l'eau désionisée. Le séchage a été effectué de manière automatique avec les outils de l'usine de fabrication, considérant qu'à cette étape, les risques de pollution des autres procédés étaient minimes.

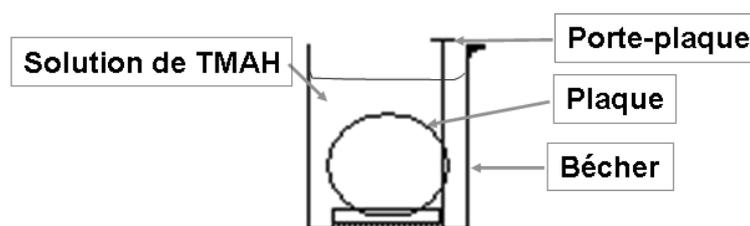


Figure 137 : Schéma illustrant la méthode de gravure de l'AlN par du TMAH.

e) La gravure de l'AlN et les problèmes associés

L'observation des plaques au microscope optique ainsi qu'au MEB après la gravure de l'AlN a permis de constater des zones surgravées de l'IN1 par le produit de gravure de l'AlN (TMAH). Nous observons sur la Figure 138 la poutre en « T », les plots de connexion, ainsi que les contreforts observés au MEB. Le cliché de en bas à gauche montre que la gravure de l'AlN est

insuffisante puisqu'il reste des résidus d'AlN à côté de la poutre (confirmée par une analyse chimique), dans une zone où, à cette étape, le fond de plaque devrait être du SiO₂ uniquement. Cependant, le cliché en bas à droite montre un des plots de connexion. Nous observons que la zone « IN1 » ainsi que la zone « PAD + IN1 » sont surgravées. De plus, nous constatons une zone de coupure entre celles-ci.

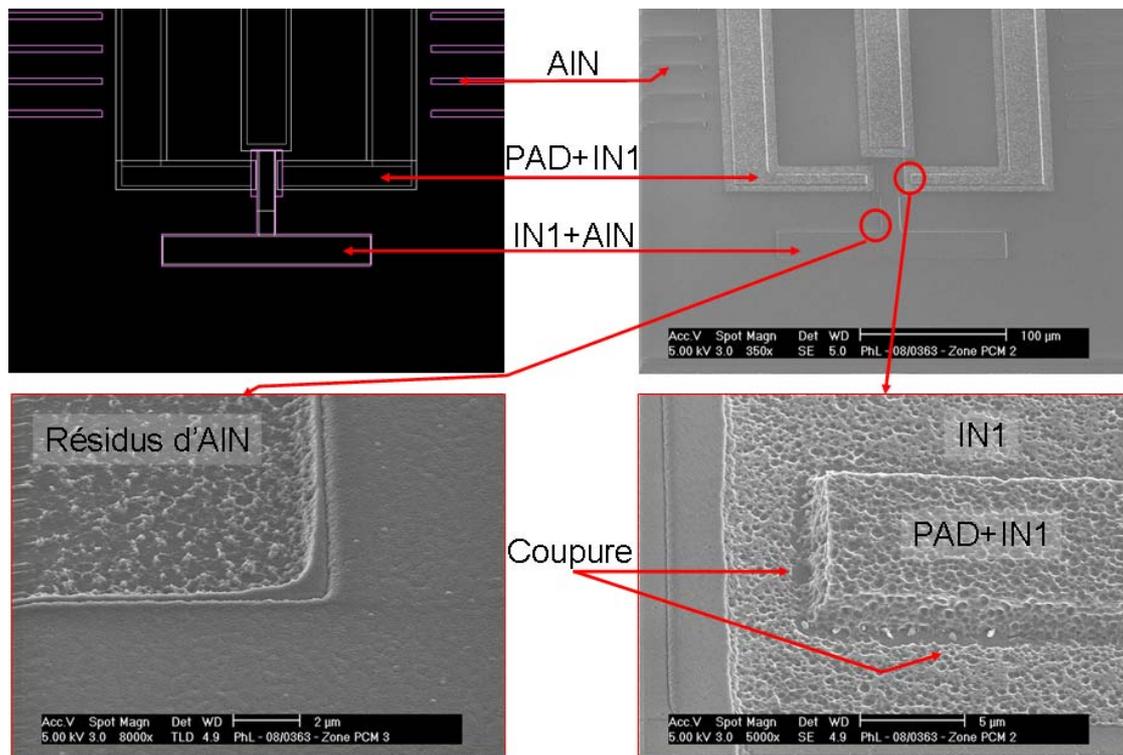


Figure 138 : Clichés MEB d'une poutre après la gravure de l'AlN.

Cette figure montre que d'un côté, la gravure par le TMAH a été insuffisante puisqu'il reste des résidus d'AlN sur le fond de la plaque et que d'autre part, les plots de connexion et l'électrode inférieure ont été surgravés. Ces observations nous ont permis de nous rendre compte que dès le début de la mise en place du procédé, l'évaluation de la sélectivité de gravure entre l'aluminium et l'AlN, qui s'est avérée plus faible que prévu (III.B.2.b)), et les premiers tests du procédé, ont confirmé les difficultés anticipées pendant la phase d'étude (III .A.3.a)). Un compromis a été alors nécessaire entre la qualité de la gravure AlN et le risque de sur-gravure de l'électrode inférieure avec le risque de coupure entre la poutre TFEAR et l'électrode inférieure.

Toutefois, malgré la difficulté à effectuer l'étape technologique « ALN », l'étape technologique IN2 permet d'assurer le contact, de « réparer » dans une certaine mesure la coupure créée entre

la poutre et les PADs. Nous pouvons voir en effet sur la Figure 139 la photo de gauche qui illustre le problème de sélectivité de gravure entre l'IN1 et l'AIN à l'étape de gravure de cette dernière par le TMAH. On peut voir le problème de coupure décrit précédemment. Puis, sur la photo du milieu montre, le dépôt d'IN2, déposée par-dessus l'IN1, « répare » les dommages causés par le TMAH. Enfin, sur la photo de droite, nous constatons que la coupure est « réparée » par l'IN2.

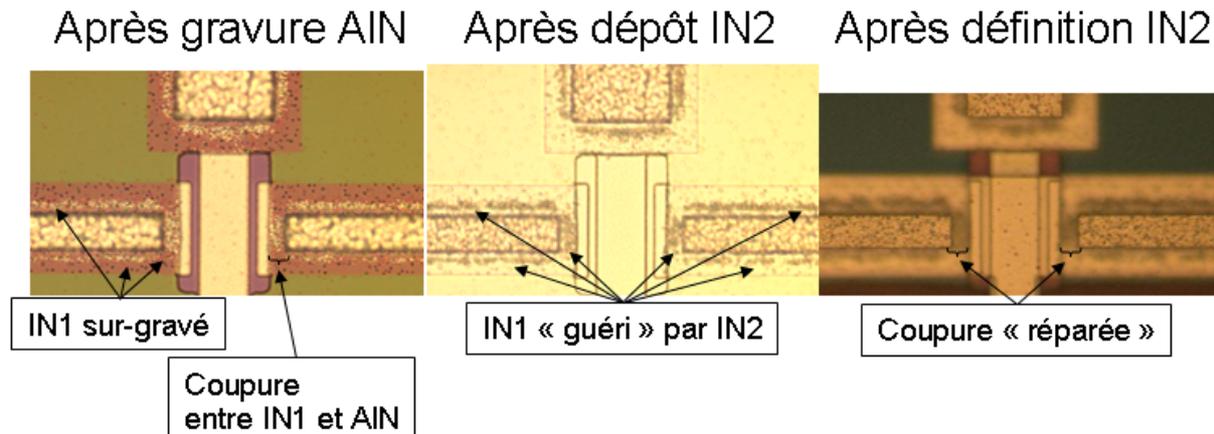


Figure 139 : Photo de pied de poutre montrant les dommages causés par le TMAH, « réparés » par le dépôt de l'IN2.

Nous venons de voir que le dessin technique proposé pour les résonateurs de démonstration TFEAR, et la sélectivité de gravure entre l'aluminium (IN1 et PAD) et l'AIN qui est mauvaise, entraînent des dommages importants dans la couche d'IN1 qui relie les plots de connexion (PAD) aux poutres TFEAR. Cependant, et seulement dans une certaine mesure, l'étape technologique IN2 permet de contourner ce problème en reconnectant les plots de connexion aux poutres car l'IN2 est déposé par-dessus l'IN1. Précisons succinctement que si l'AIN n'est pas suffisamment gravé, les poutres ne peuvent pas être libérées. La solution adoptée, lors de l'étape de gravure de l'AIN, est alors de sacrifier partiellement cette couche IN1 pour s'assurer un fond de plaque propre en escomptant que l'IN2 guérira les dommages créés par cette « sur-gravure ». Tout au long du projet TFEAR, la plus grande difficulté a été de s'accommoder de ce problème de sélectivité tout en livrant à l'équipe de caractérisation des résonateurs fonctionnels. La partie C de ce chapitre expose les solutions que nous aurions envisagées pour palier ce problème.

3. L'étape technologique REL

Il s'agit dans ce paragraphe d'exposer les tests effectués concernant la libération des poutres. Rappelons que nous procédons en 2 étapes. Une première crée une ouverture autour des poutres. La deuxième crée les caissons dans lesquels les poutres pourront résonner librement (III.A.3.b)). La série d'opérations de l'étape technologique REL peut être résumée ainsi :

- Pelliculage
- Exposition avec le masque REL
- Révélation de la laque
- Gravure sèche anisotrope du SiO_2 (gaz CF_4 / CHF_3) pour la création d'une ouverture
- Gravure sèche isotrope du silicium (gaz NF_3) pour la libération des poutres
- Délaquage

a) Création d'une ouverture

Cette étape consiste en la réalisation d'une tranchée par gravure sèche anisotrope du SiO_2 , autour des poutres. La photo de la Figure 140 illustre ce propos. Il s'agit d'une poutre à double encastrement qui se situe dans le procédé à l'étape de création de l'ouverture. Le dessin technique permet de vérifier le respect des spécifications.

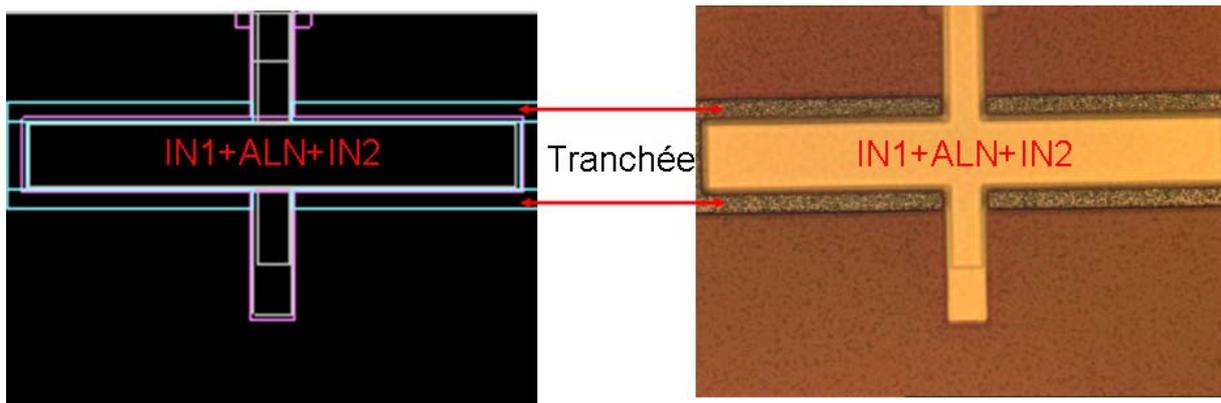


Figure 140 : Dessin technique (à gauche) et photo d'une poutre (à droite) à l'étape de création de l'ouverture.

b) Libération des poutres

-Evaluation du rapport d'aspect :

La libération des poutres est réalisée par gravure sèche isotrope du silicium. Les procédés classiques de NXP CCdN gravent les matériaux en profondeur. Nous voulons au contraire graver latéralement le silicium pour libérer les poutres. Nous avons donc effectué des essais de gravure sèche du silicium par du gaz NF_3 , sur des plaques tests (Si / SiO_2). La Figure 141 illustre les résultats obtenus et permet d'évaluer le rapport d'aspect, c'est-à-dire le rapport entre la profondeur gravée et la longueur de la gravure latérale. Le rapport d'aspect vaut 2:1. Les plus grands modèles de poutres font une largeur de $54 \mu\text{m}$. Il faut donc graver le silicium sur une profondeur de $54 \mu\text{m}$ minimum pour libérer les poutres les plus larges, en 240 s.

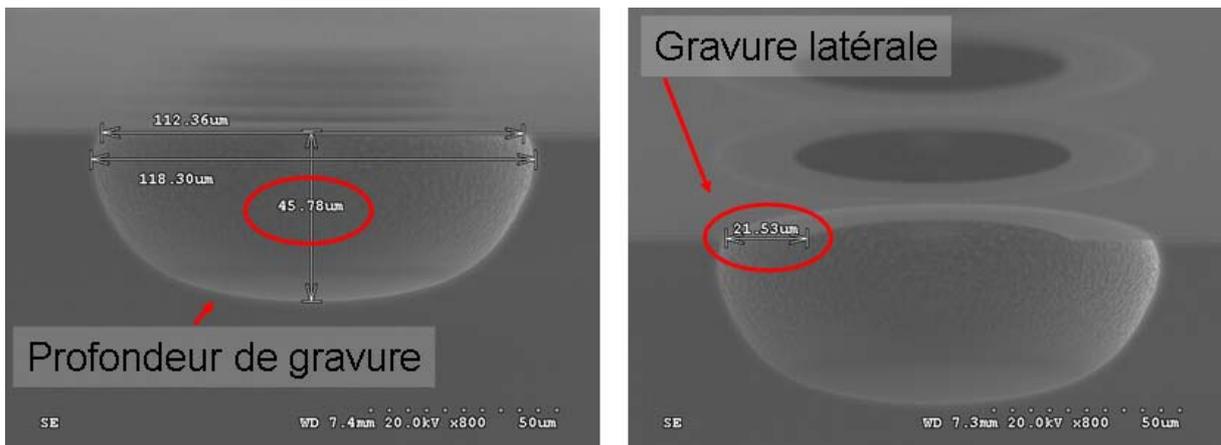


Figure 141 : Evaluation du facteur de forme pour la gravure isotrope du silicium

Nous avons utilisé cette recette dans le procédé TFEAR. La Figure 142 expose un exemple de poutre, après la gravure anisotrope du SiO_2 et la gravure isotrope du silicium. La gravure du SiO_2 a créé une ouverture autour de la poutre. Nous pouvons voir par transparence que la gravure du silicium a libérée celle-ci.

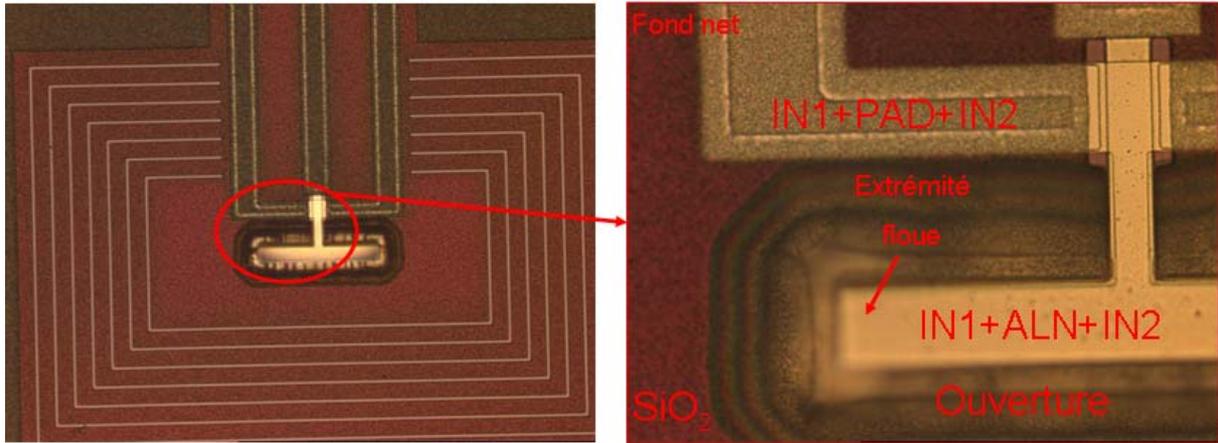
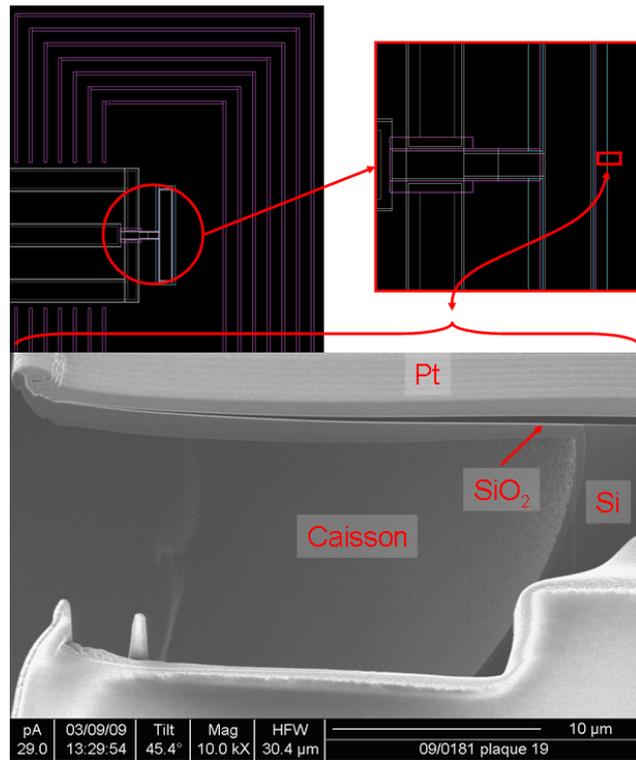


Figure 142 : Poutre libérée par gravures sèches du SiO_2 et du silicium

-Problème de sélectivité de gravure entre le silicium et le SiO_2 :

Nous venons de voir qu'une recette de gravure permet de libérer les poutres. La figure précédente montre cependant que l'ouverture n'est pas nette. De plus, l'extrémité de la poutre est hors du plan de la plaque, comme le montre l'image nette de la plaque et du pied de la poutre et l'image trouble de son extrémité. Cette courbure peut s'expliquer par la présence de contraintes internes que nous estimons importantes dans les poutres constituées de SiO_2 , des électrodes en AlSiCu et de la couche en AlN [37, 119, 126, 130, 137, 153]. Par ailleurs, l'analyse MEB de poutres libérées a permis de mettre en évidence une mauvaise sélectivité entre le SiO_2 et le silicium. La Figure 143 illustre ce propos. Une partie de la poutre a été découpée au moyen d'un FIB (carré rouge visible sur le cliché en haut à droite). La zone ainsi dégagée a été observée au MEB. Nous voyons ainsi que le SiO_2 a été partiellement gravé lors de la gravure du silicium. Ceci est caractérisé par la ligne du SiO_2 (en noir sur le cliché) qui est de plus en plus fine à mesure que nous nous rapprochons du bord, pour disparaître à l'endroit où la tranchée a été créée lors de l'étape de gravure du SiO_2 .



**Figure 143 : Couche de SiO₂ partiellement gravée lors de la gravure du silicium
Le platine (Pt) est déposé pour protéger la structure pendant la préparation de la vue en coupe par le FIB.**

Nous avons mené des essais afin de trouver une recette qui permette de garder intègre la couche de SiO₂ pendant la gravure du silicium, c'est-à-dire qui permette d'augmenter la sélectivité de gravure entre le silicium et le SiO₂. En changeant la nature des gaz, nous avons atteint cet objectif. Nous pouvons voir en effet sur la Figure 144 le résultat d'une gravure sèche avec le gaz SF₆ au lieu du NF₃ précédemment. Comme précédemment, le carré rouge montre la partie découpée avec le FIB. Le cliché MEB montre la poutre à cet endroit. Ce cliché permet de constater que le SiO₂ n'est pas gravé pendant la gravure du silicium. Cette recette a donc été adoptée pour libérer les poutres.

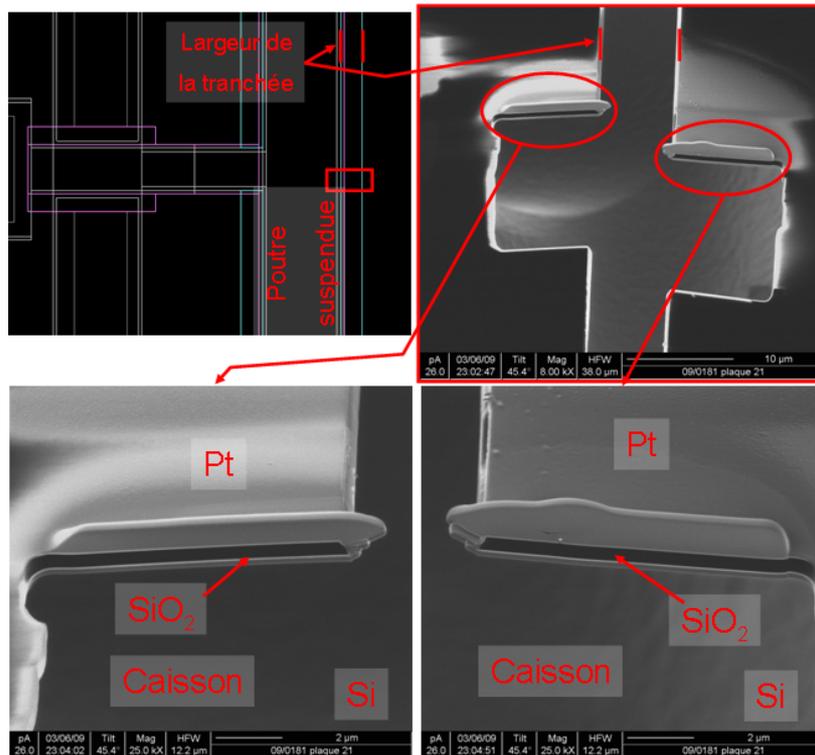


Figure 144 : Couche de SiO₂ intègre avec la nouvelle recette de gravure du silicium

La Figure 145 est un exemple de poutres obtenues en fin de procédé. Nous pouvons reconnaître les contreforts en AlN et les électrodes en AlSiCu. Nous pouvons voir également l'ouverture autour de la poutre ainsi que le caisson par transparence, à travers le SiO₂. La poutre est hors du plan de la plaque, ce qui est un indice de la libération de celle-ci. Par contre, lorsque les poutres sont dans le plan après les étapes de libération, cela signifie soit que la gravure de l'AlN a été insuffisante auquel cas la poutre reste solidaire du substrat latéralement, soit que la gravure du silicium est insuffisante pour former totalement le caisson auquel cas la poutre reste solidaire du substrat par sa partie inférieure.

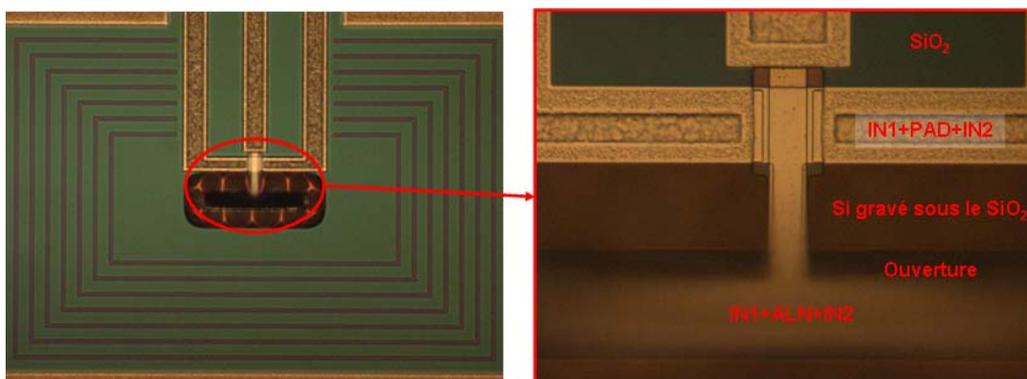


Figure 145 : Exemple de poutre en fin de procédé.

4. Propriétés des TFEAR en fin de procédé

Des caractéristiques électriques ont pu être mesurées sur des plaques qui ont été acheminées jusqu'au bout du procédé. La fin du procédé correspond à la libération des poutres par les gravures décrites dans le paragraphe précédent. Le Tableau 12 résume ces caractéristiques. Le facteur de qualité (Q) et la résistance motionnelle (R_m) dépendent en effet fortement du procédé. Les valeurs du coefficient $d_{33,f}$ données sont les meilleures parmi une série de mesures effectuées sur une large zone de chaque plaque, contrairement aux valeurs données au chapitre précédent (II.E.1.b)) qui ont été effectuées sur une seule zone. Précisons que ces valeurs de $d_{33,f}$ ont été mesurées à l'ESIEE par L. Valbin sur des plaques processées.

Nous avons distingué 3 cas selon les caractéristiques mesurées ainsi que les paramètres d'élaboration. Le cas 1 correspond aux premières plaques menées au bout du procédé. La recette de dépôt utilisée alors pour l'AIN donnait de faibles propriétés cristallines. Nous pouvons remarquer que la valeur du $d_{33,f}$ est faible, la résistance R_m élevée et le facteur Q , inversement proportionnel à la résistance R_m , est faible. Ces caractéristiques s'améliorent lorsque nous passons du cas 1 aux cas 2 et 3 pour lesquels de meilleures propriétés cristallines avaient été obtenues. Les valeurs de $d_{33,f}$ et du facteur Q sont en effet plus élevées et la résistance R_m diminue. D'autre part, le coefficient $d_{33,f}$ est globalement meilleur pour le cas 3 comparé au cas 2. Ceci est en accord avec les mesures de $d_{33,f}$ faites à l'IEMN par D. Remiens sur échantillons « pleine plaque » où, malgré une texture plus élevée de l'AIN élaborée à haute puissance, les valeurs de $d_{33,f}$ sont plus faibles (II.E.1.b)). Nous avons en effet observé des fissures dans la couche d'AIN pour les échantillons élaborés à haute puissance. Il apparaît donc difficile de comparer les valeurs des facteurs Q . La résistance R_m est plus faible pour le cas 3.

Les plaques pour lesquelles l'AIN a été élaboré par Oerlikon donnent des résultats plutôt supérieurs aux autres. Ils peuvent s'expliquer par la qualité cristalline de l'AIN, supérieure à celle que nous avons obtenue.

Cas	n°	Recette de la couche d'AlN	$d_{33,f}$ (pm.V ⁻¹)	Q	Rm (kΩ)
1	ENG447A-12	2 kW, 5 mTorr, 200 °C, 60%N ₂	0,48	740	290
2	ENG457K-06	8 kW, 5 mTorr, 350 °C, 62,5%N ₂	0,93	1300	10
	ENG523M-08		0,76	-	-
3	ENG498F-06	4 kW, 5 mTorr, 350 °C, 62,5%N ₂	2	1000	3
	ENG498F-09		1,54	1400	0,8
	ENG464A-11	Oerlikon	2,72	1500	0,5
	-	Objectifs	3,39	5000	< 1

Tableau 12 : Récapitulatif de mesures sur plaques. Les facteurs de qualité sont donnés pour des fréquences de résonance autour de 15 MHz (environ 20 MHz pour ENG498F-06).

Même si nous n'avons pas atteint les objectifs en termes de réponse piézoélectrique et de coefficient de qualité (voir Tableau 12), ces résultats sont néanmoins très encourageants puisque nous avons réussi à cristalliser de l'AlN orienté selon les plans {002}, présentant une activité piézoélectrique. De plus, nous avons réussi, par la mise en place du procédé et les améliorations dont nous avons parlé dans ce chapitre, à obtenir des résonateurs fonctionnels avec des facteurs de qualité allant jusqu'à 1500.

En effet, les 2 courbes ci-dessous (Figure 146) donnent un aperçu des résultats que nous avons obtenus grâce aux mesures réalisées sur nos démonstrateurs par Olivier Mareschal lors de sa thèse [146]. La première à gauche présente les variations de l'impédance en fonction de la fréquence. La poutre caractérisée ici a une longueur de 350 µm et une largeur de 50 µm. Nous observons une résonance à la fréquence de 14,35 MHz. La deuxième courbe à droite montre les mesures de fréquences de résonance (Fr) en fonction de l'inverse de la longueur des poutres [167]. Nous pouvons remarquer la bonne corrélation entre les mesures (447A-12 et 457K-06), la simulation (ANSYS®) et la relation théorique :

$$Fr = \frac{1}{2L} \sqrt{\frac{\bar{E}}{\bar{\rho}}}$$

Avec :

Fr : la fréquence de résonance d'une poutre (Hz)

L : la longueur de la poutre (m)

\bar{E} : Le module d'Young équivalent de la poutre (Pa)

$\bar{\rho}$: La masse volumique équivalente (kg.m⁻³)

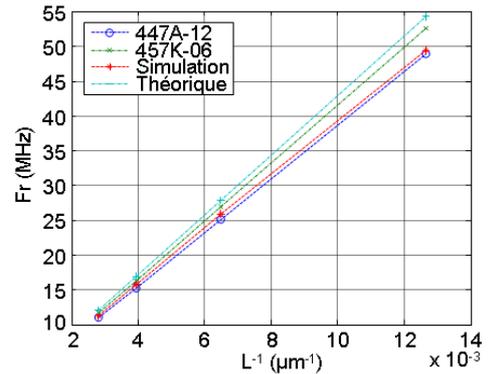
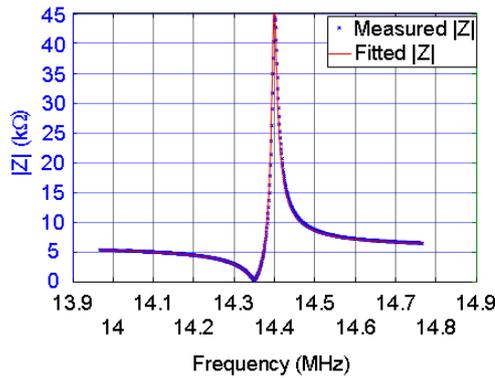


Figure 146 : Impédance ($|Z|$) en fonction de la fréquence pour une poutre de $350 \mu\text{m}$ de long et de $50 \mu\text{m}$ de large (à gauche) et fréquence de résonance (Fr) en fonction de l'inverse de la longueur des poutres (à droite).

-Conclusion :

Ces mesures montrent que les résonateurs fonctionnent bien en mode élongation conformément au modèle. Précisons que ces mesures ont été réalisées sans appliquer de tension continue. Nous observons également l'intérêt du résonateur TFEAR pour lequel la fréquence de résonance est ajustée par la seule longueur de la poutre.

Cependant, des améliorations sont à apporter tant sur le procédé que sur la qualité cristalline des films d'AlN pour augmenter les performances des résonateurs. En ce qui concerne le procédé, la qualité de la définition des poutres apparaît comme un élément important pour améliorer la finesse de la résonance ainsi que la précision sur la fréquence de résonance. Ceci passe par l'amélioration de la sélectivité de gravure entre l'aluminium et l'AlN. Dans le paragraphe suivant, nous abordons ce problème de sélectivité et proposons des solutions pour y remédier.

C. Améliorations de la sélectivité de gravure Al / AlN

Nous avons évoqué à plusieurs reprises le problème de sélectivité de gravure entre l'aluminium et l'AlN lors de la gravure de l'AlN par le TMAH (III.B.2.e)). Après avoir rappelé le problème, nous proposons dans ce paragraphe des solutions envisagées pour améliorer cette sélectivité ou contourner le problème.

1. Rappel du problème

Dans les conditions du procédé d'élaboration des couches d'aluminium et d'AlN à NXP CCdN, la sélectivité de gravure entre ces 2 matériaux est de seulement 2,5 (III.B.2.b)) contre 21 (III.A.3.a)) environ dans les conditions de l'ESIEE. Nous pouvons voir sur la Figure 147 les 2 zones particulièrement sensibles à ce problème. La photo de gauche rappelle que l'IN1 est endommagé par le TMAH (III.B.2.e)). La zone 1 sur le dessin technique de droite illustre de manière schématique ce premier problème. Nous avons vu que l'IN2 peut, dans une certaine mesure, « réparer » l'IN1. Cependant, ce n'est pas une solution viable dans le cadre d'un procédé industriel. De plus, la zone 2 montre le problème de couverture de marche qui est faible à cause de l'effet d'ombrage pendant le dépôt de cette couche. En effet, l'IN1 a une épaisseur de 200 nm alors qu'il doit franchir 2 μm des PADs. En conséquence, le contact entre l'IN1 et le PAD est de mauvaise qualité, accentué par l'endommagement lors de la gravure de l'AlN.

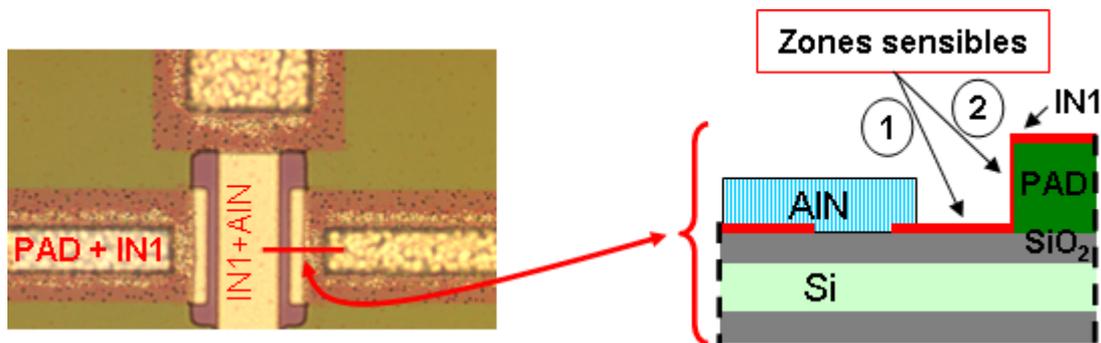


Figure 147 : Illustration des zones sensibles dues à la mauvaise sélectivité de gravure entre l'IN1 et l'AlN.

Nous avons vu que la différence de sélectivité de gravure entre les conditions de l'ESIEE et celles de NXP CCdN peut provenir de la différence de texture des films d'AlN, qui est plus élevée chez ce dernier. Nous avons conforté cette hypothèse lorsque nous avons gravé l'AlN élaboré par Oerlikon et Tegal. La Figure 148 illustre ce problème, qui devient de plus en plus important à mesure que la texture de l'AlN s'améliore. Nous rappelons en effet que la texture de la couche d'AlN élaborée à Tegal est supérieure à celle élaborée à Oerlikon (II.E.2.). Les 3 photos exposent une poutre après l'étape de gravure de l'AlN. Nous observons sur la photo de gauche que l'IN1 commence à être endommagée par le TMAH. La photo du milieu illustre la plus grande difficulté de gravure de l'AlN. Le fond de plaque n'est pas propre, il y a encore de très nombreuses traces d'AlN. Dans le même temps, l'IN1 est déjà très endommagée. Sur la photo de droite, l'AlN provient de Tegal. La gravure n'est pas uniforme autour des résonateurs

et plus généralement sur la plaque. Le problème était tellement important sur les plaques fournies par Tegal qu'elles n'ont pas pu être menées au bout du procédé et caractérisées.

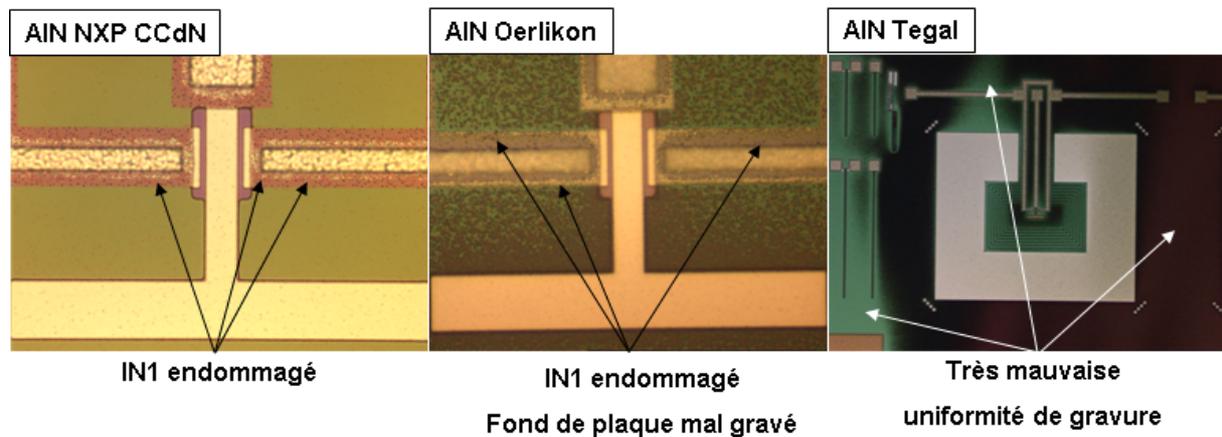


Figure 148 : Comparaison de la difficulté de gravure de l'AlN par le TMAH entre l'AlN élaboré à NXP CCdN et celui élaboré par les équipementiers.

Nous venons d'exposer les sérieuses difficultés de gravure de l'AlN par le TMAH. Les paragraphes suivants présentent quelques voies d'exploration pour atténuer ce problème ou le contourner. Rappelons que nous devons utiliser les outils à disposition du site de NXP CCdN.

2. Modification du dessin technique

La première solution consiste à modifier le dessin technique de la poutre. L'idée est d'étendre la surface de l'AlN (le cadre en rouge) jusqu'au dessus des PADs, comme illustrer sur le dessin technique de la Figure 149.

De cette manière, nous assurons le contact entre l'électrode inférieure et la poutre tout en pouvant prolonger la durée de gravure de l'AlN par le TMAH afin de l'éliminer totalement. Les PADs seront certes partiellement gravés par le TMAH, comme montré précédemment mais leur épaisseur de 2 μm devrait assurer leur intégrité. De plus, la couverture de marche de l'IN2 serait meilleure. Dans ce cas, l'IN2 ne doit plus franchir 2 μm de PAD, mais seulement le micromètre d'AlN. Un dernier avantage de cette solution est qu'elle ne nécessite de changer que le masque de photolithographie ALN.

Le problème est l'intégrité des PADs qui risque d'être compromise si la texture de l'AlN est trop élevée, car dans ce cas, la vitesse de gravure de l'AlN devient trop faible.

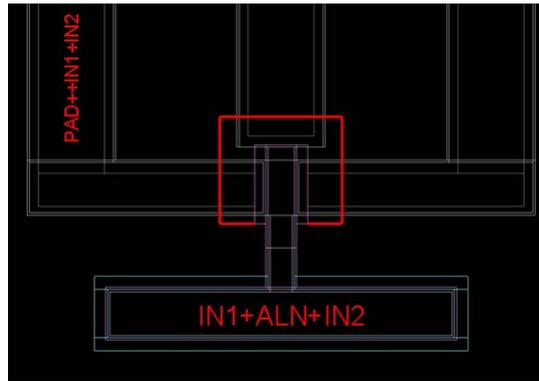


Figure 149 : Dessin technique d'une poutre avec élargissement du pied de celle-ci.

Cette solution n'a malheureusement pas pu être testée en raison de la fermeture du site.

3. Ajout d'une couche tampon

Une autre solution pour contourner le problème de sélectivité AlN / Al consiste en l'utilisation d'une couche tampon avant le dépôt de l'AlN pour protéger les PADS et l'IN1 pendant la gravure de l'AlN. La solution proposée est une couche qui ferait partie intégrante de la poutre. Le schéma ci-dessous (Figure 150) permet de comprendre l'idée exposée ici. Nous déposons classiquement l'AlSiCu et ensuite nous déposons une couche tampon en titane d'une très faible épaisseur. On définit l'électrode inférieure IN1 par photolithographie constituée à la fois de l'AlSiCu et du titane. Nous déposons ensuite classiquement la couche d'AlN.

Avec cette solution, il n'y a pas de changement dans le procédé. De plus, nous avons vu dans le chapitre précédent (II.D.2.b)) que la texture de l'AlN est augmentée en la présence d'une telle couche de titane.

Cependant, nous ne connaissons pas les conséquences sur les performances électriques des résonateurs dans le cas de l'utilisation d'une telle couche car l'électrode inférieure est constituée dans ce cas de 2 matériaux, même si la couche de titane est fine. De plus, nous ne connaissons pas les impacts sur la mise en place des boîtiers de protection qui, nous le rappelons, se fixent bien sur AlSiCu, mais pas nécessairement sur une couche de titane, même d'une très faible épaisseur.

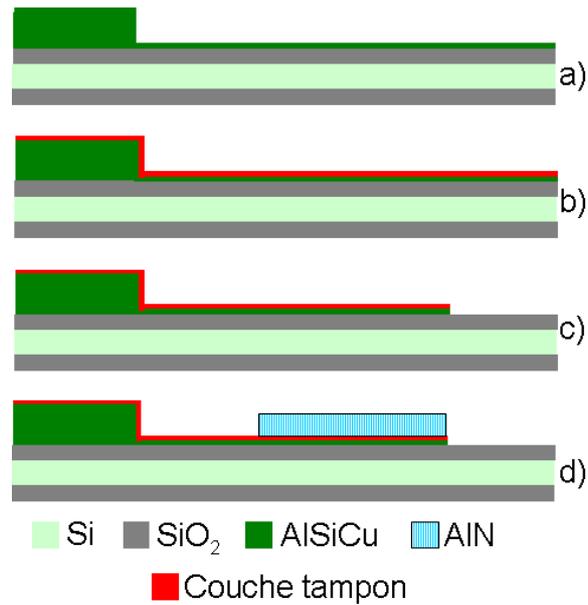


Figure 150 : Modification du procédé TFEAR, avec couche tampon.

Nous avons testé cette solution avec un dépôt de 20 nm de titane. Cette épaisseur est certes plus grande que celle ayant permis d'améliorer la qualité cristalline de l'AlN mais elle permet d'explorer cette voie. La photo de la Figure 151 expose une poutre à l'étape de la gravure de l'AlN. Elle est protégée par une laque photosensible (PR pour PhotoResist). La zone rouge met en évidence les dégâts causés par le TMAH. En fait, nous pensons que la couverture de marche est fine à cause de la fine épaisseur de titane (20 nm). Cependant, nous constatons que l'électrode inférieure n'est que peu endommagée, contrairement au cadre du procédé classique.

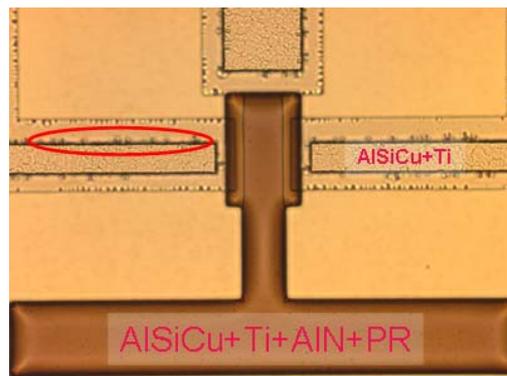


Figure 151 : AlN déposée sur l'électrode inférieure en AlSiCu (200 nm) / Ti (20 nm). PR pour PhotoResist (Résine photosensible).

Cette solution encourageante apparaît néanmoins limitée par la nécessité de réduire l'épaisseur de titane pour améliorer la qualité cristalline de l'AlN (I.I.D.). Une étude complète aurait été nécessaire mais n'a pas pu être menée à cause de l'arrêt du projet.

4. Gravure sèche de l'AlN

La troisième solution envisagée est de graver l'AlN par une gravure sèche par plasma. On espère ainsi, suivant la recette utilisée, augmenter la sélectivité de gravure entre l'IN1 et l'AlN. Rappelons que nous avons une sélectivité de 2,5 en gravure humide par le TMAH. La laque sélectionnée résiste au TMAH tout au long de cette étape de gravure et nous estimons que la sélectivité entre le fond de plaque de SiO₂ et l'AlN est très élevée. Devant l'espoir d'améliorer la qualité de cette étape, nous retrouvons toutefois les mêmes inconnues que lors de la mise en œuvre de l'étape de gravure humide de l'AlN :

- La nature du mélange gazeux
- Les conditions de gravure (Pression, polarisation du substrat, puissance, pressions partielles, ...)
- La sélectivité de gravure SiO₂ / AlN
- La sélectivité de gravure Al / AlN
- La sélectivité de gravure laque photosensible / AlN

D'après l'étude faite dans le chapitre III (III.A.3.a)) et les gaz disponibles à NXP CCdN, il semble que le gaz SF₆ soit le gaz le mieux adapté. Chen et al. [160] montrent que la vitesse de gravure de l'AlN par du SF₆ dans le mélange gazeux Ar / SF₆ est la plus élevée lorsque le taux de SF₆ est égal à 40 %. Entre le débit maximum autorisé par la machine pour le SF₆ et le minimum pour l'argon, nous avons fixé le taux de SF₆ à 37,5 %. De même, nous avons fixé la pression à une valeur moyenne de 12 mTorr.

Le diagramme de la Figure 152 montre la série d'étapes que nous avons suivies pour évaluer la vitesse de gravure de l'AlN.

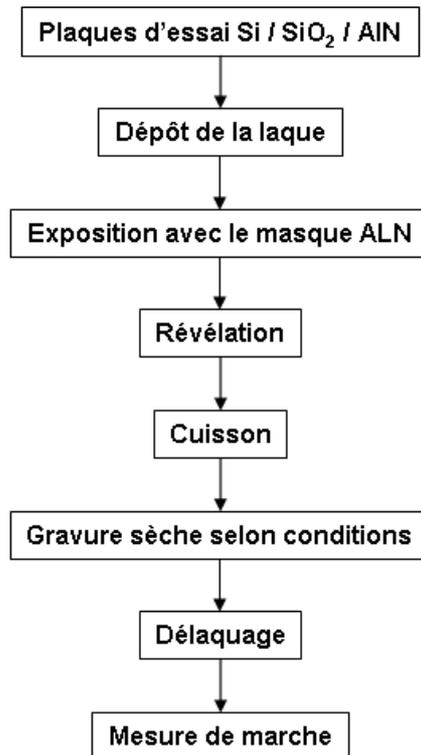


Figure 152 : Graphe fonctionnel d'étapes pour la sélection de la recette de gravure sèche de l'AlN par du SF₆.

Nous avons également évalué la vitesse de gravure de l'aluminium et du SiO₂. Les conditions de gravure testées sont résumées dans le tableau en annexe (Annexe 5). Sur ces quelques essais, nous avons trouvé des conditions pour lesquelles la sélectivité de gravure entre l'AlN et l'aluminium est supérieure à celle par gravure humide dans du TMAH (5,75 pour 2,5).

Ceci est intéressant puisque nous serions en mesure de solutionner, au moins partiellement, les problèmes de sélectivité de gravure évoqués précédemment.

Parmi les essais que nous avons effectués, nous avons noté des conditions pour lesquelles la vitesse de gravure de l'AlN est maximale (210 nm.mn⁻¹). Dans ce cas, il est courant d'utiliser une recette de gravure en 2 étapes. Une première étape, rapide, diminue le temps total de l'étape et une deuxième étape, sélective, favorise la gravure d'un seul matériau. Cependant, dans les conditions dans lesquelles nous nous sommes placés pour cette courte étude, il s'est avéré que la vitesse de gravure du SiO₂ est bien plus rapide que celle de l'AlN. Deuxièmement, la vitesse de gravure de la laque, qui est la plus résistante parmi celle que nous avons à disposition sur le site, est très élevée.

La gravure sèche de l'AlN par du SF₆ est une solution délicate à mettre en œuvre. Nous avons trouvé des conditions pour lesquelles la sélectivité de gravure entre l'AlN et l'aluminium est meilleure qu'en gravure humide par le TMAH. Par contre, la sélectivité est très mauvaise par rapport à la laque photosensible et par rapport au SiO₂, qui constitue le fond de plaque tout au long du procédé. Avec les outils disponibles à NXP CCdN, il n'est donc, a priori, pas possible de graver l'AlN avec une seule étape de gravure sèche.

-Conclusion :

Parmi les différentes solutions étudiées dans ce paragraphe, il s'avère qu'aucune n'est suffisante en soi pour graver l'AlN dans de bonnes conditions.

- Le changement du dessin technique de l'AlN est une solution pour protéger les contacts entre la poutre et les plots de connexion. Cependant, cette solution sera insuffisante car le problème de sélectivité demeure et sera d'autant plus préoccupant dans le cas d'une texture très élevée de l'AlN.

- En ce qui concerne l'utilisation d'une couche tampon de titane, cette solution présente l'avantage d'augmenter la texture de l'AlN si l'épaisseur de titane est faible (~ 5 nm). Toutefois, cette couche ne permet pas de protéger significativement l'électrode inférieure pendant la gravure de l'AlN. De plus, nous ne connaissons pas l'évolution du comportement à la résonance des poutres avec l'ajout d'une couche tampon.

- Quant aux essais de gravure sèche de l'AlN par du SF₆, il s'avère que nous avons trouvé une recette pour laquelle la sélectivité de gravure entre l'AlN et l'aluminium est plus élevée qu'avec du TMAH en gravure humide. Ceci est un avantage par rapport aux autres solutions car ces dernières contournent le problème de gravure sans le résoudre. Par contre, cette solution présente un problème important qui est la vitesse de gravure très élevée de laque d'une part, mais ceci peut être résolu en utilisant des laques plus résistante, dans le commerce, ou en utilisant, à la place d'une laque photosensible, une couche de protection métallique telle que le chrome [42]. Dans ce cas encore, il n'est pas sûr que cette solution convienne car nous ne connaissons pas l'impact de l'utilisation du chrome sur le procédé et les outils du site. D'autre part, la gravure sèche du SiO₂ est également très élevée. L'utilisation de cette solution

nécessiterait donc un contrôle très précis de la fin de l'étape, lorsque la majorité de la couche d'AlN est gravée.

La sélectivité de gravure de l'AlN vis-à-vis de l'aluminium reste donc un problème majeur. Nous pouvons imaginer une combinaison de ces idées pour arriver à une solution convenable. Par exemple, la modification du dessin technique semble indispensable pour protéger l'électrode inférieure. Et la mise en œuvre est simple puisqu'il suffit de changer seulement le masque ALN. Ensuite, nous pouvons estimer dans un premier temps que l'ajout d'une couche tampon en titane n'entraîne pas de changement significatif du comportement du résonateur à la résonance. Puis, à condition de trouver une laque résistante à la gravure sèche, nous pouvons également utiliser la recette de gravure sèche la plus rapide pour graver la majorité de la couche d'AlN. Une deuxième étape pourrait être la recette de gravure sèche qui possède la sélectivité de gravure (AlN / Al) la plus élevée pour graver une partie de la couche d'AlN. Cette étape devrait être courte pour éviter de graver trop de SiO₂. Enfin, une dernière étape pourrait être une gravure humide dans du TMAH pour éliminer les derniers résidus d'AlN, en limitant l'endommagement de l'aluminium grâce au masque de l'AlN étendu, la fine couche de titane et le caractère court de cette dernière étape. Ces hypothèses, qui mériteraient évidemment d'être vérifiées, ne nécessiteraient que l'investissement d'une laque résistante à la gravure sèche et compatible CMOS.

D. Conclusion

Nous avons adapté le procédé existant de l'ESIEE aux besoins de l'industriel NXP CCdN en vue de la possible commercialisation des résonateurs TFEAR mis au point sur le site de production.

Ce développement a démarré par l'établissement des étapes à créer ou à adapter, comme les plots de connexion ou les contreforts des résonateurs pour pallier aux contraintes de la mise en boîtier des résonateurs. L'aluminium pur utilisé à l'ESIEE pour les électrodes a été remplacé par un alliage d'aluminium (l'AlSiCu) car celui-ci est le matériau conducteur standard utilisé dans les procédés de production du site. Les dessins techniques des étapes technologiques du procédé ont été créés. Les étapes critiques ont en même temps été identifiées, telle que la gravure de l'AlN. Le procédé TFEAR a par la suite été mis en place sur le site industriel. Nous avons développé la brique technologique AlN. Celle-ci concerne le choix de la laque

photosensible dont nous avons exposé les essais dans ce chapitre, ainsi que la mise en place d'un banc de gravure, après avoir évalué les vitesses de gravure de l'AlN et de l'aluminium par le TMAH. Par l'arrêt du projet, l'étape de gravure de l'AlN par le TMAH est restée au stade manuel et largement tributaire des conditions de dépôt de l'AlN et donc de sa qualité cristalline, encore non fixées à l'époque. Rappelons en effet qu'une optimisation des conditions de dépôt n'a pas pu être effectuée.

Enfin, nous avons mis en place une série d'étapes permettant la libération des poutres. En changeant le gaz pendant la gravure isotropique du silicium, nous avons réussi à trouver une recette qui grave le silicium tout en étant sélective par rapport au SiO₂.

Enfin, la dernière partie de ce paragraphe est consacrée au problème de sélectivité de gravure entre l'aluminium et l'AlN lors de l'étape de gravure de ce dernier. Nous avons envisagé plusieurs solutions qui restent à l'état d'ébauche pour certaines en raison de l'arrêt des activités de NXP sur le site.

Malgré ces difficultés, des résonateurs fonctionnels ont été réalisés. Les résultats montrent la faisabilité du résonateur TFEAR fonctionnant en mode élongation de 10 MHz à 50 MHz. Ces fréquences sont inversement proportionnelles aux longueurs des poutres qui vont de 75 μm à 350 μm, conformément au modèle. Un coefficient piézoélectrique $d_{33,f}$ de 2 pm.V⁻¹ a été mesuré sur nos plaques. Les mesures effectuées sur le TFEAR ont permis d'extraire les paramètres et ainsi de calculer un facteur Q égal à 1400. Cette étude à caractère industriel confirme le potentiel du TFEAR pour des applications intégrées, compatibles avec les technologies CMOS. Nous avons donc démontré la faisabilité du TFEAR par la réalisation de ces démonstrateurs.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Le but de ce travail de thèse était le développement à l'échelle industrielle d'un procédé de fabrication sur plaques de silicium de 6 pouces de résonateurs piézoélectriques MEMS RF ayant pour matériau de base l'AlN. Il s'agissait pour la partie matériaux de déposer des films minces d'AlN cristallisés et orientés selon les plans {002} pour obtenir les propriétés piézoélectriques les plus élevées possibles. Dans le même temps, nous devions adapter le procédé technologique mis au point à l'ESIEE aux outils industriels de la salle blanche de NXP CCdN. Ce travail faisait partie d'un ensemble plus vaste ayant pour objectif la mise au point d'un résonateur acoustique pour oscillateur fonctionnant dans le mode élongation : le projet TFEAR.

La principale originalité de ce travail par rapport à l'état de l'art, outre son caractère industriel, est d'avoir utilisé comme électrode de base de la structure métal / matériau piézoélectrique / métal un matériau constitué d'AlSiCu. Ceci résulte d'un choix technologique de NXP dont les circuits habituels utilisent déjà ce type d'électrode et permettait d'envisager une intégration plus facile sur des produits déjà existants.

L'étude bibliographique sur les dépôts d'AlN par pulvérisation cathodique, l'exploration des techniques de dépôt de la sous-couche de SiO₂ (oxyde thermique, PECVD, LPCVD), des conditions de dépôt de l'électrode inférieure en alliage d'aluminium (AlSiCu) ainsi que celles de l'AlN, et la caractérisation par diffraction des rayons X des films obtenus, ont permis d'élaborer des couches d'AlN cristallisées, texturées et présentant une certaine activité piézoélectrique. L'amélioration des propriétés piézoélectriques a été en partie limitée par le peu de degrés de liberté de l'environnement industriel, et en particulier par la configuration inadaptée de la machine utilisée pour la croissance des couches minces d'AlN. Néanmoins, l'utilisation d'une couche tampon de titane sous l'AlN a permis d'améliorer la qualité cristalline de celui-ci, caractérisée par un coefficient piézoélectrique parmi les plus élevés que nous ayons mesurés. La réorganisation de ce travail de thèse, suite à la fermeture du site de NXP CCdN, a été tournée vers la caractérisation de manière plus élaborée de quelques couches minces d'AlN aux propriétés cristallines les meilleures parmi celles obtenues. C'est ainsi que la caractérisation microstructurale poussée au moyen d'un diffractomètre couplé à un logiciel d'analyse performant a permis de mettre en évidence par exemple, le rôle significatif des contraintes internes (contraintes de cisaillement de l'AlN dans notre cas) et de la taille des

cristallites de l'AlN en vue de l'obtention des propriétés piézoélectriques maximales. Ceci est un premier point qui montre que la configuration de la machine de dépôt utilisée pendant cette thèse n'était pas adaptée puisqu'il n'existait pas, entre autres dispositifs, de système de polarisation du substrat qui aurait permis, d'après la littérature sur les dépôts d'AlN, de contrôler dans une certaine mesure, les contraintes internes de la couche d'AlN.

Néanmoins, le développement et l'intégration du procédé, l'adaptation aux outils de la salle blanche ont permis d'élaborer des résonateurs fonctionnels. L'enjeu principal du procédé était la brique technologique de l'AlN, car celui-ci était un matériau inexploré sur le site avant le démarrage du projet TFEAR. La gravure de ce matériau a été et reste la difficulté majeure de la partie procédé. L'AlN est en soi un matériau difficile à graver et nous avons vu en effet que la sélectivité de gravure entre l'AlN et l'électrode inférieure est mauvaise. Ces problèmes sont amplifiés par l'augmentation de la texture de l'AlN, condition pourtant nécessaire à l'obtention de meilleures propriétés piézoélectriques. L'optimisation de celles-ci passe nécessairement par un compromis entre la qualité cristalline de l'AlN et la difficulté à définir et libérer des poutres fonctionnelles au cours du procédé.

Les contraintes industrielles et l'arrêt du projet 18 mois après son démarrage suite à la fermeture du site de NXP CCdN ont empêché l'optimisation de certaines étapes essentielles à l'amélioration des performances des résonateurs. Pour la partie matériaux, l'exploration des paramètres d'élaboration des couches minces constituant le résonateur a été limitée et seules quelques tendances ont pu être déduites. Pour la partie procédé, la principale limitation provient du problème de sélectivité de gravure entre l'aluminium et l'AlN, que nous avons décrite dans le dernier chapitre. Malheureusement, les solutions envisagées pour résoudre ce problème de sélectivité n'ont été que partiellement testées pour certaines (couche tampon de titane, gravure sèche de l'AlN) et sont restées à l'état d'ébauche pour d'autres (modification du dessin technique). Toutefois, le travail de cette thèse, a permis la réalisation de démonstrateurs fonctionnels résonnant dans le mode élongation et aux fréquences attendues, conformément au modèle. Cette étude confirme le potentiel du TFEAR pour des applications intégrées, compatibles avec les technologies CMOS et a permis d'établir la faisabilité du projet dans un environnement industriel.

Il est cependant clair, dans l'éventuelle perspective d'une commercialisation de résonateurs TFEAR aux performances améliorées, que certaines optimisations doivent être apportées.

Premièrement, la croissance de films d'AlN texturés, avec des propriétés piézoélectriques élevées, homogènes sur plaques, et homogènes de plaque à plaque, nécessiterait l'achat d'une machine spécialement conçue pour le dépôt de l'AlN. L'expérience acquise avec la machine utilisée pendant cette thèse avec laquelle il n'était pas possible de gérer le dépôt d'AlN en fonction de l'usure des cibles, de contrôler les contraintes internes dans les couches notamment à cause de l'absence d'un système de polarisation du substrat, et de contrôler les descentes en température l'a confirmé. La possibilité de réaliser ces 2 derniers points aurait certainement contribué à supprimer ou au moins à fortement diminuer les fissures dans les couches d'AlN. D'autre part, les données de la littérature semblent appuyer le fait qu'un système en mode DC pulsé ou RF serait préférable au système en mode DC utilisé pendant ce travail. Cela permettrait notamment d'explorer une plus large gamme de pression partielle d'azote.

Ensuite, la sélectivité de gravure entre l'aluminium et l'AlN reste un problème majeur. Il apparaît impératif de changer certains masques de photolithographie et / ou une partie du procédé pour palier ce problème. L'étape de gravure de l'AlN doit être revue dans son ensemble. Une gravure sèche est envisageable comme nous le présentons dans le dernier paragraphe à condition de changer la couche de protection de l'électrode inférieure pendant l'étape de gravure de l'AlN (résine photosensible ou couche de protection comme un métal par exemple). Un changement de masque entraîne des conséquences sur les performances des résonateurs que l'on devra évidemment évaluer. Parallèlement à ces études, toujours pour résoudre ce problème de sélectivité de gravure, il serait judicieux de tester d'autres métaux pour la réalisation des électrodes inférieures à la place de l'aluminium et d'en évaluer les conséquences sur le procédé et les performances des résonateurs.

Enfin, ces modifications du procédé ne suffiront peut-être pas pour garantir la précision sur la fréquence de résonance. Une étude et des tests sur l'ajustement des fréquences de résonance poutre à poutre est à envisager. La technique appelée « laser trimming » (découpe au laser) avait déjà fait l'objet d'une étude et des tests d'évaluation avaient commencé. Malgré la courbure des poutres qui rendait leur découpe au laser délicate, cette technique est apparue prometteuse. L'élaboration d'AlN sans contraintes internes au moyen d'une machine de dépôt adaptée devrait permettre de grandement faciliter cette étape.

D'après les remarques précédentes et malgré les difficultés rencontrées, dont certaines ont été recensées dès la mise en place du procédé, nous avons intégré un procédé de réalisation de MEMSs RF qui présentent des performances prometteuses.

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

-
- [1] : <http://www.memsuniverse.com/mems/micro-electro-mechanical-systems.html>
- [2] : **V.K.Goel**, L.Ferrara, « Basic Science Symposium II : MEMS Technology » ; SAS Journal, vol.2, n°2, 2008, pp. 120-129.
- [3] : **M.Goel**, « Recent developments in electroceramics : MEMS applications for energy and environment » ; Ceramics International 30 (2004) 1147-1154.
- [4] : **M.Tanaka**, « An industrial and applied review of new MEMS devices features » ; Microelectronic Engineering 84 (2007) 1341-1344.
- [5] : **T.-C.Nguyen**, « MEMS technology for timing and frequency control »; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, vol.54, n°2, 2007, pp. 251-270.
- [6] : Techniques de l'Ingénieur, E3090
- [7] : **H.C.Nathanson**, W.E.Newell, R.A.Wickstrom, J.R.David.Jr., « The Resonant Gate Transistor », IEEE Transactions on Electron Devices, March 1967, vol. 14, no. 3, pp. 117-133
- [8] : **K.E.Petersen**, « Si as mechanical material », Proceedings of the IEEE, vol. 70, n°5, 1982, pp. 420-457
- [9] : <http://memsjournal.typepad.com/.a/6a00d8345225f869e20133f253f98d970b-pi>
- [10] : Techniques de l'ingénieur E2305
- [11] : **R.Modlinski**, A.Witvrouw, P.Ratchev, A.Jourdain, V.Simons, H.A.C.Tilmans, J.M.J.den Toonder, R.Puers, I.De Wolf, « Creep as a reliability problem in MEMS »; Microelectronics Reliability 44 (2004) 1733-1738.
- [12] : **J.A.M.Sondag-Huethorst**, S.de Jager, C de Noijer, R.B.R. van Silfhout, M.H. van Kleef; « Dry film package for System in Package molding process », Solid State Sensors, Actuators and Microsystems Conference, 2007. TRANSDUCERS 2007 International, pp. 2071-2074.
- [13] : **R.Müller-Fiedler**, U.Wagner, W.Bernhard, « Reliability of MEMS -A methodical approach »; Microelectronics Reliability 42 (2002) 1771-1776.
- [14] : **W.M.vanSpengen**, « MEMS reliability from a failure mechanisms perspective »; Microelectronics Reliability 43 (2003) 1049-1060.
- [15] : **I. DeWolf**, « Reliability of MEMS »; Int. Conf. on Thermal, Mechanical and Multiphysics Simulation and Experiments in Micro-Electronics and Micro-Systems, EuroSimE 2006, IEEE International, pp. 1-6.

-
- [16] : **K.M.Lakin**, « Thin Film Resonator Technology »; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, vol.52, n°5, 2005, pp. 707-716.
- [17] : **R.Weigel**, D.P.Morgan, J.M.Owens, A.Ballato, K.M.Lakin, K.Hashimoto, C.C.W.Clemens, « Microwave acoustic materials, devices, and applications »; IEEE Transactions on microwave theory and techniques, vol.50, n°3, 2002, pp. 738-749.
- [18] : **D.Royer**, E.Dieulesaint, « Ondes élastiques dans les solides Tome 1: *propagation libre et guidée* »; Masson, Paris, 1996, ISBN: 2-225-85422-X.
- [19] : **Lord Rayleigh**, « On waves propagated along the plane surface of an elastic solid »; Proceedings of the London Mathematical Society. 1885, s1-17: 4-11.
- [20] : **M.B.Assouar**, O.Elmazria, L.Le Brizoual, P.Alnot, « Reactive DC magnetron sputtering of aluminum nitride films for surface acoustic wave devices » ; Diamond and related materials 11 (2002) 413-417.
- [21] : **B.-C.Ko**, C.-W.Nam, K.-C.Lee, « SMaterial and SAW properties of AlN thin films deposited by reactive RF magnetron sputtering method on various substrates »; International Symposium on Electrical & Electronics Engineering 2005, Vietnam, pp. 1-4.
- [22] : **V.Mortet**, A.Vasin, P.-Y.Jouan, O.Elmazria, M.-A.Djouadi, « Aluminum nitride films deposition by reactive triode sputtering for surface acoustic wave device applications »; Surface and Coatings Technology 176 (2003) 88-92.
- [23] : **Y.Takagaki**, P.V.Santos, E.Wiebicke, O.Brandt, H.-P.Schönherr, K.H.Ploog, « Superhigh frequency surface acoustic wave transducers using AlN layers grown on SiC substrates »; Applied Physics Letters, vol.81, 2002, pp. 2538-2540.
- [24] : **G.F.Iriarte**, « Surface acoustic wave propagation characteristics of aluminum nitride thin films grown on polycrystalline diamond »; Journal of Applied Physics, vol.93, n°12, 2003, pp. 9604-9609.
- [25] : **M.El Hakiki**, O.Elmazria, M.B.Assouar, V.Mortet, L.LE Brizoual, M.Vanecek, P.Alnot, « ZnO/AlN/Diamond layered structure for SAW devices combining high velocity and high electromechanical coupling coefficient »; Diamond & Related Materials 14 (2005) 1175-1178.
- [26] : **S.Lehtonen**, J.Koskela, M.M.Salomaa, V.P.Plessky, M.Honkanen, J.Turunen, « surface acoustic wave impedance element filters for 5 GHz » ; Applied Physics Letters, vol. 75, n°1 (1999), pp. 142-144.
- [27] : **P.Muralt**, J.Antifakos, M.Cantoni, R.Lanz, F.Martin, « Is there a better material for thin film BAW applications than AlN ? » ; 2005 Ultrasonics Symposium, pp. 315-320.

-
- [28] : **J.Olivares**, E.Wegmann, J.Capilla, E.Iborra, M.Clement, L.Vergara, R.Aigner, « Sputtered SiO₂ as low acoustic impedance material for Bragg mirror fabrication in BAW resonators »; International Frequency Control Symposium, 2009, pp. 316-321.
- [29] : **C.Billard**, N.Buffet, A.Reinhardt, G.Parat, S.Joblot, P.Bar, « 200 mm manufacturing solution for coupled resonator filters »; IEEE Solid State Device Research Conference, 2009 ESSDERC'09 Proceedings, pp. 133-136.
- [30] : **R.Aigner**, J.Kaitila, J.Ellä, L.Elbrecht, W.Nessler, M.Handtmann, T.-R.Herzog, S.Marksteiner, « Bulk acoustic wave filters: Performance optimization and volume manufacturing »; 2003 IEEE MTT-S Digest, pp. 2001-2004.
- [31] : **S.-H.Lee**, J.-H.Kim, G.D.Mansfeld, K.H.Yoon, J.-K.Lee, « Influence of electrodes and Bragg reflector on the quality of thin film bulk acoustic wave resonators »; 2002 IEEE International Frequency Control Symposium, pp. 45-49.
- [32] : **J.-W.Lobeek**, R.Strijbos, A.Jansman, N.X.Li, A.B.Smolders, N.Pulsford, « High Q BAW resonators on Pt/Ta₂O₅/SiO₂ based reflector stack »; Microwave Symposium, 2007 IEEE/MTT-S International, pp. 2047-2050.
- [33] : **J.Enlund**, D.Martin, V.Yantchev, I.Katardjiev, « Solidly mounted thin film electro acoustic resonator utilizing a conductive Bragg reflector »; Sensors and Actuators A 141 (2008) 598-602.
- [34] : **S.-H.Kim**, J.-H.Kim, J.-K.Lee, S.-L.Lee, K.-H.Yoon, « Bragg reflector thin film resonator using aluminum nitride deposited by RF sputtering »; 2000 IEEE Microwave conference, pp. 1535-1538.
- [35] : **K.M.Lakin**, K.T.McCarron, J.F.McDonald, « Temperature compensated bulk acoustic thin film resonators »; 2000 IEEE Ultrasonics Symposium, pp. 855-858.
- [36] : **M.Clement**, E.Iborra, J.Olivares, N.Rimmer, S.Giraud, S.Bila, A.Reinhardt, « DCS Tx filters using AlN resonators with iridium electrodes »; International Frequency Control Symposium, 2009 joint with the 22nd European Frequency and Time Forum, IEEE 2009, pp. 943-948.
- [37] : **S.Kadlec**, E.Kügler, S.Krassnitzer, « Very High Uniformity Single-wafer Physical Vapor Deposition Processing of Piezoelectric Films for Bulk Acoustic Wave Devices »; Global semiconductor manufacturing technology 2003, pp. 1-6.
- [38] : **M.Hara**, J.Kuypers, T.Abe, M.Esashi, « Surface micromachined AlN thin film 2 GHz resonator for CMOS integration »; Sensors and Actuators A 117 (2005) 211-216.

-
- [39] : **J.Baborowski**, C.Bourgeois, A.Pezous, C.Muller, M.-A.Dubois, « Piezoelectric activated silicon resonators »; International Frequency Control Symposium, 2007 joint with the 21st European Frequency and Time Forum, IEEE 2007, pp. 1210-1213.
- [40] : **G.Piazza**, A.P.Pisano, « Piezoelectric aluminum nitride vibrating contour MEMS mode resonators »; Journal of MEMS, vol.15, n°6, 2006, pp. 1406-1418.
- [41] : **R.Lanz**, P.Carazzetti, P.Muralt, « Surface micromachined BAW resonators based on AlN »; 2002 IEEE Ultrasonics Symposium, pp. 981-983.
- [42] : **S.Saravanan**, E.Berenschot, G.Krijnen, M.Elwenspoek, « A novel surface micromachining process to fabricate AlN unimorph suspensions and its application for RF resonators »; Sensors and Actuators A 130-131 (2006) 340-345.
- [43] : **J.J.Lutsky**, R.S.Naik, R.Reif, C.G.Sodini, « A sealed cavity TFR process for RF bandpass filters »; Electron Devices Meeting, 1996, IEDM'96, International, pp. 441-444.
- [44] : **M.-A.Dubois**, « Thin film bulk acoustic wave resonators: a technology overview »; MEMSWAVE 03, 2003.
- [45] : **R.C.Ruby**, P.Bradley, Y.Oshmyansky, A.Chien, J.D.Larson, « Thin film bulk acoustic resonators (FBAR) for wireless applications »; 2001 IEEE Ultrasonics Symposium pp. 813-821.
- [46] : Techniques de l'ingénieur E2000.
- [47] : **C.Lambert**, D.Borello, H.Choffat, P.Jacot, E.Kuegler, « BAW devices: Technology overview and manufacturing aspects »; 2nd International Symposium on Acoustic Wave Devices for Future Mobile Communication Systems 2004, pp. 1-8.
- [48] : **F.Martin**, M.-E.Jan, B.Belgacem, M.-A.Dubois, P.Muralt, « Shear mode coupling and properties dispersion in 8 GHz range AlN thin film bulk acoustic (BAW) resonator »; Thin Solid Films 514 (2006) 341-343.
- [49] : **R.Lanz**, L.Senn, L.Gabathuler, W.Huiskamp, R.C.Strijbos, F.Vanhelmont, « Uniformity optimization of the electromechanical coupling coefficient in AlN based bulk acoustic wave resonators »; IEEE Ultrasonics Symposium 2007, pp. 1429-1432.
- [50] : **G.Piazza**, P.J.Stephanou, A.P.Pisano, « One and two port piezoelectric higher order contour mode MEMS resonators for mechanical signal processing »; Solid-State Electronics 51 (2007) 1596-1608.
- [51] : **P.J.Stephanou**, A.P.Pisano, « GHz Contour extensional mode aluminum nitride MEMS resonators »; IEEE Ultrasonics Symposium 2006, pp. 2401-2404.

-
- [52] : **J.Wang**, J.E.Butler, T.Feygelson, C.T.-C.Nguyen, « 1.51 GHz nanocrystalline diamond micromechanical disk resonator with material mismatched isolating support »; MEMS, 2004, 17th IEEE International Conference of MEMS, pp. 641-644.
- [53] : **S.H.Chang**, N.N.Rogacheva, C.C.Chou, « Analysis of methods for determining electromechanical coupling coefficients of piezoelectric elements »; Transactions on Ultrasonics Ferroelectrics and Frequency Control, IEEE, 1995, vol. 42, n°4, pp.630-640.
- [54] : **K.Uchino**, « Ferroelectric Devices », ISBN : 0-8247-8133-3 (2000).
- [55] : **D.Royer**, E.Dieulesaint, « Ondes élastiques dans les solides Tome 2: Génération, interaction acousto-optique, applications »; Masson, Paris, 1996, ISBN: 2-225-83441-5.
- [56] : **K.Umeda**, H.Kawamura, M.Takeuchi, Y.Yoshino, « Characteristics of an AlN based bulk acoustic resonator in the super high frequency range » ; Vacuum 83 (2009) 672-674.
- [57] : **F.Martin**, P.Muralt, M.-A.Dubois, A.Pezous, « Thickness dependance of the properties of highly c-axis textured AlN thin films » ; Journal of Vacuum Science and Technology A 22(2), 2004, pp. 361-365.
- [58] : **H.P.Loeb**, M.Klee, C.Metzmacher, W.Brand, R.Milsom, P.Lok, « Piezoelectric thin AlN films for bulk acoustic wave (BAW) resonators » ; Materials Chemistry and Physics 79 (2003) 143-146
- [59] : <http://www.discera.com/>
- [60] : <http://www.sitime.com/>
- [61] : **B.Bekker**, « How to define the target market for an innovative semiconductor technology ? » ; stage master 2 Marketing à l'IAE Caen, 2008.
- [62] : **V.Kaajakari**, T.Mattila, A.Oja, J.Kiihamäki, H.Seppä, « Square extensional mode single crystal silicon micromechanical resonator for low phase noise oscillator applications »; IEEE Electron Device Letters, vol.25, n°4, 2004, pp. 173-175.
- [63] : **F.Verjus**, L.Valbin, A.Fougerat, J.Rouessard, F.LeCornec, S.Loiseau, « Piezoelectric aluminum nitride resonator for reference oscillator »; IEEE International Frequency Control Symposium, 2008, pp. 233-236.
- [64] : **J.C.H.Wong**, « NXP Semiconductors - TFEAR project : characterization and selective etching of reactively DC sputtered aluminum nitride thin films on aluminum layers », stage master 2 à l'ESIEE, 2007.

-
- [65] : **S.Kärki**, J.Lekkala, H.Kuokkanen, J.Halttunen, « Development of a piezoelectric polymer film sensor for a plantar normal and shear stress measurements » ; Sensors and Actuators A 154 (2009) 57-64.
- [66] : **D.Berlincourt**, H.Jaffe, L.R.Shiozawa, « Electroelastic properties of the sulfides, selenides, and tellurides of zinc and cadmium » ; Physical Review vol.129, n°3, 1963, pp. 1009-1017.
- [67] : **G.Matsunami**, A.Kawamata, H.Hosaka, T.Moita, « Multilayered LiNbO₃ actuator for XY stage using a shear piezoelectric effect » ; Sensors and Actuators A 144 (2008) 337-340.
- [68] : **K.Amanouchi**, H.Odagawa, T.Kojima, A.Onoe, A.Yoshida, K.Chikuma, « Piezoelectric KNbO₃ film for SAW device applications » ; Electronics Letters, vol. 34, n°7, 1998, pp. 702-704.
- [69] : **F.Bernardini**, V.Fiorentini, D.Vanderbilt, « Spontaneous polarization and piezoelectric constants of III-V nitrides » ; Physical Review B, vol.56 (16), 1997, pp. 24-27.
- [70] : **R.Rimeika**, D.Ciplys, M.S.Shur, R.Gaska, M.A.Khan, J.Yang, « Electromechanical coupling coefficient for surface acoustic waves in GaN on sapphire » ; Physical Status Solidi (b) 234, n°3, 897-900 (2002).
- [71] : **J.Drayton**, M.Mitra, A.Vasko, K.Kormanyos, D.Shvydka, « Piezo-photovoltaic effect in thin film CdS /CdTe solar cells » ; Photovoltaic.Energy Conversion, Conference Record of the 2006 IEEE 4th World Conference, vol. 1, pp. 491-494.
- [72] : **P.Muralt**, « PZT films for microsensors and actuators : Where do we stand ? » ; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, vol.47 (4), 2000, pp. 903-915.
- [73] : **P.Muralt**, A.Kholkin, M.Kohli, T.Maeder, N.Setter, « Characterization of PZT thin films for micromotors » ; Microelectronics Engineering 29 (1995) 67-70.
- [74] : **E.Defaÿ**, C.Millon, C.Malhaire, D.Barbier, « PZT thin films for integration for the realisation of a high sensitivity pressure microsensor based on a vibrating membrane » ; Sensors and Actuators A 99 (2002) 64-67.
- [75] : **K.Yamakawa**, S.Trolier-McKinstry, J.P.Dougherty, « Preparation of lead zirconate titanate thin films by reactive magnetron co-sputtering » ; Materials Letters 28 (1996) 317-322.
- [76] : **A.Venema**, E.Nieuwkoop, M.J.Vellekoop, W.J.Ghijsen, A.W.Barendsz, M.S.Nieuwenhuizen, « NO₂ gas concentration measurement with SAW chemosensor » ; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, vol.34, n°2, 1987, pp. 148-155.

-
- [77] : **L.Le Brizoual**, O.Elmazria, F.Sarry, M.El Hakiki, A.Talbi, P.Alnot, « High frequency SAW devices based on third harmonic generation » ; Ultrasonics 45 (2006) 100-103.
- [78] : **Y.C.Lin**, C.R.Hong, H.A.Chuang, « Fabrication and analysis of ZnO thin film bulk acoustic resonators » ; Applied Surface Science 254 (2008) 3780-3786.
- [79] : **T.Kamiya**, « Calculation of crystal structures, dielectric constants and piezoelectric properties of wurtzite-type crystals using ab-initio periodic Hartree-Fock method » ; Japanese Journal of Applied Physics, vol.35 (1996) pp.4421-4426.
- [80] : **S.V.Krishnaswamy**, J.Rosenbaum, S.Horwitz, C.Vale, R.A.Moore, « Film bulk acoustic wave resonator technology » ; 1990 Ultrasonics Symposium, pp. 529-536.
- [81] : **X.B.Wang**, C.Song, D.M.Li, K.W.Geng, F.Zeng, F.Pan, « The influence of different doping elements and resistivity of sputtered ZnO film » ; Applied Surface Science 253 (2006) 1639-1643.
- [82] : **Q.Chen**, L.Qin, Q.-M.Wang, « Property characterization of AlN thin films in composite resonator structure » ; Journal of Applied Physics 101, 084103 (2007).
- [83] : **V.Mortet**, M.Nesladek, K.Haenen, A.Morel, M.D'Olieslaeger, M.Vanecek, « Physical properties of polycrystalline aluminum nitride films deposited by magnetron sputtering » ; Diamond and Related Materials 12 (2004) 1120-1124.
- [84] : **J.Olivares**, S.Gonzales-Castilla, M.Clement, A.Sanz-Hervas, L.Vergara, J.Sangrador, E.Iborra, « Combined assessment of piezoelectric AlN films using X-ray diffraction, infrared absorption and atomic force microscopy » ; Diamond and Related Materials 16 (2007) 1421-1424.
- [85] : **K.Tsubouchi**, N.Mikoshiba, « Zero temperature coefficient SAW devices on AlN epitaxial films » ; IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics, vol.SU-32, n°5, 1985, pp. 634-644
- [86] : **K.Tsubouchi**, K.Sugai, N.Mikoshiba, « AlN material constants evaluation and SAW properties on AlN/Al₂O₃ and AlN/Si. » ; 1981 Ultrasonics Symposium pp. 375-380.
- [87] : **Q.-X.Su**, P.Kirby, E.Komuro, M.Imuro, Q.Zhang, R.Whatmore, « Thin film bulk acoustic resonators and filters using ZnO and lead zirconium titanate thin films » ; IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 49, n°4, 2001, pp. 769-778.
- [88] : **K.Lefki**, G.J.M.Dormans, « Measurement of piezoelectric coefficients of ferroelectric thin films » ; Journal of Applied Physics 76, n°3, 1994, pp. 1764-1767.
- [89] : **J.Erhart**, L.Burinova, « What is really measured on a d₃₃-meter ? » ; Journal of the European Ceramic Society 21 (2001) 1413-1415.

-
- [90] : **L.Kanno**, S.Fujii, T.Kamada, R.Takyama, « Piezoelectric properties of c-axis oriented Pb(Zr,Ti)O₃ thin films » ; Applied Physics Letters 70, n°11, 1997, pp. 1378-1380.
- [91] : **L.La Spina**, L.K.Nanver, H.Schellevis, E.Iborra, M.Clement, J.Olivares, « Characterization of PVD aluminum nitride for heat spreading in RF IC's » ; Solid State Device Research Conference, 2007, ESSDERC 37th European. IEEE, pp. 354-357.
- [92] : **K.S.A.Butcher**, T.L.Tansley, « Ultrahigh resistivity aluminum nitride on mercury cadmium telluride » ; Journal of Applied Physics vol.90, n°12, 2001, pp. 6217-6221.
- [93] : **S.Bengtsson**, M.Bergh, M.Choumas, C.Olesen, K.O.Jeppson, « Applications of aluminum nitride films deposited by reactive sputtering to Silicon-On-Insulator materials » ; Japanese Journal of Applied Physics vol.35 (1996), 4175-4181.
- [94] : **F.Ansart**, H.Ganda, R.Sapote, J.P.Traverse, « Study of the oxidation of aluminum nitride coatings at high temperature » ; Thin Solid Films 260 (1995) 38-46.
- [95] : **C.Caliendo**, P.Imperatori, E.Cianci, « Structural, morphological and acoustic properties of AlN thick films sputtered on Si(001) and Si(111) substrates at low temperature » ; Thin Solid Films 441 (2003) 32-37.
- [96] : **H.Zhang**, J.M.Liu, F.X.Lu, « Effect of nanostructured AlN coatings on the oxidation resistant properties of optical diamond films » ; Applied Surface Science 253 (2007) 3571-3573.
- [97] : **C.Zuo**, N.Sinha, M.B.Pisani, C.R.Perez, R.Mahameed, G.Piazza, « Channel select RF MEMS filters based on self coupled AlN contour mode piezoelectric resonators » ; 2007 IEEE Ultrasonics Symposium, pp. 1156-1159.
- [98] : **M.Akiyama**, Y.Morofuji, , T.Kamohara, K.Nishikubo, M.Tsubai, O.Fukuda, N.Ueno, « Flexible piezoelectric pressure sensors using oriented aluminum nitride thin films prepared on polyethylene terephthalate films » ; Journal of Applied Physics 100, 114318 (2006).
- [99] : **F.Medjani**, R.Sanjines, G.Allidi, A.Karimi, « Effect of substrate temperature and bias voltage on the crystallite orientation in RF magnetron sputtered AlN thin films » ; Thin Solid Films 515 (2006) 260-265.
- [100] : **X.-H.Xu**, H.-S.Wu, C.-J.Zhang, Z.-H.Jin, « Morphological properties of AlN piezoelectric thin films deposited by DC reactive magnetron sputtering » ; Thin Solid Films 388 (2001) 62-67.
- [101] : **J.P.Kar**, G.Bose, S.Tuli, « Effect of annealing on DC sputtered aluminum nitride » ; Surface and Coatings Technology 198 (2005) 64-67.

-
- [102] : **H.P.Löbl**, M.Klee, O.Wunnicke, R.Kiewitt, R.Dekker, E.v.Pelt, « Piezo-electric AlN and PZT films for micro-electronic applications » ; 1999 IEEE Ultrasonics Symposium, pp. 1031-1036.
- [103] : **M.B.Assouar**, M.El Hakiki, O.Elmazria, P.Alnot, C.Tiusan, « Synthesis and microstructural characterization of reactive RF magnetron sputtering AlN films for surface acoustic wave filters » ; Diamond and related materials 13 (2004) 1111-1115.
- [104] : **K.Okamoto**, S.Inoue, T.Nakano, T.-W.Kim, M.Oshima, H.Fujioka, « Epitaxial growth of AlN on single crystal Mo substrates » ; Thin Solid Films 516 (2008) 4809-4812.
- [105] : **B.Raghothamachar**, M.Dudley, J.C.Rojo, K.Morgan, L.J.Schowalter, « X-ray characterization of bulk AlN single crystals grown by the sublimation technique » ; Journal of Crystal Growth 250 (2003) 244-250.
- [106] : **E.N.Mokhov**, O.V.Avdeev, I.S.Barash, T.Y.Chemekova, A.D.Roenkov, A.S.Segal, A.A.Wolfson, Y.N.Makaeov, M.G.Ramm, H.Helava, « Sublimation growth of AlN bulk crystals in Ta crucibles » ; Journal of Crystal Growth 281 (2005) 93-100.
- [107] : **A.N.Cleland**, M.Pophristic and I.Ferguson, « Single crystal aluminum nitride nanomechanical resonators » ; Applied Physics Letters, vol. 79, n°13, 2001, pp. 2070-2072.
- [108] : **J.-W.Soh**, S.-S.Jang, I.-S.Jeong, W.-J.Lee, « C-axis orientation of AlN films prepared by ECR PECVD » ; Thin Solid Films 279 (1996) 17-22.
- [109] : **Aimé Richardt** et Anne-Marie Durand, « Les interactions ion énergétiques-solides », In Fine, Paris, 1997, ISBN : 2-84046-047-5
- [110] : **Aimé Richardt** et Anne-Marie Durand, « La pratique du vide et des dépôts de couches minces », In Fine, Paris, 1995, ISBN : 2-84046-030-0. Physica C 469 (2009) 52-54.
- [111] : **M.Ogura**, K.Matsumoto, K.Katsurahara, S.Kishida, H.Yoshikawa, S.Fukushima, « Preparation of $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_y$ superconducting films by a RF magnetron sputtering method with multi-targets » ; Physica C 392-396 (2003) 1306-1309.
- [112] : **D.Carter**, H.Walde, G.McDonough, G.Roche, « Parameter optimization in pulsed DC reactive sputter deposition of aluminum oxide » ; 2002 Society of Vacuum Coaters 505/856-7188, 45th Annual Technical Conference Proceedings (2002) ISSN 0737-5921.
- [113] : **J.S.Cherng**, D.S.Chang, « Effects of pulse parameters on the pulsed DC reactive sputtering of AlN thin films » ; Vacuum 84 (2010) 653-656.
- [114] : **G.Leclerc**, G.Poullain, C.Yaicle, R.Bouregba, A.Pautrat, « Substrate and orientation influence on electrical properties of sputtered La doped PZT thin films » ; Applied Surface Science 254 (2008) 3867-3872.

-
- [115] : **S.Venkataraj**, D.Severin, R.Drese, F.Koerfer, M.Wuttig, « Structural, optical, and mechanical properties of aluminum nitride films prepared by reactive DC magnetron sputtering » ; Thin Solid Films 502 (2006) 235-239.
- [116] : **V.V.Felmetsger**, P.N.Laptev, S.M.Tanner, « Crystal orientation and stress in AC reactively sputtered AlN films on Mo electrodes for electro-acoustic devices » ; Ultrasonics Symposium, 2008 IEEE, pp. 2146-2149.
- [117] : **R.Jakkaraju**, G.Henn, C.Shearer, M.Harris, N.Rimmer, P.Rich, « Integrated approach to electrode and AlN deposition for bulk acoustic wave (BAW) devices » ; Microelectronic Engineering 70 (2003) 566-570.
- [118] : **B. A. Movchan**, A. V. Demchishin, « Study of the structure and properties of thick vacuum condensates of nickel, titanium, tungsten, aluminium oxide and zirconium dioxide » ; Physics of Metals and Metallography 28: 83–90 (1969).
- [119] : **J.A.Thornton**, D.W.Hoffman, « Stress related effects in thin films » ; Thin Solid Films, 171 (1989) 5-31.
- [120] : **S.Mahieu**, P.Ghekiere, D.Depla, R.De Gryse, « Biaxial alignment in sputter deposited thin films » ; Thin Solid Films 515 (2006) 1229-1249.
- [121] : **M.Akiyama**, K.Nagao, N.Ueno, H.Tateyama, T.Yamada, « Influence of metal electrodes on crystal orientation of aluminum nitride thin films » ; Vacuum 74 (2004) 699-703.
- [122] : **D.G.Pierce**, P.G.Brusius, « Electromigration : A review » ; Microelectronics Reliability, vol. 37 n° 7 (1997), pp. 1053-1072.
- [123] : **K.-H.Chiu**, J.-H.Chen, H.-R.Chen, R.-S.Huang, « Deposition and characterization of reactive magnetron sputtered aluminum nitride thin films for bulk acoustic wave resonator » ; Thin Solid Films 515 (2007) 4819-4825.
- [124] : **A.Artieda**, P.Muralt, « Growth study of AlN on amorphous films with defined roughness » ; 2008 IEEE International Ultrasonics Symposium Proceedings, 907-911.
- [125] : **D.A.Porter**, K.E.Easterling, « Phase transformations in metals and alloys », Chapman & Hall, London, 1992.
- [126] : **S.P.Kim**, H.M.Choi, S.K.Choi, « A study on the crystallographic orientation with residual stress and electrical property of Al films deposited by sputtering » ; Thin solid Films 322 (1998) 298-302.
- [127] : **C.-H.Chou**, Y.-C.Lin, J.-H.Huang, N.H.Tai, I.-N.Lin, « Growth of high quality AlN thin films on diamond using TiN/Ti buffer layer » ; Diamond and Related Materials 15 (2006) 404-409.

-
- [128] : **R.Lanz**, C.Lambert, E.Kuegler, L.Gabathuler, L.Senn, K.Onuki, « Properties of sputter deposited AlN, Mo, W and SiO₂ thin films for bulk acoustic wave applications on 200 mm Si substrates » ; Proceeding of 8th International Symposium on Sputtering and Plasma Processes (ISSP) 2005.
- [129] : **V.Mortet**, M.Nesladek, J.D'Haen, G.Vanhoyland, O.Elmazria, M.B.Assouar, P.Alnot, M.D'Olieslaeger, « Deposition of aluminum nitride film by magnetron sputtering for diamond based surface acoustic wave applications » ; Physica Status Solidi (a) 193, n°3, 482-488 (2002)
- [130] : **J.X.Zhang**, H.Cheng, Y.Z.Chen, A.Uddin, S.Yuan, S.J.Geng, S.Zhang, « Growth of AlN films on Si (100) and Si (111) substrates by reactive magnetron sputtering » ; Surface and Coatings Technology 198 (2005) 68-73.
- [131] : **M.Ishihara**, S.J.Li, H.Yumoto, K.Akashi, Y.Ide, « Control of preferential orientation of AlN films prepared by the reactive sputtering method » ; Thin Solid Films 316 (1998) 152-157.
- [132] : **H.Cheng**, Y.Sun, P.Hing, « The influence of deposition conditions on structure and morphology of aluminum nitride films deposited by radio frequency reactive sputtering » ; Thin Solid Films 434 (2003) 112-120.
- [133] : **K.Kusaka**, D.Taniguchi, T.Hanabusa, K.Tominaga, « Effect of input power on crystal orientation and residual stress in AlN film deposited by DC sputtering » ; Vacuum 59 (2000) 806-813.
- [134] : **W.-J.Liu**, S.-J.Wu, C.-M.Chen, Y.-C.Lai, C.-H.Chuang, « Microstructural evolution and formation of highly c axis oriented aluminum nitride films by reactively magnetron sputtering deposition » ; Journal of Crystal Growth 276 (2005) 525-533.
- [135] : **T.Kamohara**, M.Akiyama, N.Kuwano, « Influence of molybdenum bottom electrodes on crystal growth of aluminum nitride thin films » : Journal of Crystal Growth 310 (2008) 345-350.
- [136] : **Y.Chen**, R.Wang, B.Wang, T.Xing, X.Song, M.Zhu, H.Yan, « Effect of mean free path on the preferentially oriented growth of AlN thin films » ; Journal of Crystal Growth 283 (2005) 315-319.
- [137] : **V.V.Felmetsger**, P.N.Laptev, « Stress control in AlN and Mo films for electro acoustic devices » ; IEEE International Frequency Control Symposium (2008), pp. 629-633.
- [138] : **H.P.Löbl**, M.Klee, R.Milsom, R.Dekker, C.Metzmacher, W.Brand, P.Lok, « Materials for bulk acoustic wave (BAW) resonators and filters » ; Journal of the European Ceramic Society 21 (2001) 2633-2640.

-
- [139] : **A.Fardeheb-Mammeri**, M.B.Assouar, O.Elmazria, C.Gatel, J.-J.Fundenberger, B.Benyoucef, « C-axis inclined AlN film growth in planar system for shear wave devices » ; *Diamond and Related Materials* 17 (2008) 1770-1774.
- [140] : **I.C.Oliveira**, K.G.Grigorov, H.S.Maciel, M.Massi, C.Otani, « High textured AlN thin films grown by RF magnetron sputtering ; composition, structure, morphology and hardness » ; *Vacuum* 75 (2004) 331-338.
- [141] : **H.Cheng**, Y.Sun, J.X.Zhang, Y.B.Zhang, S.Yan, P.Hing, « AlN films deposited under various nitrogen concentrations by RF reactive sputtering » ; *Journal of Crystal Growth* 254 (2003) 46-54.
- [142] : **M.Clement**, E.Iborra, J.Sangrador, A.Sanz-Hervas, L.Vergara, M.Aguilar, « Influence of sputtering mechanisms on the preferred orientation of aluminum nitride films » ; *Journal of Applied Physics*, 94, n°3 (2003), pp. 1495-1500.
- [143] : **J.Schulte**, G.Sobe, « Magnetron sputtering of aluminum using oxygen or nitrogen as reactive gas » ; *Thin Solid Films* 324 (1998) 19-24.
- [144] : Programme MAUD disponible gratuitement sur le site: <http://www.ing.unitn.it/~maud/>
- [145] : **E.Derniaux**, « Etude de structures NiCoCrAlY / Al₂O₃ / TiO_x / Pt / AlN déposées par pulvérisation cathodique sur superalliage base Ni pour capteurs de pression haute température » ; Université de Caen Basse-Normandie, UFR Sciences, école doctorale SIMEM. Thèse soutenue en 2007.
- [146] : **O.Mareschal**, « Etude d'un résonateur piézoélectrique à ondes acoustiques de volume en technologie film mince » ; Université de Caen Basse-Normandie, UFR Sciences, école doctorale SIMEM.
- [147] : **K.Tonish**, V.Cimalla, C.Foerster, H.Romanus, O.Ambacher, D.Dontsov, « Piezoelectric properties of polycrystalline AlN thin films for MEMS applications » ; *Sensors and Actuators A* 132 (2006) 658-663.
- [148] : **F.Bernardini**, V.Fiorentini, « First-principles calculation of the piezoelectric tensor \vec{d} of III-V nitrides » ; *Applied Physics Letters* vol.80, n°22 (2002), pp. 4145-4147.
- [149] : **M.-A.Dubois**, P.Muralt, « Measurement of the effective transverse piezoelectric coefficient $e_{31,f}$ of AlN and Pb(Zr_x, Ti_{1-x})O₃ thin films » ; *Sensors and Actuators* 77 (1999) 106-112.
- [150] : **R.Herdier**, « Etude de films minces de matériaux à forte potentialité de déformation destinés à la réalisation d'actionneurs pour le contrôle santé de structures » ; Université des

sciences et technologies de Lille I, spécialité micro-ondes et microtechnologies, thèse n°4164 soutenue en 2008.

[151] : **S.Mishin**, D.R.Marx, B.Sylvia, V.Lughi, K.L.Turner, D.R.Clarke, « Sputtered AlN thin films on Si and electrodes for MEMS resonators : Relationship between surface quality microstructure and film properties » ; 2003 IEEE Ultrasonics Symposium, pp. 2028-2032.

[152] : **J.Capilla**, M.Clement, J.Olivares, J.Sangrador, E.Iborra, « Influence of AlN quality on the transverse and longitudinal coupling coefficients of acoustic devies » ; 2009 IEEE International Ultrasonics Symposium Proceedings, pp. 2174-2177.

[153] : **I.Hajas**, H.Schellevis, L.K.Nanver, « Sputtered aluminum nitride for integration in IC process » ; Proceedings of SAFE / STW 2004, pp. 643-646.

[154] : **S.Loiseau**, « Conception et étude de couche piézoélectrique pour résonateur MEMS » ; stage master 2 à l'Université de Caen Basse-Normandie en Sciences des Matériaux et stage de fin d'étude ENSICAEN en Matériaux pour la Microélectronique et la Micromécanique (3M), 2007.

[155] : **L.Valbin**, « Elaboration de couches minces de nitrure d'aluminium par pulvérisation cathodique pour la réalisation de micro-transducteurs ultrasonores » ; Université de Paris VII Denis Diderot, UFR de Physique, Ecole doctorale SMAE, thèse soutenue en 2004.

[156] : **A.Fougerat**, « Etude de la dérive en température de la fréquence de résonance d'un oscillateur piézoélectrique de type MEMS » ; stage master 2 Matériaux et Nano Technologies à l'INSA Rennes, 2007.

[157] : **D.Chen**, J.Wang, D.Xu, Y.Zhang, « The influence of the AlN film texture on the wet chemical etching » ; Microelectronics Journal 40 (2009) 15-19.

[158] : **D.Zhuang**, J.H.Edgar, « Wet etching of GaN, AlN, and SiC : a review » ; Materials Science and Engineering R 48 (2005) 1-46.

[159] : **R.J.Shul**, C.G.Willison, M.M.Bridges J.Han, J.W.Lee, S.J.Pearton, C.R.Abernathy, J.D.MacKenzie, S.M.Donovan, « High density plasma etch selectivity for the III-V nitrides » ; Solid State Electronics vol.42, n°12, 2269-2276, 1998.

[160] : **D.Chen**, D.Xu, J.Wang, B.Zhao, Y.Zhang, « Dry etching of AlN films using the plasma generated by fluoride » ; Vacuum 83 (2009) 282-285.

[161] : **H.Cho**, S.M.Donovan, J.D.Mackenzie, C.R.Abernathy, S.J.Pearton, J.Han, R.J.Shul, J.W.Lee, « High resolution pattern transfer in III nitrides using BCl₃ / Ar inductively coupled plasmas » ; Solid State Electronics vol.42, n°9, 1998, pp. 1719-1722.

-
- [162] : **F.A.Khan**, L.Zhou, V.Kumar, I.Adesida, R.Okojie, « High rate etching of AlN using $\text{BCl}_3 / \text{Cl}_2 / \text{Ar}$ inductively coupled plasma » ; Materials Science and Engineering B95 (2002) 51-54.
- [163] : **R.J.Shul**, G.A.Vawter, C.G.Willison, M.M.Bridges, J.W.Lee, S.J.Pearton, C.R.Abernathy ; « Comparison of plasma etch techniques for III-V nitrides » ; Solid State Electronics vol.42, n°12, 2259-2267, 1998.
- [164] : **D.C.Hays**, H.Cho, K.B.Jung, Y.B.Hahn, C.R.Abernathy, S.J.Pearton, F.Ren, J.Hun, R.J.Shul, « Selective dry etching using inductively coupled plasmas part II. InN / GaN and InN / AlN » ; Applied Surface Science 147 (1999) 134-139.
- [165] : **K.Biswas**, S.Das, D.K.Maurya, S.Kal, S.K.Lahiri, « Bulk micromachining of silicon in TMAH based etchants for aluminum passivation and smooth surface » , Microelectronics Journal 37 (2006) 321-327.
- [166] : **K.Biswas**, S.Kal, « Etch characteristics of KOH, TMAH and dual doped TMAH for bulk micromachining of silicon » ; Microelectronics Journal 37 (2006) 519-525.
- [167] : **O.Mareschal**, S.Loiseau, A.Fougerat, L.Valbin, G.Lissorgues, S.Saez, C.Dolabdjian, R.Bouregba, G.Poullain, « Piezoelectric aluminum nitride resonator for oscillator » ; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, vol. 56, n°3, 2010.

ANNEXES

ANNEXES

ANNEXE 1

Calculs des grandeurs physiques relatives au problème d'une poutre piézoélectrique (I.A.3.c)):

1. Enoncé du problème

Avec l'aide de la référence [53] et de la relation fondamentale de la dynamique, on se propose de résoudre les équations de la piézoélectricité énoncées au paragraphe I.A.3.b), dans le cas simple de la poutre schématisée sur la figure. Cette situation correspond au cas du TFEAR, dans une version simplifiée.

On part des hypothèses suivantes :

- On se place dans le repère cartésien ($Ox_1x_2x_3$)
- On considère une poutre d'AlN prise entre deux électrodes dont le milieu est le point O du repère.
- L'AlN est déposé tel que l'orientation (002) de l'AlN soit confondue avec l'axe x_3 et donc normale au plan (x_1, x_2).
- On considère que la longueur de la poutre (l) est très grande devant sa largeur (w) et son épaisseur (t).
- La poutre est sollicitée par une différence de potentielle ($\Phi = \pm V$) suivant x_3 et on observe l'allongement (u_l) de la poutre suivant x_1 .

On détermine ici de manière analytique les valeurs du déplacement mécanique (u_1), du déplacement électrique (D_3), de la contrainte mécanique (T_1), de la déformation (S_1) et du coefficient de couplage électromécanique (k_{31}).

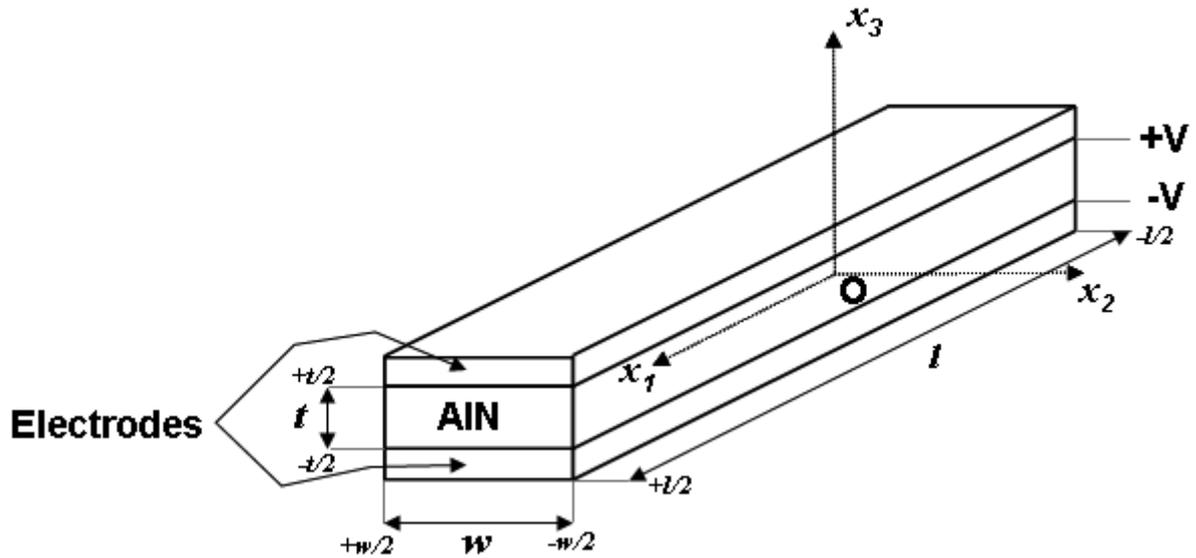


Figure : Représentation schématique d'une poutre

2. Equations et conditions aux limites

Les équations utiles pour ce problème sont :

$$S_{\alpha} = s_{\alpha\beta}^E \cdot T_{\beta} + d_{i\alpha} \cdot E_i$$

$$\rho \frac{\partial u_i^2}{\partial t^2} = \frac{\partial T_{ij}}{\partial x_j}$$

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

$$D_i = \varepsilon_{ij}^T \cdot E_j + d_{i\alpha} \cdot T_{\alpha}$$

ρ est la masse volumique de l'AIN.

Les conditions aux limites sont:

$$\phi(x_3 \pm \frac{t}{2}) = \pm V$$

$$T_1(x_1 = \pm \frac{l}{2}) = 0$$

3. Résolution et solutions du problème

Avec les données du problème, les équations deviennent :

$$\frac{\partial}{\partial t} \leftrightarrow j\omega, \quad T_{ij} = T_{\alpha} \quad \text{et la poutre est libre de se déplacer suivant 2 et 3 donc } T_2 = T_3 = 0$$

$$(1) S_1 = s_{11}^E T_1 + d_{31} E_3$$

$$(2) \frac{\partial T_1}{\partial x_1} + \rho \omega^2 u_1 = 0$$

$$(3) S_1 = \frac{\partial u_1}{\partial x_1}$$

$$(4) D_3 = d_{31} T_1 + \varepsilon_{33}^T E_3$$

On cherche à exprimer T_1 en fonction de u_1 dans l'équation (1) :

Pour cela, on détermine E_3 , et par définition :

$$\vec{E} = -\vec{\nabla} \phi \quad \Rightarrow \quad E_3 = -\frac{\partial \phi}{\partial x_3}$$

Le potentiel s'exprime sous forme d'une équation du type : $\phi(x_3) = ax_3 + b$; $(a, b) \in \mathfrak{R}^2$

$$\text{Avec les conditions aux limites : } \begin{cases} V = a \frac{t}{2} + b \\ -V = -a \frac{t}{2} + b \end{cases}$$

$$\text{On obtient } \phi = \frac{2}{t} V x_3 \text{ donc } E_3 = -\frac{2}{t} V$$

Avec (3), on peut ré-exprimer (2). On obtient le système d'équations suivant :

$$\begin{cases} (5) \frac{\partial u_1}{\partial x_1} = s_{11}^E T_1 - d_{31} \frac{2V}{t} \\ (6) \frac{\partial T_1}{\partial x_1} + \rho \omega^2 u_1 = 0 \end{cases}$$

$$\frac{\partial(5)}{\partial x_1} \Rightarrow \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_1^2} = s_{11}^E \frac{\partial T_1}{\partial x_1} = -s_{11}^E \rho \omega^2 u_1$$

On obtient l'équation différentielle suivante, en fonction du déplacement u_1 :

$$\boxed{\frac{\partial^2 u_1}{\partial x_1^2} + s_{11}^E \rho \omega^2 u_1 = 0}$$

Les solutions sont du type : $\boxed{u_1(x_1) = \delta \cos(\omega_0 x_1 + \varphi)}$ avec $(\delta, \omega_0, \varphi) \in \mathfrak{R}^3$

D'après l'équation différentielle : $\boxed{\omega_0^2 = \rho \omega^2 s_{11}^E}$

Puis, $u_1(0) = 0 = \delta \cos(\varphi)$ avec $\delta \neq 0 \Rightarrow \varphi = \pm \frac{\pi}{2}$ et on choisit :

$$\boxed{\varphi = \frac{\pi}{2}}$$

$$\Rightarrow u_1(x_1) = \delta \sin(\omega_0 x_1)$$

Puis, en reprenant (5) :

$$T_1 = \frac{1}{s_{11}^E} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} + \frac{d_{31}}{s_{11}^E} \frac{2V}{t} \Rightarrow T_1 = \frac{1}{s_{11}^E} \delta \omega_0 \cos(\omega_0 x_1) + \frac{d_{31}}{s_{11}^E} \frac{2V}{t}$$

Avec les conditions aux limites :

$$\Rightarrow T_1\left(\frac{l}{2}\right) = \frac{1}{s_{11}^E} \delta \omega_0 \cos\left(\omega_0 \frac{l}{2}\right) + \frac{d_{31}}{s_{11}^E} \frac{2V}{t} = 0 \Rightarrow \boxed{\delta = -\frac{d_{31} \frac{2V}{t}}{\omega_0 \cos\left(\omega_0 \frac{l}{2}\right)}}$$

La contrainte T_1 vaut :
$$\boxed{T_1 = \frac{d_{31}}{s_{11}^E} \left(1 - \frac{\cos(\omega_0 x_1)}{\cos\left(\omega_0 \frac{l}{2}\right)}\right) \frac{2V}{t}}$$

On obtient alors les autres grandeurs :

Avec (1) :
$$\boxed{S_1 = -d_{31} \frac{\cos(\omega_0 x_1)}{\cos\left(\omega_0 \frac{l}{2}\right)} \frac{2V}{t}}$$

Et avec (4) :
$$\boxed{D_3 = -\varepsilon_{33}^T \left(1 + k_{31}^2 \left(\frac{\cos(\omega_0 x_1)}{\cos\left(\omega_0 \frac{l}{2}\right)} - 1\right)\right) \frac{2V}{t}}$$

Le coefficient (k_{31}), qui apparait dans l'expression du déplacement électrique (D_3), est évalué à partir de la définition donnée au paragraphe I.A.3.c) :

$$k_{31} = \frac{U_m}{\sqrt{U_e U_d}}$$

$$U_m = \frac{1}{2} \int_v E_i d_{i\alpha} T_\alpha dv \Rightarrow U_m = \frac{1}{2} \int_v E_3 d_{31} T_1 dv \text{ avec } dv = wt dx_1$$

$$\Rightarrow U_m = \frac{wt}{2} E_3 d_{31} T_1 \int_{-l/2}^{l/2} dx_1 \Rightarrow U_m = \frac{wt}{2} E_3 d_{31} T_1 l$$

$$U_e = \frac{1}{2} \int_v (T_\alpha \cdot s_{\alpha\beta}^E \cdot T_\beta) dv \quad \Rightarrow \quad U_e = \frac{1}{2} \int_v (T_1^2 s_{11}^E) dv$$

$$\Rightarrow U_e = \frac{wt}{2} T_1^2 s_{11}^E \int_{-l/2}^{l/2} dx_1 \quad \Rightarrow \quad U_e = \frac{wt}{2} T_1^2 s_{11}^E l$$

$$U_d = \frac{1}{2} \int_v (E_i \cdot \varepsilon_{ij}^T \cdot E_j) dv \quad \Rightarrow \quad U_d = \frac{1}{2} \int_v (E_3^2 \cdot \varepsilon_{33}^T) dv$$

$$\Rightarrow U_d = \frac{wt}{2} E_3^2 \varepsilon_{33}^T \int_{-l/2}^{l/2} dx_1 \quad U_d = \frac{wt}{2} E_3^2 \varepsilon_{33}^T l$$

$$\Rightarrow k_{31}^2 = \frac{\left(\frac{wt}{2}\right)^2 E_3^2 d_{31}^2 T_1^2 l^2}{\frac{wt}{2} T_1^2 s_{11}^E l \frac{wt}{2} E_3^2 \varepsilon_{33}^T l} \quad \Rightarrow \quad \boxed{k_{31}^2 = \frac{d_{31}^2}{s_{11}^E \varepsilon_{33}^T}}$$

4. Evaluation du coefficient k_{31} en fonction des fréquences f_r et f_a .

Pour faciliter les calculs, on remplace ω_0 par λ tel que [53] :

$$\omega_0 \frac{l}{2} = \lambda$$

- A la fréquence de l'antirésonance (f_a), $\lambda = \lambda_a$ vaut :

$$\lambda_a = \omega_a \sqrt{\rho s_{11}^E} \frac{l}{2} \quad \text{avec} \quad \omega_a = 2\pi f_a$$

L'impédance est maximale, donc l'intensité I est nulle, donc la densité de courant $\vec{J} = \sigma \vec{E} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t}$

aussi.

Si on considère la couche piézoélectrique parfaitement isolante, alors le vecteur densité de

$$\text{courant } \sigma \vec{E} = \vec{0}$$

$$\Rightarrow \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} = \vec{0}$$

En régime sinusoïdal ($\frac{\partial}{\partial t} \leftrightarrow j\omega$), et à l'antirésonance ($\vec{J} = \vec{0}$), on obtient :

$$j\omega D_3 = 0 \Rightarrow \boxed{D_3 = 0}$$

Donc, d'après les résultats établis dans les paragraphes ci-dessus :

$$-w\varepsilon_{33}^E \frac{2V}{t} \int_{-l/2}^{l/2} \left[1 + k_{31}^2 \left(\frac{\cos(\frac{2\lambda_a}{l} x_1)}{\cos(\lambda_a)} - 1 \right) \right] dx_1 = 0$$

$$\Rightarrow k_{31}^2 \frac{\tan(\lambda_a)}{\lambda_a} + 1 - k_{31}^2 = 0$$

On obtient alors :

$$\boxed{\frac{k_{31}^2}{k_{31}^2 - 1} = \frac{\lambda_a}{\tan(\lambda_a)}}$$

- A la fréquence de résonance (f_r), $\lambda = \lambda_r$ vaut :

$$\lambda_r = \omega_r \sqrt{\rho s_{11}^E} \frac{l}{2} \text{ avec } \omega_r = 2\pi f_r$$

L'impédance est nulle, et l'intensité I est maximale, donc D aussi :

$$\cos(\lambda_r) = 0 \Rightarrow \lambda_r = \frac{\pi}{2} (2n - 1), \quad n \in \mathbb{N}$$

Donc, pour $n=1$:

$$f_r^{-1} = 2l \sqrt{\rho s_{11}^E} \text{ et avec } \lambda_a = l \frac{2\pi}{2} f_a \sqrt{\rho s_{11}^E}, \text{ on déduit que :}$$

$$\boxed{\lambda_a = \frac{\pi}{2} \frac{f_a}{f_r}}$$

On remarque que, dans le cas simplifié de ce problème, la fréquence de résonance dépend uniquement de la longueur de la poutre :

$$f_r^{-1} = 2l \sqrt{\rho \cdot s_{11}^E}$$

Dans le cas de l'AIN :

$$s_{11} = 0,353 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2 \cdot \text{N}$$

$$\rho = 3260 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$$

Avec une poutre d'une longueur de 100 μm

$$f_r = 46,61 \text{ MHz}$$

On peut faire le lien avec la vitesse d'onde acoustique de volume (V_v) [54]: $V_v = \frac{1}{\sqrt{\rho \cdot s_{11}^E}}$

ANNEXE 2

(I.C.2.b))

Données sur le Nitrure d'Aluminium (AlN) [18, 85, 86] :

$$\rho = 3260 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}.$$

$$(c_{\alpha\beta}^E) = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{13} & c_{13} & c_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{c_{11}-c_{12}}{2} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 3,45 & 1,25 & 1,2 & 0 & 0 & 0 \\ 1,25 & 3,45 & 1,2 & 0 & 0 & 0 \\ 1,2 & 1,2 & 3,95 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1,18 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1,18 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1,1 \end{pmatrix}$$

$$[10^{11} \text{ N}\cdot\text{m}^{-2}]$$

$$(e_{i\alpha}) = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & e_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & e_{15} & 0 & 0 \\ e_{31} & e_{31} & e_{33} & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & -0,48 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -0,48 & 0 & 0 \\ -0,58 & -0,58 & 1,55 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

$$[C\cdot\text{m}^{-2}]$$

$$(s_{\alpha\beta}^E) = \begin{pmatrix} s_{11} & s_{12} & s_{13} & 0 & 0 & 0 \\ s_{12} & s_{11} & s_{13} & 0 & 0 & 0 \\ s_{13} & s_{13} & s_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & s_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & s_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{s_{11}-s_{12}}{2} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0,353 & -0,101 & -0,076 & 0 & 0 & 0 \\ -0,101 & 0,353 & -0,076 & 0 & 0 & 0 \\ -0,076 & -0,076 & 0,328 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0,85 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0,85 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0,91 \end{pmatrix}$$

$$[10^{-11} \text{ m}^2\cdot\text{N}^{-1}]$$

$$(d_{i\alpha}) = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 & 0 \\ d_{31} & d_{31} & d_{33} & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & -4,07 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -4,07 & 0 & 0 \\ -2,65 & -2,65 & 5,53 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

$$[10^{-12} \text{ m}\cdot\text{V}^{-1}]$$

$$(\varepsilon_{ij}^S) = \begin{pmatrix} 8 & 0 & 0 \\ 0 & 8 & 0 \\ 0 & 0 & 9,5 \end{pmatrix}$$

$$(\varepsilon_{ij}^T) = \begin{pmatrix} 8,2 & 0 & 0 \\ 0 & 8,2 & 0 \\ 0 & 0 & 10,8 \end{pmatrix}$$

ANNEXE 3

(II.B.2.)

1. Evaluation de la permittivité $\epsilon_{33,f}$.

On part des équations suivantes :

$$S_{\alpha} = s_{\alpha\beta}^E T_{\beta} + d_{i\alpha} E_i$$

$$D_i = \epsilon_{ij}^T E_j + d_{i\alpha} T_{\alpha}$$

La polarisation est suivant 3 : $E_1 = E_2 = 0$

L'échantillon est libre suivant 3 : $T_3 = 0$

La structure est carrée et solidaire du substrat : $T_1 = T_2, S_1 = S_2 = 0$

On a alors :

$$0 = (s_{11}^E + s_{12}^E) T_1 + d_{31} E_3$$

$$D_3 = \epsilon_{33}^T E_3 + 2d_{31} T_1$$

On a :

$$T_1 = -\frac{d_{31}}{s_{11}^E + s_{12}^E} E_3$$

Donc :

$$D_3 = \left(\epsilon_{33}^T - 2 \frac{d_{31}^2}{s_{11}^E + s_{12}^E} \right) E_3$$

Qu'on peut réécrire sous la forme :

$$D_3 = \epsilon_{33,f} E_3$$

2. Evaluation du coefficient piézoélectrique $d_{33,f}$

On part de l'équation suivante :

$$S_{\alpha} = s_{\alpha\beta}^E T_{\beta} + d_{i\alpha} E_i$$

La polarisation est suivant 3 : $E_1 = E_2 = 0$

L'échantillon est libre suivant 3 : $T_3 = 0$

La poutre est pour cette mesure solidaire du substrat de sorte que: $S_1 = S_2 = 0$

On a alors :

$$\begin{cases} (1) 0 = s_{11}^E T_1 + s_{12}^E T_2 + d_{31} E_3 \\ (2) 0 = s_{12}^E T_1 + s_{11}^E T_2 + d_{31} E_3 \\ (3) S_3 = s_{13}^E (T_1 + T_2) + d_{33} E_3 \end{cases}$$

Puis en additionnant (1) et (2), on obtient :

$$(4) T_1 + T_2 = -2 \frac{d_{31}}{s_{11}^E + s_{12}^E} E_3$$

Avec (3) :

$$(5) S_3 = \left(-2 \frac{s_{13}^E}{s_{11}^E + s_{12}^E} d_{31} + d_{33} \right) E_3$$

On peut réécrire l'équation sous la forme :

$$S_3 = d_{33,f} E_3$$

3. Evaluation du déplacement u_3

En intégrant (5) suivant l'axe 3, on obtient :

$$u_3 = d_{33,f} V_0$$

ANNEXE 4

(II.G.1.)

Les principaux facteurs caractérisant la qualité de l'affinement du logiciel MAUD par rapport aux mesures sont :

$$R_w = \sqrt{\frac{\sum_i w_{io} (y_{io} - y_{ic})^2}{\sum_i w_{io} \cdot y_{io}^2}} \qquad R_{\text{exp}} = \sqrt{\frac{N - P + C}{\sum_i w_{io} \cdot y_{io}^2}}$$

Avec :

w_{io} : Poids statistique assigné à l'intensité observée y_{io}

y_{io} : Intensité observée pour l'angle $2\theta_i$

y_{ic} : Intensité calculée pour l'angle $2\theta_i$

N : Nombre d'information y_i

P : Nombre de paramètres affinés

C : Nombre de contraintes appliquées entre les paramètres

ANNEXE 5

(III.C.5.)

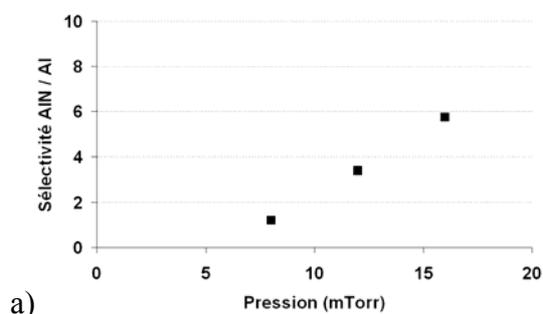
Tableau récapitulatif des essais de gravure sèche de l'AlN. Les essais ont été effectués dans une machine de gravure DRIE avec un mélange gazeux Ar / SF₆ à un taux égal à 37,5 % en SF₆. Nous pouvons remarquer que la vitesse de gravure de l'AlN augmente avec l'augmentation de la puissance appliquée au substrat (Bias), comme dans [160]. La sélectivité de gravure AlN / aluminium augmente avec l'augmentation de la pression. Nous pouvons supposer que l'augmentation de la pression augmente la densité d'espèces réactives et donc la gravure de l'AlN ce qui traduirait le caractère chimique de la gravure.

n°	Pt (mTorr)	P (W)	Bias (W)	Vg (AlN) (nm.min ⁻¹)	Vg (Al) (nm.min ⁻¹)	Vg (SiO ₂) (nm.min ⁻¹)	s (AlN / Al)	s (AlN / SiO ₂)
1	12	800	200	120	35	555	3,40	0,22
2	12	500	200	110	50	360	2,2	0,30
3	12	800	500	210	85	620	2,45	0,35
4	12	500	500	185	70	580	2,65	0,32
5	8	800	200	30	25	145	1,20	0,21
6	16	800	200	115	20	525	5,75	0,22

Tableau : Essais de gravure sèche d'AlN en DRIE avec les gaz argon et SF₆.

Bias est la puissance appliquée au substrat. Vg est la vitesse de gravure. « s » est la sélectivité de gravure

A partir du tableau, nous avons déduit une tendance qui apparait sur le graphe suivant (Figure). Il représente la sélectivité de gravure entre l'AlN et l'aluminium en gravure sèche en fonction de la pression de travail. Nous pouvons remarquer que la sélectivité augmente avec l'augmentation de la pression.



a) Figure : Sélectivité de gravure (sèche) de l'AlN vis-à-vis de l'aluminium en fonction de la pression de travail.

DEVELOPPEMENT D'UN PROCEDURE INDUSTRIEL DE FABRICATION DE RESONATEURS MEMS A STRUCTURE METAL / AIN / METAL

RESUME

NXP Semiconductors (Caen) a souhaité industrialiser un MEMS RF intégrable, accordable et bon marché via le projet TFEAR, à partir d'un procédé de laboratoire utilisant les propriétés piézoélectriques de l'AlN en couches minces. Ce résonateur permettrait de remplacer le quartz pour palier son encombrement. Son fonctionnement en mode élongation permet un ajustement précis de la fréquence de résonance par simple modification des masques de photolithographies.

Il est constitué de l'alliage d'aluminium AlSiCu servant d'électrode standard dans les procédés de production de l'industriel et de l'AlN, déposés par pulvérisation cathodique en mode DC. Le travail exploratoire des conditions de dépôt des différentes couches a permis d'obtenir des coefficients piézoélectriques $d_{33,f}$ allant jusqu'à 2 pm.V^{-1} (maximum théorique de $3,93 \text{ pm.V}^{-1}$).

Parallèlement, l'adaptation du procédé de fabrication aux outils industriels a nécessité des tests de faisabilité. La difficulté majeure réside dans la mauvaise sélectivité de gravure entre l'AlN et l'AlSiCu lors de la gravure de l'AlN. Néanmoins, des facteurs de qualité allant jusqu'à 1400 et une résistance motiionnelle inférieure à $1 \text{ k}\Omega$ ont été mesurés pour des fréquences de résonance entre 15 et 20 MHz. Ceci montre la faisabilité industrielle de ce projet.

La cessation des activités de NXP sur le site de Caen suite à un plan social, a réorienté la thèse vers une caractérisation plus poussée des films d'AlN en laboratoire. Ceci a permis de mettre en évidence la corrélation des propriétés piézoélectriques avec la qualité cristalline de l'AlSiCu, la taille des cristallites de l'AlN et les contraintes internes (de cisaillement) contenues dans la couche.

Mots clés : Systèmes microélectromécaniques, piézoélectricité, procédés de fabrication, nitrure d'aluminium, technologie, couches minces

DEVELOPMENT OF AN INDUSTRIAL METAL / AIN / METAL MEMS RESONATOR PROCESS

ABSTRACT

NXP Semiconductors (Caen, France) planed to invest in TFEAR project involving industrialization of low cost, integrable and tunable RF MEMS resonator, based on a laboratory process using piezoelectric properties of AlN thin films. This resonator should replace quartz resonator due to its compactness. The resonance frequency can be easily tuned by changing the photolithographic masks because the resonator works in the extensional mode

It is made up of aluminum based AlSiCu that is standard electrodes in industrial process and piezoelectric AlN, both prepared by DC magnetron sputtering. Exploring the deposition conditions of layers forming the resonator allowed $d_{33,f}$ coefficient of 2 pm.V^{-1} (for a theoretical maximum of 3.93 pm.V^{-1}).

At the same time, adaptation of the process to industrial tools required feasibility study. The poor etching selectivity between aluminum and AlN during etching of AlN was found to be the main difficulty. However, electrical characterizations of resonators showed the industrial feasibility of such a project since quality factor of 1400 and motional resistance less than $1 \text{ k}\Omega$ were measured, for resonance frequencies between 15 and 20 MHz.

The closing down of NXP Semiconductors factory of Caen diverted part of the PhD work into more microstructural characterizations in laboratory. This allows the more detailed study of relationship between $d_{33,f}$ coefficient and AlSiCu crystalline quality, as well as AlN crystallite sizes and stress (shear) in AlN layers.

Key words: Microelectromechanical systems, piezoelectricity, manufacturing processes documents, aluminum nitride, technology, thin films

Discipline : TH207 Chimie des matériaux

Laboratoire CRISMAT / ENSICAEN UMR6508, 6 Boulevard Maréchal Juin, 14050 Caen Cedex