



Optimisation des circuits passifs micro-ondes suspendus sur membrane diélectrique

Mohamed Saadaoui

► To cite this version:

Mohamed Saadaoui. Optimisation des circuits passifs micro-ondes suspendus sur membrane diélectrique. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2005. Français. NNT: . tel-00011358

HAL Id: tel-00011358

<https://theses.hal.science/tel-00011358>

Submitted on 12 Jan 2006

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

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



THÈSE

Préparée au
Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes du CNRS

En vue de l'obtention du
Doctorat de l'Université Paul Sabatier de TOULOUSE

Spécialité :
Microélectroniques, Microsystèmes, Micro-ondes

Par :

Mohamed SAADAoui

OPTIMISATION DES CIRCUITS PASSIFS MICRO-ONDES SUSPENDUS SUR MEMBRANE DIÉLECTRIQUE

Soutenue le 28 Novembre 2005 devant le jury :

Directeur de thèse

Robert PLANA

Co-directeur

Patrick PONS

Rapporteurs

**Alain BOSSEBOEUF
Eric RIUS**

Examineurs

**Hervé AUBERT
Morvan SALEZ
Alex MULLER
Pierre Temple BOYER**

AVANT PROPOS

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été effectués au sein du groupe Technologies Micro et Nanostructures (TMN) du Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes du Centre National de la Recherche Scientifique (LAAS-CNRS) de Toulouse. Ces travaux entrent dans le cadre du projet Tremicromedia (Tête de Réception Micromédia) du Réseau National de Recherche en Télécommunications RNRT, et du projet européen IMPACT (Improving multidisciplinary Access to Microsystems Technologies).

Je tiens à remercier tout d'abord Messieurs Jean Claude LAPRIE et Malik GHALAB, Directeurs successifs du laboratoire pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire.

Je remercie aussi infiniment les cadres scientifiques qui ont succédé à la direction du groupe TMN, Monsieur Gabriel BLASQUEZ, Monsieur Gérard SARRABEOUROUZ, et actuellement Monsieur Pierre Temple BOYER.

Je suis profondément reconnaissant à mon directeur de thèse, Monsieur Robert PLANA, Professeur à l'université Paul Sabatier, pour m'avoir tout d'abord fait confiance en me proposant une thèse pluridisciplinaire et motivante au sein du Laboratoire, et ensuite d'avoir soutenu de près ou de loin mes travaux. J'admire son engagement et sa motivation pour le travail et la recherche.

Je ne saurais exprimer ce que je dois à mon co-directeur de thèse, Monsieur Patrick PONS pour son encadrement scientifique sans faille, ses conseils et sa disponibilité tout le long de ces années de thèse. J'ai appris énormément à travers les discussions et réunions où j'ai bénéficié de l'expérience et la rigueur scientifique de Patrick. Je tiens à lui exprimer ma profonde reconnaissance et mes amitiés les plus sincères que j'entretenais après mon départ.

Je voudrais témoigner ma reconnaissance à Monsieur Hervé AUBERT, professeur à l'Ecole Nationale supérieure d'Electrotechnique, d'Electronique, d'Informatique, d'Hydraulique et des Télécommunications (ENSEEIH), Qui m'a fait l'honneur de présider mon jury de thèse.

Que les Professeurs Alain BOSSEBOEUF et Eric RIUS, respectivement directeur de recherche à l'Institut d'Electronique Fondamentale de Paris (IEF) et professeur à l'Université de Brest, trouvent ici l'expression de mon respect et ma reconnaissance pour avoir accepté d'être rapporteurs de mon travail.

Je témoigne ma gratitude au Professeur Alexandru MULLER, directeur de recherche à l'Institut des Microtechnologie de Bucharest en Roumanie (IMT); Monsieur Morvan SALEZ, chargé de recherche à l'observatoire de Paris, qui ont accepté d'examiner mes travaux.

J'adresse mes remerciements les plus sincères à l'équipe Techniques et Equipements Appliqués à la Microélectronique (TEAM) du LAAS auprès de laquelle j'ai passé de longues et fructueuses heures de travail en salle blanche. J'ai trouvé la bonne ambiance, la sympathie, le soutien et les compétences techniques qui m'ont permis de mener à bien mes travaux. Je remercie infiniment tout le monde.

Je remercie aussi les membres du groupe TMN pour la bonne humeur et les compétences partagées. Je remercie plus particulièrement Messieurs Pierre Temple BOYER et Emmanuel SCHEID.

Mon implication dans le projet européen IMPACT a été pour moi d'un grand bénéfice tant sur le plan technique que humain. Je tiens à remercier le Professeur Dan NECULOIU de l'Institut des Microtechnologie de Bucharest en Roumanie (IMT) pour son support technique dans le domaine des hyperfréquences, et le Professeur Alexandru MULLER (IMT) avec qui j'ai passé d'agréables moments en salle blanche pour ses conseils et son soutien.

Je remercie très chaleureusement les membres du groupe Composants et Intégration des Systèmes Hyperfréquences pour Télécommunications (CISHT), pour leurs soutiens dans le domaine des hyperfréquences, ainsi que lors du déroulement des expériences. Je remercie particulièrement David DUBUC, Katia GRENIER, Laurent BARY et tous les membres du groupe MEMS.

Mes remerciements s'étendent à l'ensemble de mes collègues pour la convivialité et la bonne humeur. Je cite spécialement Jonas (Younes), Hamed (Lfkiah), mes copains Hicham (Lbahja) et Soufiane (Lwydady), David (Le pirate), William, Laurent (le rugbyman), Marie laure, Jérôme, Benoît, Fabienne, Sergi, Karim, Hickmat, Fouad et Abdel (zritilates), Taoufik, Amar (mécano), Amine (Stagiaire), Momo (Goldorack) abdallâh, Hassan et Mohamed (Michel) les syriens, et la liste est très longue. Je remercie affectivement Iryna HUMENYUK (Lmochti) pour son soutien moral et les moments agréables partagés.

Je ne saurais oublier de remercier l'ensemble du service administratif du LAAS, ainsi que le service documentation et Monsieur Christian BERTY.

Finalement, je dédie ce mémoire à mes très chers parents et mes deux frères Amine et Naoufel qui ont toujours été là dans les moments difficiles et pour leurs encouragements infaillibles. Je souhaite aussi partager ce mémoire avec toute ma grande famille casablancaise. Je n'oublierais jamais ceux que j'ai perdu durant mon séjour à Toulouse ; Mes grands parents, Mon oncle (Bouchaib) et ma très chère tante (Hlima), votre amour sera toujours gravé dans ma mémoire.

INTRODUCTION GENERALE

Les systèmes de communications modernes s'imposent comme des éléments primordiaux dans le fonctionnement de la majorité des applications civiles, scientifiques, spatiales ou militaires. Les circuits traditionnels issus de la microélectronique et fonctionnant à des fréquences basses ne pouvant plus répondre aux demandes exigées par les cahiers de charges, ils vont céder la place à de nouveaux dispositifs radiofréquence ou micro-ondes. Ces circuits conçus à partir des technologies et des topologies émergentes pour fonctionner à des fréquences allant jusqu'à une centaine de gigahertz, doivent présenter de très faibles pertes et une puissance élevée en transmission, répondre aux demandes de miniaturisation, et enfin assurer un faible coût de production.

L'augmentation des fréquences de fonctionnement des circuits actifs à base de SiGe permet d'envisager aujourd'hui l'intégration des circuits passifs sur silicium. Ce matériau offre aussi d'excellentes propriétés thermiques et mécaniques intéressantes notamment pour la réalisation de composants passifs.

L'ordonnancement cristallin du silicium a permis de développer des techniques de micro-usinage du silicium très reproductibles. Le silicium utilisé jusqu'à présent comme substrat sur lequel les circuits micro-ondes sont fabriqués est partiellement ou entièrement gravé. L'apparition de cette sphère technologique a révolutionné le monde de la fabrication des circuits micro-ondes puisqu'elle a permis une montée spectaculaire en fréquence. Elle a aussi permis d'approcher et de lier le domaine de la conception et la fabrication des circuits micro-ondes avec celui des microsystemes et des microtechnologies.

Ainsi, le développement des techniques de micro-usinage de silicium pour la fabrication des circuits micro-ondes a permis de réaliser des structures dites 'suspendues' qui étaient jusque là limitées à des applications de type capteurs.

L'intérêt porté aux structures micro-ondes suspendues engendre le besoin de membranes de dimensions de plus en plus grandes, mais dont on veut assurer par ailleurs la fiabilité mécanique même dans des environnements hostiles comme le milieu spatial.

Afin de répondre à ce double déficit antagoniste, il est donc nécessaire de développer de nouvelles filières technologiques plus performantes. Les résultats de ces travaux réalisés au LAAS sont ainsi présentés dans ce mémoire et correspondent à l'état de l'art en la matière.

Le premier chapitre expose les technologies de fabrication des circuits sur membranes diélectrique mince. Après une description générale du procédé et des briques technologiques mises en place antérieurement au laboratoire, nous montrerons les potentialités d'une nouvelle filière de fabrication de membranes épaisses ainsi que de la technologie des conducteurs métalliques. Nous exposerons ensuite les résultats obtenus sur la fiabilité mécanique des circuits réalisés sur les membranes minces. Enfin, nous examinerons les performances électriques en terme de pertes de la filière des circuits suspendus sur membranes minces ou épaisses.

Le deuxième chapitre a trait à la mise en place d'un banc de test pour la caractérisation mécanique des matériaux à partir du gonflement des membranes. Après une description des moyens et méthode de caractérisation, nous exposerons les principaux résultats liés à la caractérisation des films minces de nitrure et d'oxyde de silicium utilisés dans la fabrication des membranes minces.

Le dernier chapitre est consacré à la fabrication technologique d'antennes à émission surfacique de type Yagi-Uda sur membrane. Après une brève description de la conception de ce type d'antennes, nous nous focaliserons sur les technologies de micro-usinage du silicium. Nous présenterons dans un premier temps la fabrication des antennes à partir des méthodes usuelles de gravure profonde du silicium telle que la gravure sèche et la gravure humide. Puis nous montrerons dans un second temps le développement d'une technologie originale de micro-usinage volumique du silicium qui combine les propriétés de la gravure sèche et humide. Les membranes réalisées à partir de cette technologie sont faiblement encastrées dans la direction de propagation du signal. Les résultats issus de la caractérisation électrique des antennes seront confrontés aux données de simulation. Enfin, le comportement mécanique des membranes à faible encastrement sera analysé.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE..... 4

CHAPITRE.I TECHNOLOGIE DES CIRCUITS HYPERFREQUENCES SUR MEMBRANES DIÉLECTRIQUES 12

I.1.	INTRODUCTION	1
I.2.	FILIÈRE TECHNOLOGIQUE DES CIRCUITS SUR MEMBRANES	1
I.2.1.	Description technologique générale	1
I.2.2.	Techniques de caractérisation	5
I.2.2.1.	Introduction	5
I.2.2.2.	Ellipsométrie.....	5
I.2.2.3.	Profilomètre mécanique.....	6
I.2.2.4.	Profilomètre optique	8
I.2.2.5.	Mesure de résistivité sous pointes	10
I.2.2.6.	Spectroscopie Infra rouge FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy)....	10
I.2.2.7.	Rétrodiffusion de Rutherford RBS (Rutherford Backscattering Spectroscopy). 11	
I.2.2.8.	Nanoindentation.....	12
I.3.	TECHNOLOGIE DES MEMBRANES	14
I.3.1.	Introduction.....	14
I.3.2.	Rappel de la filière technologique SiO ₂ / SiN _x	15
I.3.2.1.	Introduction	15
I.3.2.2.	Croissance thermique de l'oxyde de silicium	15
I.3.2.3.	Dépôt LPCVD de nitrure de silicium	16
I.3.2.3.1.	Etude de la filière gazeuse silane / ammoniac	17
I.3.2.3.2.	Etude de la filière gazeuse dichlorosilane / ammoniac	20
I.3.2.4.	Conclusion.....	25
I.4.	MEMBRANES MONOCOUCHE DEPOSEES PAR PECVD	25
I.4.1.	Principe du PECVD	26
I.4.2.	Dépôt d'oxyde de silicium	27
I.4.2.1.	Etude intrinsèque	27
I.4.2.2.	Etude du recuit.....	30
I.4.2.3.	Etude de la reproductibilité.....	31
I.4.2.4.	Conclusion.....	32
I.4.3.	Dépôt du nitrure de silicium.....	32
I.4.3.1.	Etude intrinsèque	32
I.4.3.2.	Etude du recuit.....	33

I.4.3.3.	Conclusion.....	34
I.4.4.	Dépôt d'oxynitride de silicium	34
I.4.4.1.	Etude de la cinétique de croissance	34
I.4.4.2.	Etude des contraintes mécaniques de dépôt.....	36
I.4.4.3.	Influence de la température de dépôt.....	37
I.4.4.4.	Caractérisation chimique	38
I.4.4.5.	Détermination de la permittivité relative de l'oxynitride	40
I.4.4.6.	Recuit Thermique	42
I.4.4.7.	Influence du temps de recuit.....	44
I.4.4.8.	Analyse chimique	45
I.4.4.9.	Détermination du gradient de contraintes.....	50
I.5.	TECHNOLOGIE DES CIRCUITS	55
I.5.1.	Introduction.....	55
I.5.2.	Technique d'élaboration des conducteurs par évaporation sous vide	55
I.5.3.	Technique d'élaboration des conducteurs par électrodéposition	56
I.6.	CARACTERISATION DES CIRCUITS SUR MEMBRANES.....	58
I.6.1.	Fiabilité mécanique sur membrane SiO ₂ / SiN _x	58
I.6.2.	Caractérisation hyperfréquences	58
I.6.2.1.	Choix des impédances caractéristiques.....	59
I.6.2.2.	Choix des motifs de calibration TRL.....	60
I.6.2.3.	Mesures hyperfréquences	61
I.7.	CONCLUSION	68
I.8.	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE.I.....	70

CHAPITRE.II CARACTERISATION DES PROPRIETES MECANIQUES DES MATERIAUX PAR LA METHODE DE GONFLEMENT DES MEMBRANES..... 73

II.1.	INTRODUCTION.....	74
II.2.	THÉORIE DE GONFLEMENT DES MEMBRANES.....	76
II.2.1.	Introduction.....	76
II.2.2.	Étude théorique	77
II.2.3.	Membranes carrées	79
II.2.4.	Membranes rectangulaires infiniment longues	80
II.2.5.	Membranes multicouches	81
II.3.	DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL	81
II.3.1.	Système de génération de la pression.....	82
II.3.2.	Support mécanique pour la membrane.....	83

II.3.3.	Profilomètre optique	85
II.4.	PROCEDES DE FABRICATION ET DE CARACTERISATION DES MEMBRANES.....	85
II.4.1.	Fabrication technologique.....	85
II.4.2.	Caractérisation des dimensions	88
II.4.3.	Mesure de l'épaisseur du film	88
II.4.4.	Mesure des dimensions des membranes	89
II.5.	RESULTATS DE CARACTERISATION.....	91
II.5.1.	Extraction expérimentale des propriétés mécaniques	92
II.5.2.	Extraction des paramètres mécaniques	94
II.5.2.1.	Membranes en nitrure de silicium	94
II.5.2.1.1.	Résultats.....	94
II.5.2.1.2.	Analyse des résultats – Module d'Young.....	98
II.5.2.1.3.	Analyse des résultats – Contrainte moyenne	102
II.5.2.2.	Membranes en oxyde/nitrure de silicium.....	102
II.5.2.2.1.	Caractéristique du bicouche.....	103
II.5.2.2.2.	Caractéristiques mécaniques de l'oxyde thermique	105
II.6.	CONCLUSION	108
II.7.	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE.II	109

CHAPITRE.III FABRICATION ET CARACTERISATION DES ANTENNES A ÉMISSION SURFACIQUE DE TYPE YAGI-UDA..... 111

III.1.	INTRODUCTION.....	112
III.2.	CONCEPTION DE L ANTENNE YAGI-UDA	113
III.2.1.	Introduction.....	113
III.2.2.	Dimensionnement de l'antenne Yagi-Uda.....	113
III.2.3.	Caractérisation du rayonnement.....	115
III.3.	RÉALISATION TECHNOLOGIQUE DES ANTENNES.....	118
III.3.1.	Introduction.....	118
III.3.2.	Procédé de fabrication par voie humide.....	119
III.3.2.1.	Généralités sur les gravures humides.....	119
III.3.2.2.	Fabrication des antennes par KOH	120
III.3.3.	Procédé de fabrication par voie sèche (DRIE).....	121
III.3.3.1.	Principe de la gravure DRIE.....	121
III.3.3.2.	Étude de l'effet de rapport de forme par gravure DRIE	123
III.3.3.3.	Fabrication des antennes par DRIE	125
III.3.4.	Procédé de fabrication par combinaison de la gravure sèche et humide.....	125

III.3.4.1.	Introduction	125
III.3.4.2.	Etude de la gravure DRIE suivi de la gravure KOH.....	126
III.3.4.2.1.	Cinétique de gravure KOH après gravure DRIE.....	126
III.3.4.2.2.	Effet de l'imperfection de la gravure DRIE	129
III.3.4.2.3.	Gravure des angles convexes	131
III.3.4.3.	Fabrication des antennes par DRIE + KOH.....	131
III.4.	CARACTERISATION HYPERFREQUENCE	132
III.4.1.	Méthode de mesure	132
III.4.2.	Résultat de caractérisation	133
III.4.2.1.	Pertes par réflexion.....	133
III.4.2.2.	Gain de l'antenne.....	135
III.5.	ÉTUDE DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE DES MEMBRANES FAIBLEMENT ENCASTREES	136
III.5.1.	Introduction.....	136
III.5.2.	Simulation mécanique de la membrane bicouche oxyde/nitride	138
III.5.2.1.	Membrane SiO ₂ / SiN _x nominale	138
III.5.2.2.	Influence de l'épaisseur de l'oxyde	141
III.5.2.3.	Influence de l'encastrement	142
III.5.3.	Simulation mécanique de la membrane monocouche oxynitride	144
III.5.3.1.	Introduction	144
III.5.3.2.	Caractéristiques mécaniques de la membrane simulée.....	144
III.5.3.3.	Résultats.....	145
III.6.	CONCLUSION	147
III.7.	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE.III.....	149

CONCLUSION GENERALE.....	151
--------------------------	-----

CHAPITRE.I TECHNOLOGIE DES CIRCUITS HYPERFREQUENCES SUR MEMBRANES DIÉLECTRIQUES

I.1. INTRODUCTION

La réalisation de circuits hyperfréquences (Fréquence supérieure à quelques centaines de GHz) sur membrane diélectrique permet de réduire considérablement les pertes liées au silicium qui présente d'importantes pertes diélectriques. Parmi les autres avantages de ces circuits, on peut noter la réduction de la dispersion, la suppression des modes supérieurs de substrat et la possibilité de réaliser des circuits à forte impédance caractéristique.

Les premiers circuits de ce type ont été réalisés il y a une quinzaine d'années à l'université de Michigan sur des membranes $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x/\text{SiO}_2$ de $1,4\mu\text{m}$ d'épaisseur [I.1] [I.2] [I.3] [I.4] [I.5]. Depuis, de nombreux démonstrateurs (lignes de transmission, filtres, antennes,...) ont été validés et ont démontré les potentialités de cette technologie [I.6] [I.7] [I.8] [I.9] [I.10].

Les travaux dans ce domaine ont débuté au laboratoire il y a 10 ans par la thèse d'Eric Saint Etienne [I.11]. L'objectif de ce chapitre est de présenter les dernières évolutions de cette filière de circuits suspendus sur membrane.

Après une description générale de la filière technologique mise en place, nous présenterons les techniques de fabrication de membrane composite ($\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$) de $1,4\mu\text{m}$ d'épaisseur. Puis nous exposerons les nouveaux développements réalisés sur des membranes en SiO_xN_y de plusieurs microns d'épaisseur obtenues par PECVD, qui doivent permettre l'obtention de membranes de grande dimension (1cm de côté) plus robuste.

Ensuite, nous étudierons la technologie liée à la fabrication des conducteurs métalliques.

Enfin, nous présenterons les résultats concernant la fiabilité mécanique de la filière ($\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$), ainsi que les performances fréquentielles des deux filières ($\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$) et SiO_xN_y .

I.2. FILIÈRE TECHNOLOGIQUE DES CIRCUITS SUR MEMBRANES

I.2.1. Description technologique générale

La Figure I-1 présente les différentes étapes technologiques pour la fabrication des circuits sur membranes avec différentes variantes. Les différentes conditions de gravure sont précisées dans le Tableau I-1.

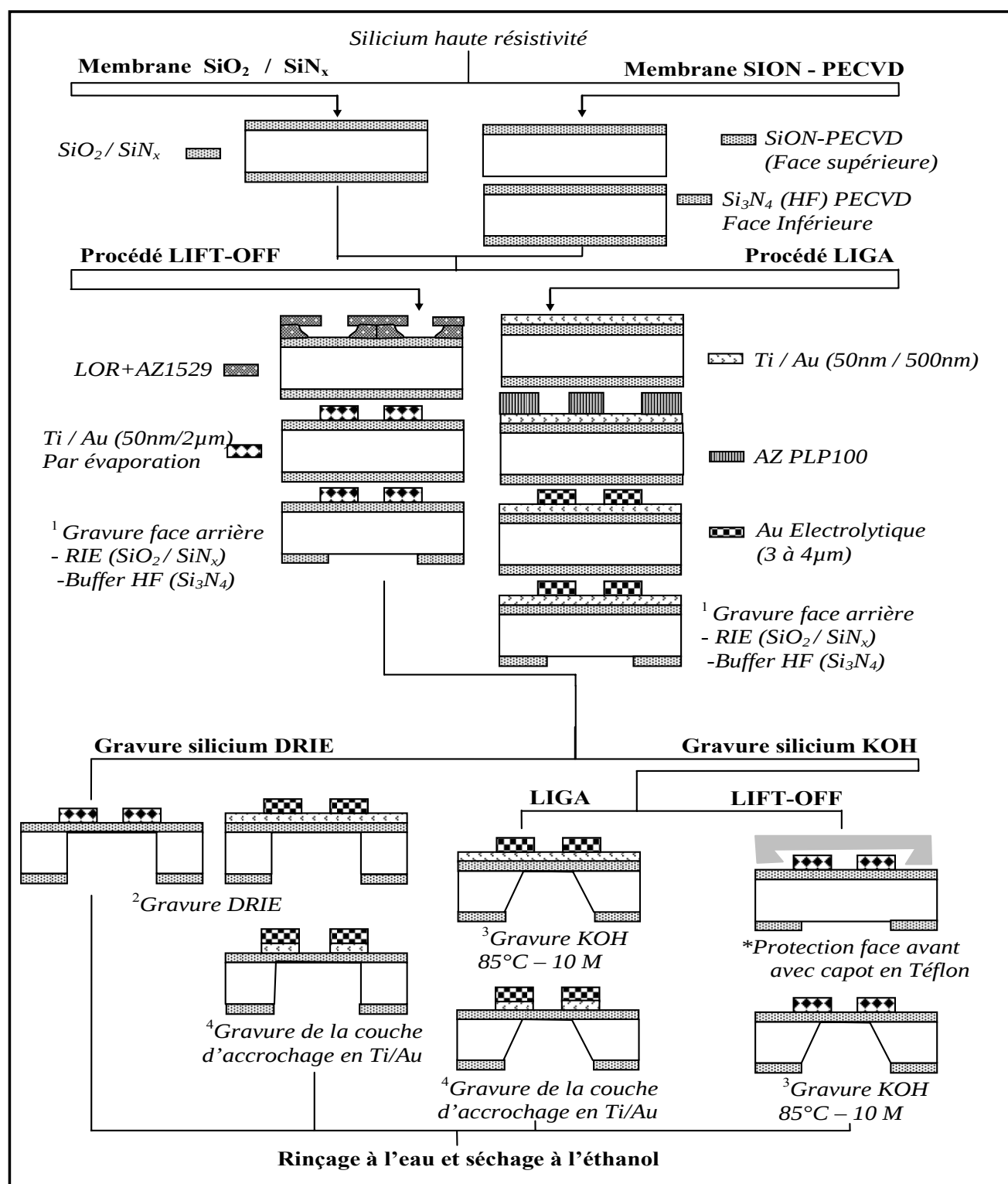


Figure I-1 : Succession des étapes technologiques pour la fabrication des circuits sur membranes (Cf. Tableau I-1)

Etapes	Masque utilisé	Gravure humide	Gravure Sèche	Temps de gravure
¹ RIE SiO ₂ / SiN _{1.15}	AZ 4562 (7μm)		ICP-RIE	12' (CF ₄ /O ₂) (50/5 sccm)
¹ Gravure Si ₃ N ₄ (HF) - PECVD	AZ 1529 (3μm)	Buffer HF		9 à 12'
² Gravure DRIE	- AZ 4562 (10μm) - AZ PLP100 (16μm)		STS- DRIE	Entre 2h et 2h30'
³ Gravure KOH	SiN _x (LPCVD ou PECVD)	KOH		Entre 4 et 5h
⁴ Gravure Ti / Au	Au Electrolytique AZ 1529 (3μm)	- Titane : Buffer HF non sélectif par rapport à l'oxyde, ou NH ₄ OH/H ₂ O ₂ (1:2) sélectif par rapport à l'oxyde - Au : KI+I ₂		-Titane : 40 à 50'' -Au : 3 à 5'
*Capot en téflon	Le capot en téflon est un support vissé qui sert à protéger une face de la plaquette lors de la gravure KOH			

Tableau I-1: Conditions de gravure humide et sèche utilisées pour la fabrication des circuits sur membranes

✧ Substrat

Le silicium double face poli, orienté (100) et de 400μm ± 25μm d'épaisseur est utilisé comme support de départ. Sa résistivité supérieure à 2000Ω.cm, permet de réduire les pertes diélectriques liées à la présence du silicium dans les accès sous les circuits.

Les plaquettes de silicium sont ensuite nettoyées en effectuant un cycle de nettoyage RCA. Ce nettoyage utilisé généralement lors de la fabrication de structures MOS, permet d'éliminer les charges organiques et métalliques présentes à la surface du silicium. L'effet de la présence des charges est la dégradation de la résistivité du silicium, et donc l'augmentation des pertes diélectriques.

✧ Réalisation de la membrane diélectrique

Le rôle de la membrane diélectrique est de soutenir les circuits métalliques. Cette membrane est déposée soit à haute température en combinant les propriétés physiques de l'oxyde thermique et du nitrure de silicium déposé par LPCVD, soit à basse température par dépôt d'une monocouche d'oxynitrure de silicium.

✧ Réalisation des conducteurs métalliques

Les conducteurs métalliques en or, sont déposés selon deux procédés technologiques : LIGA pour la réalisation de conducteurs métalliques par dépôt électrolytique, ou Lift off pour le

dépôt des conducteurs par évaporation sous vide. L'épaisseur de ces conducteurs doit être suffisante afin de diminuer les pertes ohmiques. Afin de pallier à la mauvaise adhérence de l'or sur le diélectrique, une couche en titane/or est préalablement déposée.

✱ **Ouverture de la membrane face arrière**

Elle consiste à graver la couche diélectrique sur la face arrière. Dans le cas d'une membrane diélectrique bicouche, le dépôt est réalisé sur les deux faces du substrat. La membrane est gravée par voie ionique réactive (RIE) en utilisant du CF_4/O_2 (50/5 sccm) dans un bâti ICP (Inductive Coupled Plasma). Dans le cas où la membrane est réalisée par PECVD, le dépôt est monocouche. La couche de protection sur la face arrière de $0,39\mu\text{m}$ est du nitrure de silicium déposée par PECVD en haute fréquence. L'ouverture des fenêtres d'accès au silicium est réalisée simplement par gravure du nitrure dans l'acide fluorhydrique tamponné (45%).

✱ **Micro usinage volumique du silicium**

Afin d'éliminer le silicium sous les conducteurs métalliques, deux solutions technologiques s'offrent. La première consiste à graver le silicium dans une solution d'hydroxyde de potassium (KOH) de molarité 10M à 85°C . Dans ce cas, la gravure dépend de l'orientation cristallographique du substrat. Cette gravure non verticale implique une adéquation entre l'épaisseur de la plaque et le masque utilisé pour réaliser la photogravure.

La deuxième technique utilise l'effet du bombardement ionique pour la gravure du silicium. Cette gravure est donc non sélective par rapport aux plans cristallographiques et les flancs sont quasi verticaux et définissent les ouvertures du masque de photogravure. L'avantage de cette technique est de permettre la gravure du silicium à travers des ouvertures de masque de faibles dimensions (miniaturisation) jusqu'à des rapports d'aspect supérieurs à 50. Elle est compatible avec les procédés CMOS, et ne nécessite pas de protection de la plaquette sur la face avant. L'inconvénient majeur du procédé réside dans la nécessité de coller la plaquette à graver sur toute la surface d'une autre plaquette de silicium. Cette étape garantit un meilleur transfert thermique ce qui se traduit par l'obtention de vitesse de gravure uniforme. La séparation de la plaquette gravée et de la plaquette support à la fin du cycle de gravure, a pour effet la fragilisation des membranes, surtout celles de grandes surfaces.

✱ **Libération des conducteurs métalliques**

Elle consiste à graver la couche d'accrochage en titane / or entre le conducteur central et les plans de masses. Cette gravure est réalisée seulement lorsque les conducteurs sont réalisés par procédé LIGA.

I.2.2. Techniques de caractérisation

I.2.2.1. Introduction

Nous décrivons les différentes techniques utilisées pour la caractérisation physique des différentes couches réalisées : épaisseur, indice de réfraction, contrainte,...

I.2.2.2. Ellipsométrie

L'ellipsométrie est une technique de caractérisation optique rapide et non destructive. Elle permet de mesurer l'épaisseur et l'indice de réfraction d'un film en analysant le changement de l'état de polarisation de la lumière après sa réflexion sur la surface du film et à l'interface substrat-film. Le changement de la polarisation est ainsi déterminé par le rapport des amplitudes R_p/R_s et s'écrit :

$$\frac{R_p}{R_s} = \tan(\Psi) \cdot \exp(i\Delta) = \text{fonction}(\lambda, \Phi_0, n, k, d) \quad \text{Équation 1}$$

- R_p et R_s sont les coefficients de réflexion parallèles et perpendiculaires au plan d'incidence.
- $\tan(\Psi)$ et Δ présentent le rapport des amplitudes et la différence de phase.
- λ et Φ_0 sont la longueur d'onde de la lumière et l'angle d'incidence de la lumière.
- n et k sont la partie réelle et imaginaire de l'indice de réfraction
- d est l'épaisseur du film déposé.

L'ellipsomètre utilisé pour la mesure des indices de réfraction et des épaisseurs est de type Rudolph Research. La Figure I-2 expose les différents composants de l'appareil.

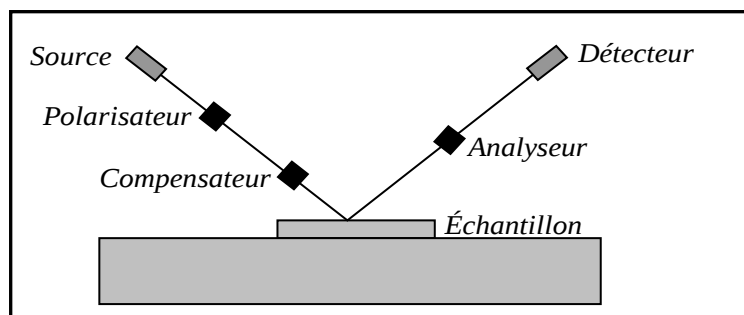


Figure I-2 : Schéma simplifié de l'ellipsomètre

La source génère la lumière monochromatique non polarisée, le faisceau incident est polarisé par la suite lors de son passage par le polariseur et le compensateur. Ce faisceau se réfléchit en surface de l'échantillon à mesurer, passe à travers l'analyseur qui mesure l'état de polarisation

de la lumière réfléchi, et arrive enfin au détecteur qui convertit l'intensité du faisceau en signal électrique.

On utilise l'ellipsométrie par annulation pour la détermination de l'indice de réfraction et l'épaisseur. L'azimut du polarisateur (P) est réglé de telle sorte que le signal incident de forme elliptique, soit réfléchi et polarisé linéairement. Le réglage de l'azimut de l'analyseur (A) permet de réaliser une extinction totale de ce signal à polarisation linéaire. Les angles P et A sont reliés aux paramètres Δ et Ψ . Bien que cette extinction ne soit pas parfaite dans le cas réel, le réglage des angles P et A détermine directement la précision de la mesure.

L'ellipsométrie dispose de trois longueurs d'ondes (405, 632, 830nm). On a choisi d'effectuer la mesure avec la longueur d'onde proche infra rouge (830nm) puisque le coefficient d'extinction (partie imaginaire de l'indice de réfraction) est alors nul. Une calibration sur un échantillon d'oxyde de silicium de 110nm est effectuée avant la mesure.

I.2.2.3. Profilomètre mécanique

Le profilomètre mécanique de type KLA-Tencor (P16) a été utilisé afin de mesurer les épaisseurs des échantillons qui serviront de test. Ces mesures sont parfois comparées aux résultats obtenus par ellipsométrie. Il est utilisé aussi pour la mesure du rayon de courbure des films déposés sur substrat, et donc pour extraire les contraintes dans ces films en s'appuyant sur la formule de Stoney.

❖ Mesure de l'épaisseur

La mesure de la marche est assez simple. On réalise un masquage avec de la résine ou plus habituellement avec de la cire apiézon, et on grave par RIE ou dans une solution d'attaque le matériau dont on veut mesurer la marche. Après avoir retiré la résine ou la cire apiézon, le balayage avec le stylet entre la zone gravée et protégée permet de mesurer l'épaisseur.

❖ Mesure des contraintes

Le profilomètre mécanique permet aussi de déterminer la valeur et le signe du rayon de courbure de l'ensemble substrat-film. En s'appuyant sur la formule de Stoney [I.12], les contraintes sont alors extraites en connaissant seulement l'épaisseur du dépôt. La méthode est donc aisée, le dépôt du film sur un matériau dont les propriétés mécaniques sont connues comme le silicium permet de remonter aux contraintes dans ce film.

$$\sigma_f = \frac{1}{6} \cdot \frac{E_s}{1-\nu_s} \cdot \frac{t_s^2}{t_f} \cdot \left(\frac{1}{R} - \frac{1}{R_0} \right) \quad \text{Équation 2}$$

- $\frac{E_s}{1-\nu_s}$, t_s, t_f sont respectivement le module d'Young biaxial (180,5GPa pour le silicium (100)), l'épaisseur du substrat et l'épaisseur du dépôt.

- R_0 et R Sont les rayons de courbure de la plaquette avant et après dépôt ($R = \frac{L^2}{8.w}$).

Où w et L présentent la flèche et le diamètre de la plaquette mesurée.

La Figure I-3 montre le sens conventionnel pour la détermination du signe des contraintes.

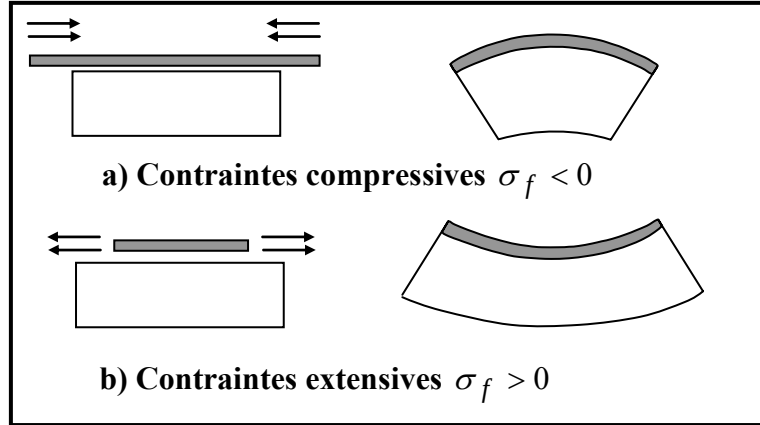


Figure I-3 : Déformation du substrat sous l'influence d'une contrainte
a) compressive b) extensive

En s'appuyant sur l'équation 2, on remarque que la détermination de la contrainte est une mesure comparative entre la déformation initiale de la plaquette (mesurée au profilomètre mécanique avant le dépôt), et la déformation finale après dépôt de la couche ou après recuit.

L'avantage de la mesure du rayon de courbure réside dans la facilité de la détermination de la contrainte globale dans un film mono ou multicouche. Cependant, elle ne donne qu'une estimation sur la contrainte moyenne dans la couche qui ne tient pas compte des non uniformités d'épaisseur du film sur la surface de la plaquette, ni du gradient de contrainte dans la couche. Elle présente par ailleurs des anomalies non négligeables lorsque l'épaisseur du dépôt n'est plus négligeable devant celle du substrat. L'équation de Stoney s'écrit alors sous la forme [I.13] :

$$\sigma_f = \frac{1}{6} \cdot \frac{E_s}{1-\nu_s} \cdot \frac{t_s^2}{t_f} \cdot \frac{1}{R} \cdot \frac{\left(\frac{E_f / (1-\nu_f)}{1 + \frac{E_s / (1-\nu_s)}{E_f / (1-\nu_f)}} \right) \cdot (t_f / t_s)^3}{1 + t_f / t_s} \quad \text{Équation 3}$$

$\frac{E_f}{1-\nu_f}$ est le module d'Young biaxial du film déposé.

Ainsi, cette équation fait intervenir le module biaxial de la couche, qui n'est pas en général connu surtout lorsqu'il s'agit d'un nouveau matériau.

Le profilomètre mécanique utilise l'interpolation polynomiale d'ordre 5 pour obtenir le profil de déformation de la plaquette. Il permet d'obtenir trois valeurs de contraintes à savoir les contraintes moyennes, au centre et maximales :

- La contrainte moyenne représente la valeur moyenne de contrainte obtenus par interpolation polynomiale de la déformation en éliminant 5% de longueur au début et à la fin de la longueur étudiée $L=80\text{mm}$.
- La contrainte au centre représente la valeur de la contrainte au centre du profil interpolé.
- La contrainte maximale représente la valeur maximale de la contrainte obtenue par interpolation polynomiale de la déformation en éliminant 5% de longueur au début et à la fin de la longueur étudiée $L=80\text{mm}$.

Dans le cas d'un dépôt homogène et d'épaisseur uniforme sur l'ensemble de la plaquette, ces trois valeurs de contraintes sont identiques. La comparaison de ces valeurs permet d'évaluer ainsi la dispersion de la mesure.

1.2.2.4. Profilomètre optique

Le profilomètre optique est une technique de caractérisation non destructive puisque la mesure s'effectue sans appliquer de charges. Elle permet ainsi de réaliser les mesures sur des structures fragiles de types membranes, poutres, anneaux...

Le profilomètre optique est utilisé pour :

- Mesurer des hauteurs de marche allant de quelques nanomètres jusqu'à 1mm. Par exemple, cette méthode a été utilisée pour contrôler et mesurer la profondeur des cavités du silicium supérieure à $300\mu\text{m}$. Cependant, la mesure des marches peut présenter des anomalies lorsque le film est transparent.
- Mesurer sans contact des déformations 3D de structures mobiles (vibration) ou statiques (pression), et réaliser des topographies de surfaces.
- Calculer la rugosité en surface de l'échantillon.
- La détermination in situ des épaisseurs de membranes. Le principe de mesure de films transparents par profilométrie optique interférométrique en lumière blanche a été indiqué par [I.14]. Les interférences entre les faisceaux réfléchis par les faces supérieures et inférieures de la membrane et le miroir de référence se traduit par un

signal interférométrique en fonction du balayage pour chaque point qui présente une enveloppe avec 2 lobes distincts si le chemin optique dans le film est supérieur à la longueur de cohérence de la source. Le décalage entre les deux maxima des enveloppes est proportionnel à l'épaisseur de la membrane au point de mesure. La résolution de la mesure est de 5nm.

On dispose d'un profilomètre / vibromètre interférométrique ZOOMSURF-3D, développé par la société Fogale Nanotech. Le principe de base de cet appareil est résumé sur la Figure I-4.

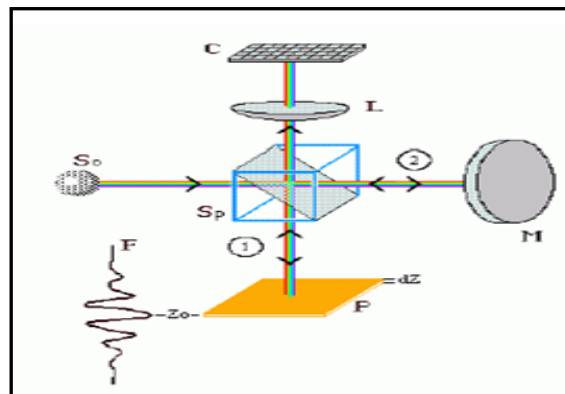


Figure I-4 : Principe de base du profilomètre optique

La lumière générée par la source S_0 est réfléchiée sur l'échantillon P (faisceau 1) et le miroir M (faisceau 2) en passant par le cube séparateur S_p . Ce dernier renvoie également les deux faisceaux 1 et 2 vers la caméra C à travers la lentille L. L'intensité $I(d)$ mesurée en un pixel de la caméra, varie en fonction de la différence de marche (d) entre les parcours 1 et 2.

Ainsi, l'interférence des deux faisceaux est dite constructive lorsque le miroir de référence et l'échantillon sont à égale distance du cube séparateur. Par contre, l'interférence est destructive lorsque la différence des distances parcourues par les deux faisceaux est égale à une demi-longueur d'onde.

Les mesures sont effectuées sous lumière mono ou polychromatique selon la rugosité, la transparence de la couche et la hauteur de marche. Le mode monochromatique est destiné à mesurer des surfaces peu rugueuses. Bien que la résolution verticale de ce mode soit inférieure à 0,1nm, il reste limité à la mesure de marche inférieure au quart de la longueur d'onde (la hauteur de marche maximale ne peut dépasser 136nm).

Le mode polychromatique est destiné à mesurer des surfaces structurées ou rugueuses. Dans ce mode, le profilomètre produit un plan focal lumineux qui éclaire toutes les iso-altitudes d'une surface. Le profil 3D est obtenu en scannant verticalement l'objectif et en redessinant

les iso-altitudes en fonction de l'altitude. La résolution verticale de ce mode est voisine de 5nm.

La résolution latérale dans les axes (ox, oy) est conditionnée par les objectifs utilisés (de 2,5x à 100X). Elle varie de 4,7 à 0,3µm.

I.2.2.5. Mesure de résistivité sous pointes

La détermination de la résistivité est basée sur la méthode des quatre pointes. Elle consiste à envoyer un courant constant I entre les deux pointes externes, et à mesurer la différence de potentiel ΔV entre les deux pointes internes (Cf. Figure I-5).

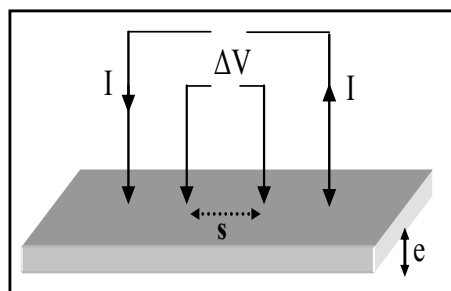


Figure I-5 : Principe de la méthode quatre pointes

La résistance par carré est donnée par l'équation suivante :

$$R_{\text{carré}} = k \cdot (\Delta V / I) = \rho / e \quad \text{Équation 4}$$

- ρ est la résistivité du matériau considéré, et e l'épaisseur.

- k est un facteur géométrique correctif. Il dépend de la répartition des lignes de champ dans le matériau, ainsi que du rapport de forme e/s .

- Dans le cas où le matériau étudié est déposé en couches minces, soit $e \ll s$. On obtient alors un facteur correctif de 4,53.
- Lorsque $e \gg s$, le facteur correctif dépend de la distance (s), et il est donné par $k=2\pi s$.

Le résistivimètre utilisé permet ainsi de déterminer la résistivité d'un matériau connaissant sa géométrie ainsi que son épaisseur (e). Le déplacement automatique de la table de mesure dans le plan horizontal permet de réaliser une cartographie de résistivité.

I.2.2.6. Spectroscopie Infra rouge FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est une technique d'analyse physico-chimique qui permet d'accéder directement à la nature des liaisons chimiques caractéristiques du matériau. Le principe de la méthode consiste à irradier l'échantillon dans le domaine infra rouge. Les pics d'absorption infrarouge traduisent la perte d'énergie associée

à l'excitation des vibrations et des rotations des liaisons chimiques. L'atténuation de l'énergie de radiation absorbée est synonyme d'une transition d'énergie de rotation et de vibration (allongement, déformation,...) moléculaires. La Figure I-6 montre un exemple de mouvements de liaisons chimiques [I.14].

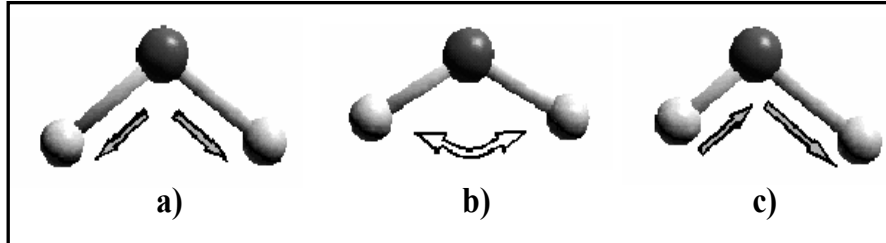


Figure I-6 : Exemple d'illustration de la vibration atomique
a) Etirement symétrique, b) Flexion, c) Etirement asymétrique

La Figure I-7 montre un exemple de vibration des liaisons dans un film d'oxyde de silicium.

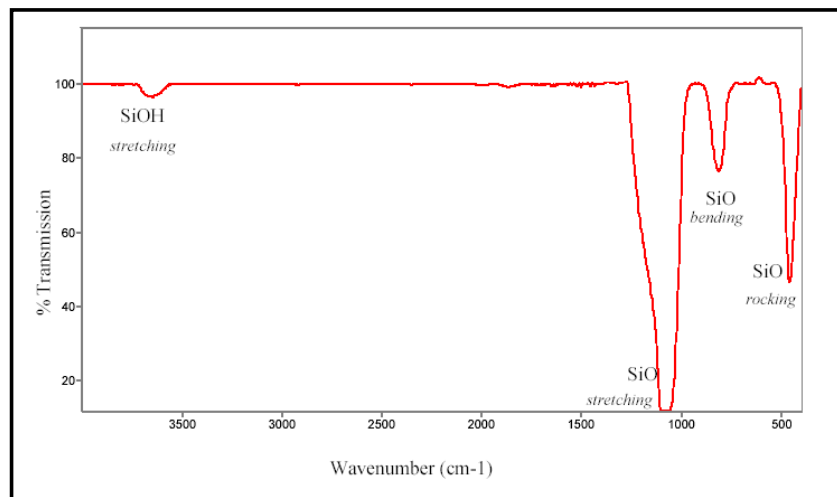


Figure I-7 : Exemple de spectre Infrarouge enregistré sur un échantillon d'oxyde

L'analyse du spectre d'absorbance (ou de transmittance) permet ainsi d'identifier des groupements chimiques (impuretés ou espèces absorbées). La détermination de la surface des pics des liaisons permet d'évaluer leurs concentrations.

I.2.2.7. Rétrodiffusion de Rutherford RBS (Rutherford Backscattering Spectroscopy)

La rétrodiffusion de Rutherford est une méthode de caractérisation de la composition atomique des films. L'échantillon à analyser est bombardé par un faisceau d'ions (Hélium généralement). Ces ions ayant une énergie d'accélération de quelques millions l'électron volts E_0 , entrent en interaction coulombienne avec les électrons et les noyaux des atomes à détecter (cible), et sont rétrodiffusés par la suite avec un angle θ et une énergie KE_0 . Le facteur K , appelé facteur cinématique est lié aux masses des noyaux incidents et cibles, ainsi qu'à θ .

Un spectre RBS représente le nombre d'ions rétrodiffusés en fonction de leur énergie. Les paramètres chimiques de la couche sont déterminés par simulation numérique du spectre expérimental. La Figure I-8 montre un exemple de spectre enregistré sur un échantillon composite $\text{Co}_{27}\text{Gd}_4$.

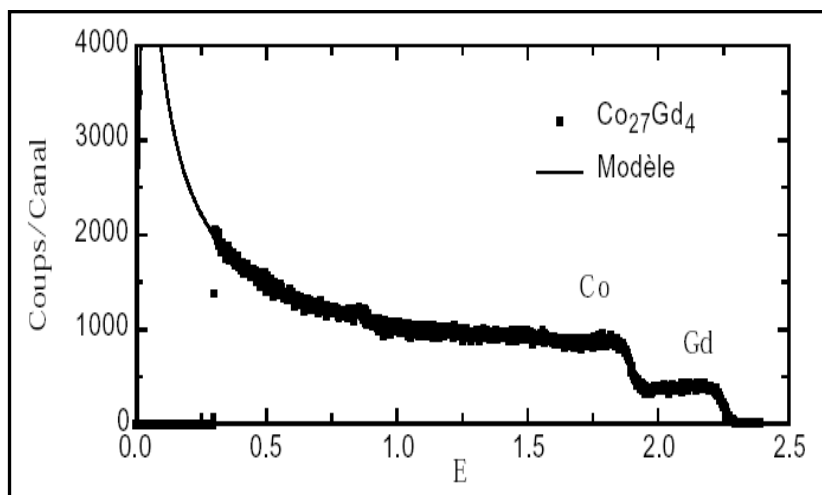


Figure I-8 : Exemple de spectre RBS enregistré sur un film composite $\text{Co}_{27}\text{Gd}_4$

I.2.2.8. Nanoindentation

La nanoindentation est une technique de caractérisation mécanique des matériaux, elle permet la détermination de la dureté et du module d'élasticité d'un matériau par la mesure du déplacement d'une pointe dans l'épaisseur du matériau à caractériser en fonction de la charge appliquée (Quelques micro Newtons). La courbe de chargement traduit l'effet élastique et plastique tandis que le retour est d'origine élastique (cf. Figure I-9)

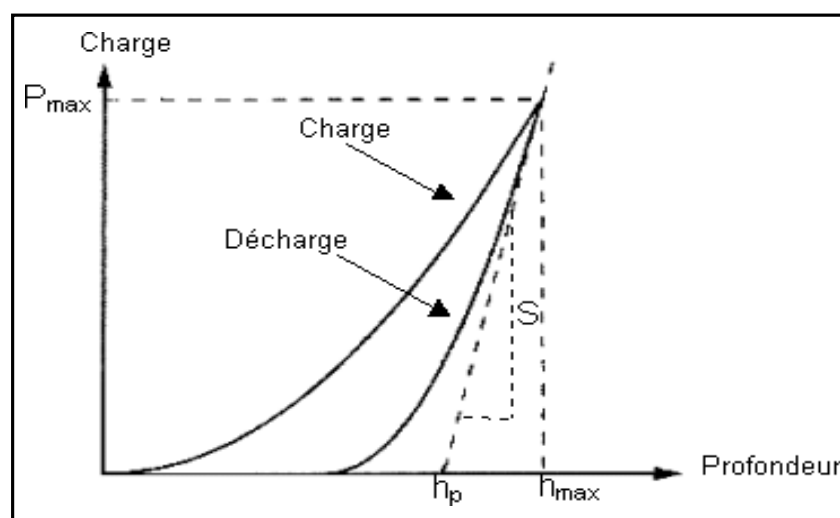


Figure I-9 : Courbe de chargement déchargement théorique

La modélisation élastique du contact permet de déterminer le module d'Young (E) en mesurant la rigidité (pente S) du contact pointe-surface au début du déchargement. Ainsi, la rigidité du contact S est liée à la géométrie de l'empreinte selon l'équation suivante [I.16] :

$$S = \frac{dP}{dh} = \beta \cdot E_r \cdot \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot \sqrt{A} \quad \text{Équation 5}$$

P : charge appliquée.

h : profondeur sur le matériau étudié.

β : facteur géométrique caractérisant l'indenteur.

A : aire de contact, fonction de la profondeur de pénétration.

E_r : module d'Young réduit issu du contact entre les deux matériaux, il tient en compte du comportement mécanique de l'indenteur.

$$E_r = \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} + \frac{(1-\nu_s^2)}{E_s} \quad \text{Équation 6}$$

(ν_i, E_i) et (ν_s, E_s) sont le coefficient de poisson et le module d'Young de l'indenteur et de l'échantillon respectivement.

Les mesures du module d'Young par nanoindentation ont été réalisées au CNES, les caractéristiques de l'indenteur de type MTS sont résumées dans le Tableau I-2.

Résolution en déplacement	0,1nm
Résolution en force	100nN
Pénétration maximale	750 μ m
Charge maximale	500mN
Gamme de températures	-50°C / +100°C
Fréquences admissibles	4 – 140 Hz
Précision latérale	0.5 μ m
Indenteur	Diamant de type Berkovich en mode XP

Tableau I-2 : Caractéristiques techniques de l'indenteur MTS du CNES

I.3. TECHNOLOGIE DES MEMBRANES

I.3.1. Introduction

La fonction essentielle de la membrane est de supporter mécaniquement les circuits tout en restant la plus transparente possible pour la fonction hyperfréquence, afin d'obtenir une propagation la plus proche possible de celle de l'air qui représente le diélectrique idéal.

Dans cette optique, la fabrication de ces membranes passe par un choix rigoureux des matériaux qui la constituent. Les spécifications mécaniques, électriques et chimiques de ces membranes vont dépendre notamment des filières technologiques utilisées et de la surface nécessaire pour l'application visée qui varie de quelques millimètres de côté pour des circuits simples (lignes, filtres) à 1cm de côté ou plus pour des circuits plus complexes (SPDT, antennes,...).

Le cahier des charges de ces membranes est détaillé dans ce qui suit :

Spécifications mécaniques :

- Raideur mécanique suffisante pour résister aux contraintes induites par les différents procédés technologiques de fabrication et par l'utilisation.
- Membrane plate et stable dans le temps afin de garantir un bon contrôle de la propagation.

Spécifications électriques :

- Membrane isolante pour minimiser les pertes diélectriques.
- Permittivité effective proche de 1 pour une propagation proche de l'air. La permittivité effective rend compte de l'influence de la membrane sur la propagation, et dépend de l'épaisseur et de la permittivité de celle-ci.

Spécifications chimiques :

- Grande sélectivité de gravure entre la membrane et les autres matériaux pour garantir l'intégrité de celle-ci, notamment lors de la gravure du silicium.

L'ensemble de ces considérations montre que les couches diélectriques minérales de quelques microns d'épaisseur doivent être de bonnes candidates pour des membranes de quelques millimètres de côté. Afin d'obtenir des membranes plates, il est nécessaire que la contrainte moyenne soit en tension pour éviter le flambement. Par ailleurs, le niveau de contrainte doit être suffisamment faible dans les couches pour éviter la delamination ou la fissuration qui apparaît dans les couches épaisses.

Les procédés microélectroniques classiques développés pour les couches minces ne sont pas adaptés pour ces spécifications. En effet, les contraintes sont généralement assez élevées et les épaisseurs inférieures à 1 μm .

Une solution pour contourner ces problèmes est de réaliser des membranes composites multicouches. Chaque couche présente alors des contraintes suffisamment faibles pour permettre l'obtention de l'épaisseur désirée sans délamination ou fissuration. La contrainte moyenne dans la membrane composite (σ_c) est alors donnée par :

$$\sigma_c = \frac{\sum_i \sigma_i e_i}{\sum_i e_i} \quad \text{Équation 7}$$

Où σ_i et e_i représentent la contrainte et l'épaisseur de la couche i .

La première filière développée au LAAS depuis plusieurs années utilise ce procédé à partir d'une bicouche d'oxyde et de nitrure de silicium. Cependant, cette filière n'est pas optimale car elle nécessite l'élaboration de couches différentes dans des fours différents, et elle est limitée au niveau des épaisseurs réalisables ($< 2\mu\text{m}$). C'est pourquoi nous avons développé une nouvelle filière à base de membranes d'oxynitrure de silicium obtenues par PECVD. Ces deux filières sont décrites dans ce qui suit.

I.3.2. Rappel de la filière technologique $\text{SiO}_2 / \text{SiN}_x$

I.3.2.1. Introduction

La filière technologique de ces membranes est basée sur l'association d'un film d'oxyde thermique et de nitrure de silicium déposé par LPCVD. L'oxyde de silicium thermique est un matériau de bonne qualité et stable thermiquement. Sa technologie est largement contrôlée et maîtrisée pour la fabrication des composants CMOS. Pour cette raison, l'oxyde thermique est parmi les matériaux utilisés pour la fabrication de membranes diélectriques minces. Cependant, les contraintes résiduelles de l'oxyde déposé à haute température sont compressives et élevées, et ne permettent pas la fabrication de membranes planes (non flambées).

L'association du nitrure de silicium déposé par LPCVD à l'oxyde thermique permet ainsi de diminuer l'amplitude de la contrainte moyenne dans la membrane. Le nitrure de silicium est par ailleurs un matériau connu pour sa résistance aux attaques chimiques.

I.3.2.2. Croissance thermique de l'oxyde de silicium

L'oxyde de silicium thermique est obtenu à haute température par réaction des molécules d'oxygène ou de vapeur d'eau sous forme gazeuse à la surface du silicium. La croissance de l'oxyde à l'interface silicium est régie par les lois de la diffusion, ainsi 46% de silicium en volume est converti en 100% d'oxyde durant le cycle de formation.

Afin d'obtenir des oxydes de silicium assez épais, le choix s'est porté sur l'oxydation humide à la température maximale d'utilisation des fours, soit 1150°C. Cette croissance est intercalée entre deux cycles d'oxydation sèche sous oxygène afin de densifier l'oxyde humide réputé pour sa qualité poreuse. La Figure I-10 montre les phases de l'oxydation du silicium retenu :

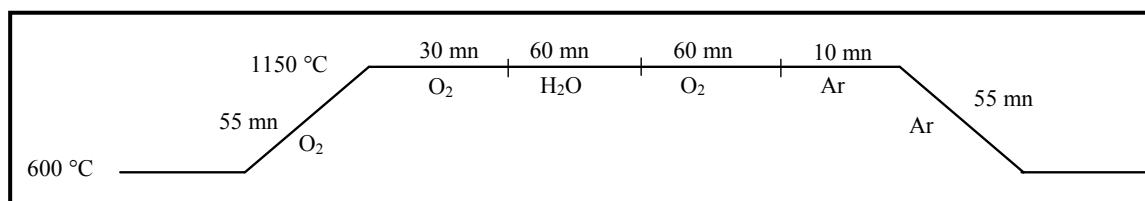


Figure I-10 : Cycle d'oxydation thermique du silicium pour la fabrication des membranes

Il a été reporté que les contraintes dans l'oxyde de silicium sont indépendantes de l'épaisseur [I.17], et d'origine thermique du fait de la différence des coefficients de dilatation thermique entre le silicium et l'oxyde thermique, ainsi que des températures de dépôt élevées. Le Tableau I-3 rapporte les résultats de la caractérisation physique de l'oxyde de Silicium à pression atmosphérique.

Oxyde thermique	Température (°C)	Epaisseur (nm)	Indice de réfraction	Permittivité relative	Contraintes (MPa)
D-W-D *	1150	820	1,45	4	- 300

* D-W-D : Dry Wet Dry (sec- humide- sec)

Tableau I-3 : Caractéristiques physiques de l'oxyde thermique

La reproductibilité des dépôts inter-plaquettes est meilleure que 3% pour l'épaisseur, 0,3% pour l'indice de réfraction, et de 9% pour les contraintes.

Technologiquement, le temps de dépôt de l'oxyde thermique ne doit pas excéder 8 heures. En effet, pour des temps de dépôts plus grands, l'accumulation de la chaleur dans la torche en quartz où la réaction entre l'oxygène et l'hydrogène se produit, entraîne la déformation de cette torche. Ainsi, l'épaisseur maximale déposée est limitée à 1,4µm.

I.3.2.3. Dépôt LPCVD de nitrure de silicium

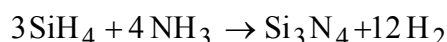
Les dépôts classiques de nitrure de silicium par LPCVD présentent de fortes contraintes en tension (800MPa à 1100MPa) qui ne permettent pas d'obtenir des couches d'épaisseur supérieure à quelques centaines de nanomètres.

Une étude a ainsi été menée au laboratoire pour minimiser ces contraintes. Deux filières ont été évaluées : La première à partir du silane et de l'ammoniac, et la seconde à partir du dichlorosilane et de l'ammoniac.

I.3.2.3.1. Etude de la filière gazeuse silane / ammoniac

Cette filière a été développée lors de la thèse d'Eric Saint Etienne [I.11], et nous ne rappellerons que les résultats principaux.

Le nitrure de silicium est obtenu à 750°C par l'absorption en surface des atomes de silicium et d'azote à partir de la réaction de synthèse globale :



Les réactions secondaires mise en jeu en phase gazeuse peuvent être décrites schématiquement sur Figure I-11.

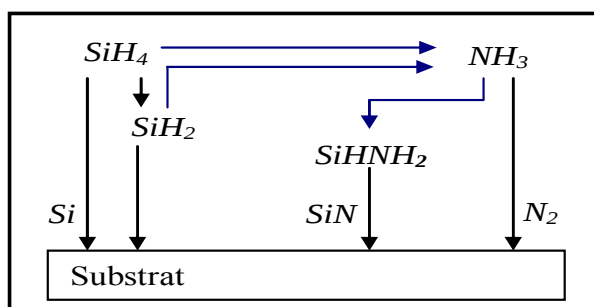


Figure I-11 : Réactions secondaires entre la silane et l'ammoniac

La pyrolyse du silane SiH_4 et de son radical le silylène SiH_2 représente la source d'atomes de silicium, alors que les atomes d'azote proviennent essentiellement de la pyrolyse de l'ammoniac, et du radical SiHNH_2 obtenu par réaction avec les sources de silicium. Ainsi, en définissant le rapport de débit des gaz comme étant $R = \text{NH}_3 / \text{SiH}_4$, différentes compositions de nitrure peuvent être obtenues comme le montre la Figure I-12.

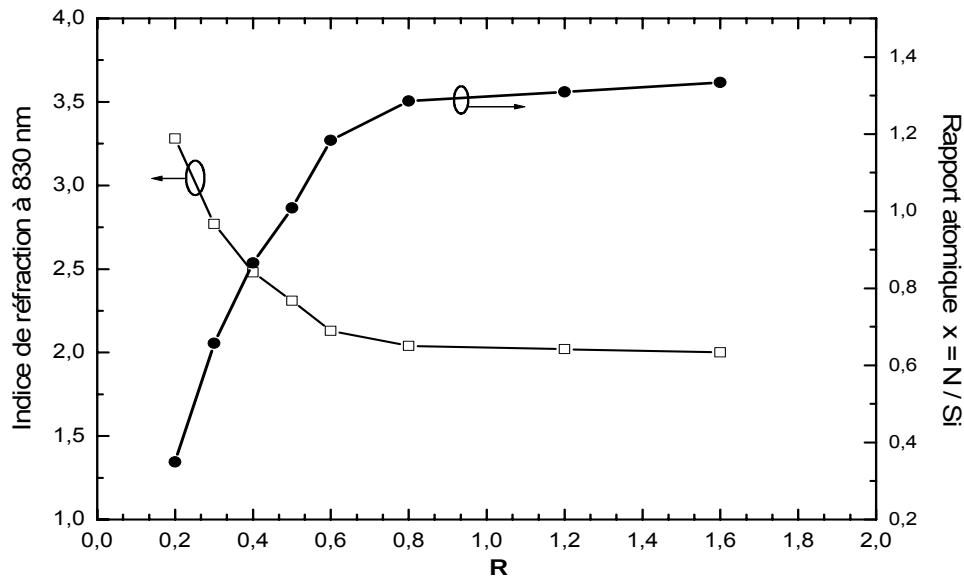


Figure I-12 : Variation du rapport atomique et de l'indice de réfraction en fonction du rapport de débits des gaz R

Ainsi rapporté par [I.18], pour les faibles valeurs du rapport R, la pyrolyse de l'ammoniac est inhibée, on peut par la suite obtenir des dépôts avec différentes stœchiométries SiN_x avec $0 \leq x \leq 1$ qui correspond à du silicium dopé azote. Inversement, une augmentation du rapport R inhibe les sources de silicium (silane et silylène sur la Figure I-12) permettant de déposer des couches de nitrure enrichies en silicium $1 \leq x \leq 1,33$. Ainsi, la variation du rapport de gaz R permet d'obtenir des dépôts allant de la couche silicium jusqu'au nitrure stœchiométrique Si_3N_4 . Cette qualité a été exploitée dans le but de réaliser des dépôts avec différentes configurations mécaniques. Ainsi, la Figure I-13 montre l'évolution des contraintes intrinsèques en fonction du rapport R.

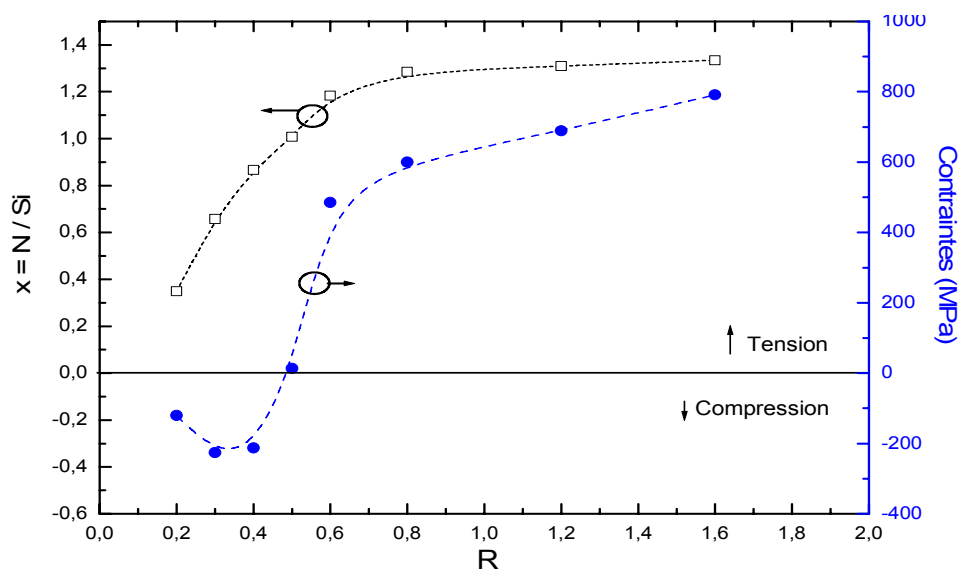


Figure I-13 : Variation des contraintes et du rapport atomique en fonction de débits des gaz R

Le nitrure de silicium stœchiométrique ($N/Si=1,33$) révèle de très fortes contraintes en tension, cela a été indiqué par [I.19] comme étant due à la présence des liaisons de type Si-N. A l'opposé, les contraintes ont tendance à diminuer en réduisant le rapport atomique N/Si, ce qui marque l'évolution de la croissance vers des couches de silicium dopés azote. La diminution des contraintes avec l'enrichissement de la couche en silicium a été indiquée par [I.20]. Les atomes de silicium lourds suppléent les liaisons vacantes en azote dans le système $Si-Si_xN_{4-x}$ ($0 \leq x \leq 4$) causant ainsi une augmentation de son volume total.

Afin de pouvoir réaliser une couche de nitrure de silicium épaisse, il est nécessaire de minimiser les contraintes dans la couche pour éviter la fissuration. Par ailleurs, ces contraintes doivent être en tension pour compenser la contrainte compressive dans l'oxyde comme nous l'avons vu précédemment. Afin de se situer dans une zone de fonctionnement stable, nous avons choisi un rapport de débit de gaz R égal à 0,8 qui donne une contrainte en tension de 600MPa. En effet, la variation de contrainte dans la zone $0,5 < R < 0,7$ est très brusque, et une légère non reproductibilité risque de diminuer fortement la contrainte. Pour une membrane d'oxyde/nitrure de $0,8\mu m/0,6\mu m$ d'épaisseur, une contrainte nulle de la membrane composite est obtenue pour une contrainte dans le nitrure de 400MPa. Cette valeur peut rapidement être atteinte dans cette zone et entraîner ainsi le flambement de la membrane. Le Tableau I-4 expose les résultats de la caractérisation physique du nitrure de silicium non stœchiométrique retenu.

LPCVD	T (°C)	Pression (mtorr)	Croissance (nm/min)	épaisseur (nm)	Indice de réfraction	Permittivité relative	Contraintes (MPa)
$SiN_{1,25}$	750	304,5	6	600	2,05	8,1	+ 600

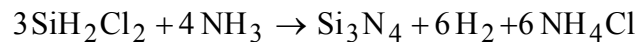
Tableau I-4 : Caractéristiques physiques du nitrure non stœchiométrique déposé par LPCVD

L'étude de l'uniformité des dépôts du nitrure $SiN_{1,25}$ sur un lot de 6 plaquettes révèle une dispersion non négligeable de l'épaisseur de l'ordre de 10%. Cette non uniformité est expliquée par la consommation du silane le long de la charge. Les uniformités sur l'indice de réfraction et les contraintes sont de l'ordre de 1,22% et 14% respectivement. Il a été montré qu'une uniformité acceptable ne peut être obtenue que sur un chargement de six plaquettes.

I.3.2.3.2. Etude de la filière gazeuse dichlorosilane / ammoniac

La filière silane permet d'obtenir des films de nitrure non stoechiométrique avec des contraintes adaptables. Les problèmes liés aux non uniformités des dépôts limitent l'utilisation de cette filière à un nombre limité de plaquettes. Afin de pallier à ce problème, une étude des potentialités de nitrures issus de la filière dichlorosilane (DCS) a été menée [I.21]. En effet, la vitesse de dépôt plus faible du dichlorosilane et la présence d'éléments chlorés pendant la phase gazeuse, va permettre de réduire l'effet de la consommation de la charge dans le four et d'obtenir des dépôts homogènes sur la plaquette [I.22].

La réaction chimique globale de la croissance du nitrure s'écrit :



Les équations intermédiaires de composition du nitrure ont été rapportées par [I.23], et sont illustrées sur la Figure I-14.

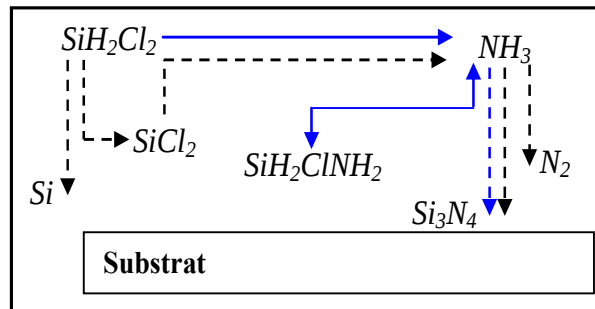


Figure I-14 : Réactions secondaires entre le dichlorosilane et l'ammoniac

Selon ce modèle, la croissance du film est due à la décomposition du dichlorosilane en SiCl_2 et de l'ammoniac NH_3 , ainsi qu'à la formation du radical silylamine $\text{SiH}_2\text{ClNH}_2$. Dans l'intention d'évaluer les variations de la stoechiométrie des dépôts de nitrure, une étude des propriétés optiques a été menée en variant le rapport des débits des gaz défini comme étant $R = \text{NH}_3/\text{DCS}$. La Figure I-15 montre la variation de l'indice de réfraction et du rapport atomique N/Si en fonction de R pour deux températures de dépôt.

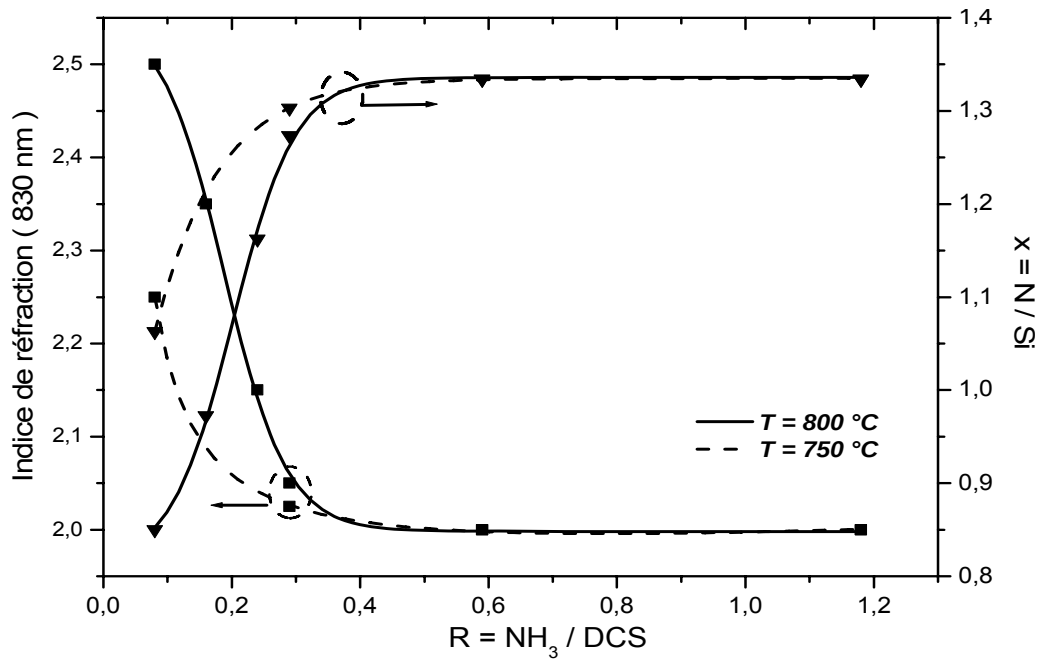


Figure I-15 : Variation du rapport atomique et de l'indice de réfraction en fonction du rapport des débits des gaz

A température constante et pour les faibles rapports des gaz ($0 < R < 0,3$), la valeur de l'indice de réfraction indique un surplus des atomes de silicium dans le dépôt. La croissance du nitrure (silicium dopé azote) dans ce cas est due à la présence du radical $\text{SiH}_2\text{ClNH}_2$ ainsi qu'à l'inhibition de la pyrolyse de l'ammoniac. L'augmentation du rapport R montre une diminution de l'indice de réfraction jusqu'à une valeur de 2, et un accroissement du rapport atomique jusqu'à stabilisation à 1,33 en accord avec la stœchiométrie du nitrure Si_3N_4 . Dans ce cas, l'ammoniac contrôle la réaction et l'effet de la silylamine est ainsi négligeable [I.21].

La température de dépôt influence aussi la détermination de la stœchiométrie du nitrure. En effet, on remarque que pour un même rapport de débit des gaz (R), le rapport atomique (N/Si) diminue lorsque la température augmente, ce qui explique que la décomposition du dichlorosilane (DCS) est accélérée lorsque la température augmente. L'effet inverse est observé lorsque la température de dépôt diminue. Par contre, on remarque une stabilisation du rapport atomique (N/Si) lorsque le rapport des débits des gaz croît. Dans ce cas, la température de dépôt n'influence pas la stœchiométrie du nitrure.

L'étude de la cinétique des dépôts montre une évolution similaire aux deux températures, en fonction du rapport R (Cf. Figure I-16). La vitesse de dépôt croît jusqu'à atteindre une valeur maximale. Dans ce cas, la réaction chimique est régie par la pyrolyse du dichlorosilane. L'augmentation de R synonyme d'une réaction chimique gérée par l'ammoniac entraîne une

chute de la vitesse de dépôt. Un effet similaire a été indiqué par [I.18] dans le cas de l'étude de la cinétique de dépôt de nitrure avec le silane. Comme l'apport de l'énergie thermique favorise la réaction chimique en surface, la cinétique de transport des réactifs est augmentée ainsi que la vitesse de dépôt du nitrure à rapport de débits des gaz R constant.

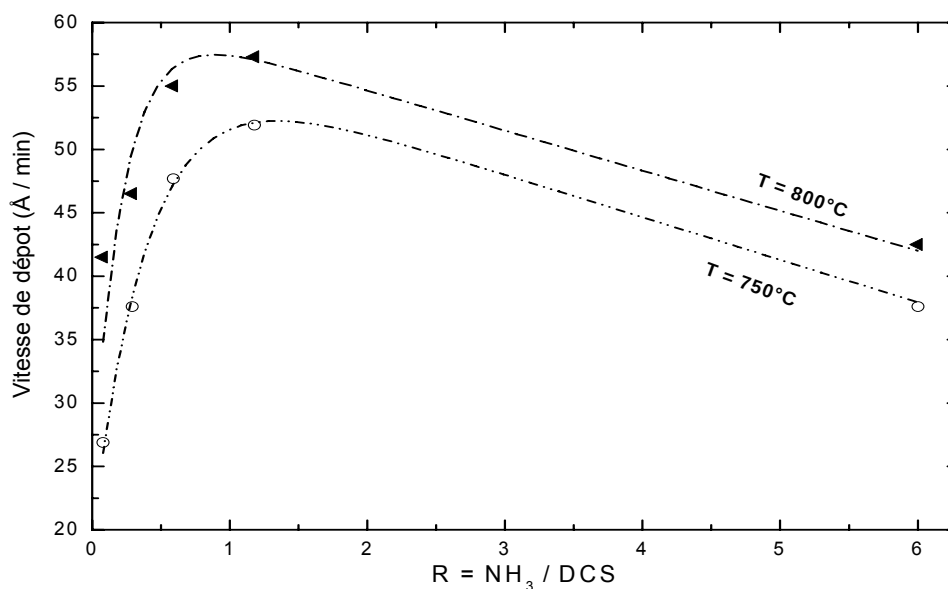


Figure I-16 : Variation de la vitesse de dépôt en fonction du rapport des débits de gaz

Dans le but d'analyser les propriétés mécaniques des dépôts, les contraintes ont été mesurées et tracées en fonction de la stœchiométrie du nitrure pour les deux températures de dépôt (Cf. Figure I-17).

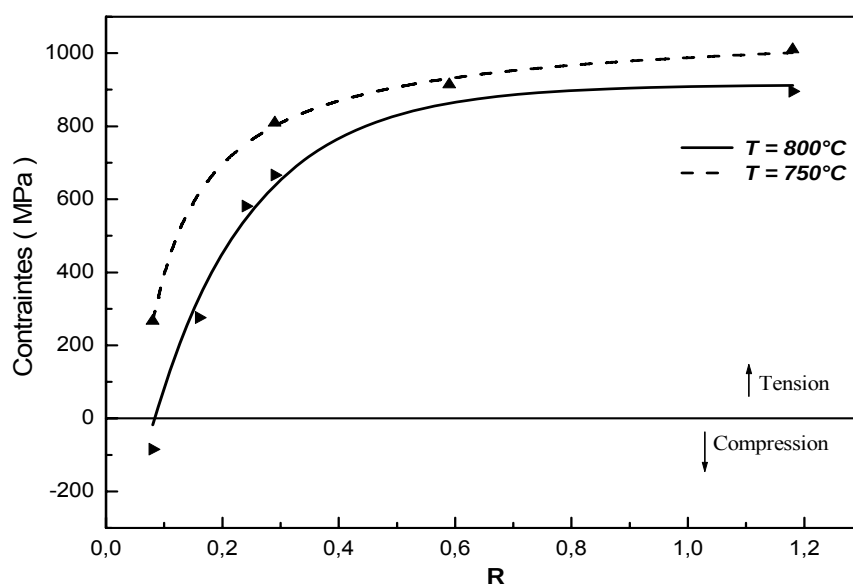


Figure I-17 : Variation des contraintes en fonction du rapport des débits des gaz

Pour les grandes valeurs du rapport R ($R > 0,3$), la concentration élevée d'azote dans le nitrure se traduit par l'obtention de fortes contraintes en tension. La diminution du rapport R ($R < 0,3$) entraîne une diminution des contraintes due à l'enrichissement du dépôt en silicium jusqu'à l'obtention de contraintes compressives pour les très faibles valeurs du rapport de débit des gaz.

L'augmentation de la température se traduit par un affaiblissement du rapport N/Si , ce qui est synonyme d'un enrichissement des dépôts en silicium, et par la suite une diminution des contraintes. La réalisation d'une couche épaisse de nitrure de silicium stable physiquement, et qui permet de contrebalancer les contraintes compressives de l'oxyde, peut être obtenue pour un rapport des débits des gaz R de 0,24. En effet, la contrainte moyenne dans le film est extensive et de l'ordre de 600MPa. L'association de cette couche avec l'oxyde de silicium permet d'obtenir une bicouche de 1,4 μm d'épaisseur, avec une contrainte moyenne résultante de l'ordre de 80MPa. De plus, dans la zone de fonctionnement choisit, soit $0,2 < R < 0,3$, la variation des contrainte est progressive (400MPa ($R=0,2$) $< \sigma < 670$ MPa ($R=0,3$)). La contrainte moyenne résultante de la bicouche varie alors entre 0 et 120MPa.

L'étude de l'uniformité des dépôts de nitrure a été menée sur un chargement de 25 plaquettes. La valeur de l'uniformité en pourcentage est mesurée entre l'épaisseur de la première et la dernière plaquette, par rapport à l'épaisseur de la plaquette du centre. Ainsi, la Figure I-18 montre la variation de l'uniformité de l'épaisseur du nitrure en fonction du rapport des débits des gaz (R).

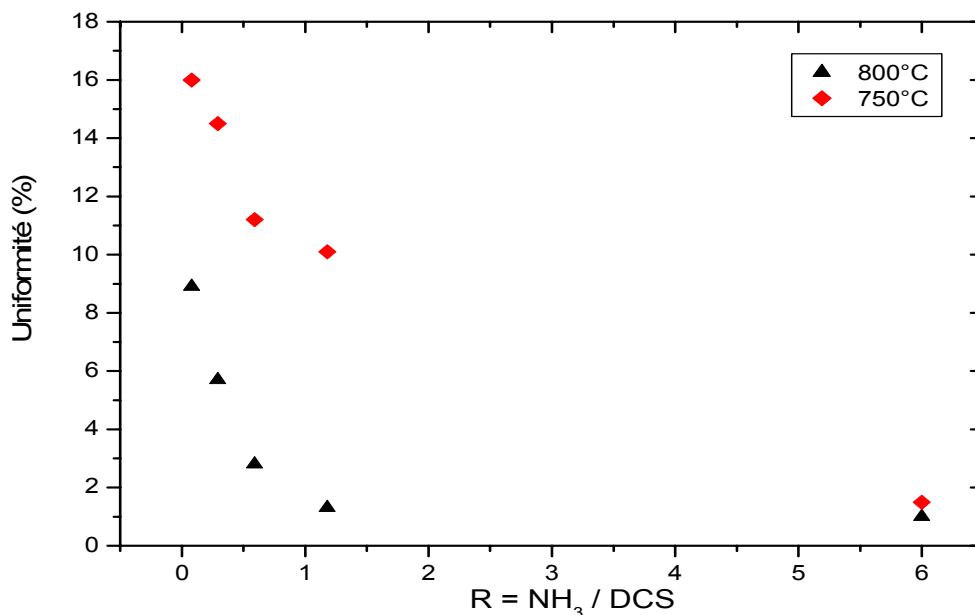


Figure I-18 : Variation de l'uniformité en fonction du rapport des débits de gaz

L'uniformité d'épaisseur obtenue sur une plaquette est inférieure à 3% quelque soit la température et le rapport du débit des gaz.

Pour les valeurs de $R > 0,3$, l'ammoniac contrôle la réaction de décomposition, et l'uniformité est meilleure quelle que soit la température. ($< \pm 3\%$)

Pour les valeurs de $R < 0,3$, l'uniformité d'épaisseur inter-plaquettes des dépôts montre des dispersions supérieure à $\pm 10\%$. Ces hétérogénéités sont liées à la consommation du dichlorosilane le long de la charge, et cet effet est amplifié lorsque la température augmente.

Afin de compenser l'effet de la consommation de la charge dans le four pour les faibles valeurs du rapport R ($R < 0,3$), une rampe de 800/830°C de température a été réalisée dans le four. L'augmentation de la température à la fin du four permet d'augmenter la vitesse de dépôt et d'homogénéiser les dépôts. Le Tableau I-5 montre les résultats d'uniformité inter-plaquettes obtenus pour un chargement de 25 plaquettes.

NH₃ / DCS	0,08	0,16	0,24	0,29
Uniformité %	$\pm 4,1\%$	$\pm 4,3\%$	$\pm 4,6\%$	$\pm 4,8\%$

Tableau I-5 : Variation de l'uniformité du dépôt sur un chargement de 25 plaquettes en fonction du rapport des débits des gaz

Ainsi, la réalisation d'une rampe de température dans le four permet d'obtenir des uniformités d'épaisseur inférieure à $\pm 5\%$ quel que soit le rapport de débit des gaz R . Et du fait, la réalisation de dépôts homogènes sur un chargement de 25 plaquettes est rendue possible.

Par la suite, les paramètres retenus pour la réalisation des membranes composites en oxyde /nitrure à partir de la filière dichlorosilane, sont résumés dans le Tableau I-6.

LPCVD	T (°C)	NH₃/DCS	Pression (mtorr)	V_d (nm/min)	Indice de réfraction	Permittivité relative	Contraintes (MPa)
SiN_{1,15}	800 / 830	0,24	575	6,7	2,15	8,3	$\approx 520 \pm 7\%$

Tableau I-6 : Paramètres de dépôt de nitrure de silicium pour la réalisation des membranes

L'épaisseur maximale pouvant être déposée est de l'ordre de 0,8µm, car l'utilisation du dichlorosilane pendant des temps excessifs peut engendrer des corrosions au niveau des fours.

I.3.2.4. Conclusion

Le Tableau I-7 récapitule les caractéristiques principales des dépôts d'oxyde et de nitrure de silicium utilisés pour la fabrication des membranes. L'utilisation de la filière SiO_2 thermique/ SiN_x LPCVD permet d'obtenir des caractéristiques très reproductibles sur des lots de 25 plaquettes.

Dépôt	Epaisseur			Permittivité relative		Contraintes	
	Valeur nominale (µm)	Uniformité plaquette (%)	Uniformité chargement (%)	Valeur nominale	Uniformité chargement (%)	Valeur nominale (MPa)	Uniformité chargement (%)
Thermique SiO_2	0,8	$< \pm 1,5 \%$	$< \pm 5 \%$ 25 plaquettes	4	$< \pm 0,5 \%$ 25 plaquettes	-300	$< \pm 9 \%$ 25 plaquettes
Silane $\text{SiN}_{1,25}$	0,6	$< \pm 3 \%$	$< \pm 10 \%$ 6 plaquettes	8,1	$< \pm 0,9 \%$ 25 plaquettes	600	$< \pm 14 \%$ 25 plaquettes
dichlorosilane $\text{SiN}_{1,15}$	0,6	$< \pm 3 \%$	$< \pm 5 \%$ 25 plaquettes	8,3	$< \pm 0,6 \%$ 25 plaquettes	600	$< \pm 7 \%$ 25 plaquettes

Tableau I-7 : Comparaison des filières de dépôt de nitrure de silicium par LPCVD pour la fabrication des membranes composites

I.4. MEMBRANES MONOCOUCHE DEPOSEES PAR PECVD

L'objectif de cette étude est de proposer une nouvelle filière de dépôts de films épais monocouches à partir du procédé plasma à basse température. Après une description du bâti PECVD utilisé au laboratoire, nous présenterons les études préliminaires réalisées sur l'oxyde et le nitrure de silicium. Les résultats n'étant pas satisfaisants en terme de contraintes dans les matériaux et de reproductibilité, nous présenterons ensuite l'étude effectuée sur l'oxynitrure de silicium. Après la stabilisation des conditions de dépôts de ces films, nous montrerons la possibilité d'obtenir des contraintes faiblement en tension et reproductible. La composition chimique de l'oxynitrure de silicium est analysée par spectroscopie infrarouge, et la variation du gradient de contraintes dans l'épaisseur est étudiée à travers la fabrication et la caractérisation statique de poutres.

I.4.1. Principe du PECVD

Les dépôts par PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition) étudiés sont effectués dans un système à électrodes parallèles de la société STS (Figure I-19). Après une phase d'introduction et de stabilisation des réactifs dans la chambre, un champ électromagnétique est appliqué entre l'électrode supérieure reliée à la source radio fréquence, et l'électrode inférieure reliée à la masse afin d'ioniser le mélange gazeux et former le plasma. Cette ionisation se fait au départ à travers la collision des électrons issus du champ électromagnétique avec les molécules des gaz injectées, de nouveaux électrons énergétiques sont alors créés et le phénomène d'avalanche prend place.

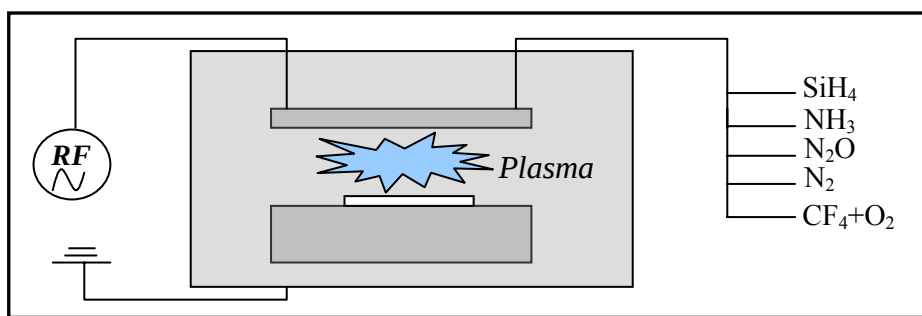


Figure I-19 : Schéma simplifié du bâti de dépôt PECVD à électrodes parallèles

L'absorption des radicaux issus du plasma se fait alors à la surface du substrat posé sur l'électrode inférieure et maintenu à basse température (entre 100 et 400°C). Ainsi, les films issus des dépôts PECVD sont généralement amorphes. Enfin, les réactifs volatils issus de la décomposition des gaz dans le plasma sont évacués au moyen d'un système de pompage.

Les dépôts par plasma font intervenir plusieurs paramètres tels que la température, la pression, le débit des précurseurs, la puissance et la fréquence de l'excitation de la source. Cette dernière joue un rôle important dans le transport des ions du plasma jusqu'à la surface. En basse fréquence (BF), ces ions sont très énergétiques et arrivent à suivre l'oscillation du champ électrique. Le flux des particules et le bombardement ionique sont importants et génèrent des contraintes en compression. A l'opposé, les ions sont moins mobiles lorsque l'excitation se fait en haute fréquence, le flux des ions et le bombardement des particules diminue, et les films déposés sont moins denses et les contraintes moins compressives. Ces contraintes peuvent être extensives pour les dépôts de nitrure de silicium [I.24]. Par ailleurs, la vitesse de dépôt en basse fréquence doit être supérieure à celle réalisée en haute fréquence.

L'augmentation de la puissance (P) de la décharge se traduit par un accroissement de l'énergie cinétique des électrons qui entrent de plus en plus en collision avec les molécules gazeuses, ce

qui donne un accroissement de l'ionisation du plasma. On doit s'attendre à une augmentation de la vitesse de dépôt, et à un état de contraintes de plus en plus compressif à cause de l'augmentation du bombardement.

La pression (P) joue un rôle majeur dans la stabilité du plasma. Son augmentation se traduit par un accroissement du nombre de collisions entre les électrons et les molécules gazeuses. La mobilité des électrons chute et leur impact sur la surface du substrat diminue. On doit s'attendre avec une élévation de la pression à une augmentation de la vitesse de dépôt, et à une diminution des contraintes compressives. La composition chimique du film est modifiée.

Pour avoir des propriétés de procédés semblables entre HF et BF, il faut donc à priori que $P_{HF} < P_{BF}$ et $\mathcal{P}_{BF} > \mathcal{P}_{HF}$, pour avoir une ionisation et un bombardement électronique similaire.

La température du dépôt influe sur la réaction des ions en surface ainsi que sur la présence d'atomes d'hydrogène dans le film. L'augmentation de la température se traduit par une augmentation de la densification des films déposés. Cela se traduit par une diminution de la vitesse de dépôt et par l'augmentation des contraintes compressives.

Enfin, les débits des gaz déterminent la composition de la couche déposée. Ils influencent directement la vitesse de dépôt, la composition chimique et les contraintes du matériau.

Le réacteur est prévu pour réaliser des dépôts de SiO_x et de SiN_x avec cinq procédés mis au point par S.T.S, grâce à la présence de quatre lignes de gaz N_2 , NH_3 , N_2O , SiH_4 . La source RF est équipée de deux générateurs travaillant respectivement en haute fréquence à 13,56 MHz et en basse fréquence à 356 KHz ou en mode alterné.

I.4.2. Dépôt d'oxyde de silicium

I.4.2.1. Etude intrinsèque

La formation de l'oxyde de silicium se fait par interaction entre le silane et la protoxyde d'azote selon la réaction globale suivante.



Les paramètres de dépôts de l'oxyde de silicium sont présentés dans le Tableau I-8.

	SiH ₄ (sccm)	N ₂ O (sccm)	Pression (mtorr)	Puissance (Watts)
SiO ₂ (BF)	90	1420	750	300
SiO ₂ (HF)	10	1420	1000	15

Tableau I-8 : Paramètres de dépôt de l'oxyde de silicium par PECVD

Le dépôt de l'oxyde de silicium tel qu'il a été mis au point affiche un taux important de protoxyde d'azote N_2O dans le but de consommer totalement le faible débit de silane injecté. Afin d'étudier la cinétique de croissance de l'oxyde, l'évolution de la vitesse de dépôt en fonction du temps de dépôt est réalisée pour les deux types d'excitations (cf. Figure I-20).

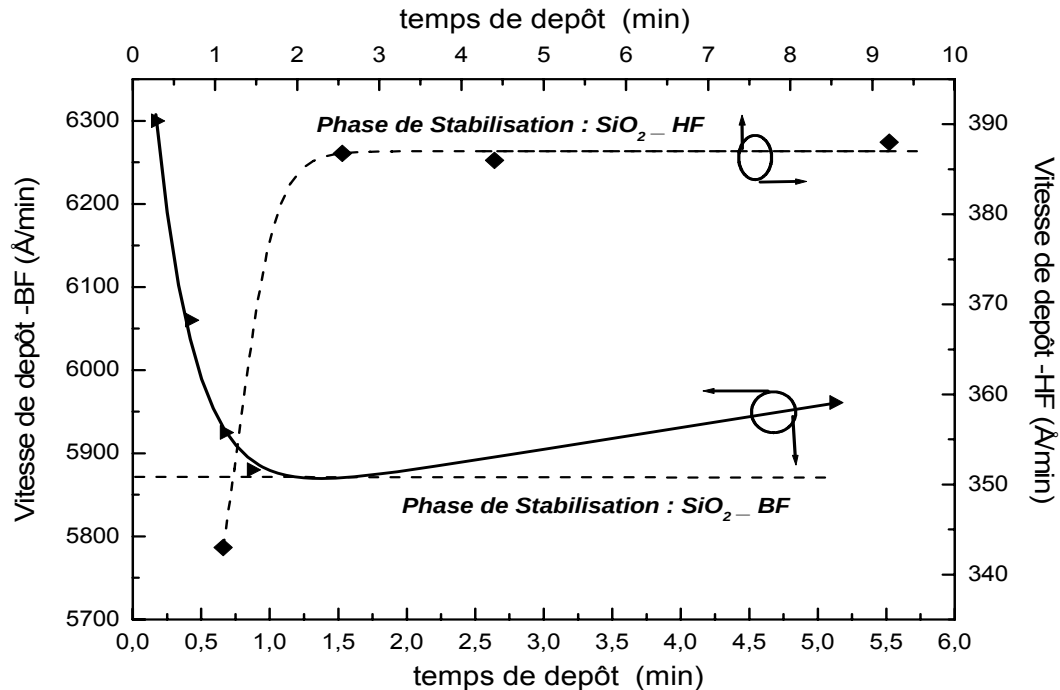


Figure I-20 : Variation de la vitesse de dépôt en fonction du temps

La croissance de l'oxyde de silicium passe par une phase de stabilisation du plasma pour les deux excitations, le temps de stabilisation est de l'ordre d'une quarantaine de seconde dans le cas des BF, tandis qu'elle est plus grande pour l'excitation HF. La vitesse est aussi plus importante pour les basses fréquences, autour de 6000 Å/min .

Selon [I.25] [I.26], l'état transitoire du plasma est dû à la phase d'amorçage de la puissance RF qui nécessite un certain temps de stabilisation, ainsi qu'à la croissance pendant les premières phases de dépôt de couches riches en silicium vu que les liaisons de type Si-H issues du silane sont les plus fragiles, et ont tendance à rompre en premier. La Figure I-21 montrant l'évolution de l'indice de réfraction en fonction du temps de dépôt, traduit l'excès en silicium durant les premières phases de dépôt ($t < 1 \text{ min}$), la valeur de l'indice de réfraction étant supérieure à sa valeur théorique de 1,45.

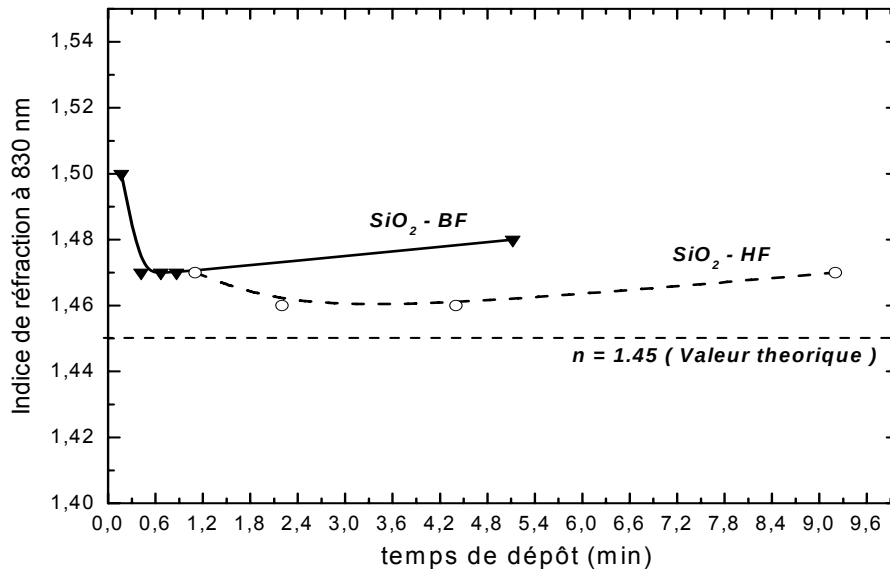


Figure I-21 : Evolution de l'indice de réfraction en fonction du temps

Ainsi, l'oxyde de silicium déposé en basse fréquence permet de réaliser des films épais à la vue de sa grande vitesse de dépôt. On s'est donc intéressé par la suite à l'étude des propriétés mécaniques induites dans les films déposés en BF seulement. Une première étude montre la variation des contraintes en fonction de l'épaisseur de la couche (cf. Figure I-22).

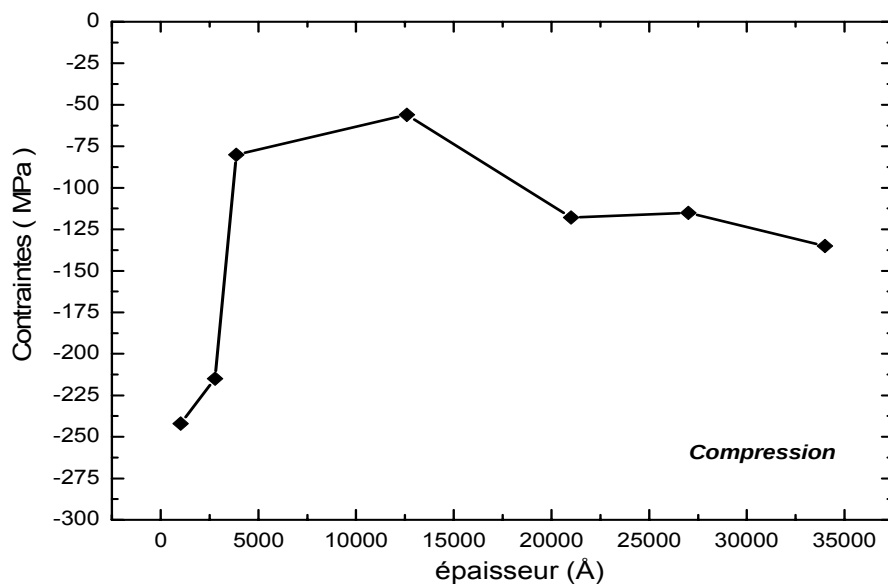


Figure I-22 : Variation des contraintes en fonction de l'épaisseur

La croissance de l'oxyde par plasma engendre des contraintes résiduelles compressives, ces contraintes sont générées durant la croissance du film, et sont attribuées à un bombardement ionique à l'interface avec le substrat connu sous l'effet "peening" [I.27], et à l'incorporation d'impuretés sous forme de liaisons Si-OH [I.28] [I.29]. Ces contraintes compressives ont tendance à se stabiliser autour de -120MPa avec l'augmentation de l'épaisseur.

Afin de contrebalancer l'effet compressif dans les films déposés, deux solutions sont envisageables dans la littérature. On peut citer dans ce sens l'ajustement des contraintes par réglage des paramètres de dépôt tel que le rapport des débits des gaz, la fréquence d'excitation,..., ou, plus fréquemment, par apport d'énergie thermique sous forme de recuit à température supérieure à celle de dépôt. Nous avons alors opté pour cette dernière solution afin d'évaluer l'effet thermomécanique sur l'oxyde déposé.

I.4.2.2. Etude du recuit

Afin d'évaluer l'impact des recuits sur la modification des contraintes mécaniques des dépôts, on a mené une étude thermomécanique sur des films d'oxyde BF de $3,4\mu\text{m} \pm 1,76\%$ d'épaisseur et de contraintes compressives de dépôt de l'ordre de 150MPa. L'apport de l'énergie thermique permettra intrinsèquement de dissocier les liaisons hydrogène et les impuretés, réarranger les dislocations et les liaisons.

Les échantillons sont ainsi introduits dans le four de recuit à la température de dépôt (300°C), une rampe de température de 5°C/min permet d'atteindre différents paliers de températures, la durée de recuit à chaque palier est de 30min. Ensuite, une rampe de -5°C/min permet de baisser la température du four et d'évacuer les plaquettes à la température de dépôt 300°C.

Etant donné que le four de recuit ne permet pas de réaliser des mesures in situ de la courbure des échantillons, la mesure des contraintes est effectuée à température ambiante après refroidissement des plaquettes. La Figure I-23 montre l'évolution des contraintes en fonction de la température.

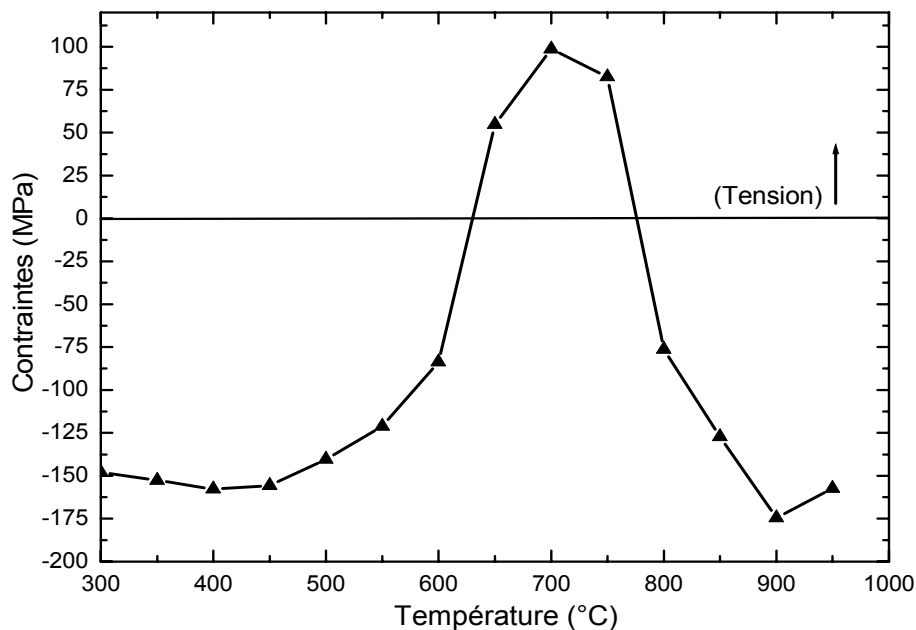


Figure I-23 : Variation des contraintes en fonction de la température de recuit

La courbe montre une stabilisation des contraintes compressives autour de la valeur initiale (-150MPa) jusqu'à 400°C. Ensuite, des contraintes en tension sont ajoutées jusqu'à 700°C. L'augmentation de la température permet en effet d'accroître l'énergie en surface suscitant ainsi la diffusion des atomes et la désorption des impuretés piégées, en particulier les liaisons de type Si-OH. Le volume local se trouve ainsi en expansion (Cf. Figure I-24) par réarrangement des liaisons de type Si-O-Si. La densité diminue et des contraintes en tension irréversibles sont ainsi générées à haute température, liées à des phénomènes plastiques irréversibles [I.30].

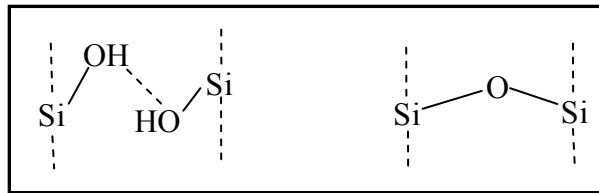


Figure I-24 : Expansion du volume local de l'oxyde par désorption des liaisons de type OH

Lorsque la température excède 700°C, l'effet précédent est amorti par la densification de la couche. Ainsi, les contraintes deviennent de plus en plus compressives avec la montée vers les hautes températures [I.31].

I.4.2.3. Etude de la reproductibilité

Trois dépôts successifs (run) ont été effectués pour évaluer la reproductibilité des contraintes de dépôt dans les films, chaque dépôt contient trois plaquettes à la fois. La Figure I-25 présente ces contraintes pour les neuf plaquettes.

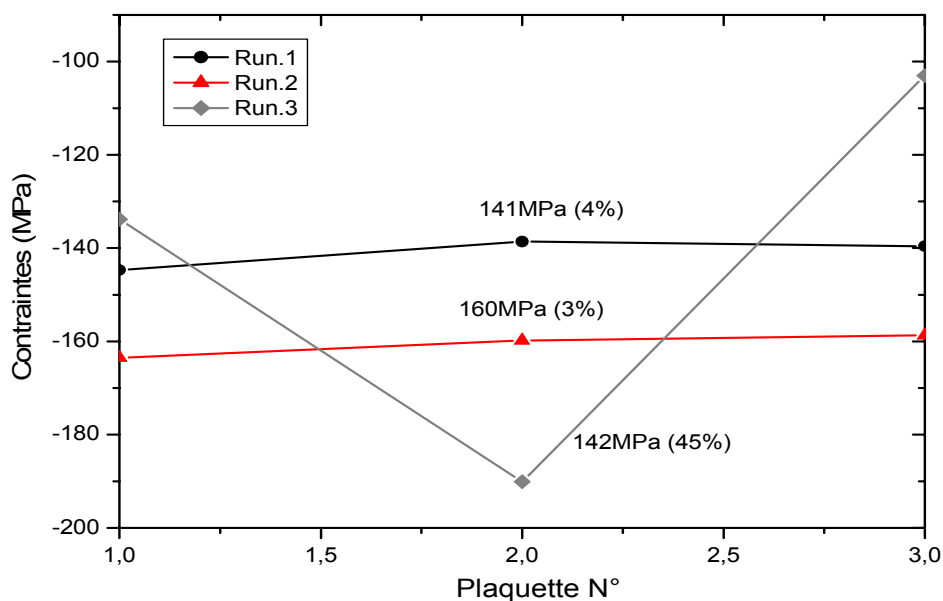


Figure I-25 : Reproductibilité des contraintes de dépôt

Les deux premiers dépôts (run) présentent une faible dispersion de l'ordre de 3% autour de la valeur moyenne. La dispersion moyenne de contraintes inter-dépôt est de l'ordre de 20MPa. Le dernier dépôt présente une dispersion non négligeable, ceci est probablement dû à la pollution du bâti après plusieurs chargements successifs. On a effectué deux autres cycles de recuit comme celui réalisé sur la Figure I-23 [300-950°C] ; aucun changement de la valeur des contraintes n'a été relevé contrairement aux résultats précédents, ce qui n'a pas pu être expliqué.

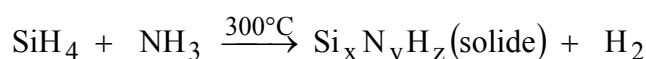
I.4.2.4. Conclusion

L'étude réalisée sur les films d'oxyde de silicium déposé par PECVD montre la possibilité de réaliser des couches épaisses. Les contraintes résiduelles de dépôt sont compressives et présentent une bonne reproductibilité. Le recuit thermique de ces films déposés permet d'obtenir des contraintes extensives faibles. Cependant, ces contraintes en tension obtenues après le cyclage thermique n'ont pas pu être reproduites sur plusieurs run.

I.4.3. Dépôt du nitrure de silicium

I.4.3.1. Etude intrinsèque

La réaction globale pour la formation du nitrure de silicium est issue de l'interaction du silane diluée dans l'azote, avec l'ammoniac suivant la réaction suivante.



Seul le nitrure BF possède une vitesse de dépôt suffisante (145nm/min) pour réaliser des membranes de fortes épaisseurs. Dans ce cas, l'indice de réfraction est proche de 1,95 et la contrainte compressive proche de - 470MPa.

Les paramètres de dépôts du nitrure de silicium BF sont présentés dans le Tableau I-9.

	SiH₄ (sccm)	NH₃ (sccm)	N₂ (sccm)	Pression (mtorr)	Puissance (Watts)
Si₃N₄ (BF)	35	15	1960	650	185

Tableau I-9 : Paramètres de dépôt de nitrure de silicium par PECVD

I.4.3.2. Etude du recuit

L'étude a été effectuée sur des couches de SiN_x BF de $3\mu\text{m}$ d'épaisseur. La procédure de recuit est identique à celle réalisée pour l'oxyde. Les contraintes ont ainsi été mesurées après retour à la température de dépôt (300°C) suite à des recuits successifs. La Figure I-26 présente les résultats obtenus.

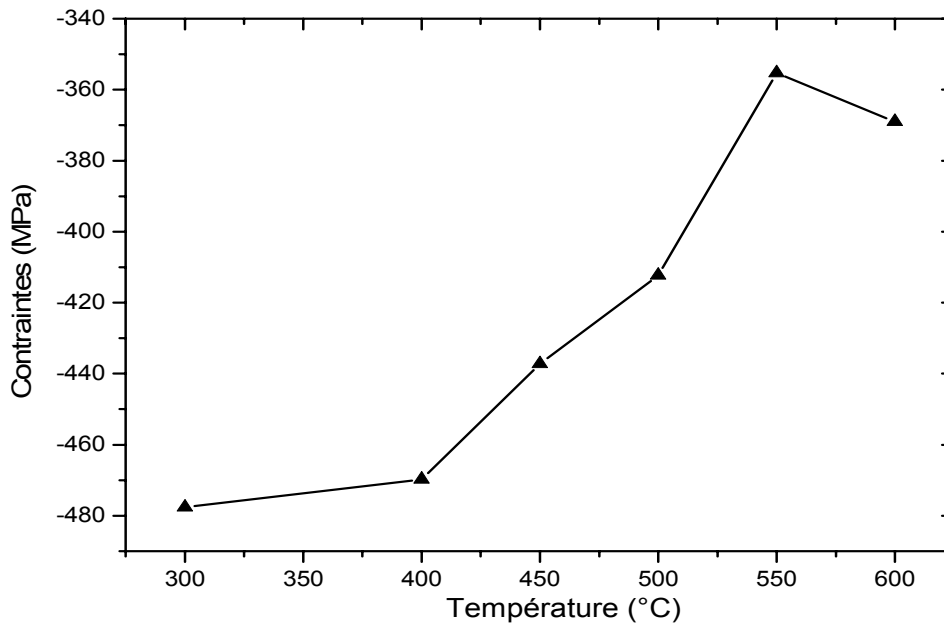


Figure I-26 : Variation des contraintes en fonction de la température

Le recuit du film de nitrure induit un déplacement des contraintes vers le sens de la tension. L'effet du recuit sur la contrainte, similaire à celui observé dans le cas de l'oxyde, se manifeste autour de 400°C même si son amplitude reste assez faible. Cet effet a été rapporté par [I.33] comme étant due microscopiquement à la relaxation des liaisons de types Si-H et N-H par désorption de l'hydrogène, et à la reformation des liaisons Si-Si et Si-N (Cf. Figure I-27).

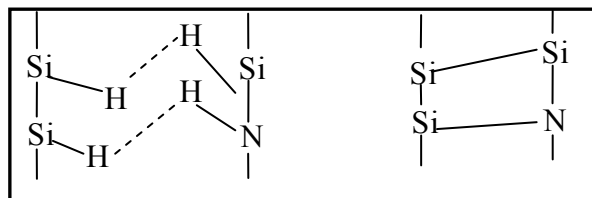


Figure I-27 : Désorption de l'hydrogène et formation des liaisons Si-N dans le nitrure de silicium

A 600°C , on assiste à une delamination du film de nitrure (Cf. Figure I-28). L'addition de contraintes en tension lors du recuit n'est pas compensée par la diminution du seuil de délamination qui diminue avec la température [I.32].

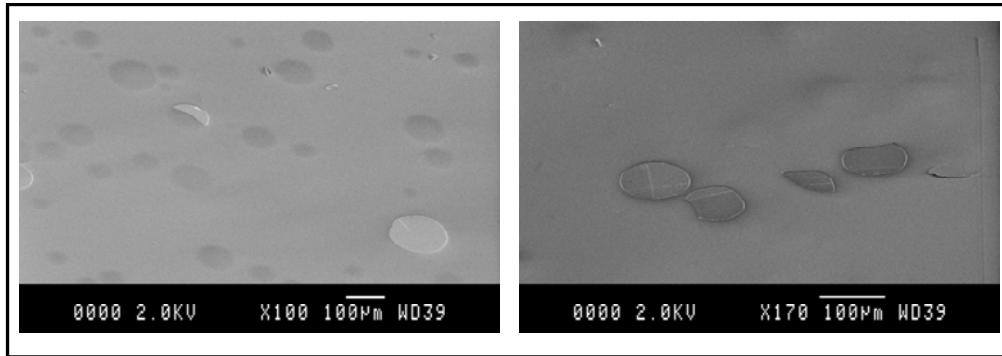


Figure I-28 : Vue au MEB de la surface delaminée du nitrure de silicium

I.4.3.3. Conclusion

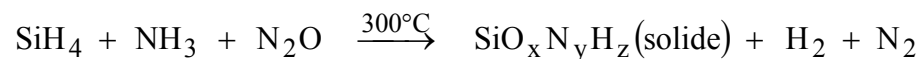
Les dépôts de nitrure de silicium montrent la possibilité de réaliser des films épais. Mais les contraintes de dépôts sont très compressives et ne peuvent pas être supprimées par un recuit thermique. Le recuit des films de nitrure à 600°C cause par ailleurs l'apparition des contraintes de délamination.

I.4.4. Dépôt d'oxynitrure de silicium

L'étude des dépôts d'oxyde et de nitrure de silicium n'a pas été concluante pour la réalisation de couches avec des contraintes stables et faiblement en tension. C'est dans cette optique qu'on a réalisé une étude sur les potentialités de l'oxynitrure de silicium. En effet, ce matériau combine les propriétés mécaniques, électriques et optiques de l'oxyde et du nitrure.

I.4.4.1. Etude de la cinétique de croissance

L'oxynitrure se forme par combinaison du silane (dilué dans l'azote), avec le protoxyde d'azote NH_3 et l'ammoniac N_2O selon la réaction globale suivante.

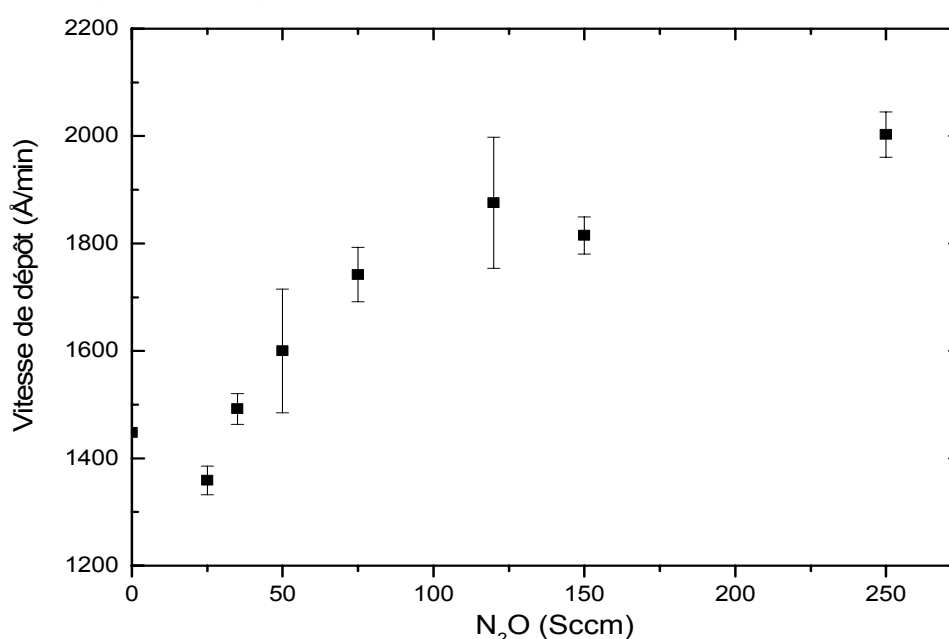


Afin d'étudier la cinétique de croissance de l'oxynitrure, le protoxyde d'azote a été injecté dans le procédé de croissance du nitrure en basse fréquence en variant son débit. Les paramètres de croissance de l'oxynitrure sont donnés sur le Tableau I-10.

SiH₄ (sccm)	35
NH₃ (sccm)	15
N₂O (sccm)	25 - 250
N₂ (sccm)	1710-1935
Pression (mtorr)	650
Puissance (Watts)	180
T (°C)	300

Tableau I-10 : Paramètres de dépôt de l'oxynitride par PECVD

La Figure I-29 montre la variation de la vitesse de croissance en fonction de débit de N₂O, les épaisseurs déposées sont entre 3200 et 5600Å. L'erreur donnée présente la dispersion de la mesure en trois points de la plaquette.

Figure I-29 : Variation de la vitesse de dépôt de l'oxynitride en fonction du débit de N₂O

La vitesse de dépôt croît lorsque le débit du protoxyde d'azote augmente, ceci est expliqué par la grande réactivité de l'oxygène avec le silane par rapport à l'ammoniac. [I.34] reporte que l'augmentation du débit de N₂O se traduit par une substitution des atomes d'azote par celles d'oxygène. La vitesse de dépôt ainsi que la composition chimique du film progresse vers celle de l'oxyde, ceci est illustré aussi sur la Figure I-30 qui montre la décroissance de l'indice de réfraction du nitrure vers celui de l'oxyde de silicium.

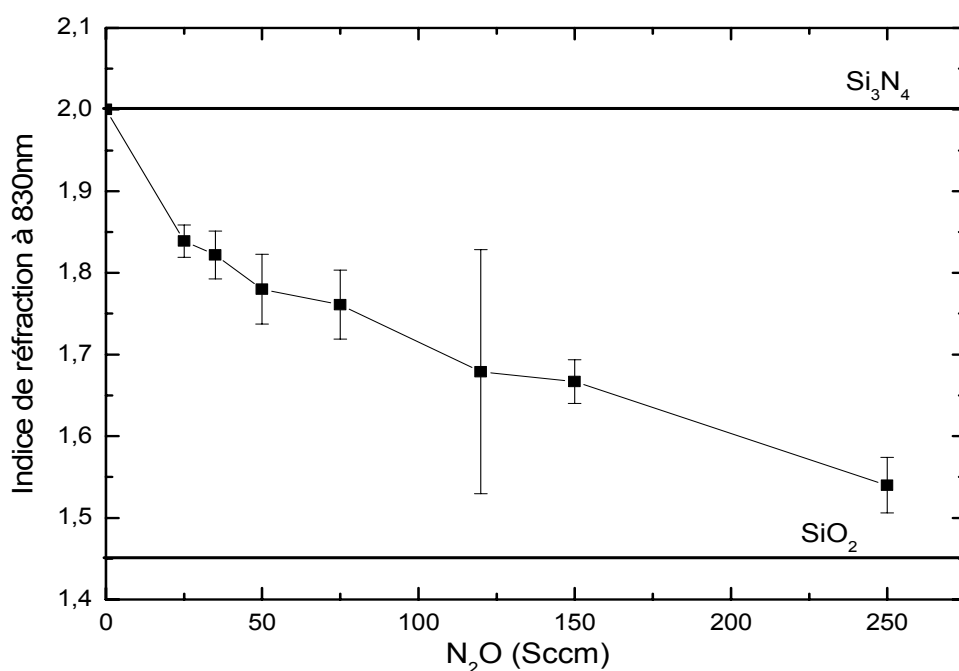


Figure I-30 : Variation de l'indice de réfraction en fonction du débit de N₂O à 830nm

I.4.4.2. Etude des contraintes mécaniques de dépôt

Des études antérieures ont montré que les films ayant un indice de réfraction supérieur à 1,61 présentent un meilleur compromis entre la rugosité, la résistance au KOH et les contraintes [I.35]. On a donc choisi de réaliser des films de 2μm d'épaisseur sur trois points du procédé comme le montre la Figure I-31.

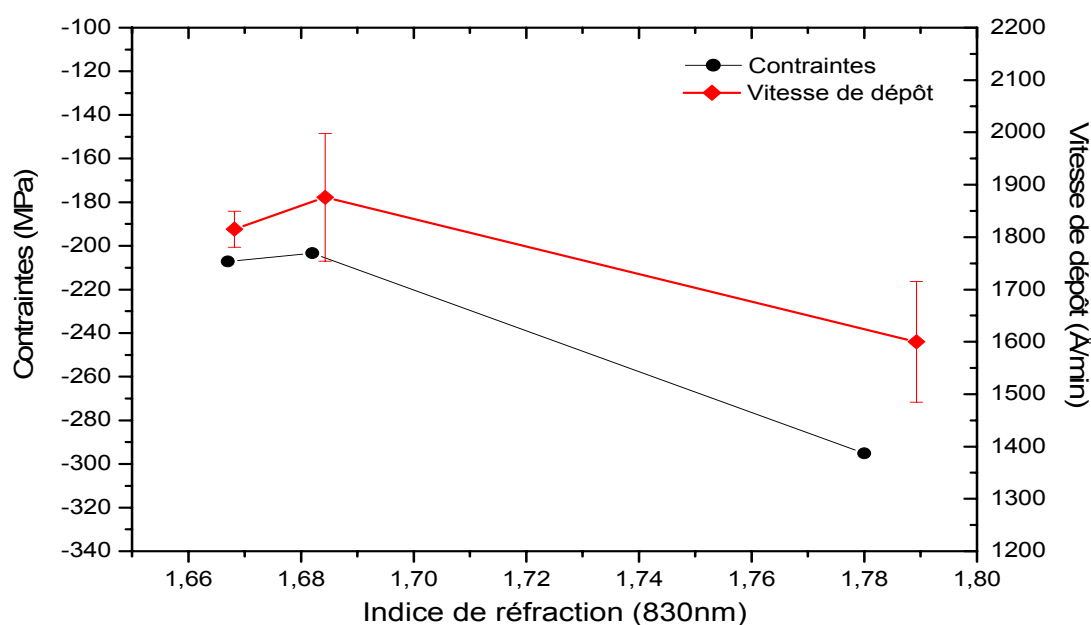


Figure I-31: Variation des contraintes et de la vitesse de dépôt en fonction de l'indice de réfraction

La Figure I-31 montre une décroissance de la contrainte résiduelle compressive lorsque l'indice de réfraction du film diminue.

Le film tend à se relaxer avec un accroissement du rapport O/Si au profit des rapports N/Si et H/Si [I.34]. La structure évolue mécaniquement d'une configuration nitrure vers l'oxyde de silicium. Les contraintes ont tendance à se stabiliser autour de -200MPa en compression, et donc restent élevées pour la réalisation des membranes qui flamberaient lors de leur libération. Afin de minimiser ces contraintes en compression, une étude a tout d'abord été réalisée sur l'influence de la température de dépôt puis sur l'effet des recuits thermiques pour le procédé décrit sur le Tableau I-11.

SiH₄ (sccm)	NH₃ (sccm)	N₂O (sccm)	N₂ (sccm)	croissance (A/min)	Contraintes (MPa)	n à 830nm	T (°C)
35	15	150	1810	1913	- 207	1,667	300

Tableau I-11 : Paramètres choisis pour l'étude des dépôts oxynitrure

I.4.4.3. Influence de la température de dépôt

Les films précédemment élaborés ont été déposés pour une température de support du réacteur de 300°C, cette température est préconisée pour la plupart des procédés développés par STS. Dans le but de diminuer les contraintes initiales, nous avons élaboré deux dépôts à 200°C ayant pour épaisseur 2 et 6 µm, ces dépôts sont comparés ensuite à ceux réalisés à 300°C. Le Tableau I-12 montre la valeur des contraintes de dépôt obtenues.

Procédé	Contraintes (MPa)		
	Moyennes	Maximales	Centre
2µm à 300 °C	-207	-250	-207
2µm à 200 °C	-125	-130	-125
6,2 µm à 200 °C	-100	-110	-100

Tableau I-12: Evaluation des contraintes en fonction de l'épaisseur et de la température de dépôt

La diminution de la valeur des contraintes avec la baisse de la température de dépôt a été évoquée par [I.36]. Les hypothèses probables de cette diminution sont l'incrustation d'un grand nombre de liaisons Si-H et N-H dans les couches lorsque la température du support baisse et qui ont tendance à relaxer le film [I.37] [I.38].

Les contraintes dans les films de 6,2µm obtenus à 200°C sont comparables à celles obtenues pour les films de 2µm.

I.4.4.4. Caractérisation chimique

La caractérisation chimique permet de déterminer la composition au niveau atomique de l'élément SiO_xN_y . La méthode théorique basée sur le calcul de Bruggeman issue de la théorie du milieu effectif est comparée avec les moyens issus de l'expérience.

✱ Détermination de la composition du film par ellipsométrie

Le modèle considère que le film d'oxynitride est un milieu hétérogène composé d'oxyde et de nitrure de silicium en proportions variables. La constante diélectrique ε du milieu est fonction des fractions volumiques du nitrure fa , et de l'oxyde fb selon les relations suivantes :

$$fa \left(\frac{\varepsilon_a - \varepsilon_{ab}}{\varepsilon_a + 2\varepsilon_{ab}} \right) + fb \left(\frac{\varepsilon_b - \varepsilon_{ab}}{\varepsilon_b + 2\varepsilon_{ab}} \right) = 0 \quad \text{et} \quad fa + fb = 1 \quad \text{Équation 8}$$

(ε_a , ε_b) : constante diélectrique du nitrure et de l'oxyde de silicium

Etant donné que les milieux sont transparents, on peut écrire $\varepsilon_{ab} = n^2$, où n présente l'indice de réfraction du milieu. Par combinaison des équations, on déduit :

$$fa = \frac{2n^4 + n^2(n_a^2 - 2n_b^2) - n_a^2 n_b^2}{3n(n_a^2 - n_b^2)} \quad \text{et} \quad fb = \frac{2n^4 + n^2(n_b^2 - 2n_a^2) - n_a^2 n_b^2}{3n(n_b^2 - n_a^2)} \quad \text{Équation 9}$$

n_a = Indice de réfraction du nitrure de Silicium (1,95)

n_b = Indice de réfraction de l'oxyde de Silicium (1,47)

n = Indice de réfraction de l'oxynitride (1,667)

Ainsi, la stoechiométrie de l'oxynitride est déterminée en fonction des fractions volumiques (fa , fb), et des concentrations atomiques des éléments qui composent le milieu :

$$\frac{N}{Si} = \frac{fa[N]_a}{fa[Si]_a + fb[Si]_b} \quad \text{et} \quad \frac{O}{Si} = \frac{fb[O]_b}{fa[Si]_a + fb[Si]_b} \quad \text{Équation 10}$$

Où : $[Si]_b = 2,1047510^{22} \text{ at/cm}^3$ $[Si]_a = 3,79989110^{22} \text{ at/cm}^3$

$[N]_a = 5,06610^{22} \text{ at/cm}^3$ $[O]_b = 4,209510^{22} \text{ at/cm}^3$

représentent les concentrations atomiques des éléments Si, N et O dans un film de nitrure ou d'oxyde de silicium.

Ainsi, on peut déduire les rapports atomiques d'azote et d'oxygène par rapport au silicium, contenu dans un film d'oxynitrure de silicium, et ayant un indice de réfraction de 1,667 :

$$\frac{N}{Si} = 0,76 \qquad \frac{O}{Si} = 0,86$$

* Détermination de la composition du film par analyse RBS

Les expériences RBS ont été réalisées au centre d'Etudes Nucléaires de Bordeaux (CENBG). L'échantillon est placé dans la chambre d'analyse sous un vide de 2.10^{-6} torr, la zone à étudier étant face au faisceau de particules incidentes. Ce dernier est constitué par un flux d'ions He^+ d'énergie égale à 2MeV délivré par l'accélérateur électrostatique de type Van De Graaff, et forme sur la cible un courant incident de 10nA. Les particules incidentes rétrodiffusées par les noyaux des atomes cibles sont détectées à 160° de la direction initiale. La Figure I-32 présente le spectre RBS enregistré sur un échantillon de $1,095\mu m$ d'oxynitrure, la profondeur d'analyse est de l'ordre de $0,6\mu m$ et correspond à une surface d'analyse de l'ordre de $7mm^2$. L'abscisse présente l'énergie des particules rétrodiffusées et l'ordonnée exprime le nombre de ces particules vues par le détecteur.

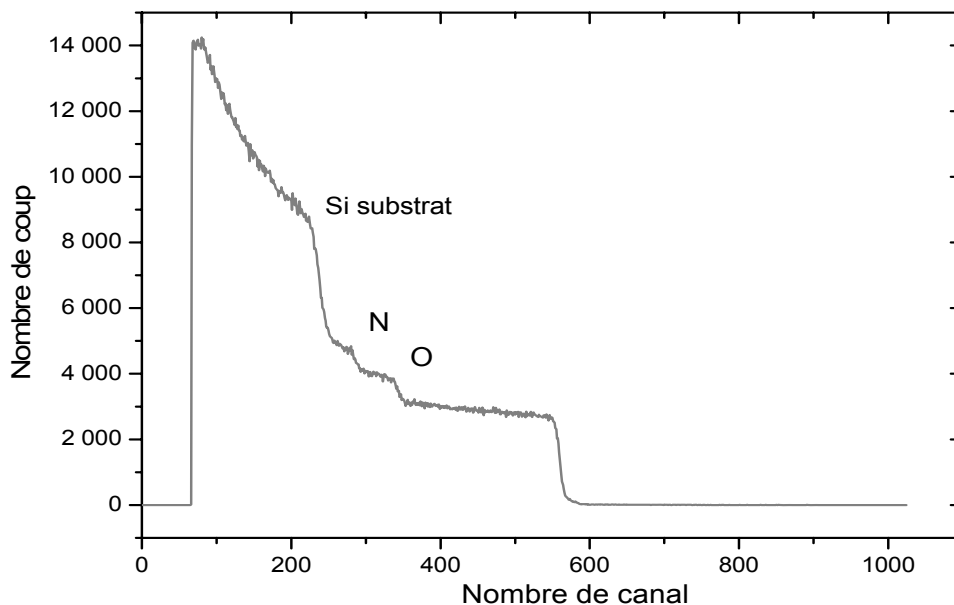


Figure I-32: Spectre RBS enregistré sur un échantillon d'oxynitrure

Ainsi, la stœchiométrie de la couche a été obtenue à partir de la hauteur du palier de chaque constituant. Les pics sont synonymes de détection d'éléments dans les couches minces, tandis que le palier fait référence aux couches massives.

Les rapports de stœchiométrie obtenus exprimés en nombre d'atomes sont :

$$\frac{N}{Si} = 0,74 \pm 0,07 \qquad \frac{O}{Si} = 0,74 \pm 0,07$$

A la précision de mesure, les rapports de stœchiométrie obtenue par RBS s'approchent des calculs obtenus par la méthode Bruggeman.

I.4.4.5. Détermination de la permittivité relative de l'oxynitruure

La permittivité relative d'un matériau traduit l'aptitude d'un matériau à s'opposer au passage du champ électromagnétique. Afin de déterminer sa valeur, nous avons fabriqué des capacités circulaires de type MIM (Métal, Isolant, Métal) de diamètre égale à 965 et 1975 μ m, réalisées sur un substrat silicium. Le procédé technologique pour la réalisation de ces capacités est simple :

- Dépôt par évaporation sous vide d'une bicouche en Titane/Au (100/500 nm) [électrode inférieure]
- Dépôt PECVD de la couche à caractériser en oxynitruure (220 nm)
- Dépôt par évaporation sous vide d'une couche en Aluminium (2 μ m) [électrode supérieure]
- Photolithographie à travers la résine AZ1529 et gravure de l'Aluminium dans une solution liquide.
- Gravure liquide de l'oxynitruure dans l'acide fluorhydrique tamponné (HF 45%).

La caractérisation de ces capacités a été effectuée au LGET (Laboratoire de Génie Electrique de Toulouse) sous pointes pour une fréquence variant de 0,01Hz jusqu'à 1MHz et appliquant une tension alternative d'un Volt. La Figure I-33 et la Figure I-34 montrent l'évolution de la capacité en fonction de la fréquence pour différents diamètres de capacités.

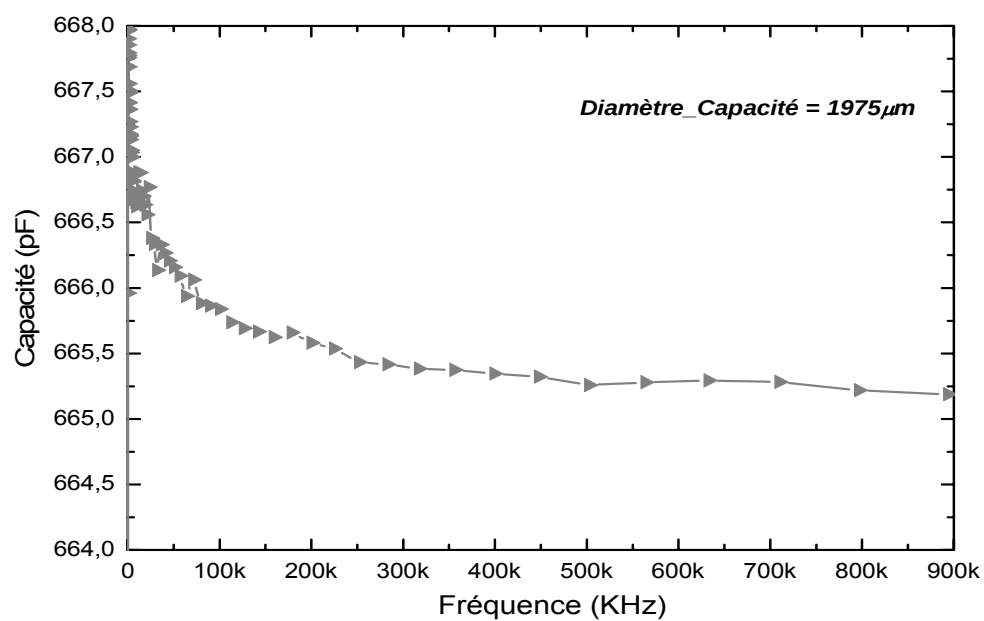


Figure I-33 : Evolution fréquentielle de la capacité MIM pour un diamètre de 1975 μ m

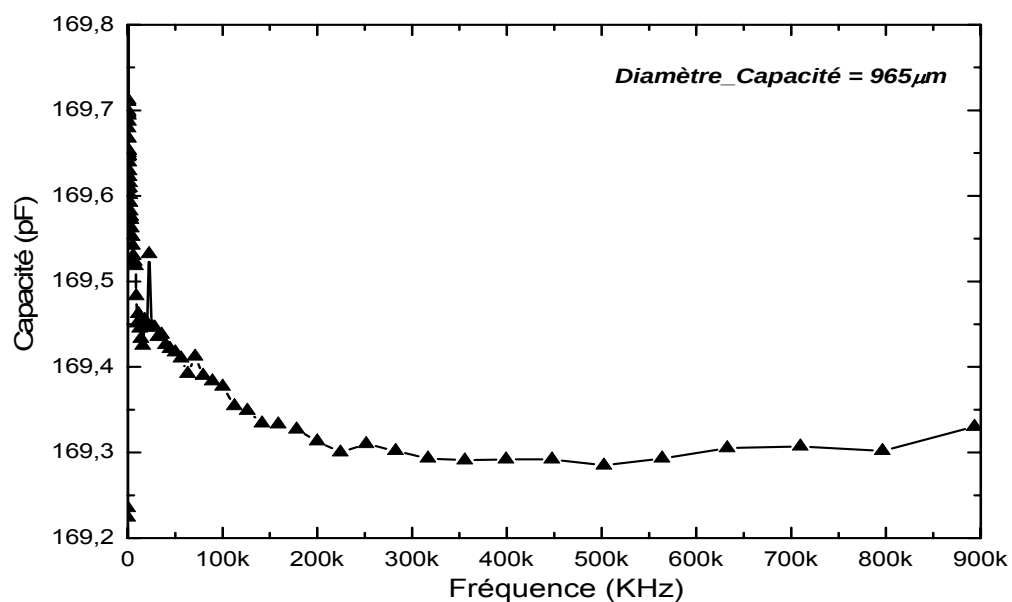


Figure I-34 : Evolution fréquentielle de la capacité MIM pour un diamètre de 965 μ m

Les capacités obtenues pour un diamètre de 965 et 1975 μm sont de l'ordre de 169 et 665pF respectivement. En se basant sur l'équation du condensateur plan à savoir :

$$C = \frac{\varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r \cdot \pi \cdot d^2}{4 \cdot e} \quad \text{Équation 11}$$

- ε_0 : Permittivité du vide ($10^{-3}/36 \cdot \pi$ pF/ μm)
- e : épaisseur du diélectrique (0.22 μm)
- d : diamètre de la capacité

On déduit que la permittivité relative de l'oxynitride calculé varie entre 5,4 et 5,7.

I.4.4.6. Recuit Thermique

Les valeurs des contraintes intrinsèques dans les couches sont compressives (cf. Tableau I-12). Afin d'obtenir des couches faiblement en tension et stable, on a réalisé une série de recuits sur les films d'oxynitride déposés à 200°C et 300°C.

* Recuit thermique 1

Trois plaquettes d'oxynitrides sont étudiées. Chaque plaquette subit le même traitement thermique réalisé sur l'oxyde et le nitrure. Le recuit consiste introduire les plaquettes à la température de dépôt (200 ou 300°C). Une rampe de 5°C/min permet de réaliser des plateaux de températures de 30 minutes. Après chaque plateau, les plaquettes sont évacuées à la température de dépôt, et les contraintes sont mesurées à la température ambiante. La Figure I-35 montre l'évolution des contraintes en fonction de la température de recuit.

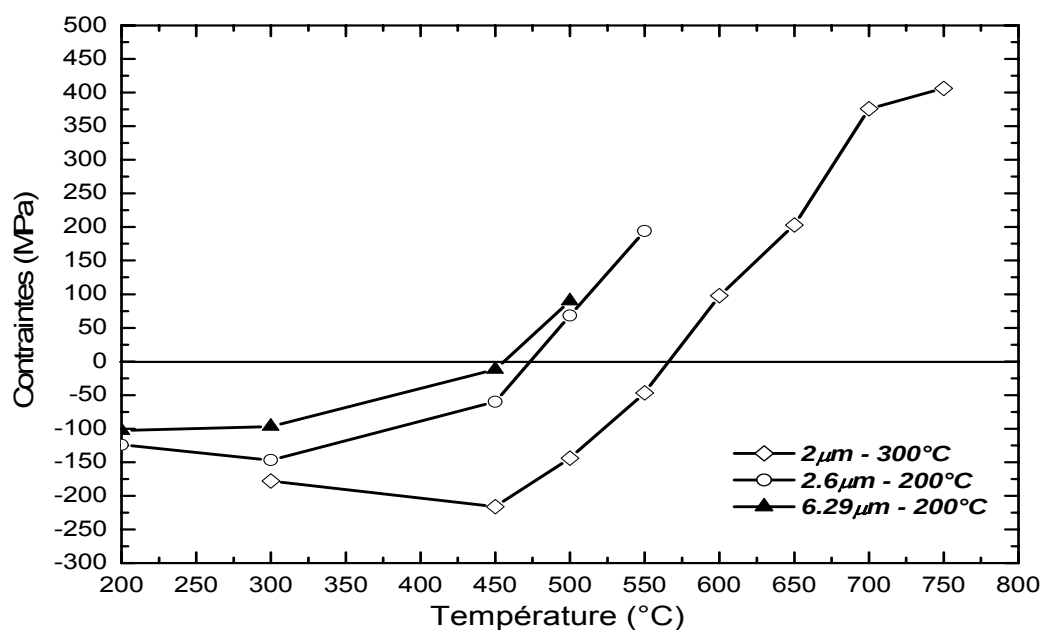


Figure I-35 : Variation des contraintes en fonction de la température

Le recuit des couches en oxynitrides présente des allures similaires à celle obtenues pour le nitrure de silicium. Les contraintes compressives de dépôt évoluent vers la tension jusqu'à la fissuration des films. La rupture des films en oxynitrides a été évoquée par [I.36] [I.39] qui constatent que le phénomène est lié à la présence d'un taux élevé d'azote par rapport à celui d'oxygène. Les couches ont alors un comportement mécanique similaire à celui du nitrure.

✱ Recuit thermique 2

En se basant sur les valeurs de température nécessaire pour obtenir des films en tension à partir des dépôts effectués à 200°C, des recuits ont été réalisés entre 450°C et 550°C, en effectuant une rampe de température (5°C/min) à partir de 450°C qui constitue la température de chargement et de déchargement des plaquettes (cf. Figure I-36). Ces tests ont été réalisés sur deux plaquettes avec 6,3µm d'oxynitride.

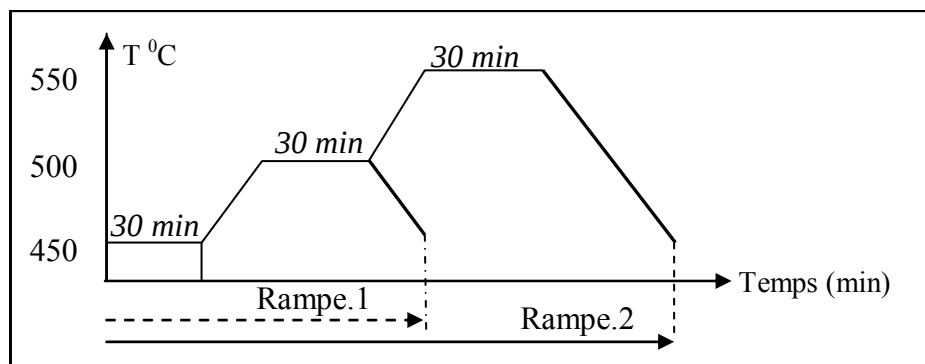


Figure I-36 : Rampe de recuit progressive

Les plaquettes recuites à 500°C (rampe.1) et 550°C (rampe.2) exhibent des contraintes en tension de l'ordre de 130 et 200MPa respectivement. Ces valeurs sont similaires à celles obtenues avec le traitement thermique 1. Ainsi, les valeurs obtenues à 500°C montre que les contraintes dependent surtout du plateau de temperature atteint, et non des traitements thermiques qui précèdent. Aucune fissuration n'a été observée à la surface des films pendant le recuit.

✱ Recuit thermique 3

Afin de confirmer et d'affiner le contrôle des contraintes, un dernier recuit a été réalisé sur de nouvelles plaquettes d'oxynitride. L'introduction des plaquettes s'effectue à la température de dépôt. Après une rampe de température de 5°C/min, un palier d'une heure (au lieu de 30 minutes) à la température désirée (400°C, 450°C, 480°C ou 500°C) est effectué. Les échantillons sont ensuite déchargés à 200°C après une rampe de température de -5°C/min et la mesure de la contrainte s'effectue à température ambiante. Le cycle réalisé est présenté sur la Figure I-37.

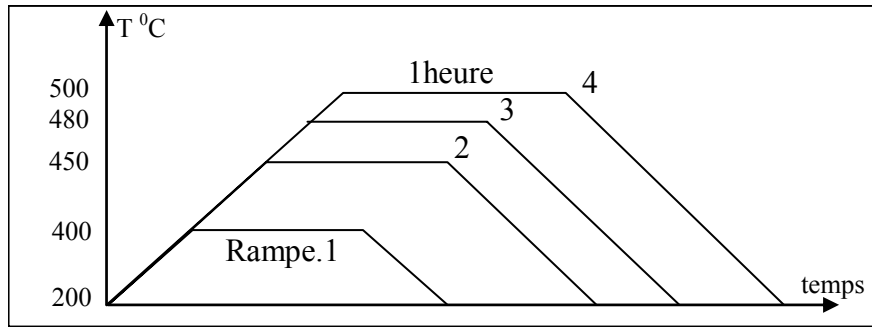


Figure I-37 : Description des quatre plateaux d'une heure de recuit

La Figure I-38 montre la variation des contraintes en fonction de la température. Chaque point de la courbe correspond à une mesure de contraintes effectuée sur une plaquette différente.

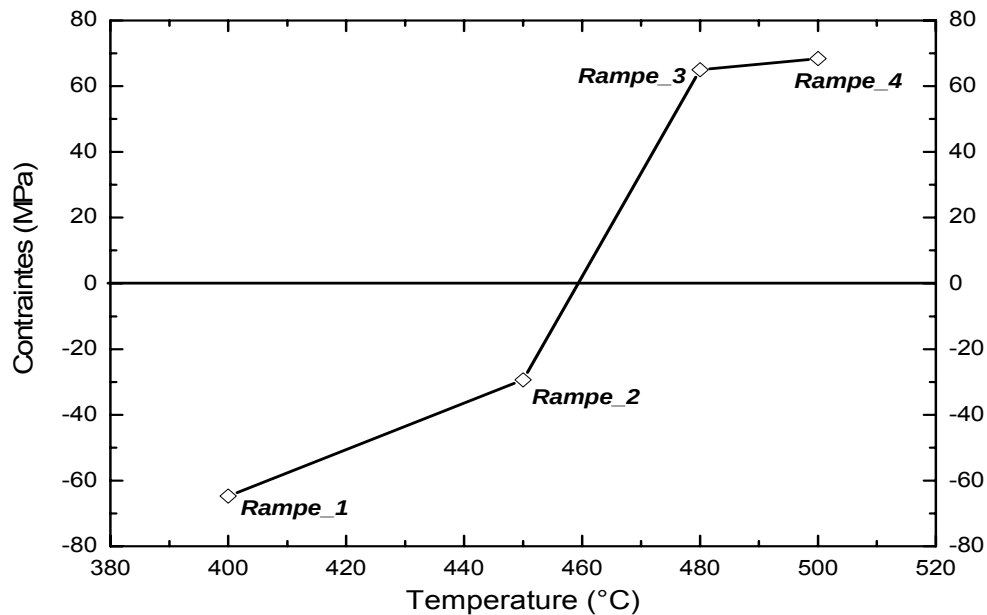


Figure I-38 : Variation des contraintes en fonction de la température pour chaque rampe étudiée

À la vue de la variation des contraintes après une heure de recuit à température donnée, il est possible d'obtenir des contraintes légèrement en tension entre 460°C et 500°C.

I.4.4.7. Influence du temps de recuit

Afin de vérifier si le recuit d'une heure a permis de stabiliser complètement la couche, deux nouvelles plaquettes d'oxynitride de 6 μm (déposées à 200°C) ont été recuites à 480°C et 500°C pendant un temps de recuit cumulé de 7 et de 9 heures respectivement. Le chargement et déchargement des échantillons se fait selon le cycle précédent (200°C), et les contraintes sont mesurées après déchargement des plaquettes toutes les heures. A côté, deux plaquettes différentes ont subi un recuit direct aux mêmes températures, mais avec un temps de 3 et de 5

heures à 480 et 500°C sans déchargement entre temps afin d'estimer l'impact des cycles de température. La Figure I-39 montre l'évolution des contraintes en fonction de la durée du recuit.

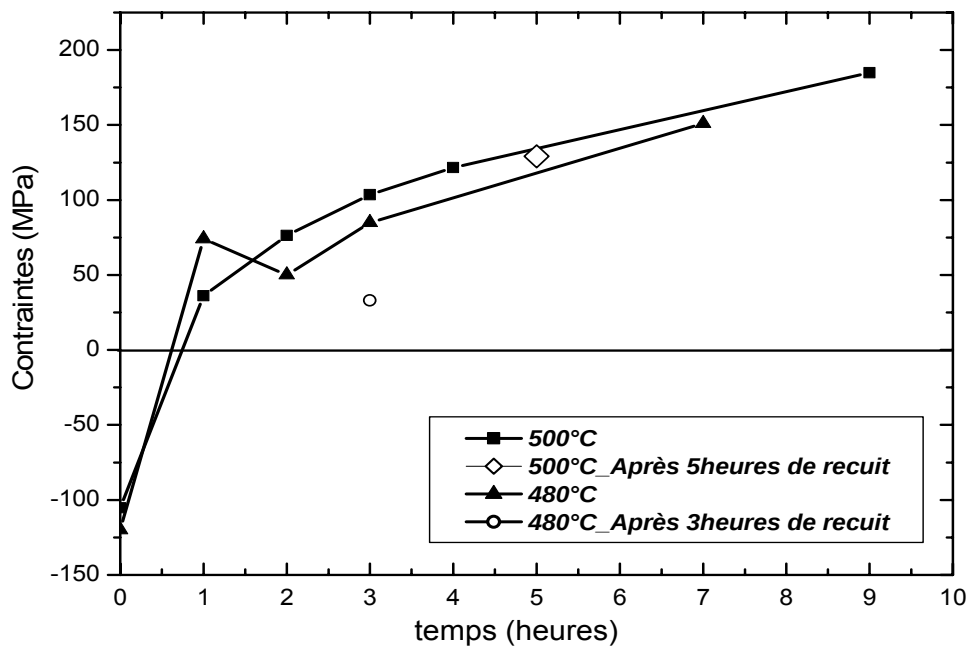


Figure I-39 : Variation des contraintes en fonction du temps de recuit

Bien que le temps de recuit soit assez long dans l'option de stabiliser les contraintes, celles-ci évoluent continuellement jusqu'à atteindre le seuil des contraintes de fissuration. Les films se fissurent alors autour de 185 et 150 MPa. Par comparaison avec le recuit de type 1 à 550°C qui présente des fissurations autour de la même valeur de contraintes, on peut supposer qu'un recuit à 500°C pendant 9 heures est équivalent à un recuit de 30 minutes à 550°C. Ceci signifie que, microscopiquement, les films subissent le même phénomène chimique.

I.4.4.8. Analyse chimique

Dans l'option d'élucider l'évolution des contraintes dans les films d'oxynitrides en fonction des recuits, nous avons étudié la variation de la structure interne des couches par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Ainsi, des mesures en infrarouge ont été effectuées en collaboration avec le laboratoire de génie électrique (LGET-Toulouse) sur des films d'oxynitride de 0,3 µm d'épaisseur avant et après les divers recuits précédemment décrits afin de détecter d'éventuelles instabilités aux niveaux moléculaires.

Etant donné que le dépôt des films d'oxynitride est basé sur l'injection de l'oxygène (à travers N₂O) dans le procédé d'élaboration du nitrure, nous avons enregistré également le spectre obtenu sur un film de nitrure BF de 0,3 µm d'épaisseur. La comparaison des spectres du

nitrures et de l'oxynitrures va ainsi permettre d'identifier les liaisons chimiques présentes dans les couches d'oxynitrures.

Afin d'accéder au spectre du dépôt, on a enregistré en premier le spectre du silicium nu, ce dernier va être soustrait du spectre total. La résolution du spectromètre est de 4cm^{-1} sur un intervalle entre 400 et 4000cm^{-1} . Les Figure I-40 et Figure I-41 comparent le spectre d'absorption en infrarouge du nitrures avec celui de l'oxynitrures de silicium.

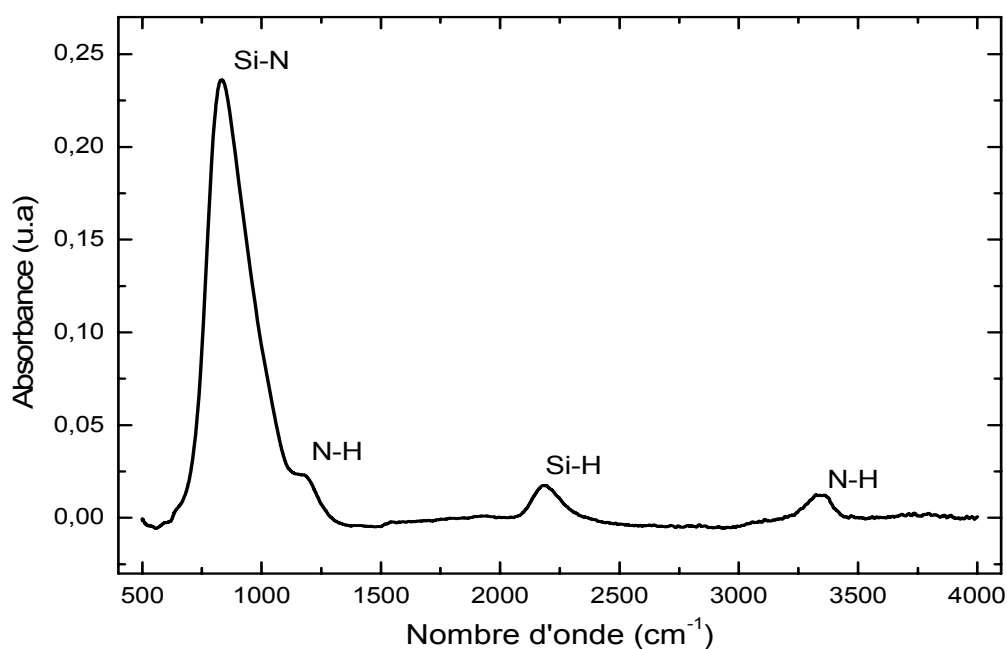


Figure I-40 : Spectre d'absorption en Infra rouge du nitrures avant les traitements thermiques

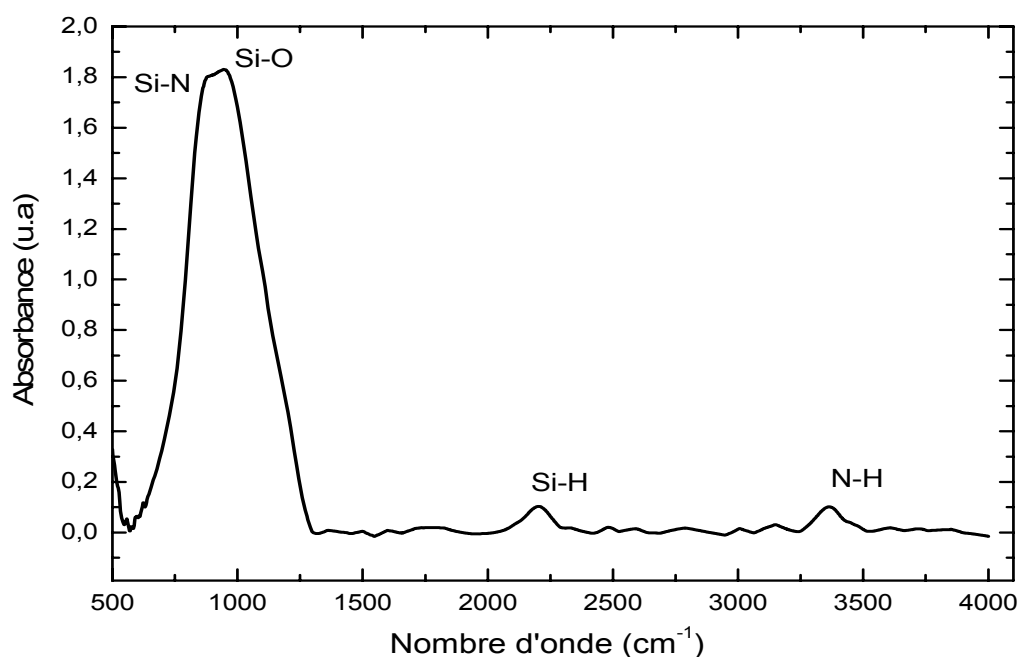


Figure I-41 : Spectre d'absorption en Infra rouge de l'oxynitrures avant les traitements thermiques

On relève sur le spectre enregistré sur le nitrure la présence de quatre pic de vibrations relatives aux différentes liaisons existantes. Selon la bibliographie [I.14] [I.40], ces pics correspondent à la liaison pure de type Si-N ainsi qu'aux différentes liaisons imposées par l'incrustation de l'hydrogène dans le réseau. Ces liaisons sont résumées dans le Tableau I-13 suivant.

Liaison	$1/\lambda \text{ (cm}^{-1}\text{)}$	Type de liaisons
λ_1	834	Si-N (Stretching)
λ_2	1167	N-H (Bending)
λ_3	2185	Si-H (Stretching)
λ_4	3340	N-H (Stretching)

Tableau I-13 : Position de vibration des liaisons dans un dépôt de nitrure

Le spectre infrarouge de l'oxynitrure montre la déformation du pic principal du nitrure de silicium par la création d'une nouvelle liaison de type Si-O relative à l'introduction de l'oxygène dans le réseau de nitrure. On remarque aussi que les autres liaisons sont du même type que celles détectées dans le nitrure hormis la première liaison N-H (1167cm^{-1}) qui est probablement masqué par l'élargissement de la base au niveau de la liaison Si-N. On peut noter aussi l'absence des liaisons O-H, ce qui indique que la totalité des atomes oxygène est lié au silicium [I.36]. Le Tableau I-14 suivant précise les pics d'absorption de l'oxynitrure.

Liaison	$1/\lambda \text{ (cm}^{-1}\text{)}$	Type de liaisons
λ'_1	891	Si-N (Stretching)
λ'_2	943	Si-O (Stretching)
λ'_3	2204	Si-H(Stretching)
λ'_4	3358	N-H (Stretching)

Tableau I-14 : Position de vibration des liaisons dans un dépôt d'oxynitrure

La Figure I-42 montre une comparaison des différents spectres obtenus après les divers recuits thermiques réalisés sur des films d'oxynitrure.

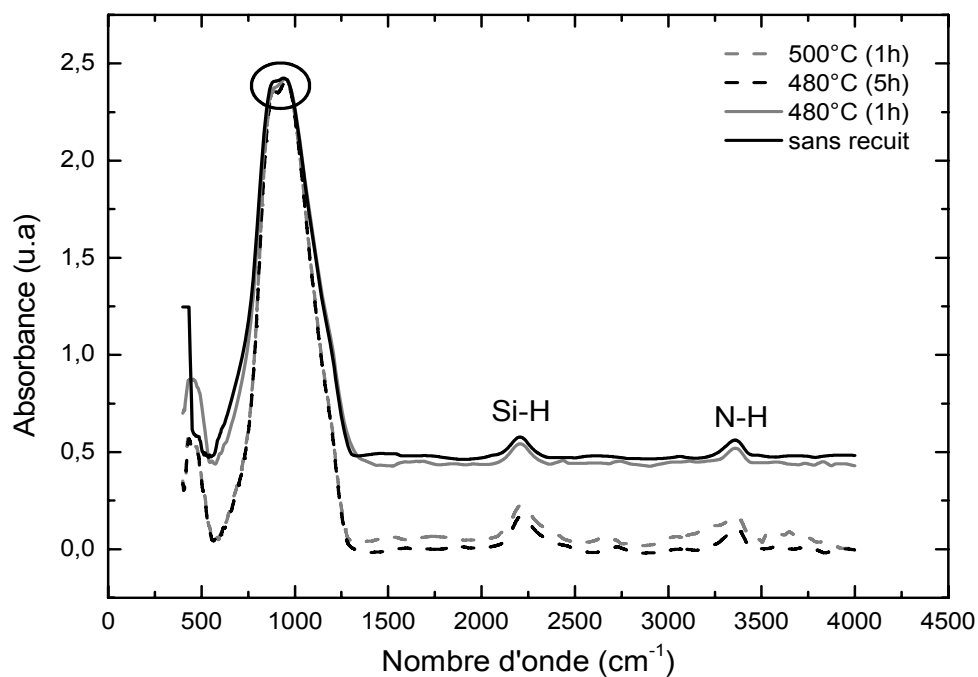


Figure I-42 : Variation de la position de vibration des liaisons d'oxynitrure en fonction des recuits

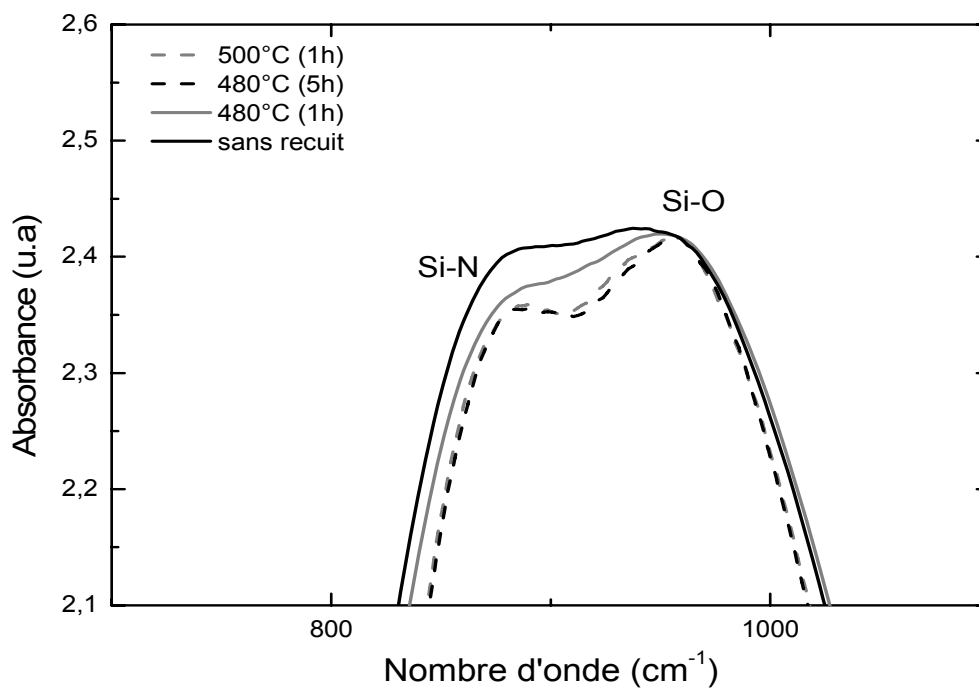


Figure I-43 : Agrandissement montrant la variation de la position de vibration des liaisons principales d'oxynitrure en fonction des recuits

On remarque que les liaisons hydrogénées (N-H et Si-H) dans les films subsistent après la réalisation des recuits. La bande confinant les liaisons principales (Si-O et Si-N) tendent à se rétrécir autour de la liaison Si-N et Si-O ; la liaison Si-N a tendance à se déplacer vers les faibles nombres d'ondes, tandis que la liaison Si-O subit le chemin inverse synonyme d'un décalage du pic d'absorption vers les grands nombres d'ondes. Le film a tendance à se restructurer vers l'oxyde de silicium (liaison théorique : $\text{Si-O}=1080\text{cm}^{-1}$) [I.41] [I.42].

La séparation de phase pourrait probablement expliquer la fissuration observée dans les films lors de la montée en température. En effet, on pense que la tendance de l'oxygène à se déplacer vers les grands nombres d'onde s'accompagne par une expansion du volume et une génération de contraintes en tension. Ces contraintes en tension augmentent mais atteignent la contrainte de rupture à cause de la présence d'une phase de nitrure Si-N plus stable avec la température.

[I.43] a rapporté que l'évacuation de l'hydrogène et de l'azote peut se réaliser sans rupture des liaisons N-H à travers le réseau cristallin. Afin de clarifier l'évolution des liaisons hydrogénées, un échantillon a subi un recuit à 800°C bien qu'à une telle température, la couche se fissure. Ainsi, la Figure I-44 compare les spectres obtenus à 200°C et 800°C .

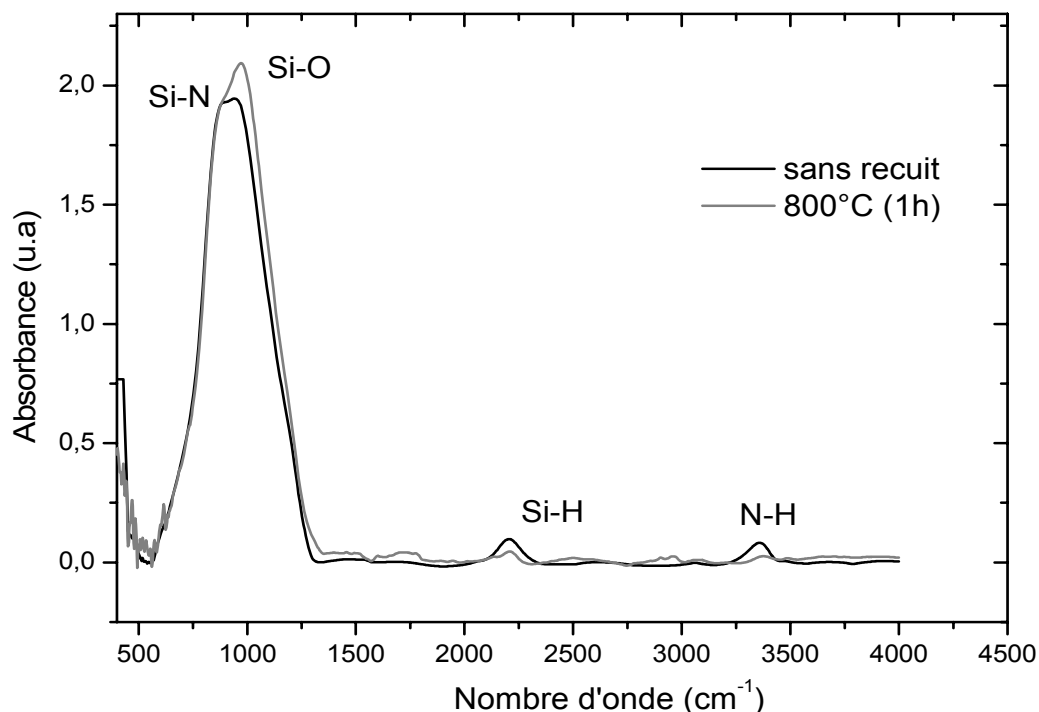


Figure I-44 : Position de vibration des liaisons d'oxynitrure en fonction des recuits (200°C et 800°C)

Ainsi, les recuits à haute température (800°C) causent la rupture des liaisons N-H. On note seulement un affaiblissement du pic de la liaison Si-H car il nécessite probablement une température de recuit plus élevée.

En conclusion, le recuit des couches en oxynitride entraîne une réduction de la concentration de l'hydrogène et de l'azote. Cette réduction s'accompagne par la restructuration au niveau des liaisons pures. Les liaisons Si-N se déplacent vers les faibles longueurs d'ondes, alors que les liaisons Si-O ont tendance à se déplacer vers les grandes longueurs d'ondes (séparation de phase). Cette séparation de phase s'accompagne de la fissuration du matériau à la température de recuit.

I.4.4.9. Détermination du gradient de contraintes

✱ Introduction

Le gradient de contraintes $\Delta\sigma_1$ dans les couches d'oxynitride a été évalué après la réalisation de différents recuits. En effet, les couches déposées par PECVD doivent être structurées différemment dans l'épaisseur en raison de l'existence de défauts ou de sites interstitiels. De plus, l'existence d'une phase d'amorçage au niveau du plasma induit des couches riches en silicium pendant les premières phases de dépôt. Dans cette optique, la valeur du gradient de contraintes $\Delta\sigma_1$ a été estimée par la fabrication et la caractérisation de micro-poutres en oxynitride [I.44]. L'étude est réalisée sur des films déposés à 200°C, de 6,3µm d'épaisseur, et ayant subi des recuits à 480°C et 500°C (1heure) ainsi qu'à 480°C (4heures). Après la libération des poutres, celles-ci se déforment sous l'effet des contraintes (Cf. Figure I-45)

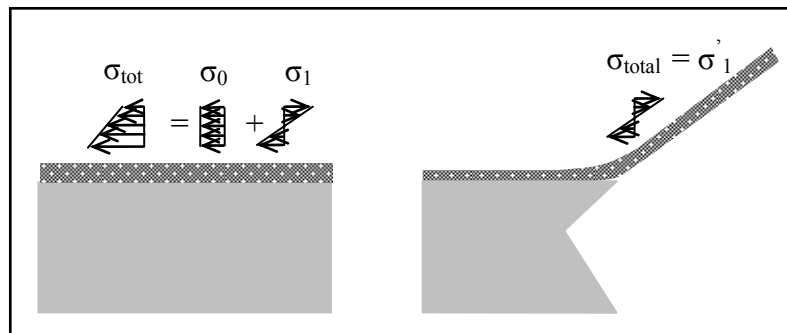


Figure I-45 : Relaxation des contraintes après la gravure du silicium

✱ Procédé technologique de fabrication de micro poutres

Afin de réaliser des structures suspendues, on a opté pour le micro usinage du silicium. La technique utilisée combine la gravure profonde du silicium (DRIE) suivi d'une gravure humide dans le KOH pour la libération des structures. Cette technique sera détaillée dans le chapitre.3. Le masque est réalisé avec une largeur fixe de poutres de 40µm, et de différentes

longueurs allant de 200 jusqu'à 630 μm . La réalisation des microstructures suspendues se fait par la succession des étapes suivantes (cf. Figure I-46).

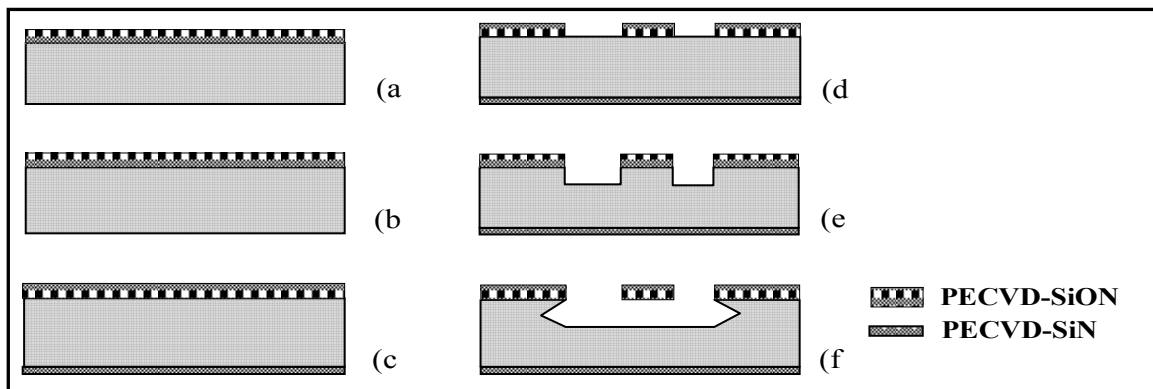


Figure I-46 : Succession des étapes technologiques pour la fabrication des poutres

- a) On utilise des plaquettes de silicium (100) de 400 μm d'épaisseur. On effectue un nettoyage standard basée sur le rinçage des plaquettes dans une solution d'acide Sulfurique/Eau oxygénée ($\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}_2$, 1:2), suivi d'une attaque dans l'acide fluorhydrique HF pour éliminer l'oxyde formé durant le premier rinçage ainsi que l'oxyde natif. A noter que la mesure de la courbure des plaquettes de silicium est réalisée avec le profilomètre mécanique avant la phase de nettoyage. On procède ensuite à un dépôt PECVD de l'oxynitride sur la face supérieure. La courbure de la plaquette est mesurée après dans le but de mesurer les contraintes du dépôt.
- b) Recuit du film en oxynitride à température et à temps donnés. La courbure de la plaquette est ensuite mesurée et comparée à celle de départ afin de calculer les contraintes après recuit du film.
- c) Dépôt PECVD d'une couche de 0,33 μm de nitrure de silicium (SiN-H) en haute fréquence sur la face arrière. Le but de ce dépôt est la protection de la face arrière du Silicium durant l'étape de gravure humide dans le KOH.
- d) Photolithographie sur la face supérieure d'une couche de résine AZ4562 de 7 μm d'épaisseur, suivi d'une gravure humide de l'oxynitride dans le Buffer HF.
- e) Retrait de la couche de résine initiale dans l'acétone, et réalisation d'une deuxième photolithographie sur la face supérieure d'une couche de résine AZ4562 de 10 μm d'épaisseur. Cette résine sert de couche de masquage durant l'étape de gravure sèche du silicium. On procède ensuite à une gravure profonde du silicium de l'ordre de 60 μm .

f) La dernière étape consiste à une gravure humide du Silicium dans le KOH (10M, 85°C) afin de retrancher le Silicium sous les micro-poutres et libérer les structures. Les Figure I-47 et Figure I-48 montre une vue au microscope et au MEB des structures réalisées.

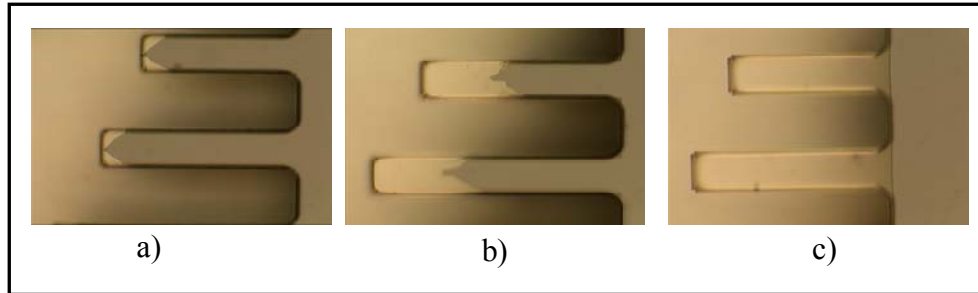


Figure I-47 : Profil des structures a) après 5 minutes b) après 15 minutes c) après 20 minutes de gravure au KOH

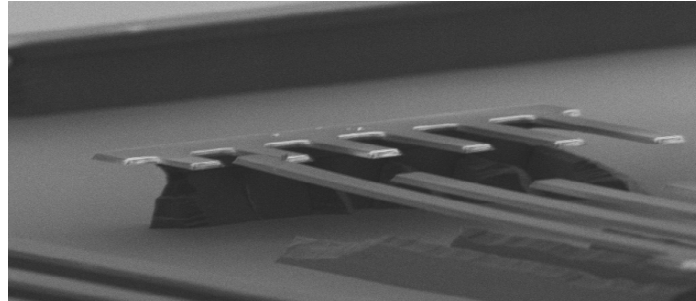


Figure I-48 : Vue au MEB des micro poutres suspendues

* Caractérisation des structures

La caractérisation des structures suspendues est effectuée avec un profilomètre optique (Fogale Zoom Surf 3D) en mesurant la déformation statique des poutres en fonction de leur longueur. La longueur des poutres est mesurée sous un microscope optique Leica calibré au micron près. On s'est basée sur le modèle théorique de [I.44] pour la détermination du gradient de contraintes. Ce modèle prend en compte la rotation à l'encastrement des structures sous l'effet de la relaxation de la contrainte moyenne définie par un angle θ_1 , ainsi que sous l'effet du gradient de contrainte définie par un angle θ_0 . D'autre part, le gradient de contraintes causant la déformation de la poutre hors du plan est considéré comme uniforme dans toute l'épaisseur.

Dans notre cas, et en raison des faibles angles de rotation de l'encastrement ($\theta_1 \approx 0$) la déformation (oy) de la poutre à l'abscisse (ox) se simplifie et s'écrit alors :

$$y = \frac{\Delta\sigma_1}{2.E.h}x^2 \quad \text{Équation 12}$$

Où E est le module d'Young du matériau étudié et h son épaisseur.

La Figure I-49 montre un exemple de la déformation en longueur d'un réseau de poutres.

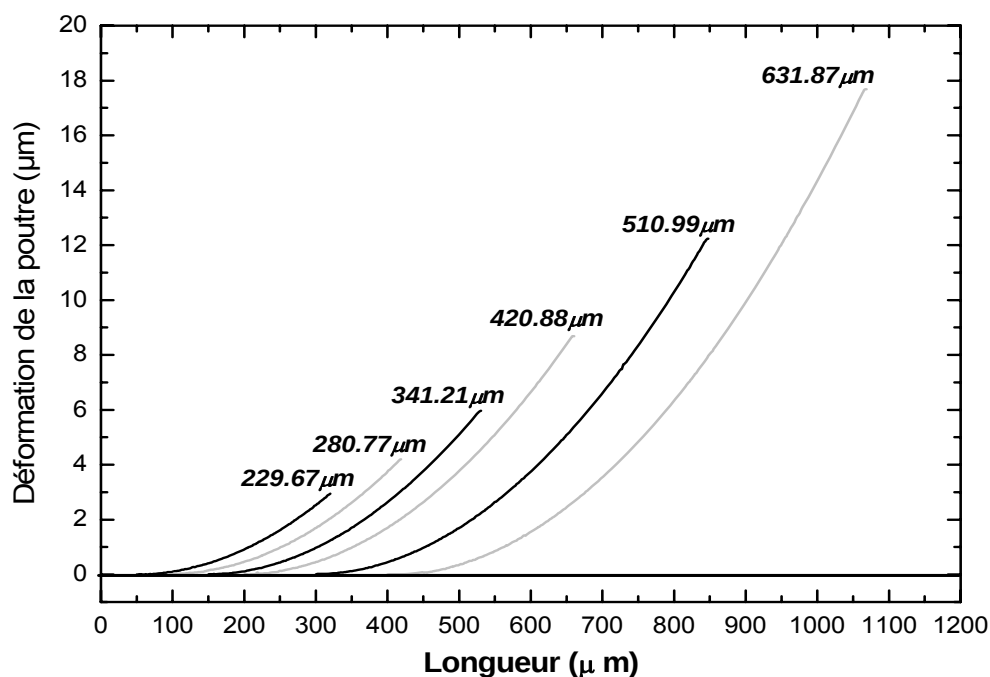


Figure I-49 : Déformation des poutres en fonction de leurs longueurs

Afin d'estimer la gradient des contraintes, le module d'Young de la couche a été mesuré au CNES par nanoindentation sur un film de $1,09\mu\text{m}$ d'épaisseur. La Figure I-50 montre l'évolution du module d'Young en fonction de la profondeur de pénétration pour dix neuf tests réalisés sur différents endroits de l'échantillon.

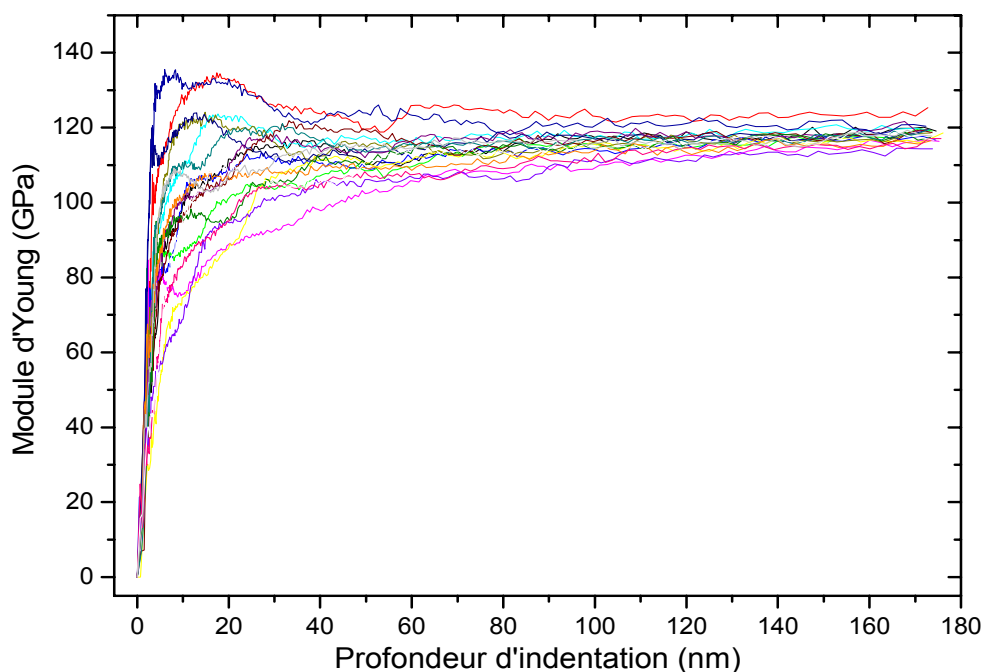


Figure I-50 : Evolution du module d'Young en fonction de la profondeur de l'indenteur

La valeur expérimentale correspond à la zone formant un plateau : si la profondeur est trop faible, la présence de rugosité de surface peut entraîner des erreurs trop importantes. Le module d'Young du film est de $117\text{GPa} \pm 3\text{GPa}$ (pour un coefficient de poisson approché de 0,25). Le Tableau I-15 montre les valeurs déduites du gradient de contraintes dans les couches d'oxynitride recuites à différents temps et températures.

	Longueur de la poutre (μm)	Gradient de contraintes Δσ (MPa/μm)	Température de recuit
	230	13,24	480°C (1heure)
	280	13,52	
	341	13,6	
	420	13,68	
	511	13,76	
	631	13,84	
Gradient de contrainte Moyen (MPa/μm)	13,6		
	230	9,28	480°C (4heures)
	280	9,12	
	341	9,36	
	420	9,32	
	511	9,32	
	631	9,32	
Gradient de contrainte Moyen (MPa/μm)	9,28		
	230	7,8	500°C (1heure)
	280	8	
	341	8,12	
	420	8,04	
	511	8,08	
	631	7,88	
Gradient de contrainte Moyen (MPa/μm)	7,98		

Tableau I-15 : Calcul du gradient de contraintes dans les couches d'oxynitride

Le gradient de contraintes diminue lorsque la température ou le temps de recuit augmente. Le film a tendance à se restructurer, mais sans obtenir un état homogène sur toute l'épaisseur de la couche. Ceci peut être lié à la différence importante de constitution entre les premières couches du dépôt et le reste de la couche.

I.5. TECHNOLOGIE DES CIRCUITS

I.5.1. Introduction

Cette partie présentera la technologie de fabrication des conducteurs métalliques nécessaire à l'élaboration des circuits hyperfréquences (Antennes, filtres, inductances,...). Cette technologie ayant été détaillée dans les thèses précédentes, nous présenterons uniquement les points importants pour notre problématique.

Le matériau conducteur principal demeure l'or en vue de sa faible résistivité électrique qui tend à minimiser l'effet de l'épaisseur de peau, ainsi qu'à son excellente tenue aux bains chimiques les plus violents. Les principales techniques de croissance de l'or sont les dépôts par évaporation sous vide et l'électrodéposition. Les dépôts d'or sont sélectifs et se font dans un masque de résines épaisses (PLP100 de 16 μ m ou AZ4562 de 10 μ m) selon les deux techniques de photolithographie communes à savoir la LIGA ou le 'Lift-off'.

Une couche d'accrochage en titane (100nm) est communément déposée par évaporation entre le film en or et la couche diélectrique pour compenser la mauvaise adhérence de l'or sur les surfaces diélectriques.

I.5.2. Technique d'élaboration des conducteurs par évaporation sous vide

Cette technique consiste à bombarder et à évaporer le matériau à déposer grâce à un faisceau d'électrons. Les atomes vaporisés se propagent ensuite dans l'enceinte et se condensent sur les substrats. Ces derniers sont portés sur un dispositif planétaire ou sphérique, mis en rotation afin de garantir une bonne uniformité des dépôts. Enfin, l'évaporation sous vide permet d'effectuer un dépôt successif d'une bicouche sans remise à l'air, ce qui permet de déposer de l'or sur du titane sans oxydation de ce dernier.

En faisant référence aux deux techniques de photolithographie citées ci-dessus, seul le Lift-off permet de réaliser des conducteurs en or par évaporation grâce aux flancs inclinés de la résine avec une vitesse de dépôt de l'ordre de 10 $\text{\AA}$ /sec. Le procédé retenu pour la réalisation du Lift-off repose sur l'utilisation d'une double couche de résine en LOR et AZ1529. L'épaisseur totale de cette bicouche de résine est de 6 μ m et reste ainsi suffisante pour déposer une large gamme d'épaisseur de métal en respectant la condition du lift à savoir $\text{épaisseur_résine} > 1,5 \times \text{épaisseur_métal}$. Le Lift-off est réalisé selon les conditions du Tableau I-16.

3ml de LOR	Vitesse (tr/min)	Accélération (tr/min/sec)	Temps (sec)
	5000	5000	30
Pré recuit	170°C pendant 5minutes		
AZ-1529	Vitesse (tr/min)	Accélération (tr/min/sec)	Temps (sec)
	5000	5000	30
Pré recuit	105°C pendant 1minute		
Insolation	Insolation de l'AZ1529		
Développement	AZ400K Développer (1/4). Cette étape sert à développer les résidus de l'AZ1529, mais à graver aussi le LOR		

Tableau I-16 : Conditions de dépôt de résine pour la réalisation du Lift off

La Figure I-51 montre les profils de résine obtenus par Lift-off.

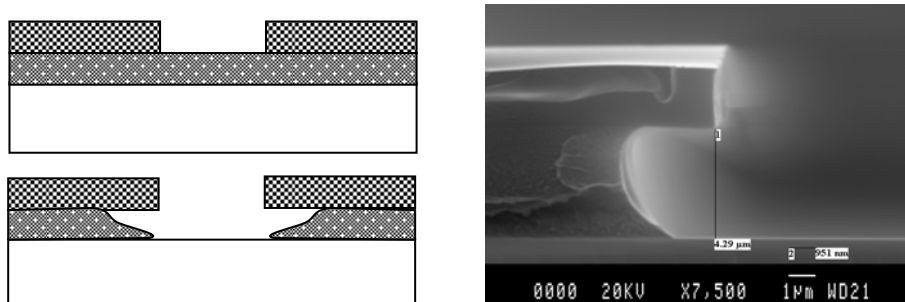


Figure I-51 : Profil de la résine obtenu par Lift-off [I.45]

Ainsi, pour la réalisation des conducteurs, on s'est fixé une épaisseur autour de 2μm, la mesure de l'uniformité par plaquette est de l'ordre de 6%, les contraintes sont de l'ordre de 117MPa ± 15% (Cette valeur inclue les contraintes dans le Titane).

I.5.3. Technique d'élaboration des conducteurs par électrodéposition

L'électrodéposition s'effectue dans une solution aqueuse. Cette dernière contient les ions Au⁺ nécessaire à la croissance des conducteurs en Or. Les ions sont accélérés vers le substrat fixé sur la cathode et sont ensuite neutralisés par combinaison avec les électrons du circuit extérieur. La solution principale utilisée pour les dépôts électrochimiques est à base d'Aurocyanure de potassium K(Au(CN)₂) à 40°C. Dans ce cas, les moules de résines sont uniquement en résine de type AZPLP100 de 16μm, et sont réalisés par procédé LIGA. La vitesse de croissance de l'or est de l'ordre de 6μm/heure. En parallèle, on a testé les

performances d'un nouveau bain d'Au sulfite à 50°C, ce dernier bain offre une très faible rugosité nécessaire à la fabrication de ponts métalliques actionnables électrostatiquement [I.46]. Ce dernier bain utilise le même procédé LIGA avec la résine AZ4562 de 10µm ou AZPLP100 et la vitesse de dépôt est identique. La réalisation de circuits métalliques par électrolyse nécessite l'évaporation au préalable d'une bicouche d'accrochage en Titane/Au (50/500nm). Ainsi, les conducteurs métalliques réalisés sont de l'ordre de 3 à 4µm d'épaisseur, les contraintes de l'or électrolytique sont très faibles et sont de l'ordre de 5MPa. En résumé, le Tableau I-17 suivant présente une comparaison entre les propriétés électriques et physiques des couches d'or déposées par les deux techniques.

La rugosité donnée pour l'or électrolytique correspond à celle obtenue avant la gravure de la couche d'accrochage (Ti/Au). Si les lignes ne sont pas protégées durant cette gravure, la rugosité augmente fortement ($\approx 150\text{nm}$).

Au	épaisseur (µm)	Stress (MPa)	Rugosité (nm)	Résistivité (µΩcm)
Evaporation sur Titane	0,5	117	2	2,5
Electrolytique (Aurocyanure)	2,5	5 à 10	18	3
Electrolytique (Sulfite)	2,5	5 à 10	5	

Tableau I-17 : Récapitulatif des caractéristiques mécaniques et électriques de l'or

La Figure I-52 montre une vue au profilomètre optique de la déformation des membranes générée par les contraintes dans les conducteurs. On peut noter une concentration des contraintes aux niveaux des marches des conducteurs métalliques. Cette concentration des contraintes est plus significative pour les conducteurs en or évaporés que pour l'or électrolytique.

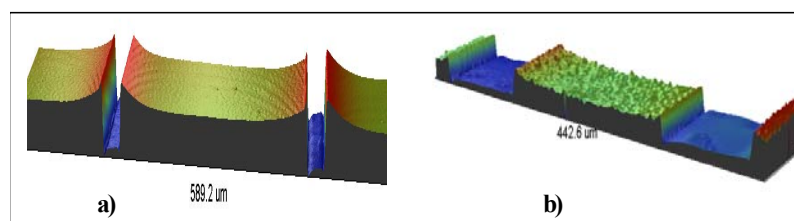


Figure I-52 : Vue au profilomètre optique de la déformation des lignes coplanaires sur membrane

I.6. CARACTERISATION DES CIRCUITS SUR MEMBRANES

I.6.1. Fiabilité mécanique sur membrane $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$

Compte tenu des applications spatiales visées par les circuits suspendus sur membrane, il est nécessaire d'étudier la fiabilité mécanique de ces dispositifs aux contraintes spatiales qui sont particulièrement sévères. Des tests spécifiques correspondants aux normes spatiales ont ainsi été réalisés chez la société MECANO. Ces tests ont été accomplis sur des composants de type filtres sur membrane composite en oxyde/nitride de $1,4\mu\text{m}$ d'épaisseur. La taille de ces membranes varie de $1,5\times 4\text{mm}$ à $1,5\times 8\text{mm}$. Les membranes en oxynitride n'ont pas été testées faute de temps.

Les tests réalisés sont décrits ci dessous :

- Chocs demi-sinus 50g / 11ms (chocs positifs et négatifs)
- Vibrations sinus progressif
 - Sinus maximum 11.25g à 2oct/min, bande 5 à 2000 Hz
 - Sinus maximum 16.60g à 2oct/min, bande 5 à 2000 Hz
 - Sinus maximum 22.50g à 2oct/min, bande 5 à 2000 Hz
 - Sinus maximum 33.75g à 2oct/min, bande 5 à 2000 Hz
 - Sinus maximum 50g à 2oct/min, bande 5 à 2000 Hz
- Vibrations aléatoires [20, 25, 30, 35,40 g RMS] pendant 2 minutes

En conclusion de ces tests, aucune défaillance n'a été relevée sur la plupart des composants. La résistance mécanique de ces membranes est suffisante pour supporter la surpression / dépression d'air pour les essais de choc.

I.6.2. Caractérisation hyperfréquences

Les caractérisations hyperfréquences des circuits coplanaires réalisés sur membrane diélectrique permettent de juger de leurs utilisations aux fréquences millimétriques. Les méthodes de caractérisation ont été initiées au cours des travaux d'Eric Saint-Étienne [I.11], puis optimisées et approfondies aux cours d'autres travaux [I.47].

Une ligne coplanaire est définie par le conducteur central dit conducteur chaud 'w', et deux plans de masse 'w_m'. L'impédance caractéristique est déterminée en fonction de la géométrie des conducteurs métalliques ainsi que du milieu de propagation du champ électromagnétique. Souvent la largeur des plans de masse est fixée à $1000\mu\text{m}$, ce qui permet d'obtenir des impédances variables en ajustant la largeur du conducteur central et des fentes coplanaires 's'. En terme d'adaptation de la ligne, la valeur conventionnelle de l'impédance est de 50Ω , cette

valeur est réalisable technologiquement pour une propagation sur silicium massif, mais reste délicate à obtenir pour une propagation sur membrane puisqu'elle nécessite des largeurs de fentes de $10\mu\text{m}$. Ainsi l'impédance caractéristique sur membrane est supérieure à 75Ω .

D'autre part, La discontinuité des milieux de propagation imposée par la gravure anisotrope du silicium dans le KOH impose une étape de calibrage dite TRL (Thru, Reflect, Line). Elle permet de s'affranchir de cette discontinuité et d'effectuer une mesure intrinsèque de la ligne coplanaire sur membrane.

I.6.2.1. Choix des impédances caractéristiques

*** Accès sur silicium massif**

Le contact des pointes coplanaires de caractérisation avec le circuit se fait sur la partie massive. Ceci est dû d'une part à la fragilité de la membrane, et d'autre part, à la distance signal-masses (pitch) qui est de $150\mu\text{m}$, ce qui impose que $w + 2s < 300\mu\text{m}$. Cette dernière condition est irréalisable sur membrane pour la gamme d'impédance souhaitée vu que les dimensions latérales sont plus imposantes. Les conditions d'adaptation d'impédance des circuits sur silicium massif pour une impédance caractéristique de 50Ω sont $(w, s) = (70\Omega, 50\Omega)$ pour une largeur de plan de masse de $1000\mu\text{m}$, ce calcul géométrique est basée sur la méthode de l'analyse quasi statique et de la transformée conforme [I.11].

*** Lignes coplanaires sur membranes diélectriques fines**

La soustraction du silicium sous les lignes de transmission tend à homogénéiser le milieu de propagation du champ électromagnétique en l'air. Ainsi la permittivité effective de la ligne s'approche de 1,1 [I.11]. En se basant sur la méthode de l'analyse quasi statique et de la transformée conforme, on a dimensionné des lignes coplanaires de différentes géométries sur membranes diélectriques fines, comme le montre le Tableau I-18.

Impédance Z (Ω)	w (μm)	s (μm)
75	300	30
100	300	75
120	150	75
140	95	85
160	120	160

Tableau I-18 : Impédance caractéristique en fonction de (w, s)

I.6.2.2. Choix des motifs de calibration TRL

La calibration TRL permet d'éliminer l'effet de la transition du silicium massif vers la membrane, et de réaliser les mesures dans le plan de la membrane. Ainsi, des motifs de calibration comportant une ligne de longueur nulle (Thru), un court circuit (Reflect) et une ligne de longueur L (Line), sont conçus et intégrés dans le masque de fabrication des lignes coplanaires, et sont mesurées dans le domaine fréquentiel avant chaque caractérisation de lignes coplanaires. Le passage de l'impédance du silicium massif (50Ω) vers la membrane est réalisé via une transition (taper) habituellement progressive (cf. Figure I-53), ou abrupte (cf. Figure I-54).

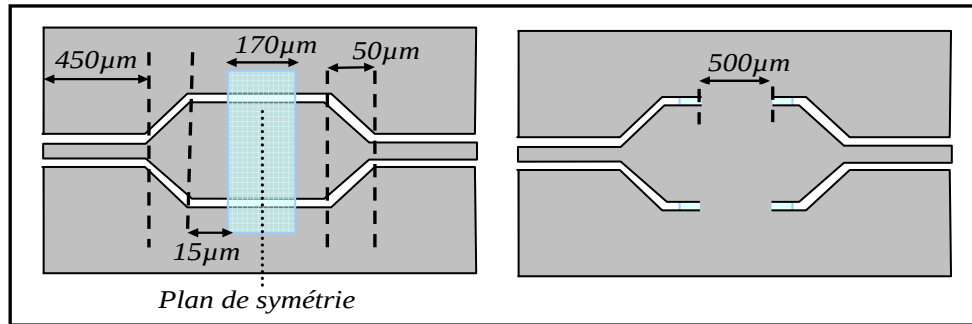


Figure I-53 : Ligne de longueur nulle et court-circuit pour le calibrage TRL -Transition progressive

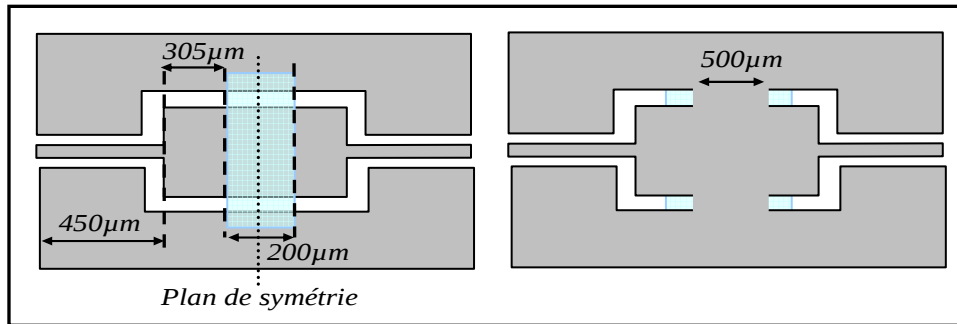


Figure I-54 : Ligne de longueur nulle et court-circuit pour le calibrage TRL - Transition abrupte

Le plan de symétrie de la ligne de longueur nulle a été décalé de $15\mu\text{m}$ et de $305\mu\text{m}$ entre la fin de la transition progressive et abrupte et le début de la membrane respectivement. Ceci est dans le but d'éviter les problèmes de positionnement de la transition après la gravure du silicium.

Le choix de la longueur de la ligne a été aussi ajusté par rapport au domaine de fréquence [0-60Ghz]. Ainsi, la phase pendant la transmission est donnée par :

$$\phi = \frac{2\pi f L}{c} \sqrt{\epsilon_{eff}} \quad \text{Équation 13}$$

f = fréquence d'utilisation

c = vitesse de la lumière dans le vide ($3 \cdot 10^8 \text{ m.s}^{-1}$)

L = Longueur de ligne

ε_{eff} est la permittivité effective de la ligne ($\sim 1,1$ pour une propagation sur membrane)

On définit alors la phase pendant la calibration TRL comme étant incluse entre 0 et 180° avec une marge de 5° , ainsi :

$$\varepsilon < \phi < \pi - \varepsilon \quad \left(\varepsilon = \frac{5\pi}{180} \text{ rad} \right) \quad \text{Équation 14}$$

Soit :

$$\frac{c\varepsilon}{2\pi f_{\min} \sqrt{\varepsilon_r}} < L < \frac{c(\pi - \varepsilon)}{2\pi f_{\max} \sqrt{\varepsilon_r}} \quad \text{Équation 15}$$

On définit la plage fréquentielle comme étant limitée entre 0 et 60 GHz , centrée autour de 30 GHz autour d'un déphasage de 90° . Ainsi, la fréquence centrale est donnée par :

$$\theta = \frac{2\pi f_0}{c} \sqrt{\varepsilon_r} L = \frac{\pi}{2} \quad \text{Équation 16}$$

On déduit alors la longueur de la ligne : $L = 2,5 \text{ mm}$ ainsi que les deux fréquences limites [$f_{\min} = 1.6 \text{ GHz}$, $f_{\max} = 56 \text{ GHz}$] (cf. Figure I-55).

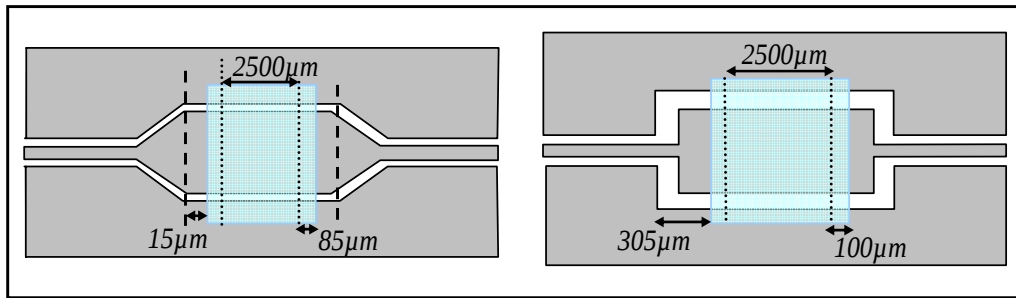


Figure I-55 : Ligne de longueur $L=2,5 \text{ mm}$ pour le calibrage TRL

I.6.2.3. Mesures hyperfréquences

* Comparaison des résultats obtenus pour les deux kits de calibration

Les performances électriques des lignes coplanaires sur membrane composite ont été comparées. Ces lignes de 6 mm de longueur sont fabriquées à partir de dépôts d'or évaporé ou électrolytique de $1,3$ et $2,5 \mu\text{m}$ d'épaisseur respectivement. L'impédance nominale des lignes est fixée à 75Ω . La calibration TRL des circuits est réalisée à partir des kits de calibration

décrits dans les Figure I-53 et Figure I-54. Ainsi, la Figure I-56 et la Figure I-57 compare les résultats de mesure en fréquences des lignes coplanaires suivant le kit de calibration utilisé.

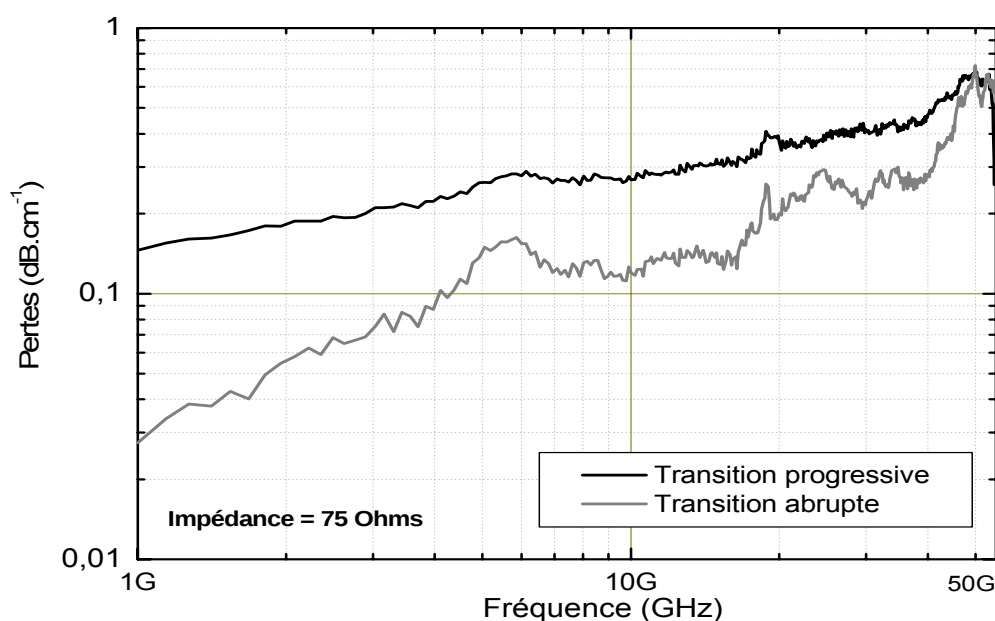


Figure I-56 : Comparaison des pertes obtenus avec les deux kits de calibration pour les conducteurs métalliques en or évaporé

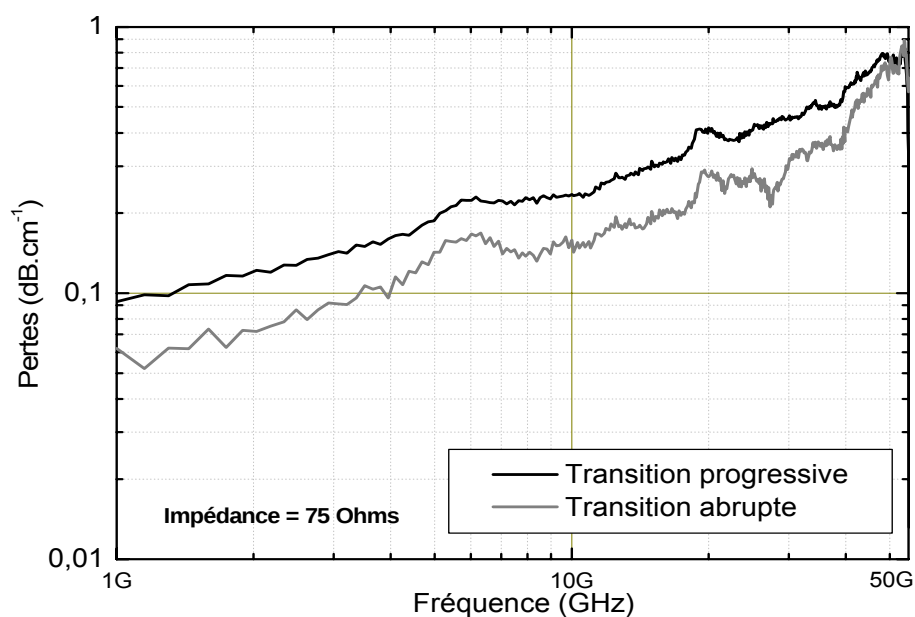


Figure I-57 : Comparaison des pertes obtenus avec les deux kits de calibration pour les conducteurs métalliques en or électrolytique

Les pertes obtenues avec le kit de calibration abrupt sont inférieures de 0,1dB environ à celles obtenues avec le kit de calibration progressif. Ce phénomène n'a pas été expliqué et nécessite des mesures complémentaires pour être confirmé.

* Comparaison des pertes hyperfréquences entre les membranes bicouche (oxyde nitrure) et monocouche (oxynitrure)

Les comparaisons ont été effectuées sur des lignes coplanaires de 6mm de long et de 75Ω d'impédance caractéristique. Les kits de calibrations abrupts ont été utilisés. La membrane composite oxyde/nitrure fait $1,4\mu\text{m}$ d'épaisseur, alors que la membrane d'oxynitrure est constituée d'une couche de $2\mu\text{m}$ d'épaisseur obtenue à 200°C et recuite à 500°C pendant 1heure. Cette faible épaisseur de $2\mu\text{m}$ est nécessaire afin d'obtenir une impédance caractéristique proche de celles des membranes composites en oxyde/nitrure. En effet, les pertes sont liées à la valeur de l'impédance caractéristique (Cf. Figure I-61).

La Figure I-58 compare l'évolution des pertes fréquentielles des lignes coplanaires.

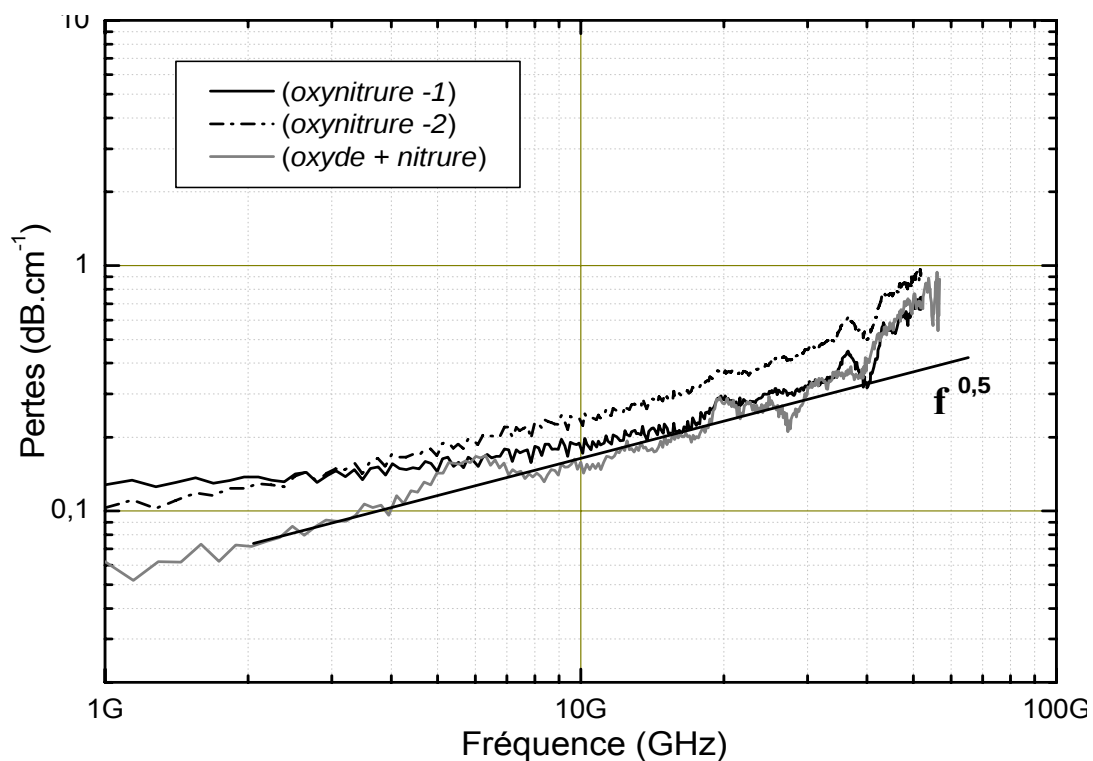


Figure I-58 : Comparaison des pertes sur membrane Bicouche et membrane oxynitrure

Les pertes avec les membranes en oxynitrure sont très faibles ($\approx 0,4\text{dB/mm}$ à 30GHz) et comparables à celles obtenues avec les membranes bicouches $\text{SiO}_2 / \text{SiN}_x$. Les pertes sont d'origine résistives ($\sim \sqrt{f}$). On peut noter également une légère différence entre deux membranes d'oxynitrure différentes. Ces différences peuvent être liées soit à un problème de calibration qui reste difficile pour mesurer des pertes aussi faibles, soit à une dispersion sur la qualité de l'or électrolytique qui a servi à fabriquer les lignes. Le Tableau I-19 précise les pertes en dB.cm^{-1} obtenues pour quelques valeurs de fréquence.

Fréquence (GHz)	Matériaux		
	Oxynitrure.1	Oxynitrure.2	Oxyde + Nitrure
10	0,19	0,23	0,15
20	0,28	0,38	0,27
30	0,32	0,45	0,29
40	0,31	0,5	0,41

Tableau I-19 : Comparaison des résultats de pertes obtenues

La Figure I-59 montre aussi une comparaison de la variation de la permittivité effective des lignes coplanaires réalisées sur les deux types de membranes. La permittivité relative effective est très proche de 1 ce qui confirme que la technologie sur membrane est quasiment transparente pour la propagation.

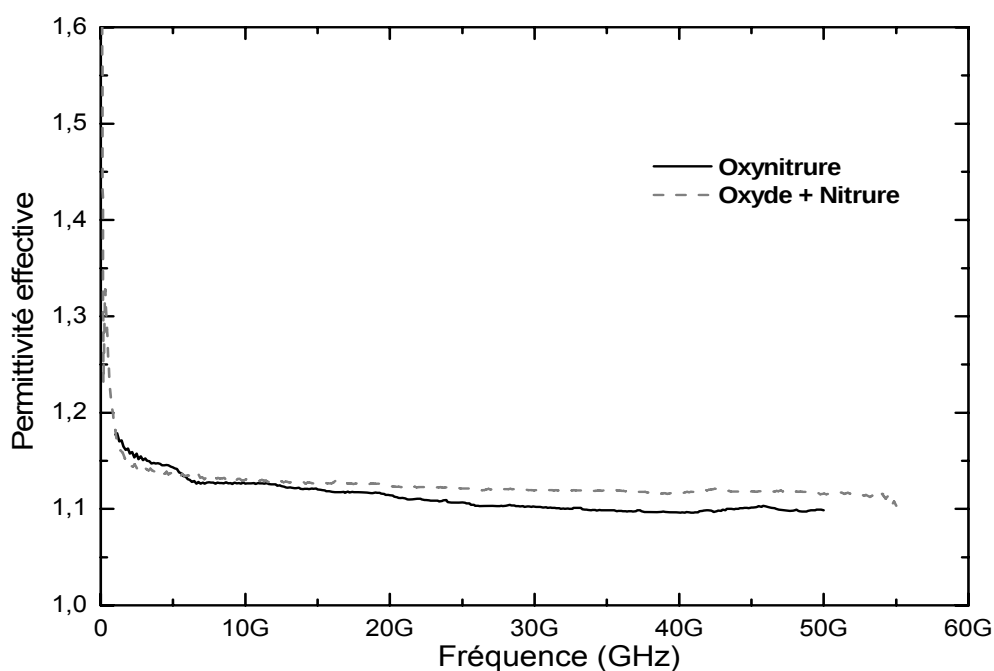


Figure I-59 : Variation de la permittivité effective sur membrane bicouche et oxynitrure

* Pertes des conducteurs métalliques

Nous avons évalué le niveau des pertes essentiellement d'origine résistives, en fonction du type de conducteurs métalliques réalisés. Ces conducteurs sont obtenus soit à partir d'or électrolytique de 2,5 μm d'épaisseur, soit à partir d'or évaporé de 1,3 μm d'épaisseur. Les

lignes de transmission ont été réalisées sur des membranes $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ de 75Ω d'impédance caractéristique. Les kits de calibration abrupts ont été utilisés.

Les pertes d'origine résistive peuvent être exprimées par [I.11]:

$$\alpha_R = \frac{\sqrt{\pi \cdot f \cdot \mu_0 \cdot \rho_c}}{2 \cdot Z_0 \cdot w_{eq}} \quad \text{Équation 17}$$

f = fréquence d'utilisation

w_{eq} est la largeur équivalente du conducteur central, elle correspond à une densité de courant uniforme dans le conducteur central d'épaisseur δ (épaisseur de peau) et de largeur w_{eq} .

μ_0 = Perméabilité du vide = $4\pi \cdot 10^{-7}$ (H.m⁻¹)

Z_0 = Impédance de la ligne

ρ_c = Résistivité du métal ($2,5\mu\Omega\cdot\text{cm}$ pour l'or évaporé, et $3\mu\Omega\cdot\text{cm}$ pour l'or électrodéposé)

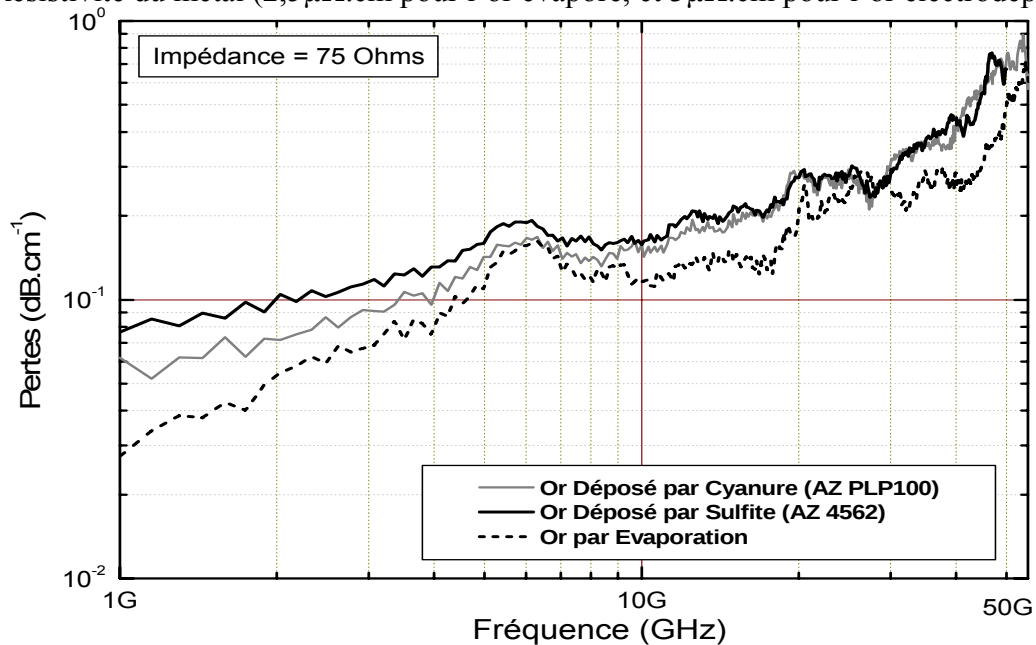


Figure I-60 : Comparaison des pertes pour différents conducteurs métalliques

La Figure I-60 montre que l'or évaporé présente un niveau de pertes légèrement inférieur à celui obtenu avec l'or électrodéposé, bien que son épaisseur d'or soit 2 fois plus faible.

D'après Heinrich [I.48], les pertes diminuent lorsque l'épaisseur de la métallisation augmente et se stabilise lorsque l'épaisseur de métallisation est supérieure à 3 fois l'épaisseur de peau

($\delta = \sqrt{\rho_c / \pi \mu_0 f}$). Cette condition est atteinte, pour les épaisseurs d'or utilisées, pour une

fréquence de 10GHz (30GHz) environ dans le cas de l'or évaporé (électrodéposé).

A partir de 30GHz, la différence d'épaisseur entre l'or évaporé et l'or électrodéposé n'influence plus les pertes. Celles-ci étant plus faibles dans l'or évaporé, on peut attribuer cet écart à la différence de résistivité et de rugosité. La rugosité des lignes en or électrodéposé est en effet 10 fois plus grande que celle de l'or évaporé, car les lignes n'ont pas été protégées lors de la gravure de la couche d'accrochage.

Compte tenu des très faibles niveaux de pertes mesurées et des incertitudes de mesure (calibration, bruit), il est difficile de déduire des conclusions plus précises.

* Comparaison des pertes à impédance variable

En faisant référence à l'équation 17, les pertes de la ligne ont tendance à diminuer lorsque l'impédance de la ligne augmente à fréquence constante. [I.49] reporte que la diminution des pertes est conditionnée par une valeur maximale de l'impédance, au dessus de laquelle les pertes augmentent.

L'augmentation de l'impédance des lignes coplanaires est réalisable géométriquement en diminuant la largeur du conducteur central 'w', ou par écartement des plans de masse par augmentation de la largeur des fentes 's'. Les géométries des lignes coplanaires mesurées en hyperfréquences ont été résumées dans le Tableau I-18. La membrane est constituée de la bicouche Oxyde/Nitride, et les conducteurs métalliques de $2,5\mu\text{m}$ ont été réalisés dans la solution d'Aurocyanure. La Figure I-61 montre la variation des pertes en fonction de la fréquence pour diverses impédances.

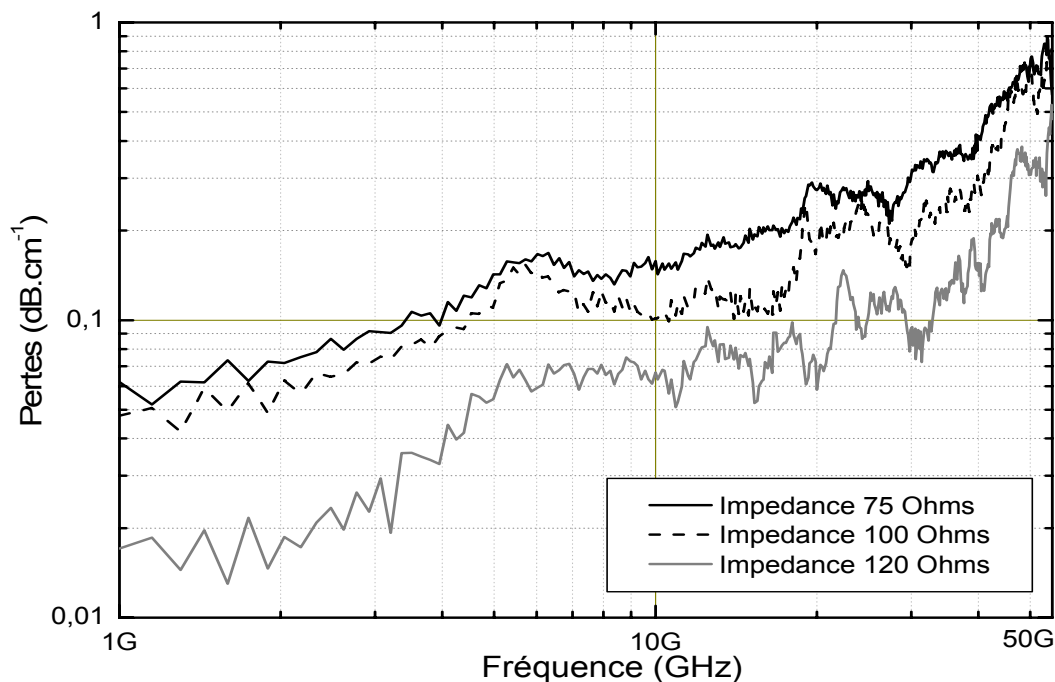


Figure I-61 : Variation des pertes en fonction de l'impédance (Au électrolytique)

En s'appuyant sur la Figure I-61, on reporte sur la Figure I-62 la variation des pertes en fonction de l'impédance à fréquence constante. On peut noter des pertes minimales pour une impédance de 120Ω. A 30GHz, celles ci sont divisées par un facteur 3 par rapport à l'impédance de 75Ω utilisée dans nos dispositifs.

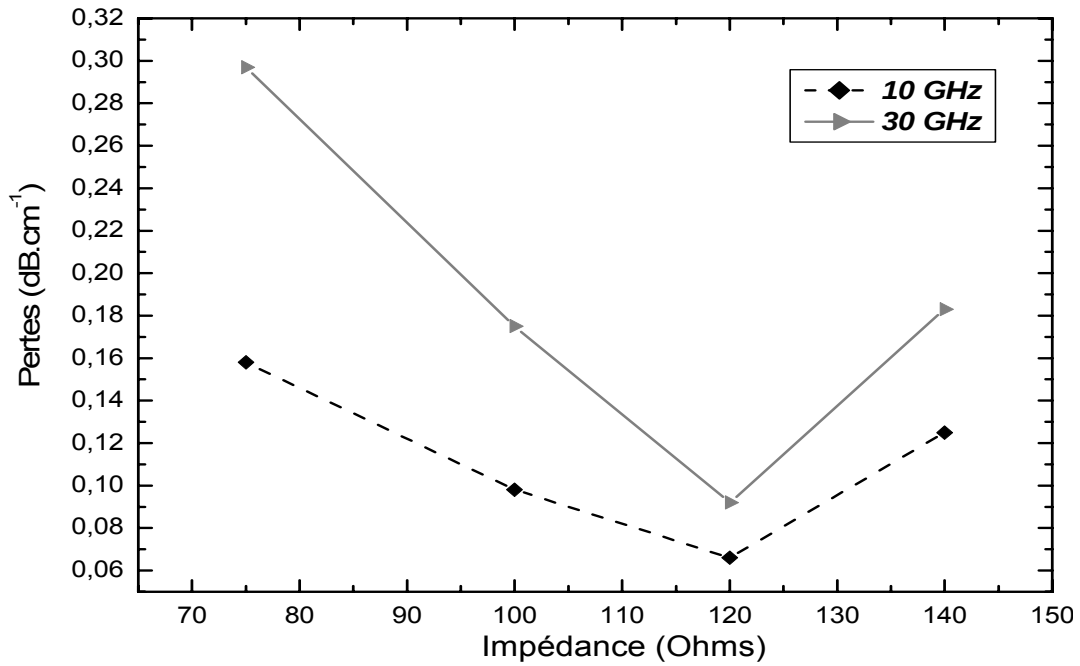


Figure I-62 : Variation des pertes à impédance constante

D'après les études de Jackson [I.49], les pertes ohmiques d'une ligne coplanaire décroissent jusqu'à une valeur minimale, lorsque l'impédance augmente. Il note alors une impédance Z_r autour de 60Ω, pour laquelle les pertes présentent un minimum. Son étude est réalisée sur des lignes coplanaires déposées sur AsGa ($\epsilon_r = 12,8$) pour une fréquence de 60GHz.

Au dessous de Z_r , l'augmentation des pertes vers les faibles impédances est attribuée au rétrécissement de la largeur de fentes 's' (Voir Tableau I-18), ce qui a pour effet la concentration des lignes de champ en bordure des conducteurs métalliques.

Au dessus de Z_r , l'augmentation des pertes vers les hautes impédances est attribuable à une diminution significative de la largeur du conducteur central, la ligne coplanaire dans ce cas est peut être attribuable à une ligne micro ruban.

Dans notre cas, la ligne étudiée repose sur une membrane, et la permittivité effective qui est différente entraîne une modification de l'impédance caractéristique :

$$Z_0 = \frac{120\pi}{4\sqrt{\epsilon_{eff}}} F_g \quad \text{Équation 18}$$

Où F_g est un facteur géométrique qui dépend des dimensions transversales de la ligne, et ϵ_{eff} est la permittivité effective de la ligne.

L'impédance par laquelle les pertes sont minimales sur membrane est donc défini par :

$$Z_0(membrane) = \sqrt{\frac{\epsilon_{eff}(AsGa)}{\epsilon_{eff}(membrane)}} Z_0(AsGa) \quad \text{Équation 19}$$

La permittivité effective des lignes sur AsGa et sur membrane est de 5,9 (l'épaisseur du substrat est de 100 μ m) et 1,1 respectivement. On calcule alors une impédance ramenée sur membrane de 140 Ω qui est très proche de celle observée (120 Ω).

I.7. CONCLUSION

Ce chapitre a présenté le développement des filières technologiques pour la fabrication des circuits hyperfréquences sur membrane diélectrique.

Dans un premier temps, nous avons rappelé la filière technologique mise en place antérieurement au laboratoire, et qui est basée sur l'association de l'oxyde thermique et du nitrure LPCVD non stoechiométrique. Deux procédés découlent de cette filière pour le dépôt du nitrure. Le premier procédé est basé sur la réalisation du nitrure à partir du mélange de silane avec l'ammoniac. Les membranes issues de ce procédé ont donné naissance aux premiers dispositifs hyperfréquence au LAAS. Cependant, ce procédé a montré des limitations en terme d'uniformité sur un grand nombre de plaquettes. Un nouveau procédé basé sur le dépôt du nitrure à partir du mélange du dichlorosilane et l'ammoniac a été développé. Les résultats obtenus sont très attrayants. Les contraintes résiduelles sont faiblement en tension, et l'uniformité est meilleure sur un lot de 25 plaquettes. Les circuits issus de ce procédé ont été testés selon des spécifications spatiales et ont montré la robustesse des membranes fabriquées. Néanmoins cette filière n'est pas adaptée à la réalisation de membranes épaisses nécessaire pour obtenir des grandes surfaces (≈ 1 cm de côté). C'est pourquoi nous avons développé une nouvelle filière à base de dépôt PECVD.

Après avoir testé les potentialités de l'oxyde et du nitrure de silicium déposé, nous avons abouti à la réalisation des membranes à partir du dépôt d'oxynitrure de silicium. Les membranes sont faiblement en tension et transparente pour les applications en fréquence.

Afin de juger des performances fréquentielles de cette filière, nous avons fabriqué et caractérisé des lignes coplanaires de différentes impédances sur membrane diélectrique d'oxynitrure. Les pertes en fréquence ont été confrontées aux pertes obtenues sur les mêmes lignes coplanaires fabriquées sur membrane oxyde/nitrure et qui sont jugées matures. Cette

comparaison montre que le niveau de pertes des circuits sur membranes oxynitride est comparable à celui obtenu sur membrane oxyde/nitride, et permet ainsi de valider l'utilisation de ces membranes pour la fabrication d'une large gamme de circuits hyperfréquences.

En parallèle, les caractérisations fréquentielles ont permis d'évaluer le niveau de pertes de différents conducteurs métalliques sur membrane oxyde/nitride. L'utilisation de lignes coplanaires de différentes impédances nous a permis de vérifier l'existence d'une impédance pour laquelle les pertes sur membrane, d'origine résistives, sont minimales. Ainsi, cette impédance a été évaluée à 120Ω et qui est très proche de la valeur calculée théoriquement à 140Ω .

I.8. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE.I

- [I.1] N.I. Dib, W.P. Harokopus, L.P.B. Katehi, C.C. Ling, G.M.Rebeiz. "Study of a Novel Planar Transmission Line". Presented in the 1991 IEEE MTT-S International Symposium, Boston, MA, June 1991
- [I.2] R.F. Drayton, L.P.B. Katehi. "Development of Self-Packaged High-Frequency Circuits Using Micromachining". IEEE MTT, Vol.43, No.9, pp.2073-2080, 1995
- [I.3] L.P.B. Katehi, G.M. Rebeiz. "Novel Micromachined Approaches to MMICs Using Low-Parasitic, High-Performance Transmission Media and Environments". IEEE International on MTT-S, San Francisco, CA, pp. 1145-1148, June 1996.
- [I.4] T.M. Weller, G. M. Rebeiz, L.P.B. Katehi. "Experimental Results on Microshield Transmission Line Circuits". IEEE International on MTT-Society, Atlanta, June 1993.
- [I.5] S.V. Robertson, L.P.B. Katehi, G.M. Rebeiz. "Micromachined W-Band Filter". IEEE MTT, Vol.44, No.4, pp. 598-606, April 1996
- [I.6] C.Y. Chi, G.M. Rebeiz. "Planar microwave and millimeter-wave lumped elements and coupled-line filters using micro-machining techniques". IEEE MTT, Vol.43, No.4, pp. 730-8, April 1995
- [I.7] T.M. Weller, L.P.B. Katehi, G.M. Rebeiz. "A 250-GHz microshield bandpass filter". IEEE Microwave and Guided Letters, Vol.5, No.5, pp. 153-155, May 1995
- [I.8] C.Y. Chi, G.M. Rebeiz. "Conductor-loss limited stripline resonator and filters". IEEE MTT, Vol.44, No.4, pp. 626-630, April 1996
- [I.9] P.Blondy, A. Brown, D. Cross, G.M. Rebeiz. "Low-loss micromachined filters for millimeter wave communications systems". IEEE MTT, Vol.46, pp. 2283-2288, 1998
- [I.10] H. Ekstrom, S. Gearhart, P.R. Acharya, G.M. Rebeiz, S. Jacobsson. "348-GHz endfire slotline antennas on thin dielectric membranes". IEEE Microwave and Guided Letters, Vol.2, No. 9, pp. 357-358, 1992
- [I.11] Eric Saint Etienne. « Nouvelle filière technologique de circuits micro-ondes coplanaires à faibles pertes et à faible dispersion sur membrane composite d'oxyde et de nitrure de silicium ». Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de Toulouse, Novembre 1998
- [I.12] G.G Stoney. "The tension of metallic films deposited by electrolysis". The royal Society of London [A], 82, pp.172-175, 1909
- [I.13] Eric Ollier. « Etude et réalisation d'un micro commutateur opto-mécanique pour circuits optiques intégrés sur substrat de silicium ». Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Grenoble, Novembre 1995
- [I.14] A. Bosseboeuf, S. Petitgrand. Application of interference microscopy techniques in te MEMS field. Microsystem Engineering: Metrology and Inspection III, Proc. SPIE 5145, pp.1-16 (2003)
- [I.15] Feridun Ay. "Silicon oxynitride layers for applications in optical waveguides" Master de l'institut d'ingénierie et de sciences- Université de Bilkent, Septembre 2000
- [I.16] W.C. Olivier, G.M. Pharr. "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments". Journal of Materials Research, Vol.7, No.6, p.1564, 1996
- [I.17] L.M. Mack, A. Reisman. "Stress measurements of thermally grown thin oxides on (100) Si substrates". Journal of Electrochemical Society, Vol.136, No.11, 1989
- [I.18] P.Temple-Boyer, L.Bouscayrol, P.Fadel, B.Rousset. "Etude des matériaux LPCVD issus de la filière silicium". Rapport interne LAAS, No. 04006, Janvier 2004

- [I.19] A.G. Noskov, E.B. Gorokhov. "Correlation between stress and structure in chemically vapour deposited silicon nitride films". Thin Solid Films, Vol.162, pp.129-143, 1988
- [I.20] S.Habermehl. "Stress relaxation in Si-rich silicon nitride thin films". Journal of Applied Physics, Vol.83, No.9, pp.4672-4677, 1998
- [I.21] B.Rousset, L.Furgal, P.Temple-Boyer. "Development of SiNx LPCVD processes for microtechnological applications". Journal de Physique IV, Vol.11, No.Pr3, pp.937-944, Août 2001
- [I.22] Kouakou Léonce Kouassi. « Faisabilité de films isolants de nitrure de silicium par technique de dépôt en phase vapeur à basse température : Comparaison des filières gazeuses Dichlorosilane-Ammoniac et Disilane-Ammoniac ». Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de Toulouse, Novembre 1992
- [I.23] K.F.Roenigk, K.F.Jensen. "Low Pressure CVD of silicon nitride". Journal of electrochemical society, Vol.134, No.7, pp.1777-1785
- [I.24] K.D. Mackenzie, B. Reelfs, M.W. DeVre, R. Westerman, D.J. Johnson. "Characterization and Optimization of Low Stress PECVD silicon nitride for Production GaAs Manufacturing", Unaxis USA, Inc
- [I.25] V.S. Nguyen, P.H. Pan. "Initial transient phenomena in the plasma enhanced chemical vapour deposition process". Applied Physics Letters, Vol.45 (2), pp.134-136, 15, 1984
- [I.26] Y.Nakayama, T. Ohtsushi, T.Kawamura. "Studies of initial transient phenomena in the chemical vapour deposition process using silane plasma". Journal of Applied Physics, Vol.62 (3), pp.1022-1028, 1August 1987
- [I.27] M. Kobayashi, T. Matsui, Y. Murakami. "Mechanism of creation of compressive residual stress by shot peening". International journal of fatigue, Vol.20 (5), pp.351-357, 1998
- [I.28] J. Thurn, R. F. Cook. "Stress hysteresis during thermal cycling of pecvd silicon oxide films". Journal of Applied Physics, Vol.91 (4), pp.1988-1992, 15 February 2002
- [I.29] A.Sassella. "Infrared study of Si-rich silicon oxide films deposited by plasma chemical vapour deposition". Journal of Vacuum Science and Technology A. Vol.15 (2), pp.377-389, 1997
- [I.30] C. Zhiqiang, X. Zhang. "Density change and viscous flow during structural relaxation of plasma-enhanced chemical vapour deposited silicon oxide films". Journal of Applied Physics, Vol.96 (8), pp.4273-4280, 15October 2004
- [I.31] X.Zhang, K.S.Chen. "Residual stress and fracture in thick tetraethylorthosilicate (TEOS) and silane-based PECVD oxide films". Sensors and Actuators A, Vol.91, pp.373-380, 2001
- [I.32] M.P.Hughey, R.F.Cook. "Massive stress changes in plasma-enhanced chemical vapour deposited silicon nitride films on thermal cycling". Thin Solid Films, Vol.460, pp.7-16, 2004
- [I.33] J.Ashley Taylor. "The mechanical properties and microstructure of plasma-enhanced chemical vapour deposited silicon nitride thin films". Journal of Vacuum Science and Technology A. Vol.9 (4), pp.2464-2468, 1991
- [I.34] K. Danaie, A. Bosseboeuf. "Fabrication of UV-transparent SixOyNz membranes with a low frequency PECVD reactor". Sensors and Actuators A, Vol.99, pp.78-81, 2002
- [I.35] S. Astie, E. Scheid. "Silicon oxynitride membrane for chemical sensor application". Spring 1998, Meeting of the MRS, San Francisco (USA), 13-14 April 1998
- [I.36] Kamran Danaie. « Membranes micro-usinées par gravure chimique anisotrope : Application a la caractérisation des films minces ». Thèse de doctorat de l'Université Paris Sud, Septembre 2002
- [I.37] C.M.M. Denisse, K.Z. Troost. "Plasma enhanced growth and composition of silicon oxynitride films". Journal of Applied Physics, Vol.60 (7), pp.2536-2542, 1986

- [I.38] A.C. Adams, F.B. Alexander. "Characterization of plasma deposited silicon dioxide". Journal of Electrochemical Society, Vol.128 (7), pp.1545-1551
- [I.39] D.R. Harding, L.U.T. Ogbuji. "Temperature dependence of the biaxial modulus, intrinsic stress and composition of plasma deposited silicon oxynitride films". Journal of Applied Physics, Vol.78 (3), 1August 1995
- [I.40] R.C. Budhani, S. Prakash. "Structural order in Si-N and Si-O-N films prepared by plasma assisted chemical vapour deposition process". Journal of Vacuum Science and Technology A. Vol.5, No.4, pp.1644-1648, 1987
- [I.41] B. Pivac. "Infrared study of structural changes in silicon oxynitride films". Journal of Materials Science Letters, Vol.12, pp.23-26, 1993
- [I.42] D. Schalch, A. Scharmann, R. Wolfrat. "IR Transmittance studies of hydrogen-free and hydrogenated silicon nitride and silicon oxynitride films deposited by reactive sputtering". Thin Solid Films, Vol.155, pp.301-308, 1987
- [I.43] K.E. Mattsson. "Plasma enhanced growth, composition, and refractive index of silicon oxynitride films". Journal of Applied Physics, Vol.77 (12), 15June 1995
- [I.44] W. Fang, J.A. Wickert. "Determining mean and gradient residual stresses in thin films using micromachined cantilevers". Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol.6, pp.301-309, 1996
- [I.45] Laurant Rabbia. "Nouvelle filière technologique pour micro-commutateurs parallèles capacitifs micro-ondes sur membrane diélectrique". Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de Toulouse, Juillet 2005
- [I.46] L. Rabbia, F. Flourens, P. Pons. "Technological process of suspended millimeter wave switches". 14th Micromechanics Europe Workshop, Delft (Pays-Bas), pp.111-114, Novembre 2003
- [I.47] Bertrand Guillon. « Conception et réalisation de circuits millimétriques microusinés sur silicium : Application a la réalisation d'un oscillateur à résonateur diélectrique en bande Ka ». Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de Toulouse, 1999
- [I.48] W. Heinrich. "Full-wave analysis of conductor losses on MMIC transmission lines". IEEE Transactions on MTT, Vol.38 (10), pp.1468-1472, 1990
- [I.49] R.W. Jackson. "Coplanar waveguide versus microstrip for millimeter wave integrated circuit". IEEE MTT-S Digest, pp.699-702, December 1986

**CHAPITRE.II CARACTERISATION DES PROPRIETES MECANQUES DES
MATERIAUX PAR LA METHODE DE GONFLEMENT DES MEMBRANES**

II.1. INTRODUCTION

L'optimisation du comportement thermo-mécanique de microstructures nécessite de bien comprendre leur fonctionnement. Pour cela les logiciels 3D à éléments finis sont d'une aide précieuse car ils permettent d'identifier et de valider les phénomènes souvent complexes et multiples en présence. Néanmoins l'analyse des résultats ne peut être fiable que si les paramètres thermomécaniques des différents matériaux utilisés sont connus avec une assez bonne précision. Les valeurs généralement utilisées pour ces paramètres proviennent de base de données concernant des matériaux massifs. Mais les matériaux employés dans les microstructures sont principalement des couches minces dont les propriétés mécaniques dépendent fortement des conditions d'élaboration.

C'est pourquoi nous avons engagé en 2003 au laboratoire des études sur les propriétés mécaniques des matériaux en collaboration avec le Laboratoire de Génie Mécanique de Toulouse et le CNES de Toulouse. Les matériaux étudiés dans le cadre de cette thèse sont ceux utilisés pour la fabrication des membranes diélectriques qui supportent les circuits RF (SiN_x , SiO_2) mais les bancs de tests développés et l'expérience acquise peuvent servir pour d'autres matériaux.

Afin de garantir au minimum la fonctionnalité du dispositif, ces membranes doivent supporter les contraintes mécaniques engendrées par les couches métalliques rapportées qui constituent le circuit micro-onde. Dans certains cas une déformation minimale des membranes est nécessaire pour obtenir des performances fiables du dispositif. La prise en compte de ces contraintes lors de la phase de conception sera possible si certaines propriétés mécaniques (contraintes initiales, module d'Young, contraintes de rupture) sont connues. Ceci permettra de définir une aire de sécurité quant à la surface des membranes par rapport aux performances visées.

Différentes techniques peuvent être utilisées pour extraire les propriétés mécaniques des matériaux en couches minces. La méthode la plus populaire est basée sur la mesure du rayon de courbure d'une plaquette pour la détermination des contraintes moyennes. La présence d'une contrainte dans la couche déposée sur un substrat massif, entraîne une déformation élastique du système. Dans le cas des films minces, la détermination des contraintes est

indépendante des paramètres mécaniques de la couche déposée. La mesure de la variation de la courbure du substrat en fonction de la température ou en fonction des conditions de dépôt des couches minces, permet de relever l'évolution des contraintes résiduelles en fonction de la température et de la stoechiométrie respectivement. Cependant, la technique de courbure de substrat ne permet ni d'accéder à la loi comportement mécanique du film, ni de calculer les contraintes résiduelles localisées. La mesure de la courbure s'effectue sur une grande surface du film, ce qui rend impossible la détermination des contraintes au niveau des surfaces micrométriques comme les interconnexions ou les structures suspendues. Le gradient de contraintes dans l'épaisseur de la couche n'est pas déterminé.

La diffraction X permet de déterminer la déformation élastique de la couche mince en mesurant la variation de la distance cristallographique inter-réticulaire (Δd) [II.1]. Ainsi, le tenseur des contraintes résiduelles est mesuré si les constantes élastiques de la couche sont connues. La diffraction par rayons X permet aussi de détecter les variations spatiales de l'état de contraintes dans la couche, le gradient de contrainte peut être déterminé [II.2]. Cependant, la technique ne permet pas de caractériser des films amorphes et les constantes élastiques de la couche doivent être connues. La loi du comportement mécanique de la couche n'est pas déterminée.

L'essai de traction mécanique consiste à appliquer un effort axial sur les deux extrémités de l'échantillon, et mesurer le déplacement dans le plan du système [II.3]. La variation des contraintes en fonction de la déformation est mesurée. Ainsi, le module d'Young et les contraintes de la couche sont aisément déterminés. L'utilisation de cette technique est restreinte par les difficultés de la mise en expérience de la couche mince. En effet, cette couche mince doit être séparée du substrat sans endommagement. Ces extrémités doivent être amincies sans créer des fissurations afin d'éviter l'arrêt prématuré du test. L'échantillon doit être parfaitement aligné afin d'assurer une bonne reproductibilité du test, et d'éviter d'éventuelles défaillances.

La nanoindentation consiste à déplacer une pointe fine dans l'épaisseur de la couche à caractériser. La technique permet d'extraire le module d'Young et la dureté d'un matériau déposé sur substrat massif. L'interprétation des résultats de l'indentation est simplifiée, mais passe par un traitement spécifique des données à cause de l'état de contraintes non uniforme

autour de la pointe. Toutefois, cette technique nécessite des couches relativement épaisses pour s'affranchir de l'effet du substrat.

Le développement des technologies de micro usinage du silicium a ouvert la voie à une nouvelle aire de techniques de caractérisation mécanique de structures suspendues. La mesure des déformations statiques permet de remonter à la mesure de la contrainte moyenne et ou au gradient de contrainte [II.4] [II.5]. Ces structures suspendues peuvent faire l'objet de sollicitations externes sous forme de force appliquée ou vibration. Ils permettent de calculer le module d'Young et les contraintes dans la couche [II.6] [II.7]. Cette technique a rendu possible l'extraction d'autres paramètres mécaniques, telles que la fatigue, la rupture, l'adhérence et les contraintes maximales [II.8] [II.9] [II.10].

Diverses techniques existent ainsi pour caractériser mécaniquement les films minces, dont chacune présentent des avantages et des limitations. Le but de ce travail a consisté à mettre en place au laboratoire, et à étudier les potentialités d'une technique de caractérisation mécanique de matériau, à savoir le gonflement de membranes sous pression différentielle. On évoquera la théorie liée au développement de cette technique, on présentera ensuite le dispositif et la technologie de fabrication mise en place. Enfin, les résultats de caractérisations des membranes minces de nitrure de silicium et bicouches en oxyde nitrure, seront évoqués.

II.2. THÉORIE DE GONFLEMENT DES MEMBRANES

II.2.1. Introduction

La technique de gonflement des membranes (Bulge test) figure parmi les méthodes de caractérisation mécanique largement étudiées et utilisées. Le film mince se déforme sous l'effet d'une pression différentielle appliquée (Cf. Figure II-1). En mesurant la déformation du film, et en se basant sur le modèle mécanique approprié, on détermine les contraintes résiduelles ainsi que le module d'Young du matériau étudié.

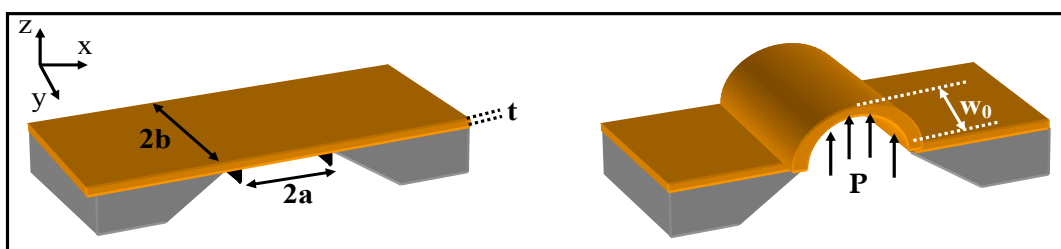


Figure II-1 : Déformation de la membrane sous pression différentielle

Initié théoriquement par Hencky en 1915 par l'étude de membranes circulaires, cette technique ne sera mise en expérience qu'à partir de 1959 par Beams [II.11]. Ce dernier a déterminé les propriétés mécaniques de membranes circulaires d'argent et d'or avec une incertitude non négligeable. Il note que ses dispersions sont dues aux méthodes de micro-usinage du substrat, ainsi qu'aux approximations liées au modèle mécanique utilisé. Vlassak et Nix généralisent l'utilisation de la technique pour la caractérisation de membranes rectangulaires [II.12]. La solution analytique du problème est résolue par l'application de la méthode de minimisation de l'énergie potentielle développée par Timoshenko [II.13]. Ces auteurs démontrent que la déformation des membranes rectangulaires, ayant un rapport de forme supérieur à 4 (membranes infiniment longues), devient indépendante des longueurs des membranes. Dans ce cas, la solution du comportement mécanique se ramène à une solution exacte.

La technique de gonflement de membrane est généralisée pour l'étude de la plasticité dans les films minces [II.14]. Les membranes infiniment longues présentent un état de contraintes planes. Les déformations et les contraintes sont distribuées uniformément dans la largeur de la membrane. Paviot et Neumann ont tiré profit de cet état de contraintes planes pour étudier la plasticité des membranes en or et en aluminium [II.15]. Il faut noter que dans le cas de membranes circulaires ou rectangulaires ayant un faible rapport de forme, l'étude de la plasticité est complexe. Dans ce cas, les contraintes et les déformations induites dans ces membranes ne sont pas uniformes, et la plasticité commence différemment au niveau de la membrane.

II.2.2. Étude théorique

L'étude théorique des plaques conduit à une équation aux dérivées partielles d'ordre quatre. Ce cas mathématique est très complexe à traiter. Pour palier à ce problème, la méthode de la minimisation de l'énergie a été utilisée. Elle consiste à proposer une fonction déplacement (u,v,w) qui satisfait les conditions aux limites et qui contient des paramètres à déterminer. Puis l'énergie potentielle du système est calculée, et à l'aide du principe des travaux virtuels (minimisation de l'énergie potentielle du système), on peut retrouver les paramètres de la fonction déplacement. L'énergie de déformation du film due aux contraintes externes V_1 s'écrit :

$$V_1 = \frac{Et}{2(1-\nu^2)} \iint_A \left[\varepsilon_x^2 + \varepsilon_y^2 + 2\nu\varepsilon_x\varepsilon_y + \frac{1-\nu}{2} \gamma_{xy}^2 \right] dx dy \quad \text{Équation 20}$$

L'énergie de déformation du film due aux contraintes intrinsèques (σ) V_2 , et le travail de la structure W sous l'effet de la pression sont donnés par :

$$V_2 = \sigma t \iint_A (\varepsilon_x + \varepsilon_y) dx dy \quad W = \iint_A p w dx dy \quad \text{Équation 21}$$

L'énergie potentielle pour un matériau isotrope s'écrit alors.

$$V = V_1 + V_2 - W \quad \text{Équation 22}$$

Elle dépend des paramètres mécaniques du matériau, des dimensions de la structure et de la pression appliquée.

La détermination de l'énergie potentielle du système passe par le calcul des déformations de la membrane. Ces déformations sont données par :

$$\begin{cases} \varepsilon_x = \frac{\partial u}{\partial x} + \frac{1}{2} \left(\frac{\partial w}{\partial x} \right)^2 \\ \varepsilon_y = \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{1}{2} \left(\frac{\partial w}{\partial y} \right)^2 \\ \gamma_{xy} = \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} + \left(\frac{\partial w}{\partial x} \right) \cdot \left(\frac{\partial w}{\partial y} \right) \end{cases} \quad \text{Équation 23}$$

En conclusion, la méthode de la minimisation de l'énergie potentielle passe par les étapes suivantes :

- Approximation du vecteur de déplacement (u, v, w) par des fonctions contenant des constantes à déterminer, et qui vérifient les conditions aux limites.
- Détermination l'énergie potentielle du système V
- Minimisation de l'énergie potentielle, et détermination des constantes du vecteur de déplacement.

La méthode de la minimisation de l'énergie a été utilisée par divers auteurs. La précision du modèle dépend fortement de l'approximation du vecteur de déplacement (u, v, w). Tous ces modèles mettent en évidence l'existence d'une relation entre la pression et la déformation au centre (w_0) de la membrane de la forme :

$$P = C_1 \frac{t \sigma_0}{a^2} \cdot w_0 + C_2 \left(\nu, \frac{b}{a} \right) \cdot \frac{t E}{a^4 (1-\nu)} \cdot w_0^3 + C_3 \frac{t^3 E}{a^4 (1-\nu^2)} \cdot w_0 \quad \text{Équation 24}$$

Où :

- t, a et b représentent respectivement l'épaisseur, la demi largeur et la demi longueur de la membrane.

- C_1, C_2, C_3 sont des constantes qui dépendent du modèle de vecteur déplacement utilisé.

Le premier terme de l'équation caractérise l'effet linéaire des contraintes résiduelles σ_0 dans le film. La deuxième composante est lié à l'étirement de la membrane sous l'effet de la pression et fait intervenir le module d'Young E du matériau. Enfin le dernier terme correspond à la flexion libre de la membrane, ce terme est négligeable dans le cas des films minces lorsque $(t/w)^2 \ll 1$. Dans ce cas, l'équation du gonflement de membranes s'écrit :

$$P = C_2 \left(\frac{E}{1-\nu} \right) \left(\frac{t}{a^4} \right) w_0^3 + C_1 \sigma_0 \left(\frac{t}{a^2} \right) w_0 \quad \text{Équation 25}$$

L'équation de base du gonflement permet de déterminer les paramètres mécaniques du matériau en grandes déformations. La détermination de la dimension de la membrane influence la précision de la mesure. L'interpolation linéaire de la courbe $P/w_0 = f(w_0^2)$ permet de calculer le module d'Young et les contraintes résiduelles.

II.2.3. Membranes carrées

L'étude théorique de la déformation des membranes carrées en fonction de la pression s'avère délicate à cause de l'état biaxial des contraintes. Les premiers développements de cette théorie ont fait l'objet de diverses publications [II.12] [II.16] [II.17]. On peut citer plus particulièrement les modèles théoriques développés par Vlassak et Schneider, et qui s'accordent avec les résultats de simulations obtenues par Pan [II.18]. Le Tableau II-1 donne une comparaison entre les résultats obtenus :

	Tabata (1989)	Pan (1990)	Vlassak (1992)	Schneider (1995)
C_1	3,04	3,41	3,393	3,45
C_2	$1.473(1 - 0,272\nu)$	$1,981(1 - 0,295\nu)$	$\frac{1}{(0,8 + 0,062\nu)^3}$	$1,994.(1 - 0,271\nu)$

Tableau II-1 : Comparaison des constantes du modèle théorique pour les membranes carrées

Par référence à l'équation 25, la détermination du module d'Young pour des membranes carrées dépend de la valeur du coefficient de poisson du matériau étudié.

La distribution des contraintes normales σ_{xx} a été étudié par Vlassak [II.19]. Les contraintes sont maximales au centre des encastremements, diminuent légèrement vers le centre de la membrane et s'annulent rapidement dans les coins de la membrane. La Figure II-2 illustre la

distribution des contraintes de Von mises, ces contraintes sont normalisées par rapport à $(E P^2 a^2 / h^2)^{1/3}$.

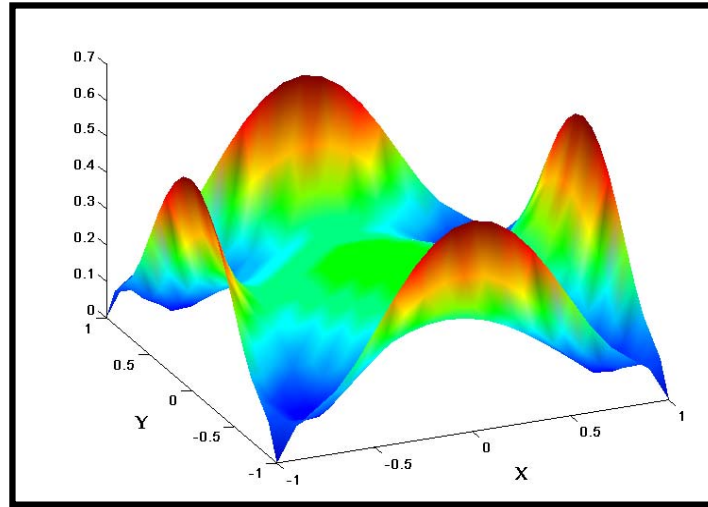


Figure II-2 : Distribution des contraintes de Von mises dans les membranes carrées

Ainsi, la concentration des contraintes de Von mises est située au centre des encastresments. On peut s'attendre alors à un décollement du film attaché sur le substrat, au niveau de ces contraintes maximales. L'état non uniforme des contraintes des membranes carrées montre la complexité de mener une étude sur la plasticité sur ce genre de géométrie.

II.2.4. Membranes rectangulaires infiniment longues

Les membranes rectangulaires infiniment longues sont définies par un rapport de forme supérieur à 4. Récemment, et dans la plupart des travaux de caractérisation des matériaux par la méthode de gonflement, cette géométrie est particulièrement utilisée [II.20] [II.21] [II.22]. En effet, et contrairement aux membranes carrées ou rectangulaires, les contraintes sont relaxées suivant la longueur, et se concentrent par la suite dans la direction (OX). Cette propriété a été exploitée par Ziebart qui propose une solution exacte de la déformation des membranes sous pression à partir de l'équation des déformations planes [II.23]. Vlassak [II.19], en se basant sur la méthode de la minimisation de l'énergie arrive à une même loi de comportement. Dans les deux cas, les constantes définissant la loi de déformation des membranes longues sont données par :

$$C_1 = 2 \quad C_2 = \frac{8}{6(1+\nu)}$$

Dans ce cas, la détermination du module d'Young du matériau passe par la mesure du module uniaxial $\frac{E}{1-\nu^2}$, ce dernier dépend légèrement du coefficient de poisson contrairement aux membranes carrées.

II.2.5. Membranes multicouches

La technique de gonflement des membranes permet d'accéder aux propriétés mécaniques de matériaux multicouches. Cette méthode est généralement utilisée pour caractériser des membranes métalliques ou des films en compression. Dans ce cas, la membrane est généralement constituée d'un film de nitrure de silicium. Ce dernier présente une couche d'arrêt de gravure humide du silicium, et permet de compenser les contraintes compressives des films à caractériser.

En déterminant les propriétés mécaniques du nitrure de silicium tout seul, il sera alors possible de remonter aux propriétés mécaniques de la couche métallique ou du matériau en compression. L'équation de déformation d'une membrane multicouche sous l'effet de la pression s'écrit :

$$P(h) = \frac{\sum_{i=1}^n C_2 E_i t_i}{a^4} w_0^3 + C_1 \frac{\sum_{i=1}^n \sigma_i t_i}{a^2} w_0$$

Équation 26

Où :

E_i , σ_i et t_i présentent respectivement le module d'Young, la contrainte résiduelle et l'épaisseur de chaque couche.

II.3. DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL

Le système de gonflement des membranes mise en place est schématisé sur la Figure II-3. Ce banc de mesure manuel, comprend trois parties principales :

- un dispositif de génération et de mesure de pression,
- un support mécanique conçu pour la mise en place de l'échantillon,
- un profilomètre optique Fogale Zoom surf 3D pour la mesure de la déformation,

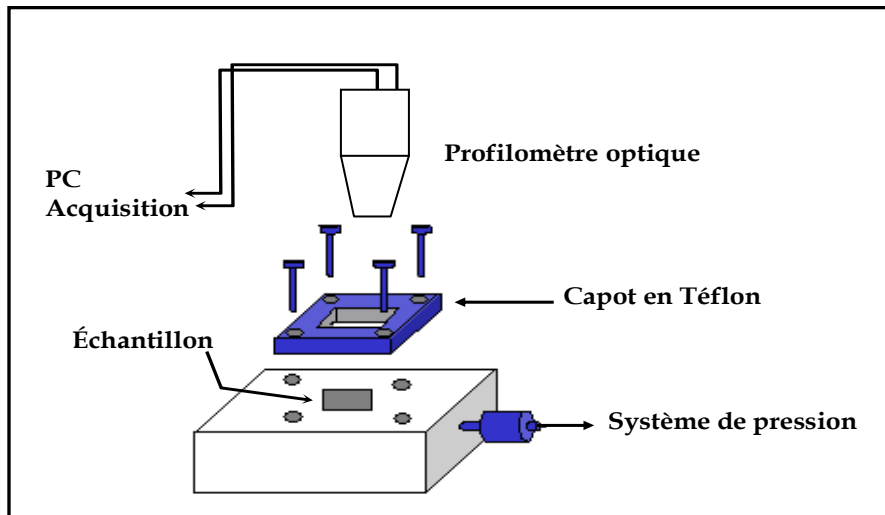


Figure II-3 : Dispositif expérimental pour le gonflement des membranes

II.3.1. Système de génération de la pression

La génération de la pression hydrostatique est réalisée grâce à un système qui permet de contrôler la pression appliquée à $\pm 0,4$ mbar de précision. La pression introduite dans le système est sous forme d'azote. L'asservissement du générateur de pression (PPC1) est réalisé grâce à un programme de contrôle installé sur l'ordinateur, et la pression appliquée est relevée sur un mesureur de pression. La gamme de pression mesurable avec $\pm 0,4$ mbar de précision se situe entre 1 et 7 bars. La Figure II-4 montre le système de pression utilisé.

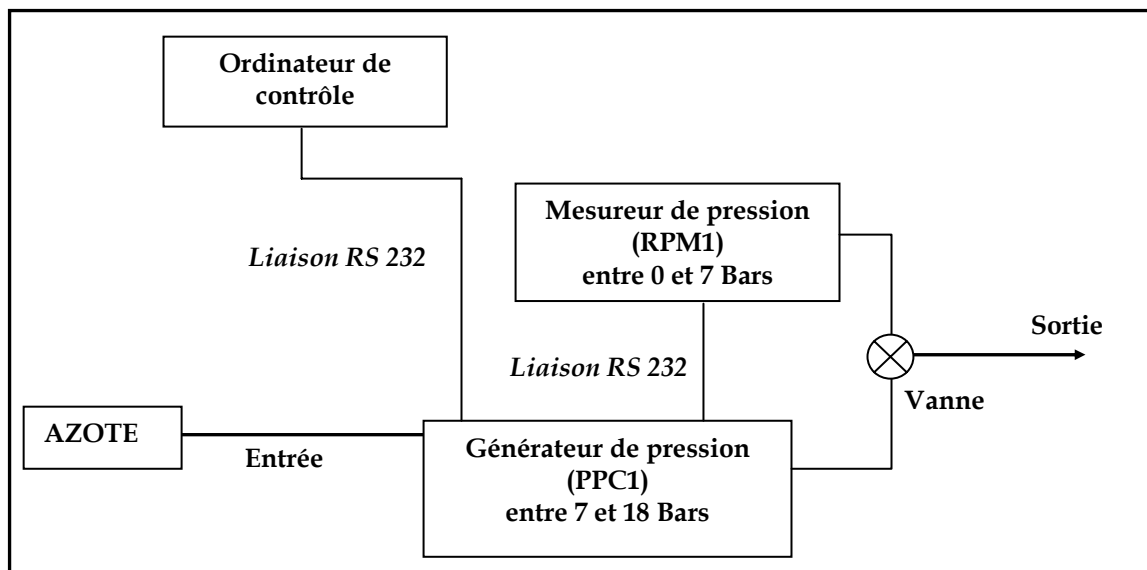


Figure II-4 : Système de pressurisation pour le gonflement des membranes

II.3.2. Support mécanique pour la membrane

Il s'agit d'un support métallique au centre duquel une cavité a été réalisée afin de positionner la cellule à caractériser (Cf. Figure II-5). Sous la membrane, la cavité est reliée au générateur de pression par un trou circulaire. Un couvercle en téflon est vissée sur la cellule, et permet ainsi de maintenir la membrane en place lors des variations de pression dans la cavité. Le couvercle est lui même muni d'un trou central permettant à la face supérieure de la membrane d'être à la pression atmosphérique et assurant la visualisation de la déformation de la membrane sous l'objectif du profilomètre optique.

Des premiers essais, utilisant ce dispositif, ont montré que la pression ne pouvait pas être stabilisée car le système n'était pas hermétique. Les tolérances d'usinage des supports, les rugosités et les imperfections des surfaces permettent en effet des fuites dans le système. Une solution visqueuse de silicone a été utilisée pour réaliser un joint étanche entre la cavité et l'extérieur. Ce joint de silicone est systématiquement déposé manuellement entre le support et la face inférieure de la cellule en silicium au niveau des encastrements.

Trois supports métalliques de tailles de cavités différentes ont été réalisés afin d'être adaptés aux différentes membranes fabriquées. Le Tableau II-2 présente les dimensions des différentes cellules fabriquées, ainsi que quelques dimensions caractéristiques du support utilisé (Cf. Figure II-5). Les indices a et b correspondent aux dimensions suivant la largeur et la longueur de la puce. Les paramètres C, D et H sont donnés à $\pm 150\mu\text{m}$ compte tenu de l'erreur de positionnement potentielle de la puce dans la cavité métallique.

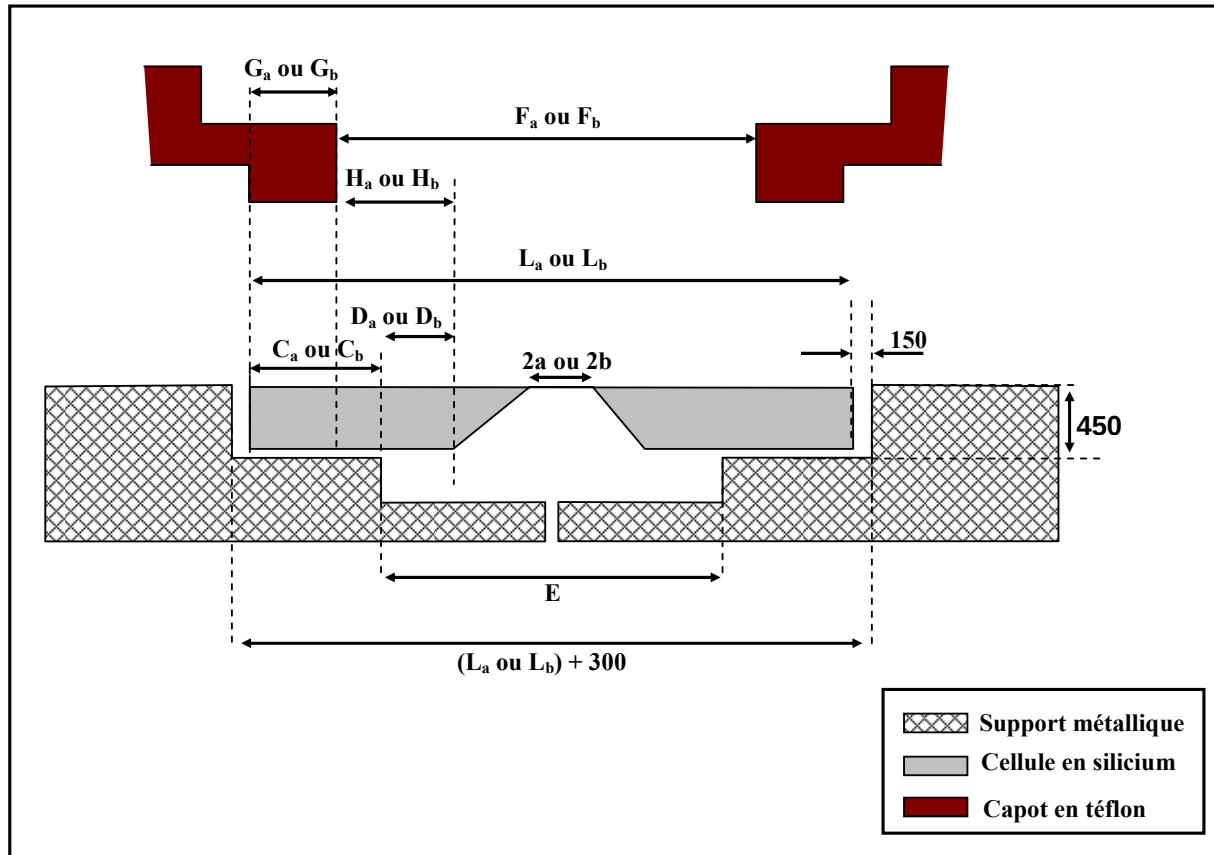


Figure II-5 : Ouvertures et dimensionnement du support pour la fixation des membranes

2a	2b	D _a	D _b	E _a	E _b	C _a	C _b	L _a	L _b	F _a	F _b	H _a	H _b	G _a	G _b
400	400	515	515	2000	2000	3000	3000	8000	8000	3000	3000	1015	1015	2700	2700
600	600	415	415	2000	2000	3000	3000	8000	8000	3000	3000	915	915	2700	2700
800	800	315	315	2000	2000	3000	3000	8000	8000	3000	3000	815	815	2700	2700
1000	1000	215	215	2000	2000	3000	3000	8000	8000	3000	3000	715	715	2700	2700
400	1600	515	615	2000	3400	3000	3150	8000	9700	3000	4600	1015	1215	2700	2800
600	2400	415	215	2000	3400	3000	3150	8000	9700	3000	4600	915	815	2700	2800
800	3200	314	615	2000	5000	3000	3350	8000	11700	3000	6200	815	1215	2700	3000
1000	4000	215	215	2000	5000	3000	3350	8000	11700	3000	6200	715	815	2700	3000

Tableau II-2 : Dimensionnement du montage pour le gonflement des membranes

II.3.3. Profilomètre optique

Le relevé de la déformation statique des membranes est réalisé en lumière blanche polychromatique. Afin d'éviter les problèmes d'interférence liée à la transparence des membranes de nitrure, on effectue un dépôt d'or d'une $20\text{\AA}$ à peu près, ce dernier n'influence pas les propriétés mécanique de la couche. La Figure II-6 montre un exemple d'interférogramme de la déformation 3D d'une membrane carrée de nitrure de silicium sous une pression appliquée de 3,6 Bar.

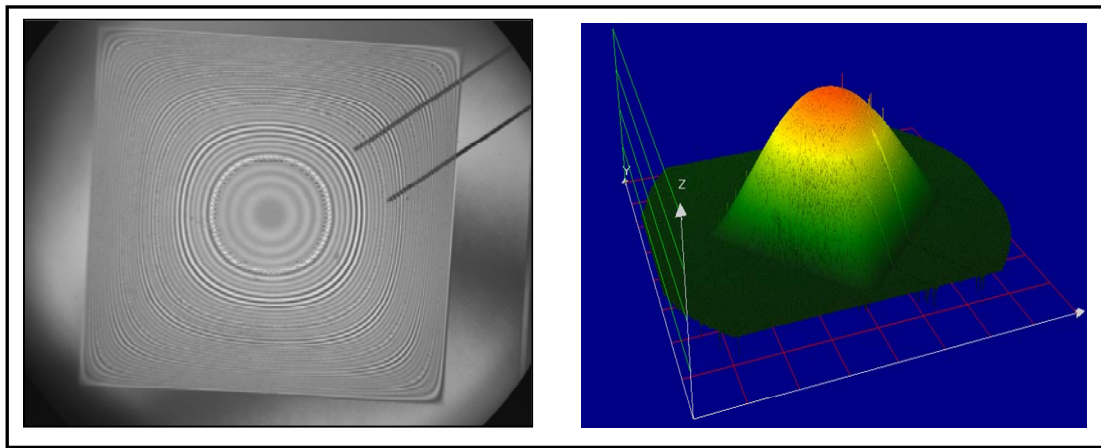


Figure II-6 : Interférogramme et déformation 3D des membranes

II.4. PROCEDES DE FABRICATION ET DE CARACTERISATION DES MEMBRANES

II.4.1. Fabrication technologique

Le procédé technologique pour la fabrication des membranes en nitrure de silicium est explicité ci-dessous. Ce procédé est généralisé pour la fabrication des membranes bicouches en oxyde nitrure. Les conditions de gravure du silicium font appel aux conditions utilisées sur la Figure I-1 (Cf. Chapitre.I). Durant le déroulement des étapes de fabrication, le matériau constituant la membrane ne doit pas être altéré par les étapes de photolithographie et de gravure RIE. Le procédé utilisé pour la fabrication des membranes en nitrure de silicium est résumé sur la Figure II-7.

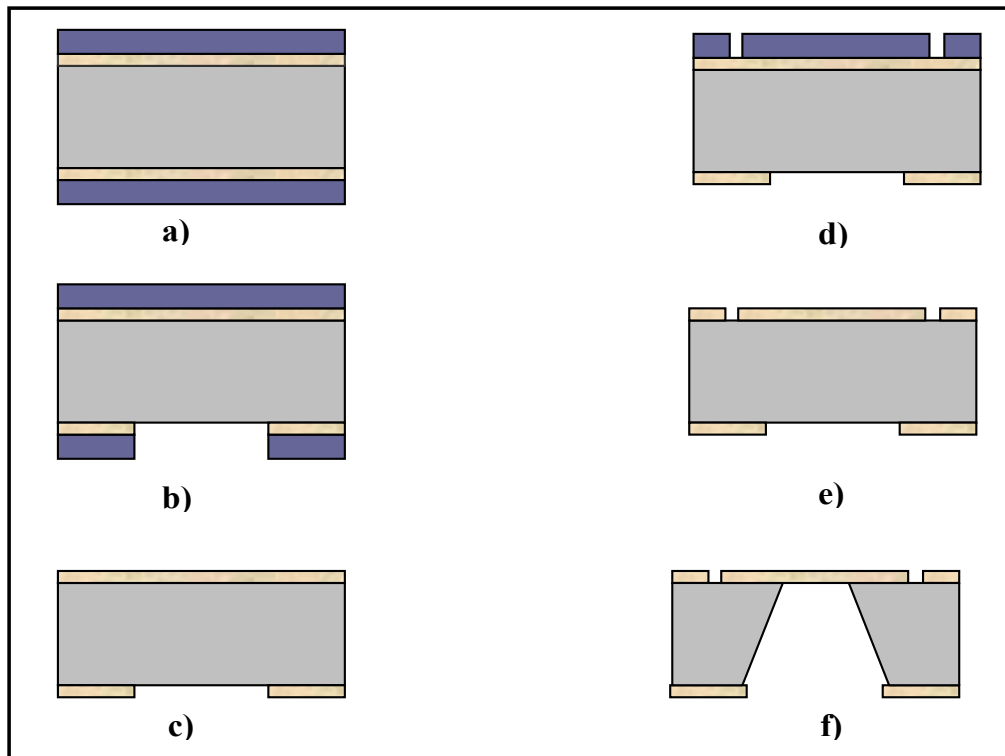


Figure II-7 : Procédé technologique pour la fabrication des membranes nitrure de silicium

- a) Dépôt de la résine AZ1529 sur la face supérieure du substrat pour la protection du nitrure, et recuit à 105°C pendant une minute. Après, on dépose la même résine sur la face inférieure, suivie d'un recuit à la même température.
- b) Photolithographie de la résine sur la face arrière, et gravure RIE du nitrure pour la définition des ouvertures des membranes.
- c) Elimination de la résine déposée sur les deux faces avec de l'acétone puis de l'eau desionisée.
- d) Dépôt d'une nouvelle couche de résine sur la face avant, suivi d'une photolithographie.
- e) Gravure RIE du nitrure pour la réalisation de marche pour la mesure de l'épaisseur.
- f) Gravure du silicium dans le KOH à 85°C, la face avant de la plaquette est protégée dans un support en téflon.

Enfin, la plaquette est rincée dans de l'eau desionisée puis dans l'éthanol pour le séchage.

Pour le procédé de fabrication des membranes en bicouche d'oxyde/nitrure, le procédé est identique à celui de la Figure II-7 jusqu'à l'étape d). L'étape e) fait appel à la gravure sélective de l'oxyde par rapport au silicium dans l'acide fluorhydrique. L'étape f) de gravure du silicium est modifiée par l'utilisation du TMAH grâce à sa grande sélectivité par rapport à

l'oxyde. La Figure II-8 illustre la modification du procédé à partir de l'étape e), dans le cas de la réalisation des membranes en oxyde/nitride.

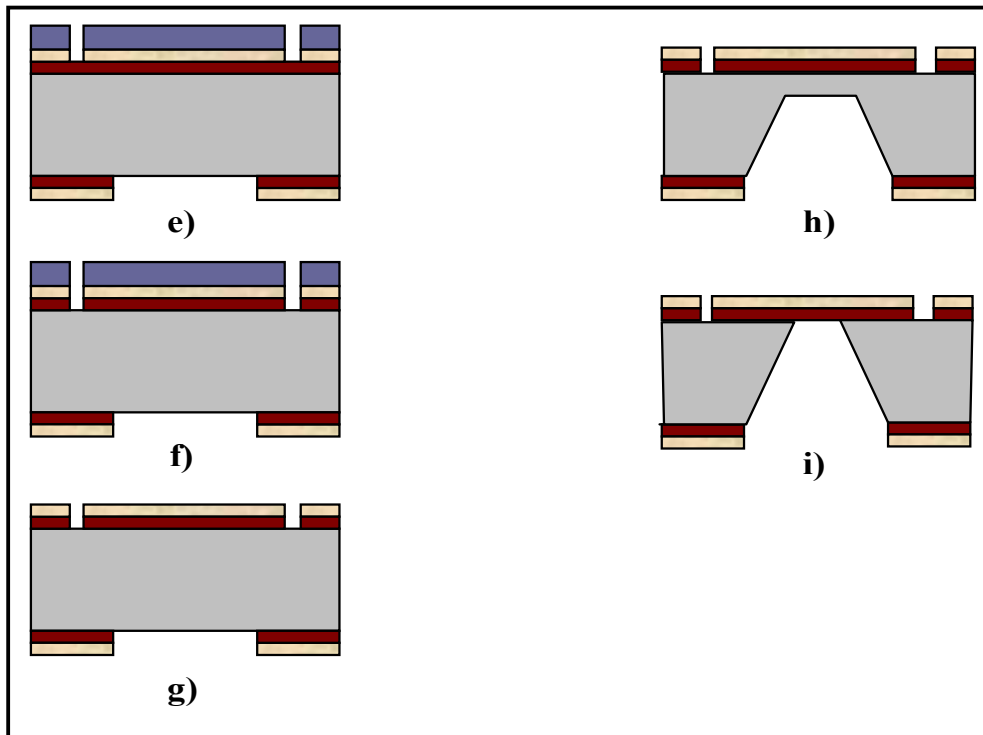


Figure II-8 : Procédé technologique pour la fabrication des membranes en oxyde nitride de silicium

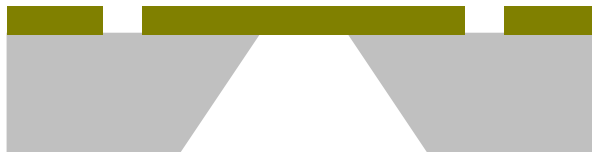
- e) Gravure du nitride par RIE pour la réalisation de la marche de mesure de l'épaisseur.
- f) Protection de la face arrière de la plaquette avec de la cire apiézon, et gravure de l'oxyde de silicium dans l'acide fluorhydrique tamponnée sur la face avant pour la définition finale de la hauteur de marche correspondante à l'épaisseur de la bicouche déposée.
- g) Nettoyage de la résine de protection dans l'acétone.
- h) Vissage de la plaquette dans le capot en téflon, et gravure du silicium dans le KOH. L'épaisseur visée est de l'ordre de 350 μ m.
- i) Gravure des 50 μ m de silicium restante dans une solution TMAH à 80°C. La vitesse de gravure du silicium dans ce cas est de l'ordre de 40 μ m/h. Il faut noter qu'avant de mettre la plaquette dans la solution TMAH, on effectue un nettoyage de décontamination de la plaquette et du support en téflon. La procédure est la suivante :
 - Rinçage dans l'eau desionisée pendant 10 minutes.
 - Rinçage dans de l'acide acétique diluée dans l'eau pendant 10 minutes.
 - Rinçage final dans l'eau desionisée pendant 10 minutes.

II.4.2. Caractérisation des dimensions

La détermination des propriétés mécaniques des matériaux par le gonflement passe par la mesure de l'épaisseur et de la largeur des membranes fabriquées. Ainsi, d'après l'équation 24, le module d'Young et les contraintes résiduelles sont inversement proportionnelles à l'épaisseur du matériau. Une erreur de 5% sur la mesure de l'épaisseur se traduit par une erreur de même ordre de grandeur sur la détermination des contraintes et du module d'Young. L'influence de l'erreur sur la détermination de la largeur est la plus importante. Le module d'Young et les contraintes sont proportionnels au degré quatre et deux de la largeur respectivement. Ainsi, une erreur de 5% sur la mesure de la largeur de la membrane présente une erreur de 20% sur la valeur du module d'Young et de 10% sur les contraintes.

II.4.3. Mesure de l'épaisseur du film

La gravure d'une marche dans le matériau à caractériser est réalisée sur la puce. Cette marche permet de déterminer avec précision l'épaisseur du film à coté de la membrane.



L'épaisseur de la couche du nitrure de silicium est une mesure comparative entre la mesure de marche (w_1) obtenue après l'étape (e) et la mesure de la marche (w_2) obtenue après gravure du nitrure de silicium dans l'acide fluorhydrique. La Figure II-9 résume la procédure utilisée pour la mesure de l'épaisseur du nitrure de silicium.

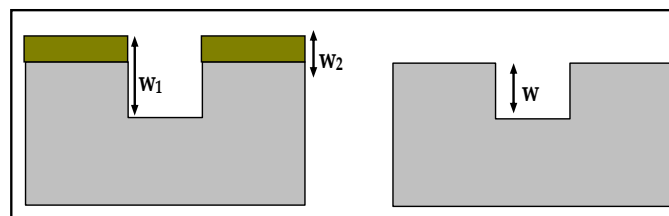


Figure II-9 : Procédé de mesure de l'épaisseur du nitrure de silicium déposée

L'épaisseur du film de nitrure mesurée par le profilomètre mécanique, est égale à $w = w_1 - w_2$.

Dans le cas des films en bicouches oxyde nitrure, on procède à la mesure de l'épaisseur de l'oxyde thermique par ellipsométrie, avant le dépôt du nitrure. Ensuite, le nitrure déposé, on

réalise une gravure RIE totale du nitrure et partielle de l'oxyde. Puis l'oxyde est gravé sélectivement au HF afin de s'arrêter sur le silicium. La mesure de l'épaisseur présente la somme de l'épaisseur des deux couches. La Figure II-10 illustre la mesure de l'épaisseur de la bicouche oxyde nitrure.

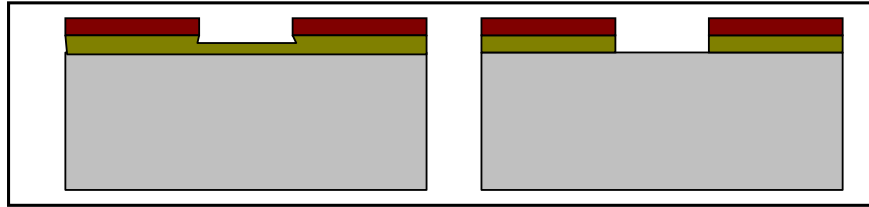


Figure II-10 : Procédé de mesure de l'épaisseur de l'oxyde du nitrure de silicium déposée

II.4.4. Mesure des dimensions des membranes

Afin de mesurer les largeurs des membranes, deux moyens de mesures ont été utilisés à savoir le profilomètre optique et le microscope optique Leica. La comparaison entre les deux techniques permet de juger de la fiabilité de chacune d'elles.

Sous le profilomètre optique, les membranes sont mesurées sur la face arrière. La mesure de la largeur sur la face avant est délicate à réaliser à cause de la difficulté à définir les bords de la membrane. Ainsi, la Figure II-11 montre un exemple de mesure sur la face arrière, des dimensions latérales de la membrane.

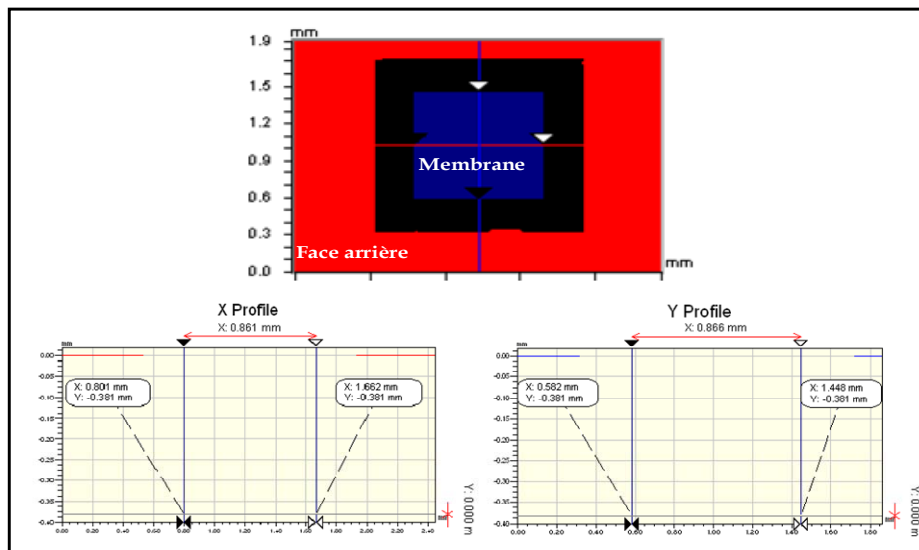


Figure II-11 : Exemple de mesure face arrière des dimensions des membranes sous le profilomètre optique

Sous le microscope optique Leica, la mesure des dimensions peut être réalisée sur la face avant ou arrière (Cf. Figure II-12). Les mesures ont été réalisées sur la face avant afin d'éviter de poser le film à caractériser sur le support du microscope.

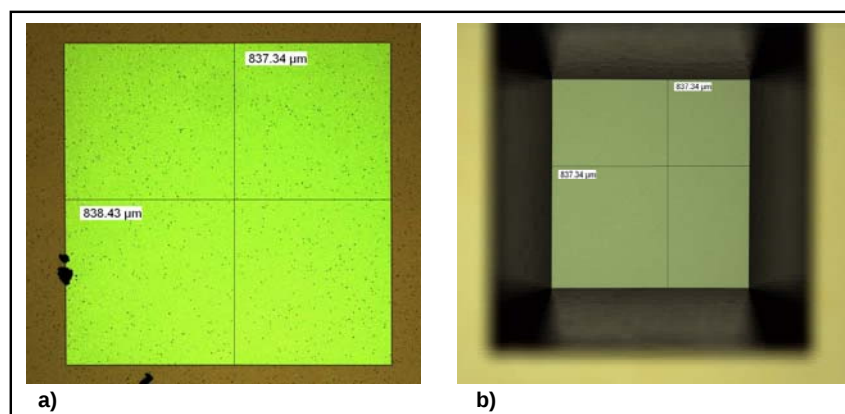


Figure II-12 : Mesure des dimensions des membranes sous le microscope optique

Afin de vérifier la calibration de ces équipements, nous avons mesuré les ouvertures des membranes directement sur le masque qui présente une précision voisine de $1\mu\text{m}$, soit sous le profilomètre optique, soit sous le microscope. Le Tableau II-3 montre un exemple de comparaison entre les résultats obtenus.

Ouvertures du masque (μm)	Microscope optique (μm)	Profilomètre optique (μm)
936	936 ± 1	944 ± 2
1136	1136 ± 1	1148 ± 2
1536	1536 ± 1	1546 ± 2

Tableau II-3 : Comparaison entre les mesures de dimensions sous microscope et profilomètre optique des ouvertures de masque

Nous pouvons constater que le profilomètre optique n'est pas calibré dans le plan (oxy). Par contre, le microscope optique est calibré à $\pm 1\mu\text{m}$ dans le plan horizontal.

Nous avons aussi comparé les mesures des dimensions de membranes obtenues par les deux équipements. Le Tableau II-4 compare les résultats de mesure obtenus sur le profilomètre optique et le microscope, sur des membranes carrées.

Type de Membrane	Profilomètre optique (μm)	Microscope (μm)	Différence (μm) / (%)
400 (μm)	436	419	17 / 4
600 (μm)	656	628	28 / 4,4
800 (μm)	867	838	29 / 3,4

Tableau II-4 : Comparaison entre les mesures de dimensions sous microscope et profilomètre optique des membranes carrées

On remarque que l'erreur obtenue sous le profilomètre optique lors de la mesure des dimensions du masque ($10\mu\text{m}$) est inférieure à celle obtenues lors de la mesure des dimensions des membranes (entre 17 et $29\mu\text{m}$). L'augmentation de cette erreur peut être expliquée d'une part par la difficulté de définir précisément le commencement de la membrane, et d'autre part par une éventuelle imperfection de la gravure KOH le long des encastrement (Cf. Figure II-13), et qui se manifestera par la présence d'un rayon de courbure de silicium sur une longueur ' ΔL ' [II.24]. En effet, à cause de la grande profondeur de balayage, les mesures sur la face arrière sont réalisées en lumière blanche. Ainsi, le silicium sur une faible épaisseur à l'approche des encastrement peut être transparent.

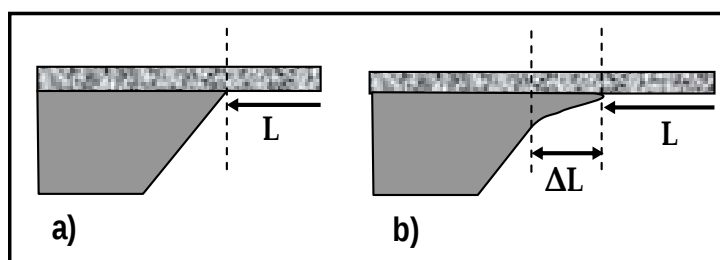


Figure II-13 : Erreur de mesure des dimensions sous profilomètre optique

Ainsi, les mesures des dimensions des membranes sont réalisées sous le microscope optique sur la face avant, avec une précision de $\pm 1\mu\text{m}$.

II.5. RESULTATS DE CARACTERISATION

Avant d'exposer les résultats de caractérisation des membranes de nitrure de silicium, on présentera les méthodes d'extraction des paramètres mécaniques, ainsi que le calcul d'erreur lié aux dispersions de mesure.

II.5.1. Extraction expérimentale des propriétés mécaniques

Avant la mise de la membrane sous pression différentielle, la déformation initiale de la membrane, ainsi que la pression atmosphérique sont mesurées correctement. L'extraction du module d'Young et des contraintes résiduelles est réalisée par exploitation de la courbe $\frac{P}{w} = f(w^2)$. Dans le cas étudié, on supposera que le coefficient de poisson du nitrure de silicium est de 0,25.

Par analogie avec l'équation, l'extrapolation linéaire de la courbe $\frac{P}{w} = f(w^2)$ permettra de calculer le module d'Young à partir de la pente (Pente). Les contraintes résiduelles sont calculées en fonction du point d'intersection de la droite extrapolée avec l'axe des abscisses (Origine). La Figure II-14 montre un exemple de la courbe extrapolée.

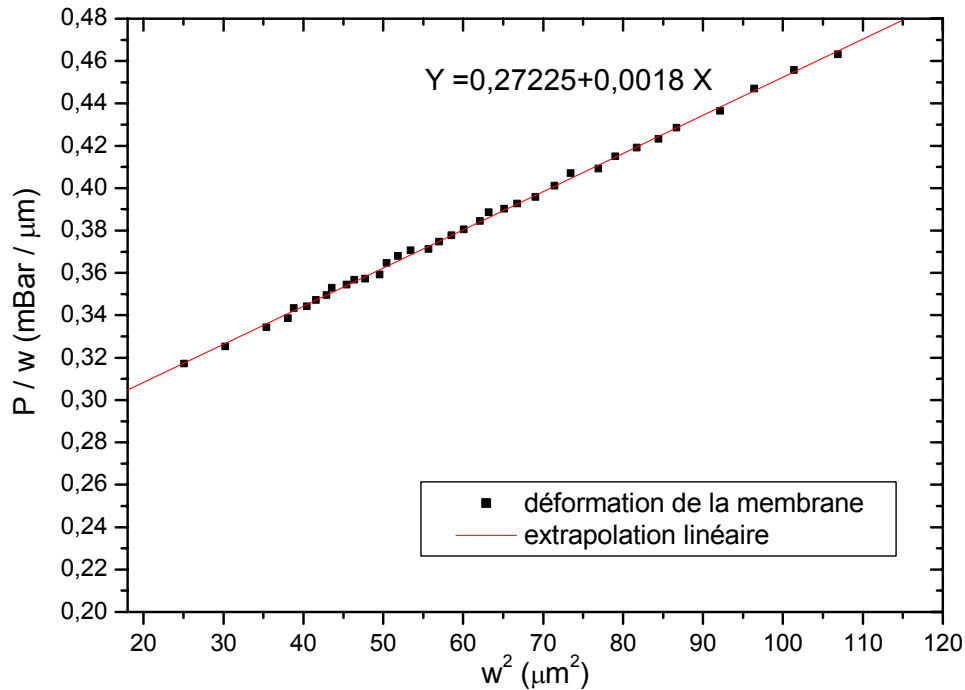


Figure II-14 : Régression linéaire de la courbe de chargement des membranes

Ainsi, le module d'Young et les contraintes résiduelles dans le matériau sont donnés par la relation.

$$E = \frac{\text{Pente} \cdot a^4}{C_2 t} \quad \sigma_0 = \frac{\text{Origine} \cdot a^2}{C_1 t} \quad \text{Équation 27}$$

La détermination du module d'Young et des contraintes résiduelles sont réalisées par un programme sous Matlab.

Le calcul des incertitudes de mesures des paramètres mécaniques dépend alors de quatre paramètres : la dimension de la membrane (a), l'épaisseur du film (t), les coefficients linéaires de la courbe (Pente et Origine) et les coefficients C_1 ou C_2 .

L'incertitude des mesures s'écrit alors :

$$\begin{aligned}\frac{\Delta E}{E} &= 4 \frac{\Delta a}{a} + \frac{\Delta t}{t} + \frac{\Delta C_2}{C_2} + \frac{\Delta \text{Pente}}{\text{Pente}} \\ \frac{\Delta \sigma}{\sigma} &= 2 \frac{\Delta a}{a} + \frac{\Delta t}{t} + \frac{\Delta C_1}{C_1} + \frac{\Delta \text{Origine}}{\text{Origine}}\end{aligned}\quad \text{Équation 28}$$

La précision du microscope optique détermine l'erreur commise sur la mesure de la largeur des membranes, elle est égale à $\pm 1\mu\text{m}$. Ainsi, pour la plus petite largeur mesurée ($400\mu\text{m}$), l'incertitude sur la détermination de la largeur ' a ' est égale à $\pm 0,25\%$.

L'erreur commise sur la mesure de l'épaisseur est déterminée par rapport à la dispersion de l'épaisseur mesurée sur les échantillons à caractériser à partir de la plaquette de nitrure ou celle d'oxyde/nitrure.

Sur la première plaquette avec la couche de nitrure, l'épaisseur est comprise entre $0,6$ et $0,615\mu\text{m}$, soit une erreur potentielle inférieure à $\pm 1,2\%$. Pour la seconde plaquette de nitrure, l'épaisseur varie entre $0,6$ et $0,62\mu\text{m}$, soit une incertitude inférieure à $\pm 1,7\%$.

Pour les membranes en oxyde/nitrure, seule une plaquette a été caractérisée. L'épaisseur de la bicouche varie entre $1,48$ et $1,5\mu\text{m}$, soit une incertitude inférieure à $\pm 0,7\%$. L'épaisseur de la couche d'oxyde a été mesurée par ellipsométrie avant le dépôt de la couche de nitrure, elle est de $0,8\mu\text{m} \pm 1,25\%$. L'épaisseur du nitrure est donc égale à $0,69\mu\text{m} \pm 2,9\%$.

L'erreur sur la détermination des coefficients C_1 et C_2 est donnée par l'écart entre les valeurs relevées dans la littérature. Cette erreur n'est déterminée que dans le cas des membranes carrées. En effet la détermination des coefficients C_1 et C_2 pour les membranes rectangulaires longues est une solution exacte.

En prenant l'erreur maximale commise sur le calcul de ces coefficients, on détermine ainsi l'incertitude sur les coefficients C_1 et C_2 à $1,17$ et $1,3\%$ respectivement.

L'erreur commise sur le calcul des paramètres 'pente' et 'origine' est plus délicate à évaluer. Afin de donner un ordre de grandeur de cette erreur, nous avons calculé la différence entre la régression linéaire et les points expérimentaux (Cf. Figure II-14). Les résultats sont portés sur un exemple illustré sur la Figure II-15. L'écart maximum est inférieur à $\pm 2\%$. On peut donc estimer en première approximation que l'erreur sur la 'pente' et 'l'origine' sera également inférieure à $\pm 2\%$.

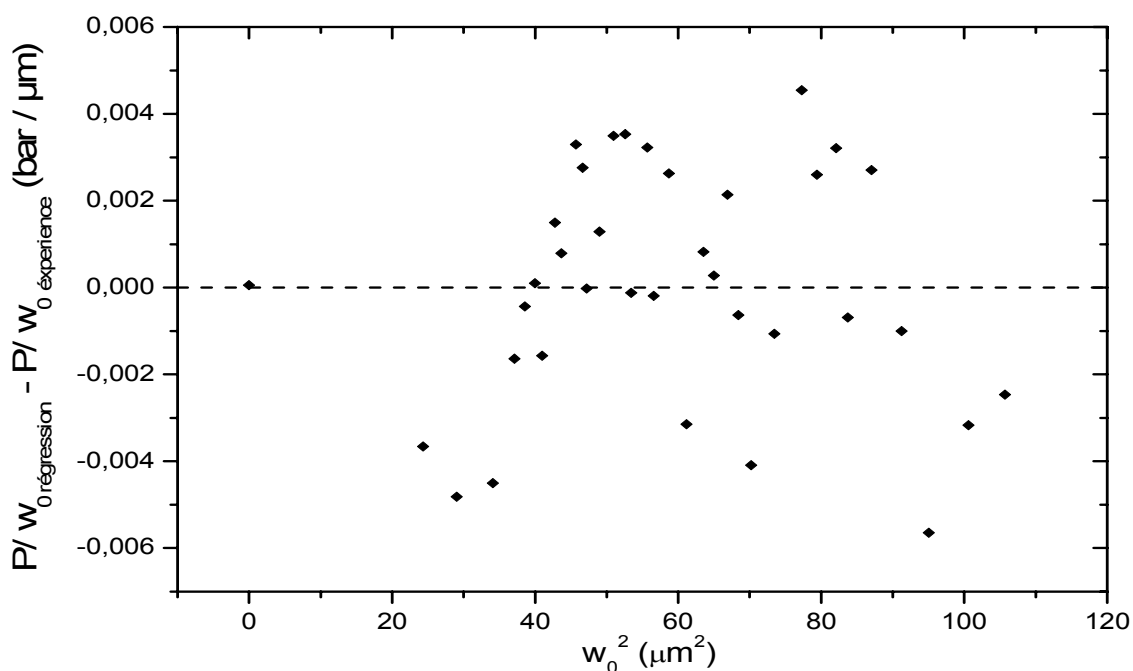


Figure II-15 : Erreur due à la régression linéaire

Ainsi, l'incertitude sur la détermination du module d'Young et des contraintes résiduelles est inférieure à $\pm 6\%$.

II.5.2. Extraction des paramètres mécaniques

II.5.2.1. Membranes en nitrure de silicium

II.5.2.1.1. Résultats

Afin d'étudier la reproductibilité des résultats, les paramètres mécaniques du nitrure de silicium ont été mesurés sur des membranes carrées et rectangulaires longues. Ces mesures sont comparées aux résultats obtenus sur une deuxième plaquette (Cf. Tableau II-5 et Tableau II-6). La Figure II-16 et la Figure II-17 montrent la dispersion du module d'Young en fonction de la largeur des membranes carrées ou rectangulaires respectivement. La Figure II-18 et la Figure II-19 montrent les dispersions obtenues sur la mesure des contraintes, en fonction de la largeur des membranes carrées ou rectangulaires respectivement.

Plaquette.1	Cotés 2a (μm)	E (GPa)	σ (MPa)	Plaquette.2	Cotés 2a (μm)	E (GPa)	σ (MPa)
	421	231	570		402	285	815
	423	237	592		401	261	689
	634	218	606		402	300	801
	633	230	613		601	219	807
	620	239	623		601	237	782
	620	229	576		602	300	690
	836	240	666		801	225	699
	839	252	633		801	264	607
					801	264	697
					801	247	783
					996	204	816
					996	214	718

Tableau II-5 : Résultats de caractérisation des membranes carrées sur deux plaquettes différentes

Plaquette.1	Cotés 2a (μm)	E (GPa)	σ (MPa)	Plaquette.2	Cotés 2a (μm)	E (GPa)	σ (MPa)
	421	277	629		403	312	710
	424	293	655		402	337	773
	628	252	673		403	314	734
	626	250	650		599	285	718
					597	297	709
					599	275	725
					601	303	705
					802	335	628
					999	262	662
					1001	260	700
					998	290	672

Tableau II-6 : Résultats de caractérisation des membranes rectangulaires longues sur deux plaquettes différentes

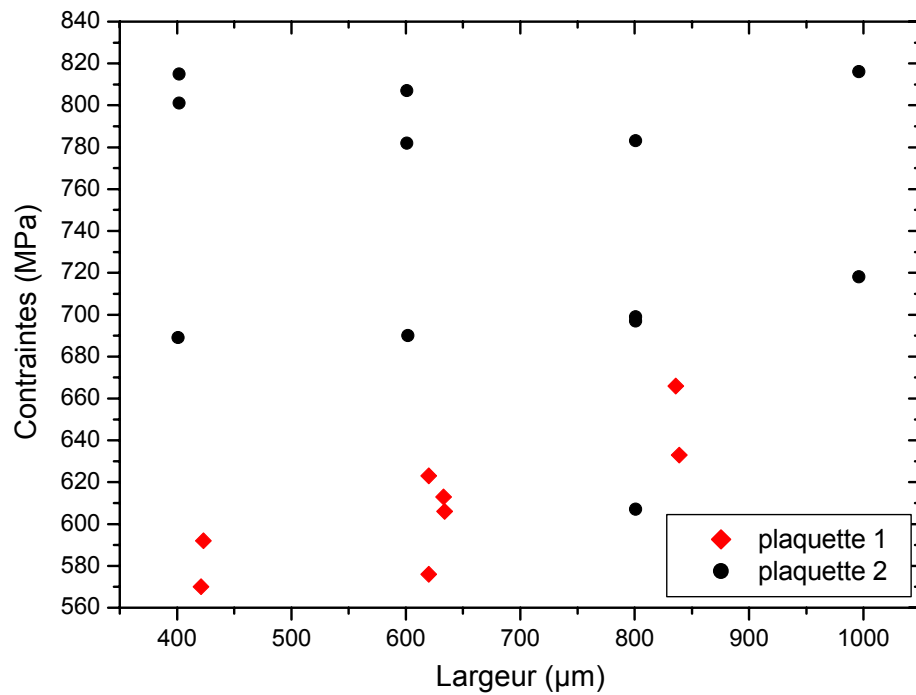


Figure II-18 : Dispersion des contraintes en fonction de la largeur des membranes carrées

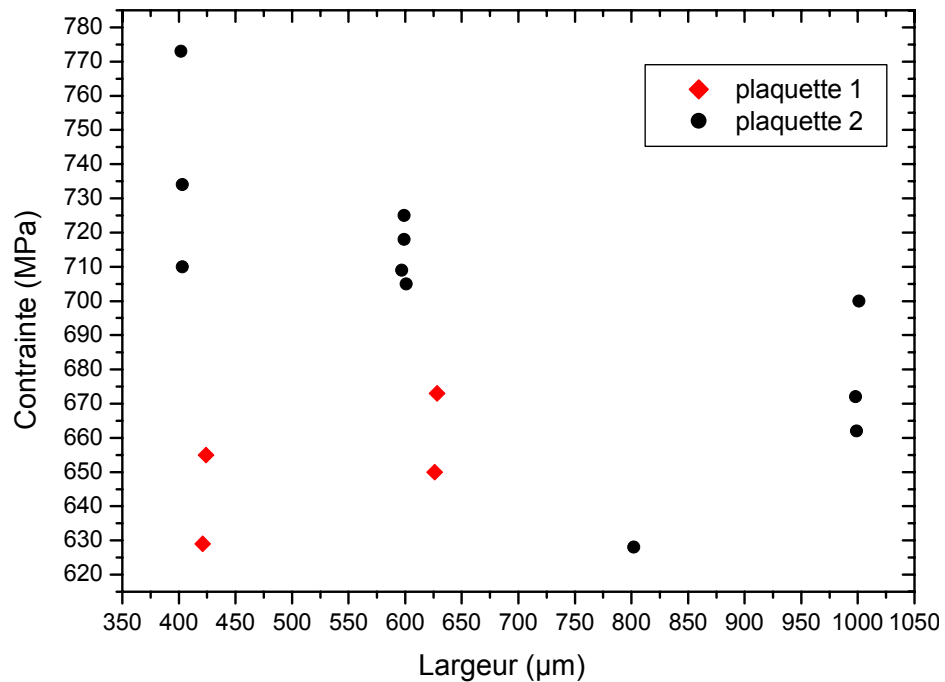


Figure II-19 : Dispersion des contraintes en fonction de la largeur des membranes rectangulaires

Afin de comparer les résultats de caractérisation mécanique, le Tableau II-7 présente une comparaison croisée entre les valeurs obtenues sur les membranes carrées et rectangulaires longues. Les paramètres calculés sont définis dans ce qui suit :

$$Moyenne = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

$$Etendue = \text{Max}((x_i) - \text{Min}(x_i))$$

$$Ecarttype = \sqrt{\frac{\sum (x_i - Moyenne)^2}{n}}$$

Équation 29

	Module d'Young			Contraintes résiduelles			Nombre membrane
	Moyenne (GPa)	Ecart Type %	Etendue %	Moyenne (MPa)	Ecart Type %	Etendue %	
Carrée1	235	4	14	610	5	16	8
Carrée2	252	13	38	742	9	28	12
Carrées Totale	245	11	39	690	12	36	20
Rectangulaire1	268	8	16	652	3	7	4
Rectangulaire2	297	9	26	703	5	21	11
Rectangulaires Totale	290	10	30	690	6	21	15
Carrée1-Rectangulaire1	246	9	31	624	5	17	12
Carrée2-Rectangulaire2	273	14	49	723	8	29	23
Total des membranes	264	13	50	690	10	36	35

Tableau II-7 : Comparaison entre les valeurs croisées calculées sur les membranes carrées et rectangulaires longues

II.5.2.1.2. Analyse des résultats - Module d'Young

L'analyse des Figure II-16 et Figure II-17 montrant les dispersions du module d'Young en fonction de la largeur (Cf. p.96) montre tout d'abord une dispersion assez grande sur les valeurs du module d'Young déduites des mesures (200GPa à 340GPa). La valeur moyenne

sur l'ensemble des mesures est proche de 265GPa avec un écart type de 13%. Ces dispersions sont nettement plus grandes que les erreurs estimées ($\pm 6\%$. Cf. p.94).

La comparaison des deux plaquettes caractérisées montre une augmentation de 10% environ sur la valeur moyenne de la plaquette 2 par rapport à la plaquette 1. Les dispersions sont également légèrement plus grandes pour la plaquette 2. Ces différences entre ces deux plaquettes peuvent être dues à la non reproductibilité du dépôt du nitrure.

Les résultats obtenus avec les membranes carrées sont environ 15% inférieurs à ceux obtenus avec des membranes rectangulaires. Ces différences peuvent être liée à un effet du montage qui n'est pas identique dans les deux cas (Cf. Figure II-5).

L'augmentation de la largeur a pour effet de diminuer globalement la valeur du module d'Young (Cf. Tableau II-8). Pour les membranes rectangulaires, cette diminution est voisine de 13% (17%) pour la plaquette 1 (plaquette 2). Pour les membranes carrées, cette diminution est voisine de 30% pour la plaquette 2, et quasiment stable pour la plaquette 1.

Il faut noter que le nombre d'échantillons testés de chaque type est compris entre deux et quatre et ne permet pas de donner des indications précises sur ces évolutions.

	Côtés 2a (μm)	Plaquette 1	Plaquette 2
		Module d'Young Moyen (GPa)	Module d'Young Moyen (GPa)
Carrée	400	234	282
	600	229	252
	800	246	250
	1000		209
Rectangulaire	400	285	321
	600	251	286
	800		335 (1 puce)
	1000		271

Tableau II-8 : Variation du module d'Young en fonction de la largeur

Afin d'expliquer les dispersions obtenues sur la détermination du module d'Young en fonction des dimensions des membranes, plusieurs effets peuvent être cités :

- L'utilisation du silicone pour la fixation de la puce dans le support métallique ne se fait pas de manière identique. Le fait de ne pas réaliser des rainures au niveau du support métallique pour mettre le silicone implique que la membrane, lorsqu'elle est fixée, n'est pas parfaitement plate. Ainsi, lors de l'application de la pression, la membrane est susceptible de se tordre sur le silicone (Cf. Figure II-20).

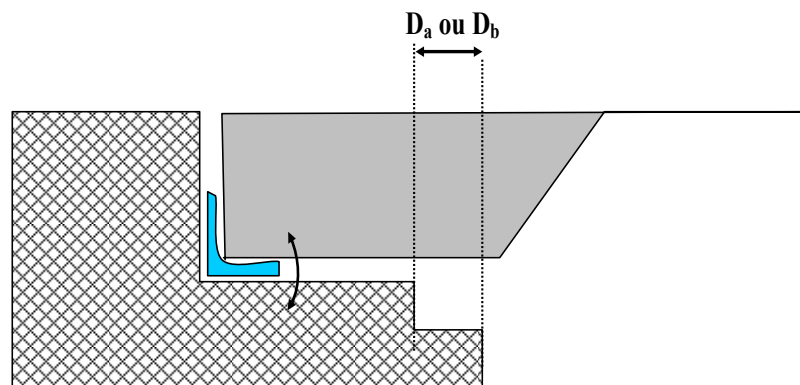


Figure II-20 : Rotation de la puce à cause de l'utilisation du silicone

- La déformation globale de la puce à cause de contraintes extensives importantes dans la couche qui est aussi présente sur le silicium massif. On note une flèche de l'ordre de $0,3\mu\text{m}$ environ sur la puce de 1cm de côté. Cette déformation engendre une rotation des encastremements qui se traduit par une déflection supplémentaire de la membrane. Ceci entraîne une augmentation de la pente (Cf. Figure II-21) qui est proportionnelle au module d'Young.

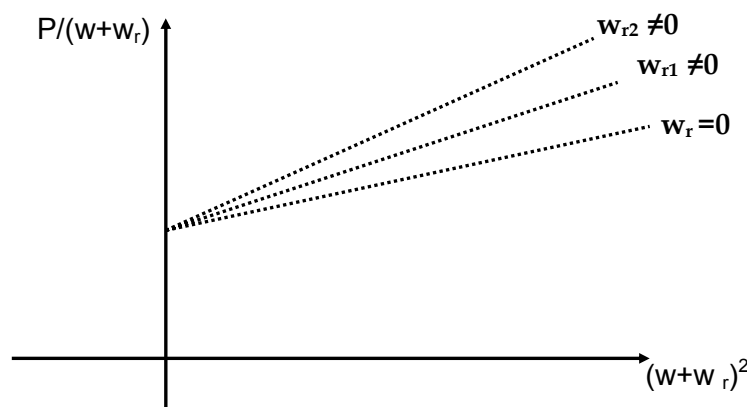


Figure II-21 : Diminution du module d'Young lorsque la largeur augmente

L'effet de la rotation de la puce est d'autant plus important que la largeur de la membrane augmente. En effet pour un type de membrane, l'augmentation de la largeur se traduit par une diminution de la dimension D_a ou D_a/D_b . Dans ce cas, la déformation du nitrure sur le silicium est plus importante et engendre une rotation globale plus significative.

Cette explication est cohérente avec les résultats obtenus par [II.25] dans le cas de membranes en nitrure possédant de très fortes contraintes en tension (1GPa), et pour lesquelles le module d'Young, estimé sur un nombre important (>8) de membranes rectangulaires longues de différentes dimensions, varie entre 250GPa et 320GPa. Dans le cas de couches faiblement en tension, la détermination du module d'Young est obtenue avec une bonne précision sur un certain nombre d'échantillons ($274\text{GPa} \pm 0,63\text{GPa}$ pour des contraintes de 34MPa [II.26], et $257\text{GPa} \pm 5\text{GPa}$ pour des contraintes de 140MPa [II.27]).

Dans la littérature, le module d'Young du nitrure déposé par LPCVD a été mesuré par différentes techniques et est situé entre 160GPa et 370GPa comme le montre le Tableau II-9. Les résultats obtenus dans notre étude sont bien compris dans cette fourchette.

E (GPa)	Techniques de mesures	Références
257 ± 5	Tensile test, bulge test	[II.27]
195 ± 9	Resonant ultrasound spectroscopy	[II.28]
198	beam deflection	[II.28]
222 ± 3	Bulge test	[II.12]
216 ± 10	Nanoindentation	[II.12]
306	Bulge test	[II.29]
259	Bulge test	[II.29]
265	Bulge test	[II.30]
210 ± 42	membrane+strain gages	[II.31]
270	Bulge test	[II.32]
375 ± 70	stoichiometric film, resonators	[II.33]
365 ± 66	silicon-rich film, resonators	[II.33]
325 ± 30	stoichiometric film, bulge test	[II.33]
295 ± 30	silicon-rich films, bulge test	[II.33]
$274 \pm 0,63$	Bulge test	[II.25]

Tableau II-9 : Module d'Young du nitrure LPCVD cités dans la base de données matériaux du réseau d'excellence européen PATENT

Edwards [II.27] donne une valeur de $257\text{GPa} \pm 5\text{GPa}$ obtenu sur sept échantillons de nitrure LPCVD de la filière dichlorosilane.

II.5.2.1.3. Analyse des résultats – Contrainte moyenne

Comme pour le module d'Young, l'analyse de la Figure II-18 et Figure II-19 (Cf. p.97) montre tout d'abord une dispersion assez grande sur les valeurs de contraintes déduites des mesures (570MPa à 820MPa). La valeur moyenne est proche de 690MPa avec un écart type de 10%. Ces dispersions sont également nettement plus importantes que les erreurs estimées ($\pm 6\%$. Cf. p.94). Elles peuvent être expliquées par l'utilisation du silicone pour réaliser l'étanchéité en pression. En effet, le séchage du silicone engendre des contraintes supplémentaires qui sont peu reproductibles. Ces contraintes de montage expliquent également la valeur élevée de contrainte obtenue par rapport à la méthode du rayon de courbure ($520\text{MPa} \pm 7\%$).

La comparaison des deux plaquettes montre une augmentation de 15% environ sur la valeur moyenne de la contrainte entre la plaquette 1 et la plaquette 2. Cette augmentation est comparable à celle obtenue pour le module d'Young et est peut être expliquée par une non reproductibilité du procédé de dépôt.

Contrairement au module d'Young, on ne note pas de différences significatives entre les résultats obtenus sur des membranes carrées et rectangulaires.

De même, l'augmentation de la largeur de la membrane ne donne pas une influence marquée et reproductible. Dans le cas de membranes carrées, l'utilisation de membranes plus grandes entraîne une légère augmentation ($\pm 11\%$) pour la plaquette 1, mais une quasi indépendance ($< 6\%$) pour la plaquette 2. Dans le cas de membranes rectangulaires, on note une légère diminution de la contrainte pour la plaquette 2 (-9%) et une très faible augmentation ($< 2\%$) pour la plaquette 1. Il faut noter que pour cette plaquette, seuls deux échantillons de même type ont été caractérisés.

II.5.2.2. Membranes en oxyde/nitrure de silicium

Les membranes bicouches en $\text{SiO}_2 / \text{SiN}_x$ sont caractérisées dans le but d'extraire les propriétés mécaniques de l'oxyde thermique.

II.5.2.2.1. Caractéristique du bicouche

Les caractérisations permettent d'accéder uniquement au module uniaxial de la bicouche. Le coefficient de poisson et le module uniaxial du bicouche sont donnés par [II.19] :

$$\nu_c = \frac{t_o E_o \nu_o (1 - \nu_n^2) + t_n E_n \nu_n (1 - \nu_o^2)}{t_o E_o (1 - \nu_n^2) + t_n E_n (1 - \nu_o^2)} \quad \text{Équation 30}$$

$$\frac{E_c}{1 - \nu_c^2} = \frac{t_o}{(t_o + t_n)} \left(\frac{E_o}{1 - \nu_o^2} \right) + \frac{t_n}{(t_o + t_n)} \left(\frac{E_n}{1 - \nu_n^2} \right) \quad \text{Équation 31}$$

Où l'indice o (n) fait référence à la couche d'oxyde (nitrure).

En considérant que les coefficients de poisson des deux matériaux sont très proches ($\approx 0,25$), le coefficient de poisson du bicouche est également égal à 0,25.

Le Tableau II-10, la Figure II-22 et la Figure II-23 présentent les résultats obtenus pour le module d'Young et la contrainte moyenne du bicouche sur des membranes rectangulaires longues.

Cotés 2a (μm)	E_c (GPa)	σ_c (MPa)
402	147	143
403	138	132
599	136	135
601	116	148
600	121	155
802	135	138
801	135	129
802	135	135
999	118	121
1001	128	119
998	122	123

Tableau II-10 : Résultats de caractérisation mécanique des membranes en oxyde/nitrure

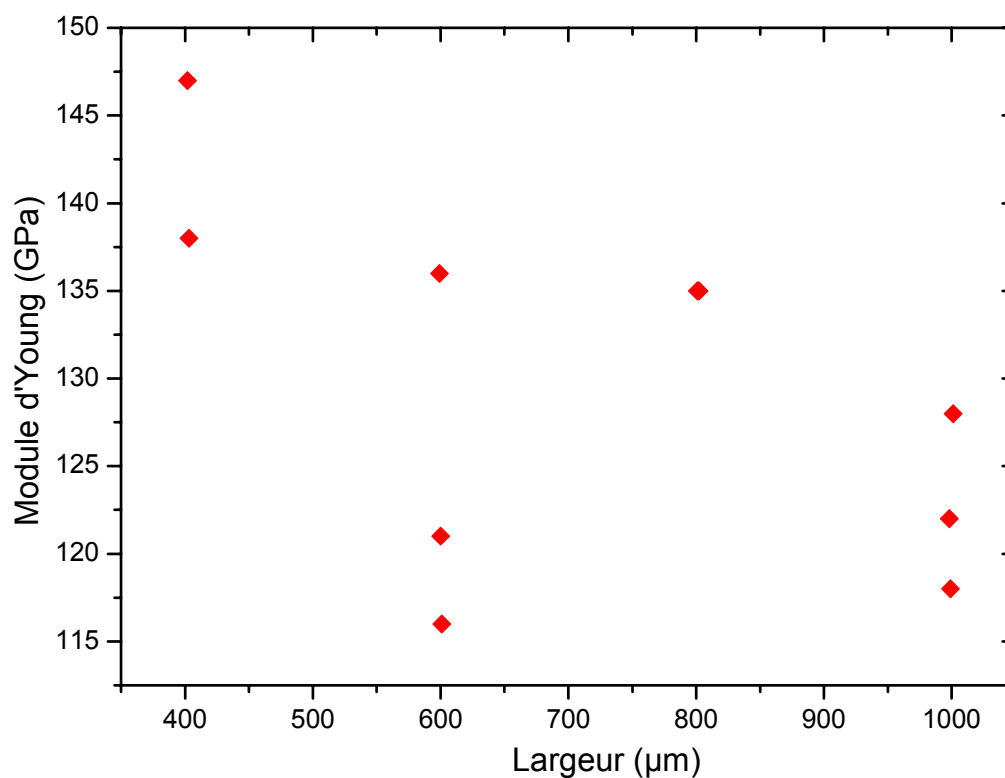


Figure II-22 : Dispersion du module d'Young du bicouche en fonction de la largeur

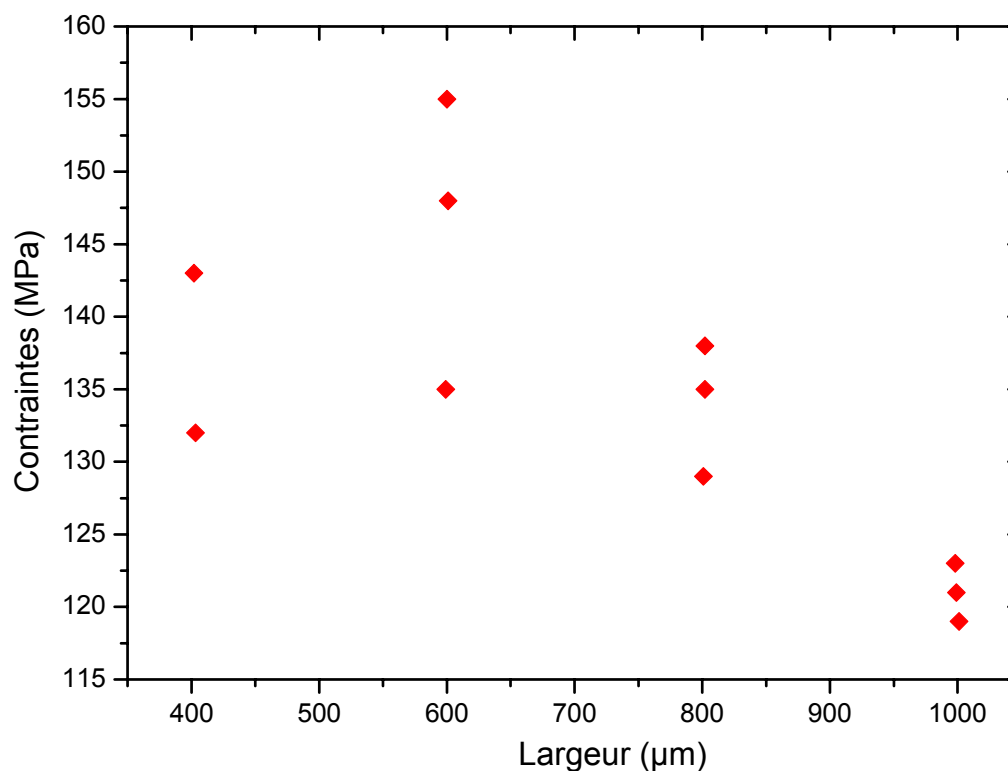


Figure II-23 : Dispersion des contraintes moyennes du bicouche en fonction de la largeur

Le module d'Young moyen est proche de 130GPa avec un écart type relatif de 8%. La dispersion est identique à celle obtenue sur les membranes de nitrure. On observe également une légère diminution du module d'Young avec l'augmentation de la taille de la membrane.

La contrainte moyenne déduite est proche de 134MPa avec un écart type de 8%. Cette valeur est nettement plus grande que celle obtenue par la méthode du rayon de courbure (85MPa), et peut être expliquée par les contraintes rapportées par le montage (Cf. V.2.1.2). On note une très légère diminution de la valeur de la contrainte avec l'augmentation de la taille de la membrane.

II.5.2.2.2. Caractéristiques mécaniques de l'oxyde thermique

Le module d'Young et la contrainte moyenne dans l'oxyde sont déduits des valeurs mesurées sur le bicouche et de celles du nitrure :

$$E_0 = \frac{t_o + t_n}{t_o} \left(\frac{1 - \nu_o^2}{1 - \nu_c^2} \right) E_c + \frac{t_n}{t_o} \left(\frac{1 - \nu_o^2}{1 - \nu_n^2} \right) E_n \quad \text{Équation 32}$$

$$\sigma_o = \frac{\sigma_c \cdot (t_n + t_o) - \sigma_n \cdot t_n}{t_o} \quad \text{Équation 33}$$

Le Tableau II-11 montre les résultats obtenus sur l'extraction des paramètres mécaniques de l'oxyde thermique. La contrainte moyenne σ_{01} est extraite pour à une contrainte moyenne du nitrure de 690MPa mesurée par le système de gonflement, et la contrainte moyenne σ_{02} est extraite pour une contrainte moyenne de 520MPa mesurée par la méthode du rayon de courbure.

Cotés 2a (μm)	E_0 (GPa)	σ_{01} (MPa)	σ_{02} (MPa)
402	34	- 328	- 182
403	17	- 350	- 202
599	14	- 343	- 197
601	-22	- 320	- 172
600	-14	- 306	- 160
802	12	- 338	- 191
801	12	- 354	- 208
802	12	- 343	- 197
999	-18	- 370	- 223
1001	0	- 373	- 226
998	-11	- 366	- 220

Tableau II-11 : Extraction des paramètres mécaniques de l'oxyde thermique

※ Module d'Young

Les valeurs du module d'Young sont incohérentes (valeur < 0), dispersées et très différentes de celles données dans la littérature (entre 70 GPa et 80 GPa).

D'après l'équation 32, le module d'Young de l'oxyde est obtenu par la soustraction de deux termes ($E_{eq1} - E_{eq2}$) avec :

$$E_{eq1} = \frac{t_o + t_n}{t_o} \left(\frac{1 - \nu_o^2}{1 - \nu_c^2} \right) E_c \quad \text{et} \quad E_{eq2} = \frac{t_n}{t_o} \left(\frac{1 - \nu_o^2}{1 - \nu_n^2} \right) E_n \quad \text{Équation 34}$$

Les incertitudes sur chacun des termes sont alors égales à :

$$\frac{\Delta E_{eq1}}{E_{eq1}} = \frac{\Delta(t_o + t_n)}{t_o + t_n} + \frac{\Delta(t_o)}{t_o} + \frac{\Delta E_c}{E_c}$$

$$\frac{\Delta E_{eq2}}{E_{eq2}} = \frac{\Delta(t_n)}{t_n} + \frac{\Delta(t_o)}{t_o} + \frac{\Delta E_n}{E_n}$$

D'après les résultats précédents, on déduit :

$$\frac{\Delta(t_o + t_n)}{t_o + t_n} \approx \pm 1\% , \frac{\Delta(t_o)}{t_o} \approx \pm 2\% , \frac{\Delta(t_n)}{t_n} \approx \pm 2\% , \frac{\Delta(E_n)}{E_n} \approx \pm 39\% , \frac{\Delta(E_c)}{E_c} \approx \pm 24\%$$

Les valeurs de E_{eq1} et E_{eq2} sont alors comprises entre :

$$176\text{GPa} < E_{eq1} < 307\text{GPa}$$

$$113\text{GPa} < E_{eq2} < 283\text{GPa}$$

et sont surtout liées à l'incertitude sur la valeur du module d'Young du nitrure.

Nous pouvons noter que la valeur du module d'Young de l'oxyde thermique peut aussi être comprise entre -107GPa et 194GPa. Des valeurs cohérentes ne peuvent être obtenues sur la valeur du module d'Young de l'oxyde que si les incertitudes sur les valeurs des modules d'Young du nitrure et du bicouche sont drastiquement réduites.

* Contrainte moyenne

La contrainte moyenne σ_{01} (calculée pour une contrainte de nitrure moyenne de 690MPa) est voisine de -344MPa avec un écart type de 6%. Cette valeur est très proche de celle obtenue par la méthode de rayon de courbure. Néanmoins, la valeur de la contrainte déduite dans l'oxyde est très sensible à la valeur de la contrainte utilisée dans le nitrure. En effet, la contrainte moyenne σ_{02} (calculée pour une contrainte de nitrure moyenne de 570MPa) est très différente (-198MPa).

D'après l'équation 33, l'incertitude sur la détermination de la contrainte de l'oxyde est calculée à partir de la soustraction des deux termes $\sigma_1 - \sigma_2$:

$$\sigma_1 = \frac{(t_o + t_n)}{t_o} \sigma_c \quad \text{et} \quad \sigma_2 = \frac{t_n}{t_o} \sigma_n \quad \text{Équation 35}$$

Les incertitudes sont données par :

$$\frac{\Delta\sigma_1}{\sigma_1} = \frac{\Delta\sigma_c}{\sigma_c} + \frac{\Delta t_o}{t_o} + \frac{\Delta(t_o + t_n)}{(t_o + t_n)} \quad \text{et} \quad \frac{\Delta\sigma_2}{\sigma_2} = \frac{\Delta\sigma_n}{\sigma_n} + \frac{\Delta t_o}{t_o} + \frac{\Delta t_n}{t_n}$$

Les incertitudes sur les contraintes du nitrure (Cf. Tableau II-7) et du bicouche (Cf. 104) sont égales à :

$$\frac{\Delta\sigma_n}{\sigma_n} = \pm 30\% \quad \text{et} \quad \frac{\Delta\sigma_c}{\sigma_c} = \pm 23\%$$

Ainsi, $185\text{MPa} < \sigma_1 < 315\text{MPa}$ et $342\text{MPa} < \sigma_2 < 692\text{MPa}$

Par la suite, on déduit que la contrainte moyenne de l'oxyde thermique peut être comprise entre -507MPa et -27MPa. La réduction de cette incertitude nécessite donc la réduction drastique des erreurs commises sur les valeurs des contraintes du nitrure et du bicouche.

II.6. CONCLUSION

Nous avons mis en place un banc de test pour le gonflement de membranes sous pression différentielle. Ce banc contient un système de pressurisation, un profilomètre optique et un support spécial qui a été usiné pour fixer les échantillons lors de l'application de la pression. Les tests réalisés ont permis d'extraire le module d'Young et les contraintes résiduelles dans le matériau étudié.

Nous avons fabriqué et caractérisé des membranes carrées et rectangulaires longues de différentes largeurs à partir des films de nitrure LPCVD et du bicouche oxyde/nitrure.

Pour les membranes de nitrure caractérisées, le module d'Young moyen a été déterminé sur un grand nombre d'échantillons à 264GPa. Cependant, les dispersions relevées sont assez importantes (200GPa à 340GPa). Nous avons expliqué ces dispersions comme étant dues au montage utilisé, et à la non prise en compte de la présence d'une rotation de l'échantillon dans le modèle théorique. Cette rotation est liée à la présence de fortes contraintes en tension.

La contrainte moyenne dans le nitrure est estimée à 690MPa. La dispersion de la mesure est assez élevée (entre 570MPa et 820MPa). La contrainte moyenne est importante par rapport à celle mesurée par la méthode de rayon de courbure (520MPa). Cette différence est liée au montage utilisé ainsi qu'à l'utilisation du silicone pour la fixation de l'échantillon.

Les membranes composites en oxyde/nitrure ont été caractérisées sur des membranes rectangulaires longues. Les dispersions obtenues sur la détermination des paramètres mécaniques sont du même ordre de grandeur que celle obtenue lors de la caractérisation des membranes en nitrure.

Le banc de test développé a ainsi permis de préciser les limitations de la méthode de gonflement et a montré l'importance du montage sur les caractéristiques du matériau étudié.

Afin de quantifier plus précisément les erreurs commises et de préciser leur origine, il serait nécessaire de caractériser des membranes en silicium de raideur comparable aux membranes utilisées. La simulation mécanique de l'ensemble du dispositif de test devrait également donner des indications sur l'origine des perturbations et sur les pistes d'optimisation. Après la validation du nouveau dispositif, il sera nécessaire de réaliser un nombre important de caractérisation pour obtenir une étude plus statistique.

II.7. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE.II

- [II.1] N.Durand, K.F. Badawi, Ph. Goudeau. "Influence of microstructure on residual stress in tungsten thin films analysed by X-ray diffraction". Thin Solid Films, Vol.275, pp 168-171
- [II.2] H. Dosch, B.W. Batterma,; D.C. Wack. "Depth-controlled grazing-incidence diffraction of synchrotron X radiation". Physical Review Letters, 56, p1144-1147, 1986
- [II.3] J.A.Ruud, D.Josell, F.Spaepen. "A new method for tensile testing of thin films". Journal of material research, Vol.8, No.1, pp. 112-117, 1993
- [II.4] J. Laconte, F.Iker, S.Joprez, N.André, J.Proost, T.Pardoen, D.Flandre, J-P.Raskin. "Thin films stress extraction using micromachined structures and wafer curvature Measurements". Microelectronic Engineering, Vol.76, Issue.1-4, pp. 219-226, 2004
- [II.5] Nathan D.Mastres, Maarten P.de Boer, Brian D.Jensen, Michael S.Backer, David Koester. "Side-by-Side comparaison of passive MEMS strain test structures under residual compression". Properties of Structural Films, American Society for Testing and Materials, Septembre 2001
- [II.6] J.A.Schweitz. "Mechanical characterization of thin films by micromechanical techniques". MRS Bulletin, Vol.17, No.7, pp. 34-45, July 1992
- [II.7] J. Jonsmann, S. Bouwstra. "Membrane parameter extraction from resonance frequencies". Proc. Eurosensors X: The 10th European Conference on Solid State Transducers pp. 183-186, Leuven, 1996
- [II.8] R.J.Hohlfelder, H.Luo, J.J. Vlassak, C.E.D. Chidsey, W.D. Nix. "Measuring interfacial fracture toughness with the blister test". Material research society symposium Proc, Vol.436, pp. 115-120, 1997
- [II.9] A.N.Gent, L.H. Lewandowski. "Blow off pressure for adhering layers". Journal of applied polymers Science, Vol.33, pp. 1567-1577, 1987
- [II.10] G.F.Cardinal, R.W.Tustison. "Fracture Strength and biaxial modulus measurement of plasma silicon nitride films". Thin Solid Films, Vol.207, Issue.5, pp. 126-130, 1992
- [II.11] J.W.Beams. "Mechanical properties of thin films of gold and silver". International conference on structure and properties of thin films, Bolton Landing, New York 1959
- [II.12] J.J.Vlassak, W.D.Nix. "A new bulge test technique for the determination of Young's modulus and poisson ratio of thin films". Journal of material research, Vol.7, No.12, pp. 3242-3248
- [II.13] S.Timoshenko, S.Woinowsky-Krieger. "Theory of plates and shells". Mc Graw Hill, 1959
- [II.14] Y.Xiang, X.Chen, J.J.Vlassak. "The plane strain bulge test for thin films". Journal of Materials Research, Vol.20, No.9, pp. 2360-2370, 2005
- [II.15] V.M.Paviot, J.J.Vlassak, W.D.Nix. "Measuring the mechanical properties of thin metal films by means of bulge testing of micromachined windows". Proc. Material research society: Stresses and Mechanical Properties, pp. 579-584, 1985
- [II.16] D.M.Schneider, J.Maibach, E.Obermeier. "A new analytical solution for the load deflection of square membranes". IEEE Journal of MEMS, Vol 4, No 4, pp. 238-241, 1995
- [II.17] O.Tabata, K.Kawahata, S.Sugiyama, I.Igarashi. "Mechanical property measurements of thin films using load deflection of composite rectangular membranes". Sensors and Actuators, Vol.20, pp. 135-141, 1989
- [II.18] J.Y.Pan, P.Lin, F.Maseeh, S.D.Senturia. "Verification of FEM analysis of load deflection methods for measuring mechanical properties of thin films". Technical digest, IEEE Solid State Sensors and Actuators workshop, pp. 70-73, Hilton Head Island 1990
- [II.19] Joost J Vlassak. "New experimental techniques and analysis methods for the study of the mechanical properties of materials in small volumes". Thèse de l'université de Stanford, USA, 1994

- [II.20] A.J.Kalkman, A.H.Verbruggen, G.C.A.Janseen, F.H.Groen. "A novel bulge testing setup for rectangular free standing thin films". Review of scientific instruments, Vol.70, No.10, pp. 4026-4031, 1999
- [II.21] Oliver Kraft, C.A.Volkert. "Mechanical testing of thin films and small structures". Advanced engineering materials, Vol.3, No.3 pp. 99-110, 2001
- [II.22] S.Koller, V.Ziebart, O.Paul, O.Brand, H.Baltes, P.M.Sarro, M.J.Vellekoop. "Determination of mechanical material properties of piezoelectric ZnO films". Proc. of SPIE, Smart Electronics and MEMS, pp. 102-109, San Diego, CA, USA, March 1998
- [II.23] Volker Viebart. "Mechanical properties of CMOS thin films". Thèse de l'institut fédéral de technologie de Zurich, Suisse, 1999
- [II.24] F. Pourahmadi, D. Gee, K. Petersen. "The effect of corner radius of curvature on the mechanical strength of micromachined single crystal silicon structures". Transducers: 1991 Int. Conf. on Solid-State Sensors and Actuators Digest of Technical Papers (Cat.No.91CH2817-5) (New York: IEEE) pp 197-200
- [II.25] J.Yang, O.Paul. "Fracture properties of LPCVD silicon nitride thin films from the load deflection of long membranes". Sensors and actuators A, Vol.97-98, pp. 520-526, 2002
- [II.26] H.Keiner, F.J.Von Preissig, H.Zeng, M.N.G.Nejhad, E.S.Kim. "Advanced bulge test system". Material research Symposium proceeding, Vol.505, pp 229-234, 1998
- [II.27] R.L.Edwards, G.Coles, W.N.Sharpe. "Comparaison of tensile and bulge tests for thin film silicon nitride". Society for experimental mechanics, Vol.44, No.1, pp 49-54, 2004
- [II.28] H.Guo, A.Lal. "Die-level characterization of silicon-nitride membrane/silicon structures using resonant ultrasound spectroscopy". IEEE Journal of MEMS, Vol.12, No.1 p 53-63, 2003
- [II.29] R.A.Stewart, J.Kim, A.S.Kim, R.M.White, R. S.Muller. "Young's modulus and residual stress of LPCVD silicon-rich silicon nitride determined from membrane deflection". Sensors and Materials, Vol.2, No.5, pp 285-298, 1991
- [II.30] G.M.Wells, M.Reilly, R.Nachman, F.Cerrina, M.A.El.Khakani, M.Chaker. "Characterization of a silicon nitride masks membrane process". Materials research society symposium, Vol.306, pp 81-89, 1983
- [II.31] G.M.Wells, H.T.H.Chen, J.P.Wallace, R.L.Engelstad, F.Cerrina. "Radiation damage induced changes in silicon membrane mechanical properties". Journal of Vacuum sciences and technology B, Vol.13, No.6, pp 3075-3077, 1995
- [II.32] X.Ye, J.H.Zhang, Z.Y.Zhou, Y.Yang. "Measurement of Young's modulus and residual stress of micromembranes". Proceeding of 7th International symposium on micromachine and human science, 1996
- [II.33] A.Kaushik, H.Khan, A.H.Heuer. "Wafer-level mechanical characterization of silicon nitride MEMS". IEEE Journal of MEMS, Vol.14, No.2, pp 359-367, 2005

CHAPITRE.III FABRICATION ET CARACTERISATION DES ANTENNES A ÉMISSION SURFACIQUE DE TYPE YAGI-UDA

III.1. INTRODUCTION

Les antennes planaires sont aujourd'hui des éléments clés dans les systèmes micro-ondes et millimétriques pour de nombreuses applications telles que les communications sans fil, la radioastronomie, les radars mobiles. L'objectif est de développer des modules électroniques à faible coût.

Ces nouvelles spécifications ont motivé l'émergence de nouvelles filières technologiques issues de la microélectronique et utilisant les potentialités de micro-usinage du silicium. Les antennes planaires sur membranes présentent ainsi de fortes potentialités car elles assurent une propagation homogène de l'onde et éliminent les modes de substrats et les pertes diélectriques. Elles permettent aussi d'obtenir d'excellentes performances pour des fréquences élevées [III.1].

La plupart des antennes planaires sur membranes étudiées sont à émission verticale (Cf. Figure III-1). Depuis quelques années, des antennes à émission surfacique de type Yagi-Uda (Cf. Figure III-1) sont développées car elles permettent d'obtenir d'excellentes caractéristiques en terme de gain et de diagramme de rayonnement avec une plus grande latitude dans les paramètres de conception [III.2]. Cependant, la présence du silicium dans la direction de propagation entraîne une perturbation non négligeable. La solution consiste alors à réduire ou à éliminer le mur de silicium dans la direction de propagation.

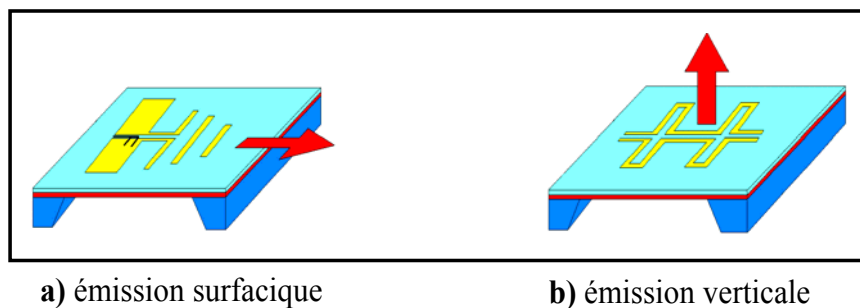


Figure III-1 : Antennes à émission électromagnétique verticale et surfacique

Ce chapitre traite ainsi des potentialités offertes par la combinaison des techniques de micro-usinage du silicium par la fabrication d'antennes de type Yagi-Uda à émission surfacique. Après une présentation succincte de la conception de ces antennes, nous exposerons la filière technologique développée ainsi que les résultats hyperfréquences obtenus.

Ces travaux se sont déroulés dans le cadre du projet européen IMPACT puis AMICOM, et ont associé le LAAS à l'institut de microtechnologie (IMT) de Bucharest en Roumanie. Ce type d'antenne est destiné aux applications suivantes :

- Radioastronomie, télécommunication par satellites, (42,5 – 45,5GHz)
- Systèmes de radionavigation, systèmes de défense. (43,5 – 45,5GHz)
- Télécommunication par satellites pour les applications fixes (47 – 48,5GHz)

III.2. CONCEPTION DE L ANTENNE YAGI-UDA

III.2.1.Introduction

Les premières antennes Yagi-Uda ont été réalisées en technologie micro-ruban. Bien que les résultats soient satisfaisants, cette technique requiert la métallisation de la face arrière du substrat pour réaliser les plans de masse [III.3]. Cette technologie nécessite alors la réalisation de trous métallisés à travers le substrat qui est assez complexe à réaliser dans le cas du silicium.

D'autres conceptions ont choisi l'alimentation en technologie uniplanaire [III.4]. Ceci permet l'intégration plus facile dans les circuits intégrés. Dans le même objectif, les dernières conceptions font appel à la technologie coplaire [III.5] [III.6] [III.7]. Dans ce cas, les plans de masse sont situés sur la face supérieure du substrat ce qui facilite l'alimentation, la connexion avec les circuits actifs et la caractérisation des antennes sous pointes coplaires.

Le choix s'est donc porté sur des antennes Yagi-Uda sur membrane en technologie coplaire. La conception a été réalisée par Dan Neculoiu de l'IMT Bucharest.

III.2.2.Dimensionnement de l'antenne Yagi-Uda

L'antenne Yagi se compose d'un dipôle actif relié à la source d'alimentation (conducteur), et d'éléments parasites non alimentés à savoir le réflecteur et les directeurs.

Le conducteur alimenté génère un champ électromagnétique local, et induit un courant au niveau du premier directeur, non alimenté, et placé dans la direction de propagation. L'amplification de l'énergie crée au niveau de ce premier élément parasite favorise l'excitation du second directeur, etc. Par la suite, l'onde électromagnétique est acheminée horizontalement à travers les éléments directeurs.

Le réflecteur placé derrière le conducteur a pour rôle d'atténuer l'onde de réflexion générée par le conducteur, et maximiser l'énergie transmise à travers les directeurs. Dans la

configuration coplanaire des antennes Yagi, les plans de masses de la ligne coplanaire servent d'éléments réflecteurs [III.5].

Les dimensions retenues pour la réalisation de l'antenne Yagi sont données dans la Figure III-2.

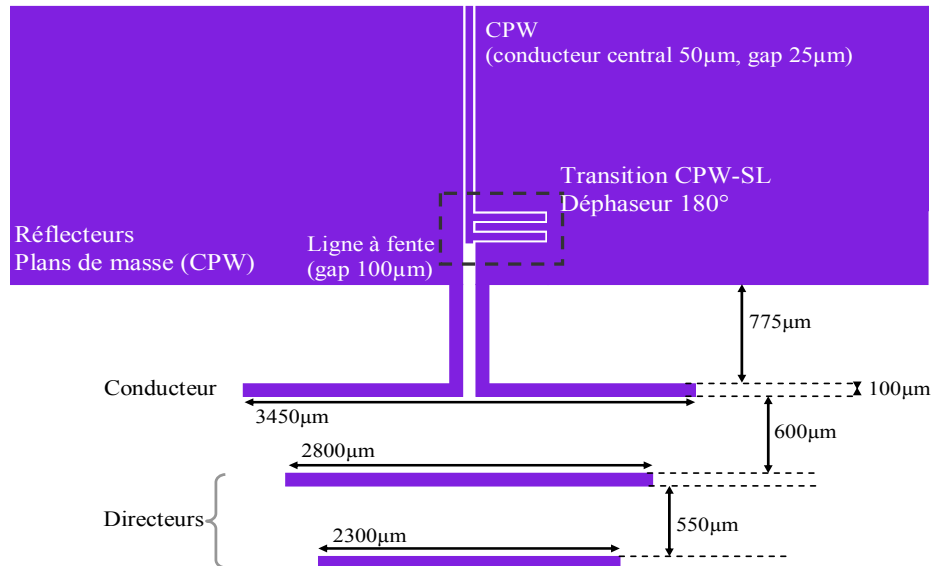


Figure III-2 : Dimensionnement de l'antenne Yagi-Uda

La conception de l'antenne a été réalisée sur le logiciel de simulation électromagnétique Zeland IE3D. Elle inclut l'optimisation des dimensions des éléments de l'antenne (conducteur, directeurs et réflecteurs), ainsi que leurs distances de séparation et leurs largeurs (100µm).

L'excitation des antennes Yagi en configuration coplanaire passe par la configuration d'une transition ligne coplanaire/ligne à fente (CPW/ SL). Cette transition est réalisée en introduisant une fonction de déphasage de 180°. Elle permet par la suite de convertir le mode impair de la ligne coplanaire en mode pair fondamental de la ligne à fente [III.7].

Le modèle de simulation électromagnétique proposé par [III.6], assume que l'épaisseur de la membrane diélectrique est uniforme, et que sa surface est infiniment étendue dans le plan de l'antenne. Cette surface de membrane a été surestimée afin de négliger l'influence du silicium tout autour des éléments rayonnants de l'antenne. La Figure III-3 montre une coupe symétrique de l'antenne simulée.

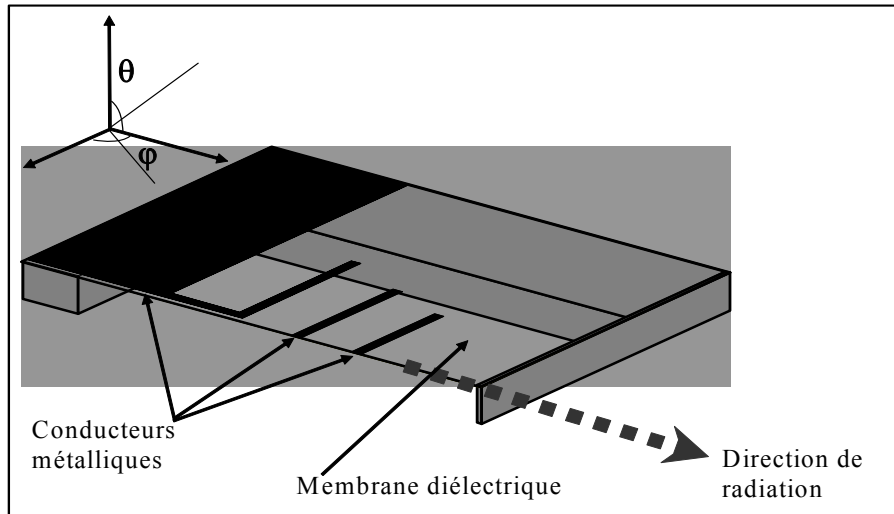


Figure III-3 : Coupe symétrique étudiée pour la simulation de l'antenne

III.2.3. Caractérisation du rayonnement

Les performances de l'antenne Yagi sont examinées à travers les résultats obtenus par simulation. Elles concernent l'analyse de son gain G et de son diagramme directivité $D(\theta, \varphi)$. Le gain G se définit comme étant le rapport entre l'intensité maximale de rayonnement dans la direction du lobe principal et l'intensité de rayonnement d'une antenne isotrope omnidirectionnelle (Antenne qui émet des puissances égales dans toutes les directions). Le gain réalisé est corrigé lorsqu'il existe une éventuelle désadaptation de l'antenne, on parle ainsi d'un gain intrinsèque exprimé en dBi :

$$G_{\text{intrinsèque}} = \frac{G_{\text{réalisé}}}{1 - |S_{11}|^2} \quad \text{Équation 36}$$

Ainsi, la Figure III-4 et la Figure III-5 montrent les simulations de l'évolution fréquentielle des pertes en réflexion et du gain de l'antenne Yagi. On déduit que le gain maximal est de 6,8dBi, il se situe autour d'une fréquence de resonance de 47GHz. Ce gain maximal est obtenu lorsque les pertes par reflexion présentent un minimum autour de -15dB.

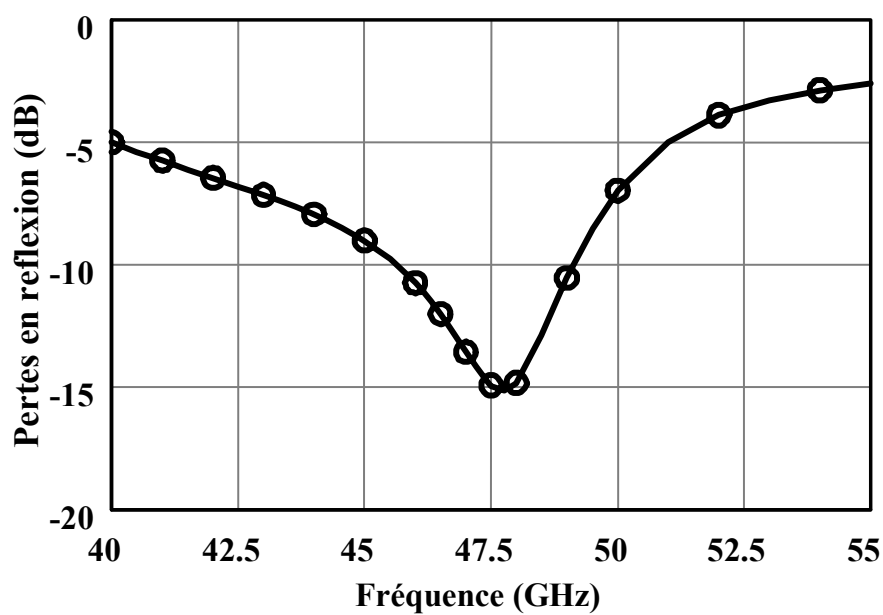


Figure III-4 : Variation des pertes en réflexion en fonction de la fréquence

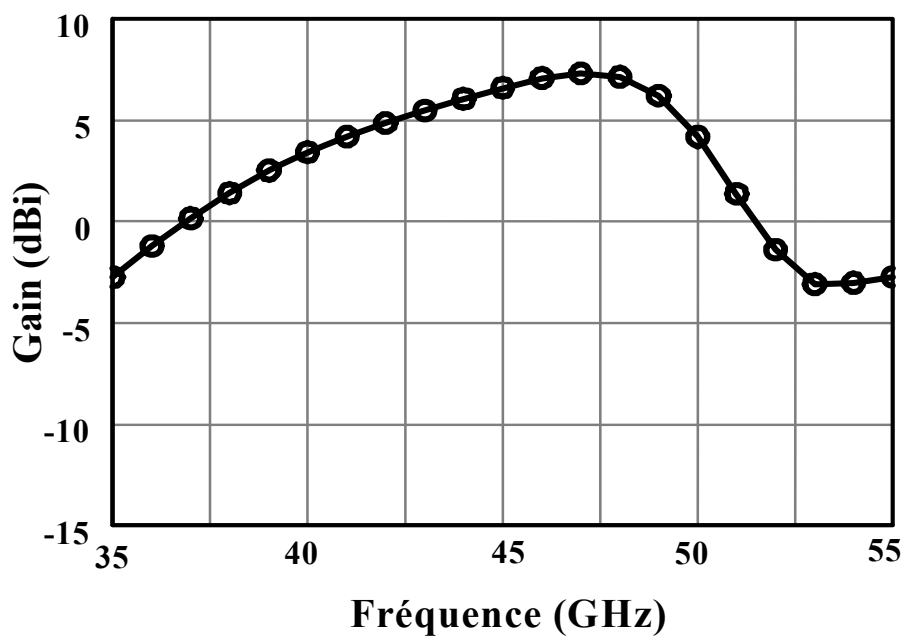


Figure III-5 : Variation du gain en fonction de la fréquence

La directivité $D(\theta, \varphi)$ indique l'aptitude de l'antenne à concentrer la puissance émise dans une ou plusieurs directions. Les directions de rayonnement privilégiées se traduisent par l'existence de lobes dits principaux. Cependant, d'autres lobes dits secondaires apparaissent. La Figure III-6 et Figure III-7 montrent les résultats de simulation 2D du diagramme de rayonnement dans les plans parallèles à l'antenne ($\theta=91^\circ$, φ variable), et les plans orthogonaux (θ = variable, $\varphi= 0^\circ$). Ce diagramme est normalisé par rapport au gain maximal qui est de 6,8dBi à 47GHz.

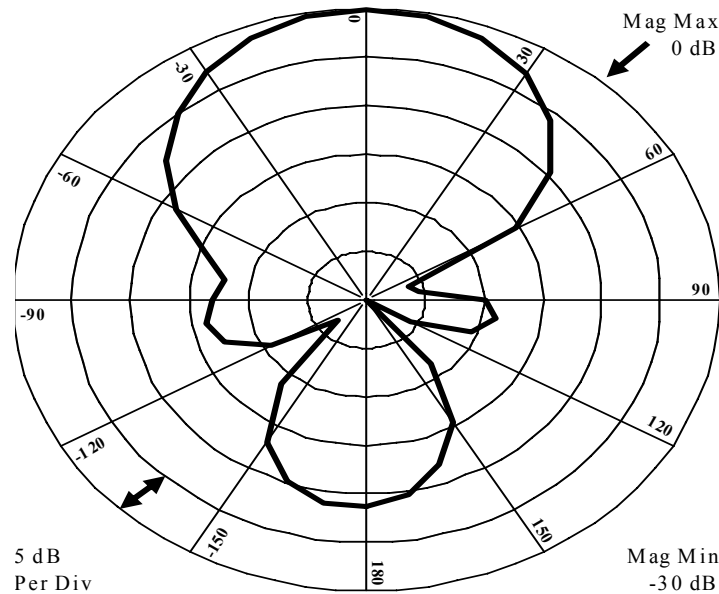


Figure III-6 : Diagramme de rayonnement dans le plan de la membrane ($\theta=91^\circ$, φ variable)

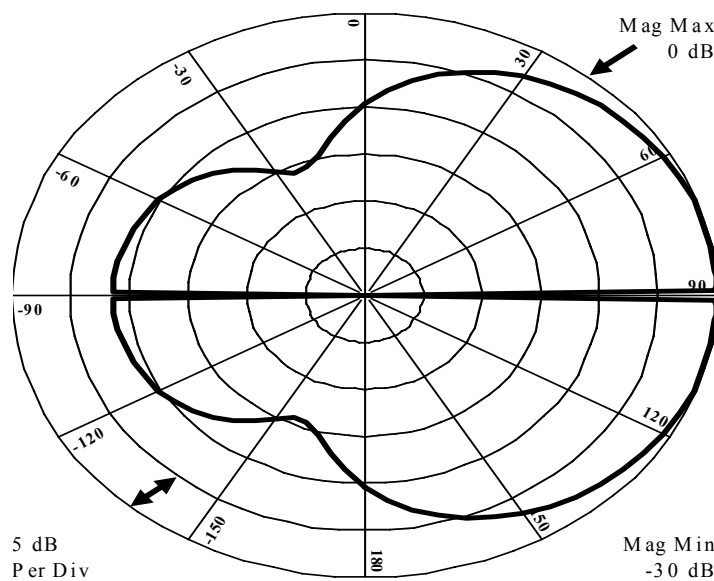


Figure III-7 : Diagramme de rayonnement dans le plan orthogonal à l'antenne
(θ = variable, $\varphi= 0^\circ$)

Les diagrammes de rayonnement montrent que l'antenne est directive dans la direction parallèle au plan de l'antenne. L'angle d'ouverture est de $(58^\circ, 115^\circ)$ à -3dB.

On déduit aussi à partir des diagrammes ci-dessus que le rayonnement de l'antenne est symétrique par rapport au plan orthogonal, ce qui signifie que la présence de la membrane n'a aucune influence sur la propagation du champ électromagnétique. La discontinuité affichée lorsque $\theta=91^\circ$ résulte du fait que le modèle de simulation électromagnétique assume que la surface de la membrane est infinie.

III.3. RÉALISATION TECHNOLOGIQUE DES ANTENNES

III.3.1. Introduction

L'objectif de cette partie est de décrire le procédé technologique utilisé pour la fabrication des antennes Yagi-Uda. Ces antennes sont réalisées sur la membrane composite $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$. Cette dernière a été préférée par rapport à la membrane oxynitride puisque celle-ci n'était pas encore stabilisée au cours de cette étude.

Les étapes du procédé ont été auparavant décrites dans la Figure I-1. Le masque de photolithographie pour la gravure du silicium doit être adapté afin de diminuer le mur du silicium dans la direction principale de propagation (Cf. Figure III-8).

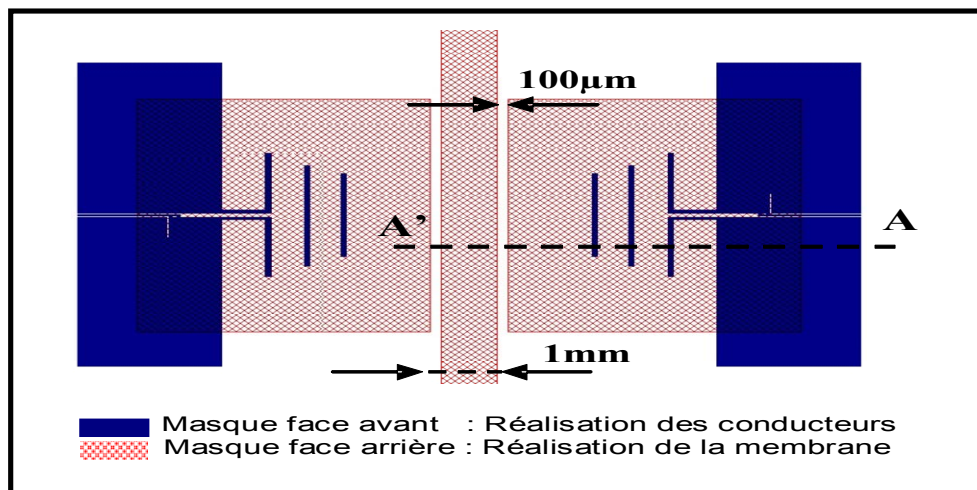


Figure III-8 : Superposition des masques de dépôts des conducteurs et de la gravure du silicium

Habituellement, la gravure volumique du silicium est réalisée soit par KOH ou par DRIE. Le mur de silicium dans la direction de propagation est différent selon la technique utilisée. Ainsi, pour une gravure KOH, le mur de silicium dans la direction de propagation est

important. Dans ce cas, les membranes fabriquées sont solides, et le rendement de fabrication de l'ordre de 95%.

Dans le cas de la gravure DRIE, le mur de silicium dans la direction de propagation est réduit. Les membranes fabriquées sont fragilisées par le rétrécissement de la largeur de l'encastrement, mais aussi par le procédé de la gravure DRIE lui-même.

Par ailleurs, nous avons étudié la possibilité de fabriquer ces membranes en combinant la gravure DRIE et KOH. En effet, l'utilisation de la gravure KOH à la fin du procédé permet de réduire les risques liés au procédé DRIE. Le mur de silicium dans la direction de propagation se trouve réduit en largeur, mais aussi en épaisseur.

En vue de la caractérisation fréquentielle des antennes fabriquées en émission et en réception, la séparation des antennes est une étape importante dans le procédé. Dans le cas des membranes KOH, les antennes sont découpées à la scie diamantée. Cette étape est évitée dans le cas des antennes réalisées par DRIE ou par DRIE+KOH. La séparation s'effectue alors selon la ligne de largeur 1mm qui traverse toute la plaquette.

III.3.2. Procédé de fabrication par voie humide

III.3.2.1. Généralités sur les gravures humides

Le premier type de gravure est isotropique et est obtenu généralement dans une solution HNA (combinaison d'acide fluorhydrique (HF), acide nitrique (HNO_3) et acide acétique (CH_3COOH)). Les réactions chimiques impliquent des étapes simultanées d'oxydation et de dissolution du silicium [III.8]. Ainsi, les profils obtenus et les vitesses de gravure sont déterminés en fonction du dosage des trois constituants de la solution. Bien que la vitesse d'attaque soit importante, elle reste néanmoins très sensible à la température et à l'agitation. Cette gravure présente des effets de sous gravure latérale non contrôlée (cf. Figure III-9), ce qui induit des erreurs sur le contrôle des dimensions finales des structures, et limite l'utilisation de ce type de gravure dans les applications micro systèmes.

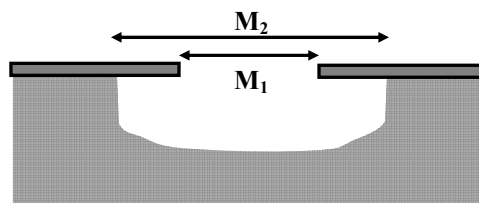
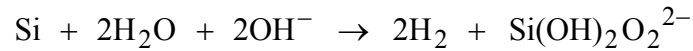


Figure III-9 : Profil de gravure humide du silicium dans une solution HNA

Le second type de gravure est anisotrope. Dans ce cas, la gravure dépend de la direction cristallographique du silicium déterminé par les indices de Miller [III.9]. Il existe diverses solutions pour réaliser une telle gravure, on peut citer ainsi les solutions à base d'hydroxyde de potassium, césium, sodium, ammonium (KOH, CsOH, NaOH, NH₄OH), l'hydrazine (NH₂NH₂), l'éthylènediamine (NH₂(CH₂)₂NH₂), l'éthylènediamine pyrocatechol (EDP), tétraméthylammonium hydroxyde (TMAH)...

La réaction globale d'attaque anisotrope du silicium s'écrit :



Les sélectivités de gravure des différents plans cristallographiques déterminent la géométrie finale des structures. Depuis les premières investigations concernant ce type de gravure, la plaquette de silicium de direction standard (100) révèle l'existence de directions de faible vitesse de gravure, elles sont identifiées comme étant des plans {111} [III.9]. Ainsi, la gravure de silicium à travers une ouverture rectangulaire permet d'obtenir une cavité pyramidale limitée par les plans (111), l'angle d'inclinaison de ces plans par rapport aux plans standards (100) étant de 54,7° (cf. Figure III-10).

L'origine de l'arrêt de la gravure sur les plans (111) demeure un sujet de débat. Parmi les hypothèses émises, la variation de la densité atomique suivant la direction cristallographique est la plus répandue ; les plans (111) sont plus denses que les plans (100). Une autre explication indique que cette grande sélectivité d'attaque est due à la variation de l'énergie d'activation. Enfin, une autre hypothèse admet que l'arrêt de la gravure sur les plans (111) peut être dû à un niveau d'oxydation plus rapide sur les plans (111).

III.3.2.2. Fabrication des antennes par KOH

Pour la fabrication des antennes sur membrane par voie humide, nous avons choisi de graver le silicium dans une solution d'hydroxyde de potassium (KOH) de 10M de concentration à 85°C. La vitesse de gravure du silicium (100) varie alors entre 90 µm/h pour une solution saturée, et 120 µm/h pour une solution récemment préparée. Cette vitesse est obtenue par la mesure différentielle de la profondeur de la cavité à l'aide d'un profilomètre optique. La Figure III-10 montre le profil et les dimensions des murs de silicium obtenus après le KOH.

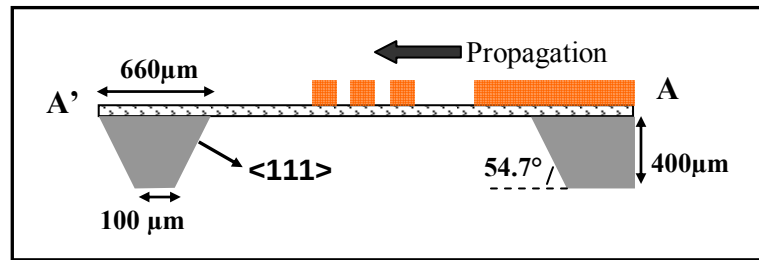


Figure III-10 : Profil de gravure humide KOH du silicium

A cause de l'inclinaison des plans (111), le mur de silicium de 100µm de largeur à la base, se trouve surdimensionné. Par conséquent, l'onde électromagnétique qui se propage parallèlement au plan de la membrane, croisera un mur de silicium de 660µm de largeur au niveau de la membrane. La Figure III-11 montre une vue au MEB du profil du mur de silicium obtenu par KOH.

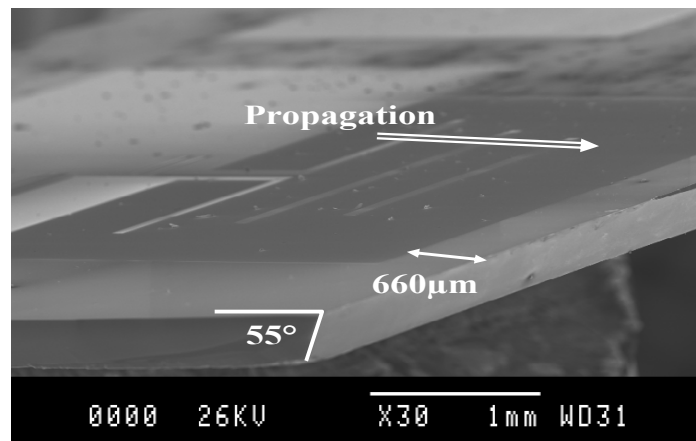


Figure III-11 : Vue au MEB du profil du silicium obtenu après une gravure KOH

Les antennes fabriquées par cette technique présente un encastrement en silicium de 660µm de largeur et de 400µm d'épaisseur, dans la direction de propagation. Ce mur assure la rigidité mécanique de la structure, mais perturbera la propagation de l'onde électromagnétique.

III.3.3. Procédé de fabrication par voie sèche (DRIE)

III.3.3.1. Principe de la gravure DRIE

La gravure sèche du silicium DRIE (Deep Reactive Ions Etching) s'est développée au début des années quatre vingt dix pour remplacer les techniques de gravure humide corrosives et contaminatrices, et pour répondre aux demandes de miniaturisation des circuits. Le principe consiste à créer un plasma de haute densité dans un milieu à basse pression, et à diriger

ensuite les ions et radicaux issus de ce plasma vers la surface à usiner. Les espèces volatilisées sont ensuite évacuées du système par pompage.

Afin de garantir un aspect anisotrope et une gravure profonde rapide, le principe de base repose sur l'utilisation d'une phase de passivation et de gravure. La phase de passivation consiste à déposer isotropiquement une couche qui inhibe le bombardement ionique sur les parois latérales de l'ouverture. La phase de gravure élimine successivement la couche de passivation puis le silicium sur le plan horizontal. Le principe de la méthode est illustré sur la Figure III-12.

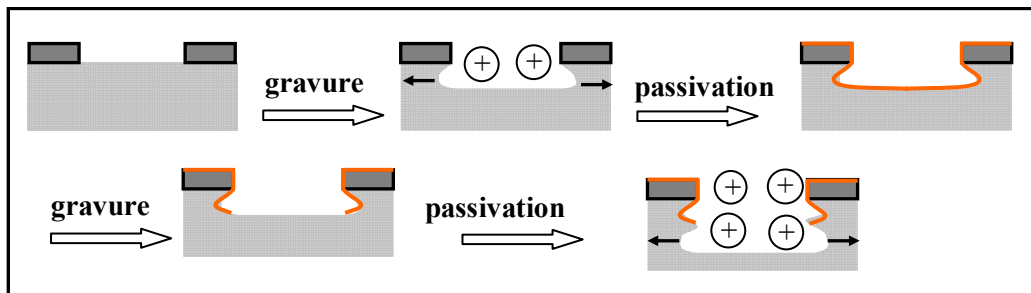


Figure III-12 : Principe de la gravure DRIE

Ainsi, la directionnalité du bombardement ionique et l'inhibition de la gravure latérale conduit à une gravure fortement anisotrope et qui ne dépend pas des plans cristallographiques. Les ouvertures du masque de photolithographie correspondent directement à la forme et aux dimensions de la membrane. La Figure III-13 montre le profil rugueux des murs de silicium obtenu par le procédé décrit ci-dessus.

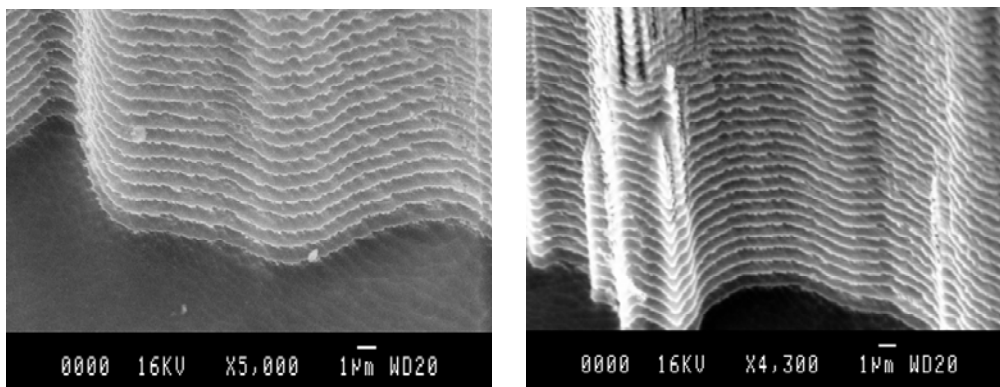


Figure III-13 : Rugosité des plans de gravure DRIE

On peut décrire deux procédés de gravure profonde du silicium. La première méthode introduite par Tachi [III.11] [III.12] consiste à combiner simultanément la gravure et la passivation du silicium par création d'un plasma issu de la décomposition des molécules

gazeuses SF_6/O_2 . Dans ce cas, le silicium est bombardé par les radicaux fluor F , tandis que la phase de passivation est assurée par la déposition d'une couche de SiO_xF_y . Cependant, ce procédé est basé sur l'utilisation de températures cryogéniques pour réaliser la passivation qui entraîne la fissuration de la résine de masquage.

La deuxième méthode développée par Laërmer [III.13] [III.14], et communément connue sous le nom de 'Bosch process', repose sur l'alternance de la phase de passivation et de gravure de silicium à température ambiante. La passivation est réalisée par formation d'un polymère sur les tranches latérales issue des radicaux fluorocarbonnés (CHF_3 , C_2F_6 , C_4F_8 , CF_4 ,...), tandis que la gravure peut être réalisée par les radicaux généralement issus des gaz Fluorés (SF_6 , NF_3 ,...). Cette technique a permis d'obtenir des grandes vitesses de gravure (jusqu'à une dizaine de microns par minute), une meilleure sélectivité de gravure par rapport aux résines de masquage, et un meilleur aspect de forme.

III.3.3.2. Étude de l'effet de rapport de forme par gravure DRIE

Afin d'évaluer l'impact de la gravure profonde DRIE sur la verticalité des murs de silicium, une plaquette de $410\mu\text{m}$ d'épaisseur est gravée selon les ouvertures du masque du Tableau III-1.

W (μm)	70	100	200	500	500
s (μm)	500	500	500	500	200

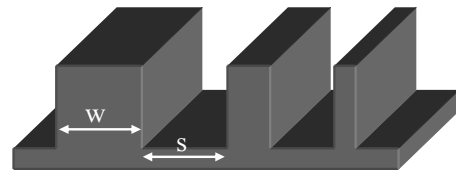


Tableau III-1 : Dimensions des ouvertures de masque pour la gravure DRIE

La gravure profonde du silicium est réalisée dans un réacteur à couplage inductif STS-ICP (Inductif Coupled Plasma) qui utilise le procédé Bosch. La formation du polymère $(\text{C}_x\text{F}_y)_n$ de protection est réalisée par dissociation des molécules gazeuses issue du C_4F_8 . La gravure se fait par formation du radical (F) issue de la décomposition du gaz SF_6 silicium $(\text{C}_x\text{F}_y)_n$.

Le masquage est assuré par une résine de $10\mu\text{m}$ d'épaisseur (AZ4562). La plaquette est ensuite collée sur une deuxième plaquette de silicium avec de la résine (PLP100). Les deux plaquettes sont recuites ensemble à 115°C pendant 1 minute, et mises sous pression. Ceci permet d'évacuer les résidus de résines susceptibles de se répandre dans le bâti pendant le procédé de la gravure et d'homogénéiser la surface de contact pour garantir un bon transfert thermique. Ce dernier assure une bonne homogénéité de gravure et une faible vitesse d'attaque de la résine de masquage.

Enfin, la plaquette est mise dans le réacteur qui assure la gravure du silicium avec une puissance de plasma de 800 watts. La vitesse de gravure estimée est de l'ordre de $3,7 \mu\text{m}/\text{min}$ pour une épaisseur visée de l'ordre de $410 \mu\text{m}$. L'uniformité de gravure est de l'ordre de 2,5 % entre le centre et les bords de la plaquette. La Figure III-14 montre une vue au MEB des profils de gravure obtenus après la gravure DRIE.

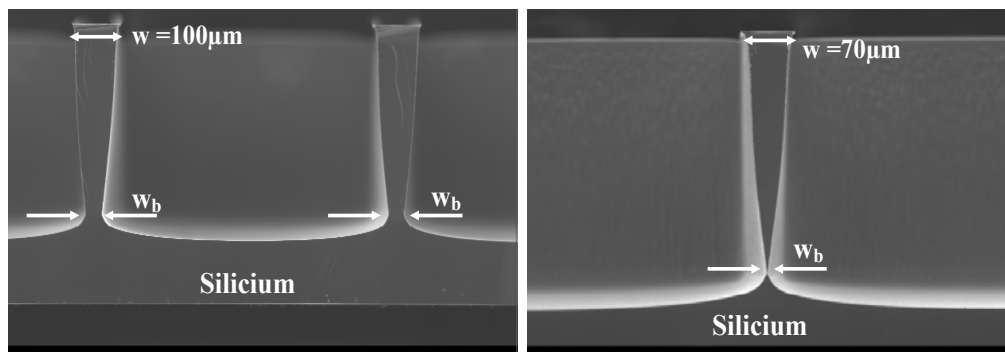


Figure III-14 : Profil de gravure du silicium après DRIE

Les profils obtenus présentent des déviations par rapport à la direction verticale (90°) à partir d'une certaine profondeur. Cette pente négative est assez significative pour les faibles largeurs de mur. Ces derniers peuvent se rejoindre si la gravure continue.

Le Tableau III-2 compare les valeurs mesurées au MEB, de la largeur du masque 'w' avec la largeur ramenée à la base 'wb'.

w (μm)	70	100	200	500
w _b (μm)	15	52	153	465

Tableau III-2 : Réduction de la largeur des murs de silicium après DRIE

L'effet de la gravure latérale des parois a été largement discuté dans la littérature. Les principales causes sont imputées aux phénomènes de transports des radicaux à la surface du silicium, de distribution angulaire des ions et du champ électrique local [III.15].

En effet, lorsqu'il s'agit de gravure profonde (supérieure à $100 \mu\text{m}$), les ions au fond des cavités sont moins denses que ceux formés en surface. Le transport de particules se trouve appauvri et la vitesse de gravure chute, cette conséquence se manifeste lorsque les ouvertures gravées sont étroites. Le tassement de ces ions au fond des cavités cause leurs rebondissements sur les murs verticaux [III.16] [III.17].

III.3.3.3. Fabrication des antennes par DRIE

La Figure III-15 montre le type de profil obtenu après une gravure DRIE. La Figure III-16 montre une vue sous microscope de la structure réalisée, la largeur du mur de silicium de $100\mu\text{m}$ conçue sur le masque est globalement respectée.

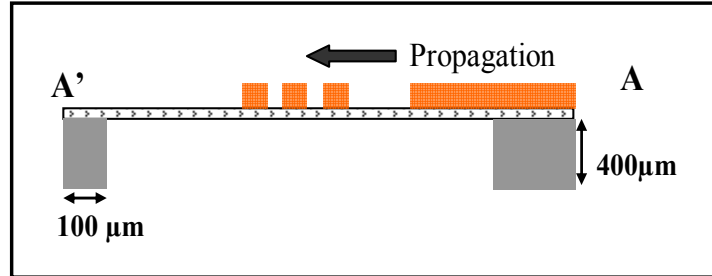


Figure III-15 : Profil de gravure sèche DRIE du silicium

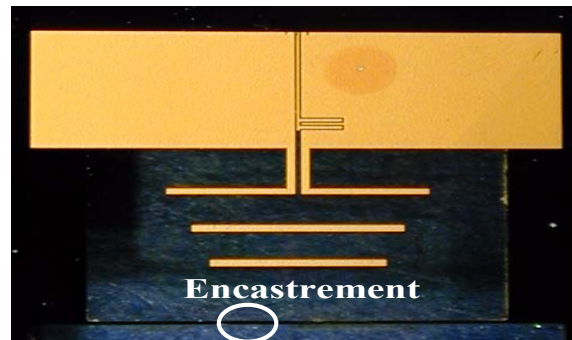


Figure III-16 : Vue au microscope de la structure réalisée

La gravure DRIE est avantageuse par rapport à la gravure humide puisque les dimensions sont respectées et on peut graver des formes de géométrie quelconque. Elle autorise aussi l'utilisation de résines photosensibles comme couche de masquage et qui est aisément solvable. De plus, la gravure sèche reste compatible avec les procédés CMOS.

Cependant, elle présente un facteur de fragilisation des membranes de grandes dimensions. En effet, la plaquette à graver est collée sur une autre plaquette de silicium. La séparation de ces deux plaquettes après la fin de la gravure cause un déchirement fréquent des membranes.

III.3.4. Procédé de fabrication par combinaison de la gravure sèche et humide

III.3.4.1. Introduction

Technologiquement, la combinaison de la gravure sèche et humide permet d'augmenter le rendement de fabrication des membranes. En effet, les contraintes mécaniques imposées par la gravure DRIE sont amorties si la profondeur gravée est inférieure à l'épaisseur de la plaquette. Ainsi, les membranes de silicium, réalisées après l'étape de gravure DRIE, seront

assez rigides pour supporter les contraintes technologiques de la gravure sèche. La libération des membranes est alors réalisée au final dans le KOH.

Electriquement, la combinaison des deux techniques de gravure va également permettre de réduire l'épaisseur du mur de silicium dans la direction de propagation du signal. Les membranes réalisées seront ainsi faiblement encastrées.

III.3.4.2. Etude de la gravure DRIE suivi de la gravure KOH

III.3.4.2.1. Cinétique de gravure KOH après gravure DRIE

Après l'étape de gravure par voie sèche de $320\mu\text{m}$ de silicium, les plaquettes de $410\mu\text{m}$ d'épaisseur subissent une gravure humide dans le KOH. La profondeur gravée ainsi que la largeur de l'ouverture définiront la géométrie finale de la structure.

La gravure des murs de silicium dans le KOH s'effectuera suivant les plans d'attaque rapides (110) et (100). Cette gravure sera limitée ensuite par l'apparition des plans d'arrêt de gravure (111) comme le montre la Figure III-17.

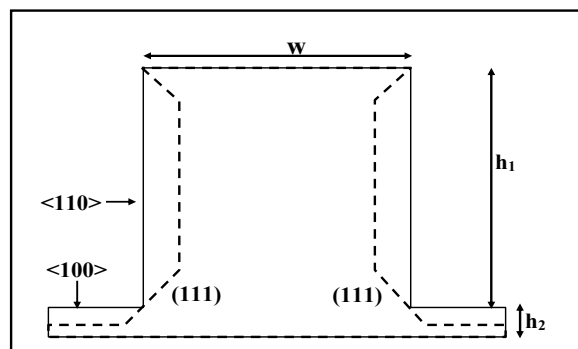


Figure III-17 : Evolution de géométrie du mur du silicium après une gravure DRIE+KOH

Afin de contrôler la cinétique de gravure latérale, la vitesse de gravure du silicium dans la direction $\langle 110 \rangle$ a été estimée à l'aide d'une plaquette de silicium (110). Un dépôt de $0,35\mu\text{m}$ de nitrure de silicium est réalisé par PECVD (HF) (haute fréquence) pour le masquage durant la gravure KOH. On procède ensuite à une photolithographie de la résine AZ1529 ($3\mu\text{m}$ d'épaisseur) à travers des ouvertures rectangulaires. Par la suite, le nitrure de silicium est gravé dans l'acide fluorhydrique tamponné (49%). Enfin, la plaquette est gravée dans le KOH (10M) pour différentes températures de la solution. La Figure III-18 montre l'évolution de la vitesse de gravure du silicium (110) en fonction de la température.

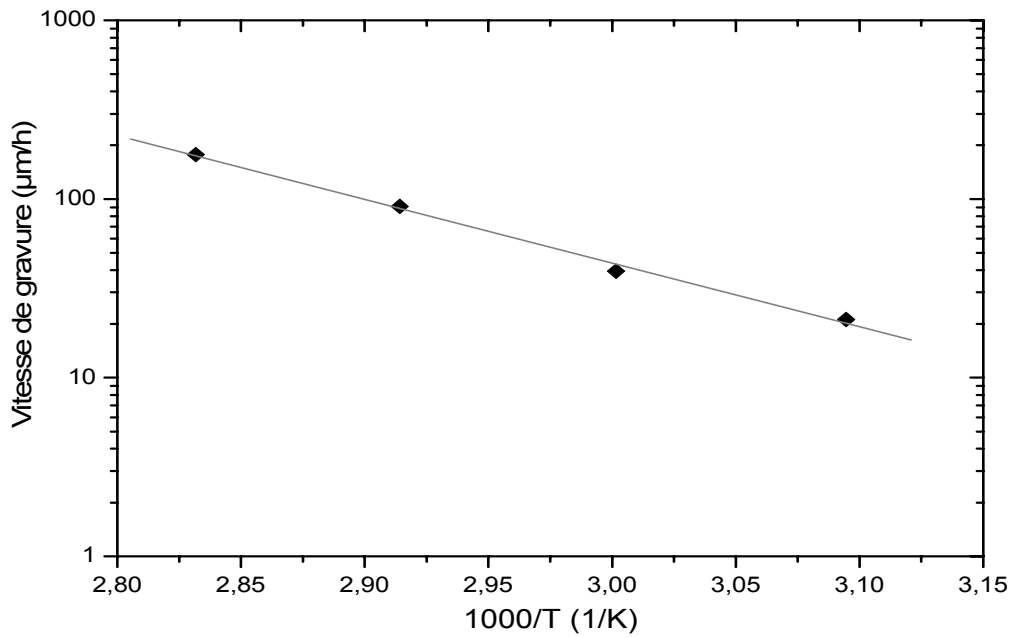


Figure III-18 : Evolution de la vitesse de gravure (110) en fonction de la température

La variation de la vitesse de gravure des plans (110) est inversement proportionnelle à la température. La loi de comportement est régie par la relation d'Arrhenius selon l'équation suivante :

$$V = [\text{KOH}]^{0,25} [\text{H}_2\text{O}]^4 \exp\left(-\frac{E_a}{K.T}\right) \quad \text{Équation 37}$$

V = Vitesse de gravure dans le KOH.

T = Température de la solution.

E_a = l'énergie d'activation du bain.

K = Constante de Boltzmann.

[KOH] et $[\text{H}_2\text{O}]$ = Sont les concentrations de l'hydroxyde de potassium et de l'eau.

Ainsi, la vitesse de gravure des plans (110) à 80°C est déterminée à partir de la Figure III-18, elle est de l'ordre de 2,95 µm/min. L'énergie d'activation de la solution est de 0,707 eV.

D'un point de vue géométrique, la largeur initiale (w) du mur de silicium et la profondeur gravée par DRIE (h_1) conditionnent le profil final.

$$\text{Si } w \geq \frac{h_1}{\tan(54,7^\circ)} = 226 \mu\text{m} :$$

la gravure latérale du silicium est stoppée par les plans (111) qui définissent la géométrie finale de la structure. La Figure III-19 montre une vue au MEB de la progression de la gravure latérale du mur de silicium de 500 µm de largeur, pour différents temps de gravure au KOH.

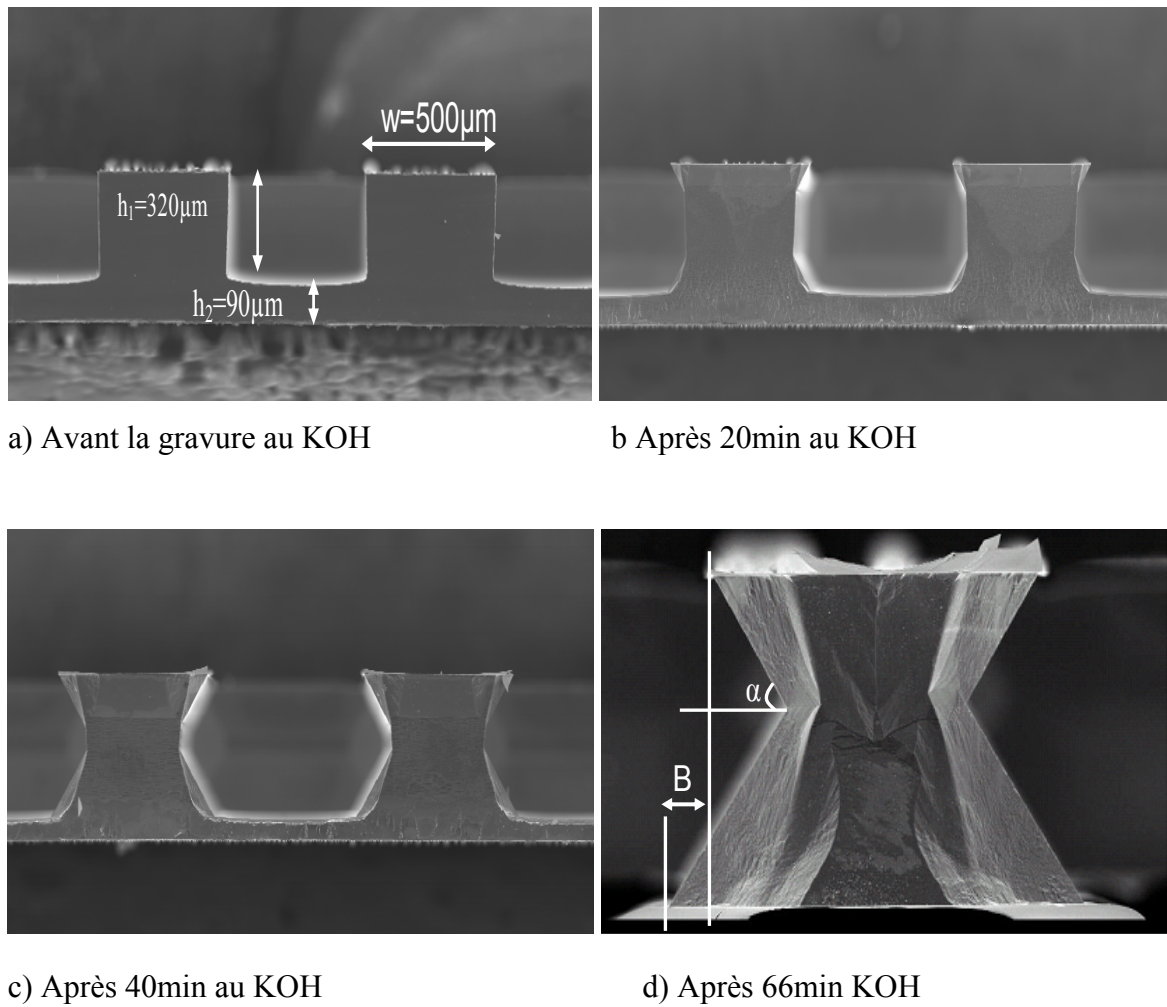
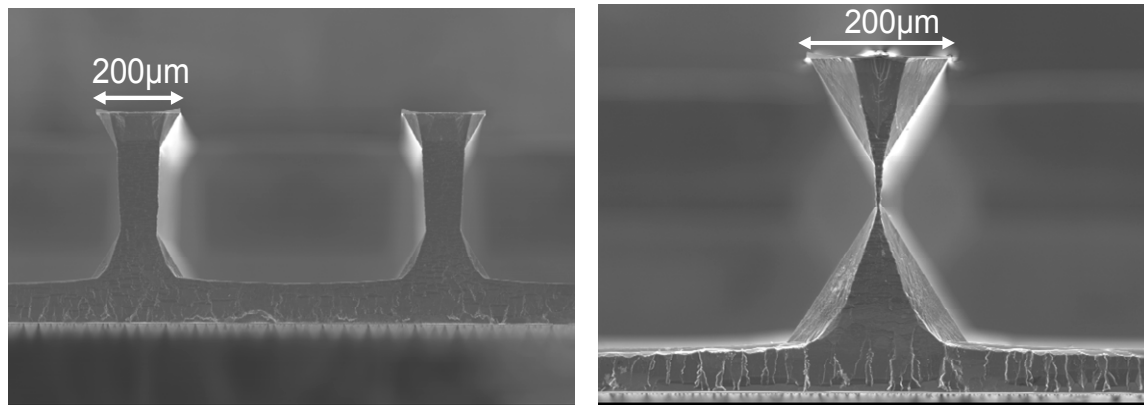


Figure III-19 : Progression de la gravure latérale du silicium pour différents temps de gravure au KOH

L'angle α formé par entre les plans (100) et (111) est estimé à 58° , ce qui est en accord avec sa valeur théorique ($54,7^\circ$).

$$\text{Si } w \leq \frac{h_1}{\tan(54,7^\circ)} = 226\mu\text{m} :$$

Les plans (111) se croisent et forment une double pyramide inversée. La Figure III-20 montre une vue au MEB de la progression de la gravure latérale du mur de $200\mu\text{m}$ de large, pour différents temps de gravure au KOH.



a) Après 20min au KOH

b) Après 40min KOH

Figure III-20 : Progression de la gravure latérale du silicium pour différents temps de gravure au KOH

Le temps théorique nécessaire pour graver latéralement le mur de silicium est de 34 min. On remarque sur la Figure III-20 qu'après 40 min de gravure KOH, cette étape est déjà atteinte, et les plans (111) sont connectés.

L'estimation du temps de croisement des plans (111) est surévalué à cause de l'imperfection de la gravure verticale des murs de silicium.

III.3.4.2.2. Effet de l'imperfection de la gravure DRIE

Les flancs de gravure obtenus par voie sèche présentent des inclinaisons par rapport à la verticale. Cette imperfection se répercute sur la formation de la pyramide supérieure inversée de largeur ' w ', tandis que la pyramide inférieure de la largeur ' w_b ' < ' w ' présente une géométrie parfaite (cf. Figure III-21). Ainsi, le temps calculé théoriquement pour le croisement des plans (111) diffère pour la pyramide supérieure et inférieure.

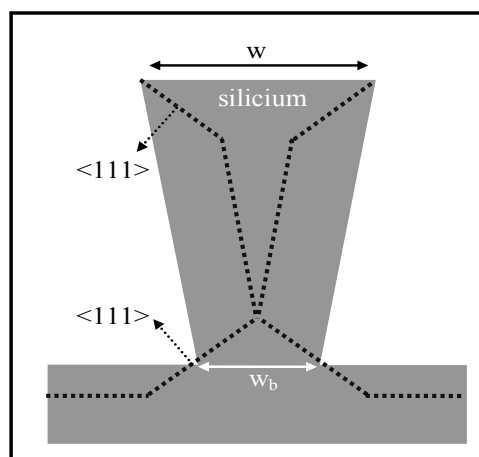


Figure III-21 : Effet de l'imperfection de la gravure DRIE sur la gravure latérale du silicium durant le KOH

La Figure III-22 montre le profil du mur de largeur $w=100\mu\text{m}$ après 15 min de gravure au KOH.

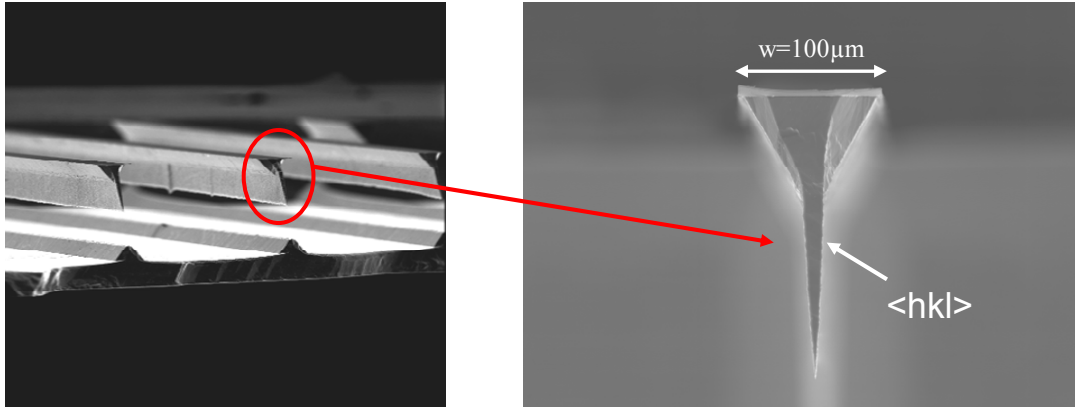


Figure III-22 : Profil de silicium dû à l'imperfection durant la gravure DRIE après 15 min de gravure au KOH

Théoriquement, il faut 17 min pour connecter les plans (111). Cependant, on remarque qu'après 15 min d'attaque, les deux pyramides sont déjà séparées. La pyramide supérieure forme bien une pointe très fine limitée par des plans d'attaque rapides (hkl). La gravure de ces derniers plans continue jusqu'à l'obtention d'une pyramide parfaite limitée seulement par les plans (111).

Afin de vérifier ce constat, des murs de silicium de $70\mu\text{m}$ de large ont été gravés au KOH. Dans ce cas, l'effet de l'imperfection est plus significatif, et la formation de la pyramide parfaite est réalisée rapidement. La Figure III-23 montre la formation des plans parfaits (111) réalisé sur un mur de silicium de $70\mu\text{m}$ de large, après 15min de gravure au KOH.

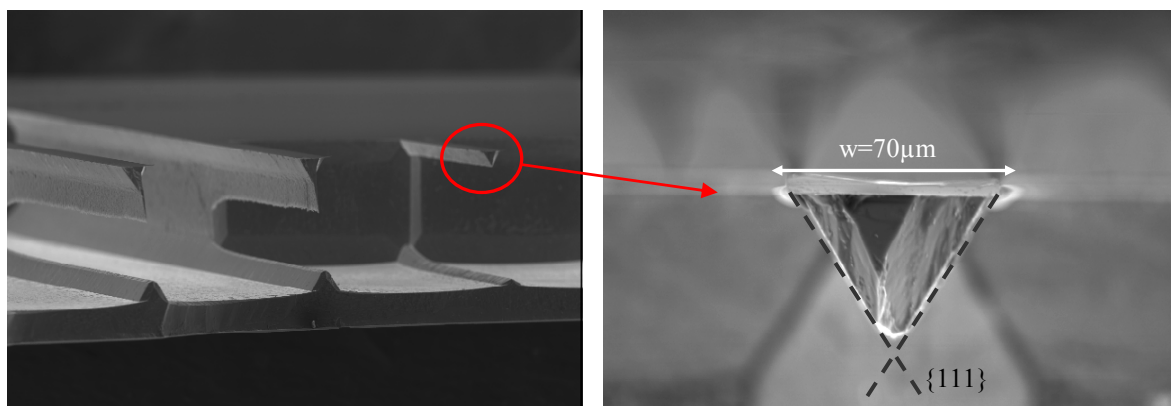


Figure III-23 : Réalisation de pyramide parfaite après 15min de gravure KOH

III.3.4.2.3. Gravure des angles convexes

Les angles convexes sont générés par l'intersection des plans (111). De nouveaux plans cristallographiques (hkl) émergent de la gravure de ces deux plans (111). Ces plans (hkl) dépendent de la solution de gravure utilisée ainsi que de sa concentration contrairement aux plans standard ((100), (110), (111)). Par exemple, la solution EDP génère des plans (123), la solution TMAH (10%) des plans (314) [III.20].

La gravure KOH génère des familles de plans cristallographiques identifiées comme étant {411}. La vitesse de gravure de ces plans dépend de la température de la solution ainsi que de sa concentration [III.21] [III.22] [III.23].

Dans l'optique d'évaluer la cinétique de gravure des angles convexes, les murs de largeur $w=200\mu\text{m}$ correspondant à la Figure III-20 ont été gravés pendant 16 min supplémentaire ; soit un temps total d'attaque de 66 min. La Figure III-24 montre le profil du mur vu au MEB.

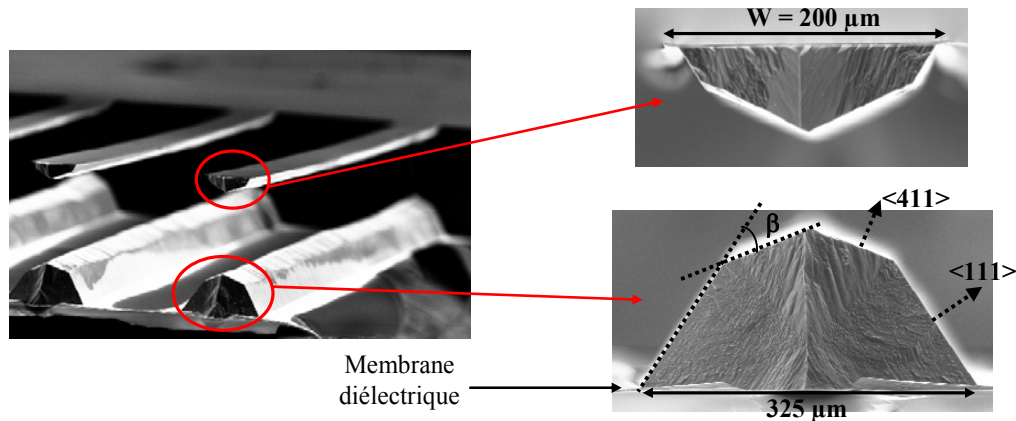


Figure III-24 : Gravure des angles convexes suivant les plans {411}

L'angle β formé entre les familles de plans {411} et {111} est estimé à 34° . Cette valeur se trouve en accord avec sa valeur théorique qui est égale à $35,2^\circ$.

III.3.4.3. Fabrication des antennes par DRIE + KOH

La Figure III-25 montre le profil théorique du silicium. La Figure III-26 montre une vue au MEB de la structure réalisée. L'encastrement du silicium dans la direction de propagation est réduit. L'épaisseur du mur de silicium dans ce cas est de $70\mu\text{m}$, pour une largeur de $100\mu\text{m}$.

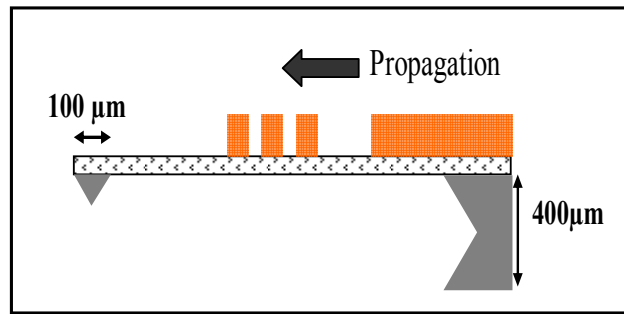


Figure III-25 : Profil de la gravure combinée sèche et humide du silicium

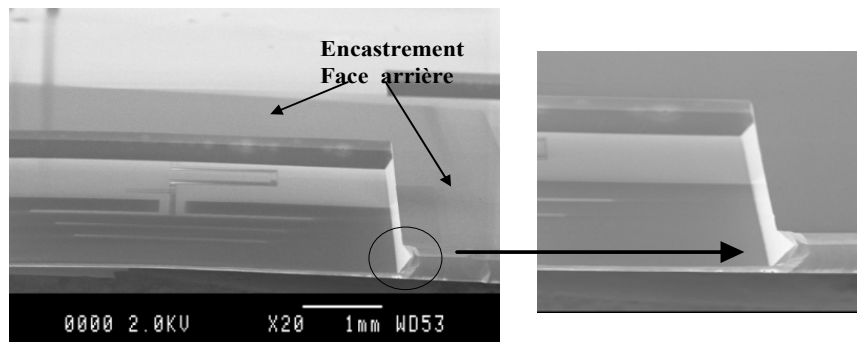


Figure III-26 : Vue au MEB de la face arrière de la structurée réalisée

III.4. CARACTERISATION HYPERFREQUENCE

III.4.1. Méthode de mesure

La caractérisation expérimentale consiste tout d'abord à mesurer les paramètres S des antennes. Celle-ci est effectuée à l'aide de l'analyseur du réseau vectoriel Wiltron 360B et d'une station sous pointes coplanaires Karl Suss, dans une gamme de fréquence allant de 40MHz à 67GHz.

Afin de s'affranchir des pertes ramenées par les câbles de connections, un calibrage SOLT est réalisé auparavant (Short, Open, Load, Thru), suivi d'une calibration TRL qui permet de ramener le plan des pointes de mesures au niveau de la membrane. Puis, les antennes fabriquées sont testées en face à face selon la technique décrite par [III.24].

Ainsi, deux antennes identiques sont disposées de front, une fonctionnant en émission et l'autre en réception. Les deux cellules sont séparées d'une distance $R+x$ à partir de la position des pointes de mesures coplanaires. Cette distance se trouve ramenée à R dans le but de caractériser le rayonnement du champ lointain comme le montre la Figure III-27.

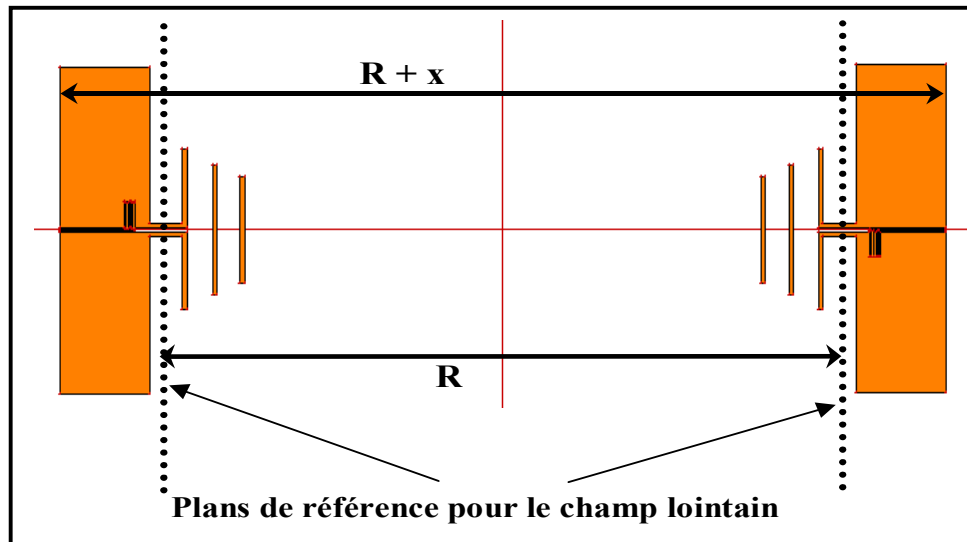


Figure III-27 : Méthode de mesure en face à face antennes

A partir de la mesures des paramètres en transmission, le gain de l'antenne est calculé en s'appuyant sur l'équation de Friis [III.24] :

$$G^2 = |S_{21}|^2 \left(\frac{4\pi R}{\lambda_o} \right)^2 \quad \text{Équation 38}$$

Où S_{21} est le paramètre de transmission de l'antenne, et λ_o la longueur d'onde dans le vide.

Cette méthode de mesure est simple, cependant elle ne permet pas d'accéder au diagramme de rayonnement de l'antenne.

III.4.2. Résultat de caractérisation

Les antennes sont caractérisées en terme de pertes en réflexion et de gain. La distance de séparation entre les antennes (R) varie entre 20 et 30mm. Ces mesures expérimentales sont comparées avec les résultats de simulation.

III.4.2.1. Pertes par réflexion

Les antennes fabriquées par KOH présentent une largeur de mur de l'ordre de $100\mu\text{m}$ à la base, et de $660\mu\text{m}$ dans la direction de propagation de l'onde, pour une épaisseur de $400\mu\text{m}$. La Figure III-28 montre l'évolution des pertes en réflexion de l'antenne Yagi, fabriquées par KOH, en fonction de la fréquence, pour trois distance de séparations.

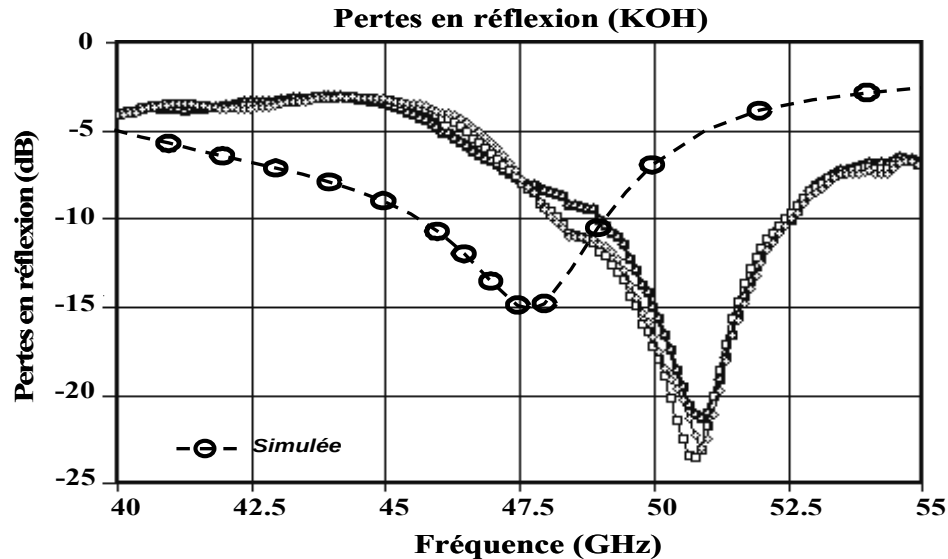


Figure III-28 : Variation des pertes en réflexion des antennes pour les antennes KOH

La fréquence de résonance de l'antenne située à 47GHz à travers les simulations se trouve décalée à 51GHz par l'expérience. Les pertes en réflexion mesurées sont de l'ordre de -24 dB au lieu de -15dB (simulées). Le décalage en fréquence est expliqué par l'existence du mur du silicium dans la direction principale de propagation de l'antenne.

La réduction du silicium dans la direction principale de propagation de l'antenne est réalisée à partir de la gravure profonde DRIE. Dans ce cas, la largeur du mur de silicium est de 100μm pour une épaisseur de 400μm. La Figure III-29 montre la variation fréquentielle des pertes en réflexion pour deux distances de séparation.

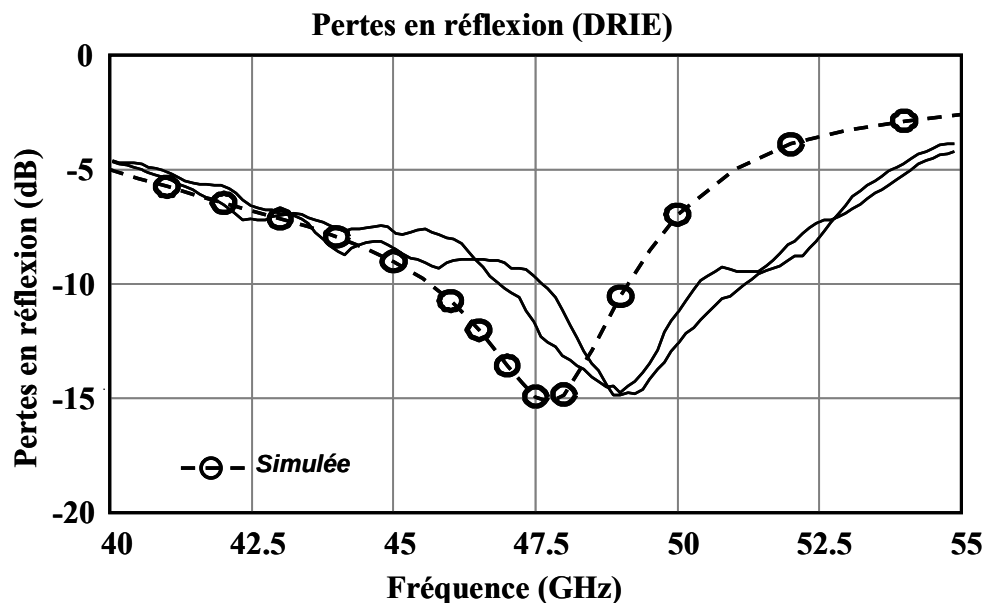


Figure III-29 : Evolution des pertes en réflexion en fonction de la fréquence

Les antennes réalisées par DRIE sont en très bon accord avec les simulations. En effet, la fréquence de résonance est de 49GHz (47GHz simulée), et les pertes par réflexion sont de -15dB (-15dB simulée). Ainsi, la réduction de la largeur du mur dans la direction principale de propagation permet d'obtenir des résultats proches des simulations.

Les antennes réalisées par gravure combinée DRIE + KOH permettent de diminuer la largeur et la hauteur du mur de silicium dans la direction de propagation. On obtient ainsi une largeur de 100 μ m pour une épaisseur de silicium réduite de 70 μ m. La Figure III-30 montre la variation fréquentielle des pertes en réflexion pour quatre distances de séparation.

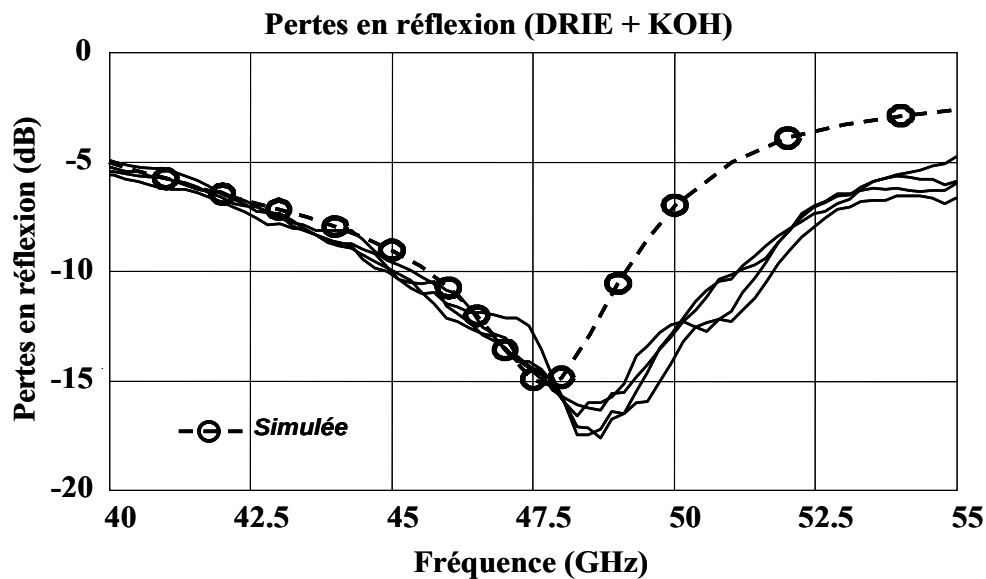


Figure III-30 : Evolution des pertes en réflexion en fonction de la fréquence

La fréquence de résonance des antennes réalisées par DRIE+KOH est de l'ordre de 48GHz, les pertes par réflexion sont de l'ordre de -17dB. Ces résultats sont similaires à ceux obtenus par la gravure DRIE. Ils montrent que la diminution de l'épaisseur du silicium dans la direction de propagation influence peu le comportement fréquentiel des antennes.

III.4.2.2. Gain de l'antenne

La Figure III-31 montre l'évolution du gain des antennes Yagi en fonction de la fréquence, pour les antennes fabriquées par DRIE et par DRIE+KOH. Le gain simulé est de 6,8dBi à 47GHz. Le gain maximal obtenu est de 6,5dBi, il est identique pour les antennes fabriquées par DRIE ou par DRIE+KOH.

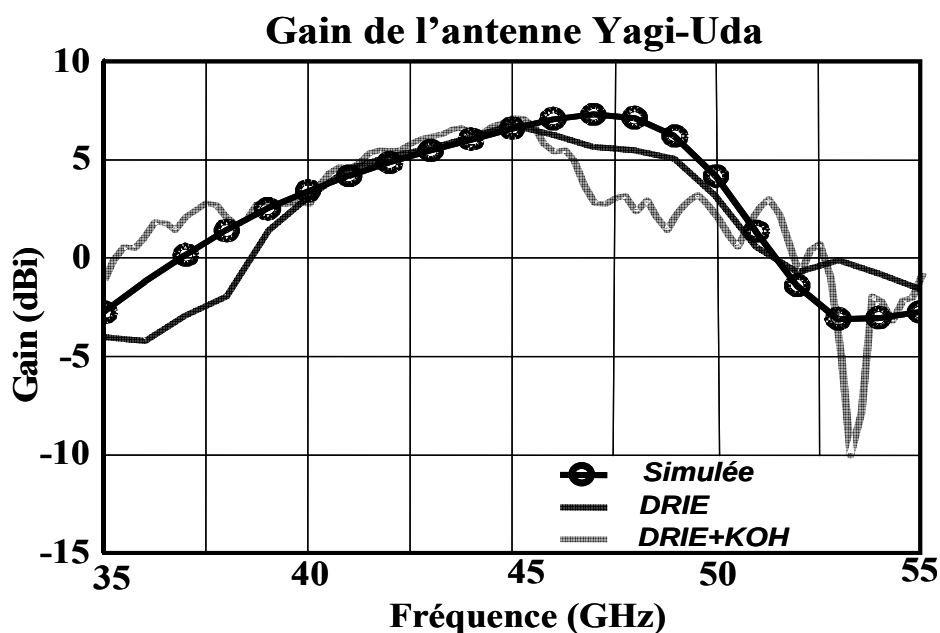


Figure III-31 : Evolution du gain en fonction de la fréquence

III.5. ÉTUDE DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE DES MEMBRANES FAIBLEMENT ENCASTREES

III.5.1. Introduction

Les antennes Yagi réalisées sur membrane diélectrique bicouche en oxyde/nitride ont été fabriquées selon trois techniques de micro usinage du silicium. Les premières structures réalisées avec le procédé de gravure KOH sont plates puisque l'encastrement de la membrane sur le silicium dans la direction de propagation de 660μm du signal est assez rigide. Les deuxièmes structures fabriquées par DRIE sont assez solides, l'encastrement du silicium dans ce cas est ramené à 100μm sur toute l'épaisseur de la plaquette. Cependant l'inconvénient majeur de la fabrication de ces antennes sur membranes réside dans le procédé de fabrication lui même. En effet, les surfaces de membranes sont assez grandes, la gravure DRIE fragilise les structures puisqu'elle nécessite le collage de la plaquette à graver sur une plaquette de silicium. A la fin de la gravure, la séparation des deux plaquettes s'avère une étape assez délicate.

Enfin, la dernière technique utilisée consiste à combiner la gravure sèche et humide, l'avantage principal de ce procédé est l'augmentation du rendement de fabrication. En effet, les plaquettes gravées par DRIE jusqu'à 350μm sont solides, et sont séparées facilement. La fin de la gravure du silicium est assurée par la gravure KOH. Les membranes produites sont encastrées sur trois côtés, le mur de silicium aminci dans la direction de propagation

présentera un faible encastrement. Cependant, les structures se trouvent déformées et fragilisées par cette déformation. La Figure III-32 et la Figure III-33 illustrent la déformation de ces membranes sous profilomètre optique. La déformation maximale est de l'ordre de $7\mu\text{m}$, elle est localisée au centre du côté faiblement encastré suivant la direction BB' (Cf. Figure III-33).

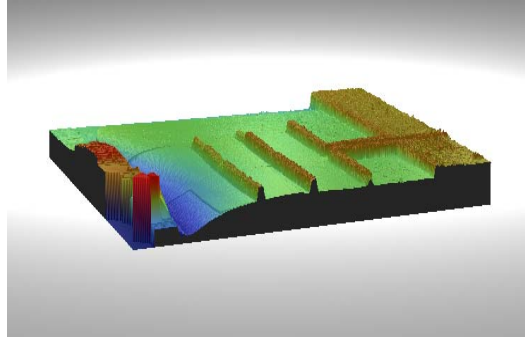


Figure III-32 : Vue de la déformation de la membrane sous profilomètre optique

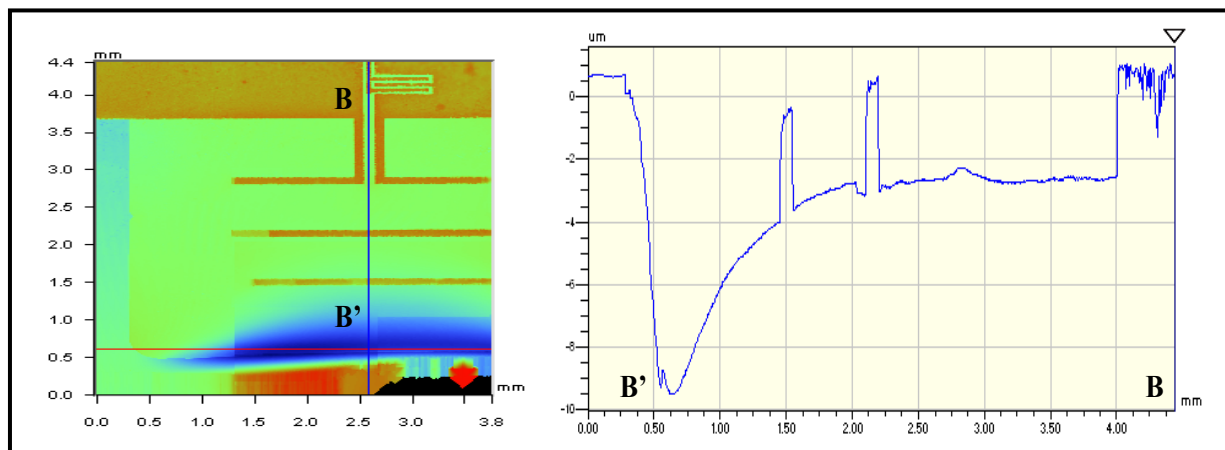


Figure III-33 : Mesure de la déformation de la membrane en OZ (Coupe BB')

Afin d'analyser les causes de ces déformations, des simulations 3D ont été réalisées à l'aide du logiciel ANSYS. La Figure III-34 montre une vue en coupe (plan de symétrie de la membrane) et de dessus de la membrane simulée. Afin de simplifier l'analyse, les murs de silicium sont verticaux. L'objectif de l'étude est de quantifier la part des déformations dues au gradient de contrainte, et celles liées à la contrainte moyenne dans la membrane.

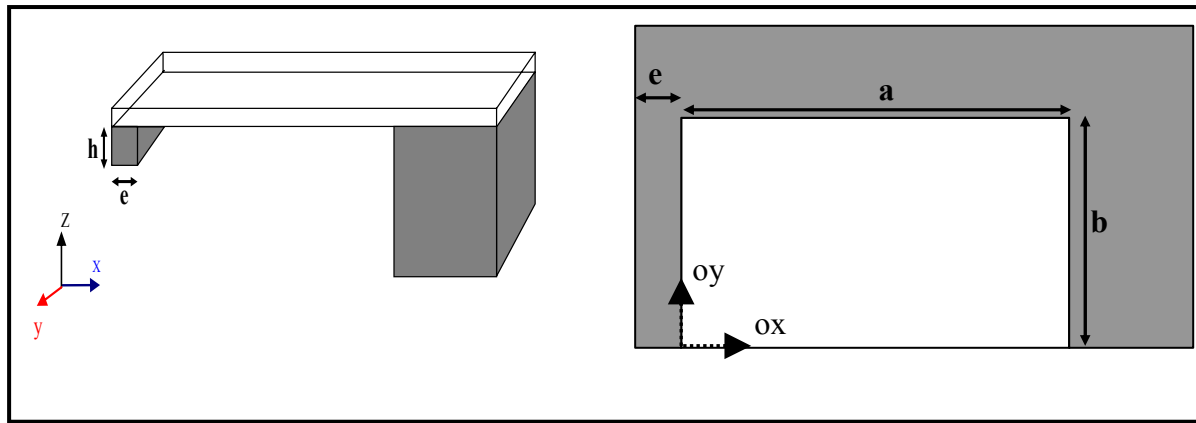


Figure III-34 : Coupe symétrique de la structure simulée sous ANSYS
(Plan de symétrie : OXZ)

Ces travaux présenteront des pistes d'amélioration technologiques pour la fabrication de ces membranes faiblement encastrées.

III.5.2. Simulation mécanique de la membrane bicouche oxyde/nitrure

III.5.2.1. Membrane SiO_2 / SiN_x nominale

Les dimensions géométriques et les paramètres mécaniques de la structure simulée sont résumés dans le Tableau III-3. Les valeurs des modules d'Young et des contraintes sont tirées respectivement de la littérature et des mesures de courbure des plaques car les études sur le gonflement n'étaient pas encore finalisées.

Membrane diélectrique SiO_2 / SiN_x			
Paramètres géométriques (μm)		Paramètres mécaniques	
$a = 6000$	épaisseur de l'oxyde 0,8	$(E_{\text{SiN}_x} / \sigma_{\text{SiN}_x} / \nu_{\text{SiN}_x})$	(370GPa / 600MPa / 0,28)
$b = 5500/2$	épaisseur du nitrure 0,6	$(E_{\text{SiO}_2} / \sigma_{\text{SiO}_2} / \nu_{\text{SiO}_2})$	(80GPa / -300 / 0,18)
Substrat silicium			
Paramètres géométriques (μm)		Paramètres mécaniques	
e	100	$(E_{\text{Si}} / \nu_{\text{Si}})$	(170GPa / 0,1)
h	70		

Tableau III-3 : Paramètres utilisés pour les simulations de la bicouche sous ANSYS

La structure simulée est définie par des éléments de types Shell 181 pour mailler la bicouche, suivi d'une extrusion suivant l'axe OZ par des éléments de type Solid45 pour mailler le silicium. Seule la moitié de la structure a été maillée en raison de l'existence du plan de symétrie (o, x, z), ce dernier sera bloqué en déplacement. La surface inférieure de la structure est bloquée aussi. La Figure III-35 montre les conditions aux limites utilisées.

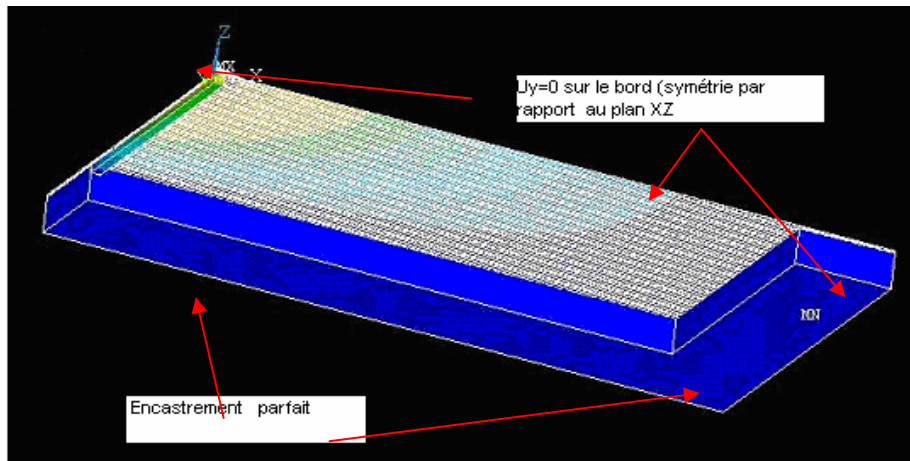


Figure III-35 : Maillage de la structure suivant le plan de symétrie en (OY)

Les Figure III-36, Figure III-37 et Figure III-38 illustrent la distribution des déplacements (U) suivant OX et OZ, et de la contrainte de Von mises σ_{VM} .

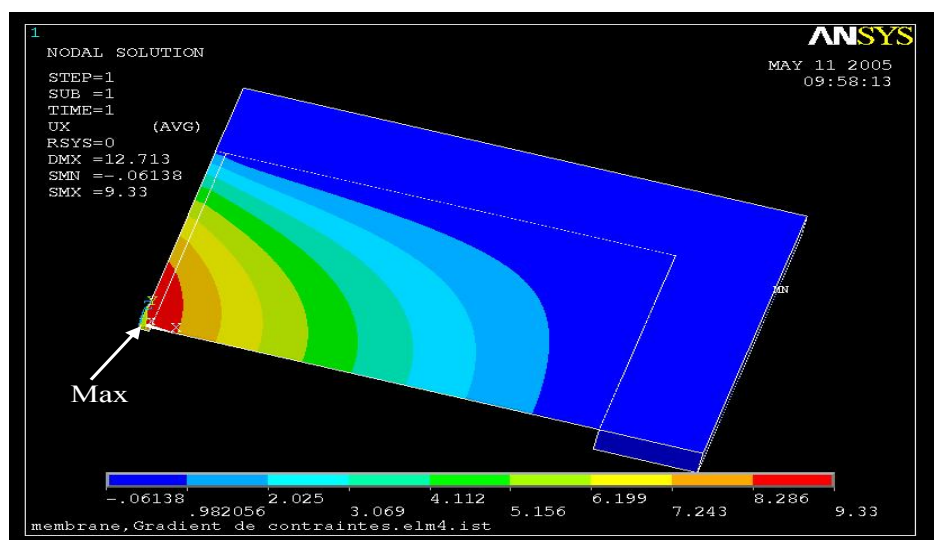


Figure III-36 : Distribution de la déformation de la membrane suivant l'axe (OX)

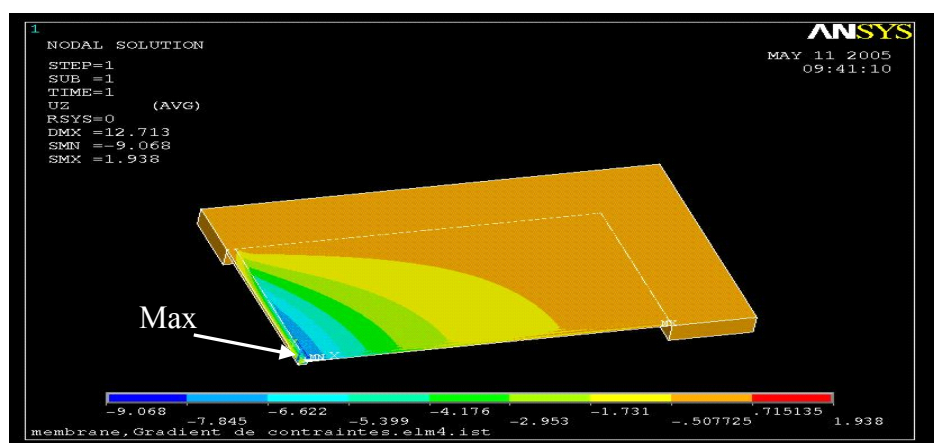


Figure III-37 : Distribution de la déformation de la membrane suivant l'axe (OZ)

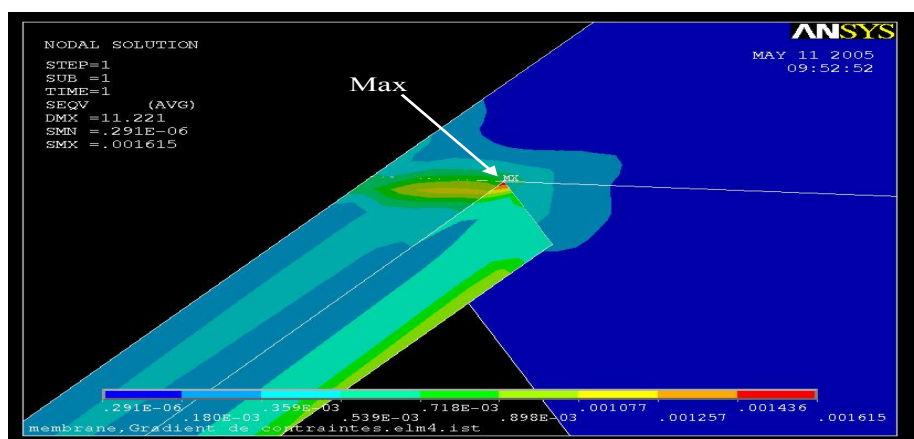


Figure III-38 : Distribution des contraintes de Von mises de la membrane

Les maxima de déplacement se situent au milieu du mur de silicium $[(x, y) = (0, 0)]$. La contrainte est maximale dans l'angle de la membrane.

Les déplacements maximaux suivant l'axe (ox) et l'axe (oz) sont respectivement égaux à 11,4 et 12,4 μm . Ce dernier est notablement supérieur à celui mesuré sur les antennes (7 μm). Cette différence peut être liée à la valeur surestimée du module d'Young pris pour la simulation (370 GPa) au lieu des 270 GPa mesurés (Cf. Chapitre.II). Néanmoins on peut considérer que les ordres de grandeurs sont cohérents et que les données issues des simulations sont qualitativement fiables.

Des simulations ont également été réalisées avec un matériau soumis à une contrainte uniforme de 85 MPa qui correspond à la contrainte moyenne du bicouche oxyde/nitride (Cf. V.2.2.1 du chapitre.II). Les déplacements maximaux suivant l'axe (oz) et (ox) sont respectivement égaux à 5 μm et 10 μm . On peut en conclure que la déformation dans le plan de la membrane est essentiellement due à la contrainte moyenne, alors que la déformation verticale est liée aussi au gradient de contraintes.

III.5.2.2. Influence de l'épaisseur de l'oxyde

Une solution pour diminuer la contrainte moyenne dans la membrane est d'augmenter l'épaisseur d'oxyde tout en gardant constante l'épaisseur du nitride. Le Tableau III-4 donne les résultats obtenus pour des épaisseurs comprises entre 0,7 μm et 1,2 μm . La diminution de la contrainte moyenne a effectivement pour effet de réduire considérablement les déformations. Pour une contrainte nulle, la déformation dans le plan (hors plan) est inférieure à 2 μm (1 μm). Le Tableau III-4 précise les valeurs maximales de déplacement et de contraintes obtenues pour les différentes épaisseurs simulées.

Epaisseur de l'Oxyde (μm)	0,7	0,8	0,9	1	1,1	1,2
σ moyenne (MPa)	115	85	60	37,5	18,8	0
U_z (μm)	16,1	12,4	9,0	6,1	3,3	0,9
U_x (μm)	14,6	11,4	8,4	5,5	2,9	1,5
σ VM (max) (MPa) Membrane	783	748	727	717	708	698
σ VM (max) (MPa) substrat	187	145	109,4	76,5	50	39

Tableau III-4 : Variation de la valeur des déformations et de la contraintes de Von mises en fonction de la contrainte moyenne

La contrainte zéro est technologiquement impossible à réaliser. En effet, il existe trop d'incertitudes aussi bien sur les épaisseurs des couches que celles des contraintes dans celles-ci. Compte tenu des études réalisées dans le Chapitre.I, on peut estimer que les contraintes (épaisseurs) sont obtenues avec une incertitude de $\pm 10\%$ ($\pm 5\%$). Dans ce cas, la contrainte moyenne pourra être comprise entre -60MPa et 60MPa pour un objectif de contrainte nulle. Il y a ainsi un risque de flambement pour les contraintes négatives. Afin de garder une marge de sécurité, il est donc nécessaire de fixer comme objectif une contrainte moyenne minimale nulle. La contrainte moyenne sera ainsi comprise entre 0 et 120MPa pour une épaisseur nominale d'oxyde de $0,93\mu\text{m}$.

On peut aussi conclure que la maîtrise de la contrainte moyenne n'est pas suffisante pour assurer de faibles déformations de la membrane.

III.5.2.3. Influence de l'encastrement

L'objectif de cette étude est d'évaluer l'influence des dimensions du mur de silicium sur les déformations de la membrane. Dans le premier cas, l'épaisseur du mur correspond à l'épaisseur de la plaquette ($400\mu\text{m}$) et la largeur varie entre 10 et $100\mu\text{m}$. Ceci correspond aux structures obtenues par gravure DRIE. Dans le deuxième cas, la largeur du mur est fixe ($400\mu\text{m}$) et l'épaisseur varie entre 10 et $100\mu\text{m}$. Ceci ne correspond pas à une solution technologique utilisée, mais permet d'évaluer le poids de la largeur et de la hauteur du mur à volume constant. Ce volume est important car il conditionne les performances fréquentielles des antennes.

La contrainte moyenne dans le bicouche est fixée à 85MPa, et le gradient a été négligé dans les simulations afin d'alléger les calculs. Les résultats de déformations hors plan seront ainsi nettement sous estimés, mais les déformations dans le plan devraient être globalement représentatives (Cf. V.1.2). Néanmoins, l'étude qualitative comparative doit permettre de dégager des conclusions sur les effets des encastrements.

Le Tableau III-5 résume les résultats obtenus par simulation.

e variable				h variable			
h (μm)	e (μm)	Uz (μm)	Ux (μm)	h (μm)	e (μm)	Uz (μm)	Ux (μm)
400	10	7	16,7	10	400	8,5	5,2
400	20	5,6	16,4	20	400	7,6	4,3
400	30	4,6	15,9	30	400	6,9	3,9
400	40	4,2	15,4	40	400	6,1	3,2
400	50	3,6	15,2	50	400	5,3	2,9
400	60	3,2	14,8	60	400	4,8	2,8
400	70	2,9	14,2	70	400	4,2	2,7
400	80	2,6	13,8	80	400	3,9	2,7
400	90	2,4	13,2	90	400	3,7	2,6
400	100	2,3	13	100	400	3,6	2,6

Tableau III-5 : Variation de la déformation en fonction des dimensions de l'encastrement

✱ **Lorsque l'épaisseur h est fixée (400 μm) :**

L'augmentation par un facteur 10 (10 μm à 100 μm) de la largeur du mur entraîne une diminution de 20% seulement des déformations dans le plan liée à l'accroissement de la raideur dans le plan. Dans le même temps, la déformation hors plan est fortement réduite (divisée par 3). On peut penser que la déformation hors plan liée au gradient de contrainte sera également diminuée par un même facteur en première approximation.

✱ **Lorsque la largeur e est fixée (400 μm) :**

L'augmentation par un facteur 10 (10 μm à 100 μm) de l'épaisseur du mur de silicium a pour effet de diminuer par un facteur 2,4 la déformation hors plan, et par un facteur 2 la déformation dans le plan.

A volume de mur de silicium constant, les solutions à mur large présentent des déformations dans le plan 3 à 5 fois plus faibles que les solutions à épaisseur importante. Les déformations hors plan sont par contre comparables.

D'un point de vue mécanique, il est donc plus intéressant de privilégier des murs larges peu épais pour minimiser les déformations. Technologiquement, cette solution est difficile à

obtenir par DRIE, sans tenir compte des problèmes de rendement. La filière DRIE+KOH permet par contre de réaliser des murs trapézoïdaux dont la base est égale à 1,4 fois l'épaisseur. Avec des plaquettes de 400 μm d'épaisseur, il est ainsi possible d'obtenir des murs de silicium de 200 μm de large (à la base) et de 140 μm de haut.

III.5.3. Simulation mécanique de la membrane monocouche oxynitrure

III.5.3.1. Introduction

Afin d'évaluer les potentialités de la filière oxynitrure pour la réalisation de membranes faiblement encastrées, nous avons fabriqué les mêmes antennes décrites précédemment mais sans les conducteurs métalliques pour simplifier le procédé technologique.

Des membranes de 6 μm d'oxynitrure ont été élaborées par gravure DRIE+KOH avec le masque de la Figure III-8. Aucune membrane n'a survécu à la fin de la gravure.

Afin d'expliquer les résultats obtenus et de proposer des améliorations, des simulations mécaniques ont été réalisées sous ANSYS.

III.5.3.2. Caractéristiques mécaniques de la membrane simulée

Les caractéristiques de la membrane simulée sont résumées dans le Tableau III-6. L'épaisseur étudiée de l'oxynitrure simulée est de l'ordre de 6,2 μm . La contrainte moyenne est fixée à 90MPa et le gradient de contrainte (linéaire) sur l'épaisseur de la membrane est fixé à 30MPa.

Membrane monocouche oxynitrure			
Paramètres géométriques (μm)		Paramètres mécaniques	
a	6000	($E_{\text{SiOxNy}} / \nu_{\text{SiOxNy}}$)	(150GPa / 0,25)
b	5500/2	($\sigma_{\text{moy}} / \Delta\sigma$)	(90 MPa / 30MPa)
Substrat silicium			
Paramètres géométriques (μm)		Paramètres mécaniques	
e	100 et 200	($E_{\text{Si}} / \nu_{\text{Si}}$)	(170GPa / 0,1)
h	100 et 200		

Tableau III-6 : Paramètres utilisés pour les simulations de la membrane en oxynitrure sous ANSYS

Afin de simuler précisément le comportement mécanique de la membrane, la monocouche est découpée en huit couches de $0,775\mu\text{m}$ d'épaisseur dans lesquelles les contraintes sont discrétisées. La Figure III-39 montre la répartition des contraintes dans le film. La modélisation de la membrane (condition aux limites, type d'éléments,...) est similaire à celle utilisée pour le bicouche oxyde/nitrué (Cf. Figure III-35).

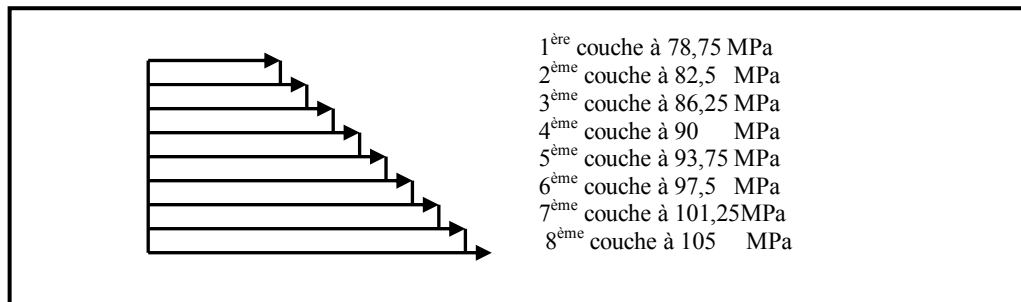


Figure III-39 : Discretisation du gradient de contraintes dans l'épaisseur du film d'oxynitrué de silicium

III.5.3.3. Résultats

La Figure III-40 et la Figure III-41 montrent un exemple de déformation suivant les axes (ox) et (oz) ainsi que des contraintes de Von mises. Le Tableau III-7 précise les résultats obtenus pour différentes valeurs d'encastrement. Afin de quantifier la part des contraintes moyennes et du gradient de contraintes, des simulations ont été réalisées en séparant l'effet des deux composantes. Les simulations globales permettent ensuite d'évaluer les effets croisés.

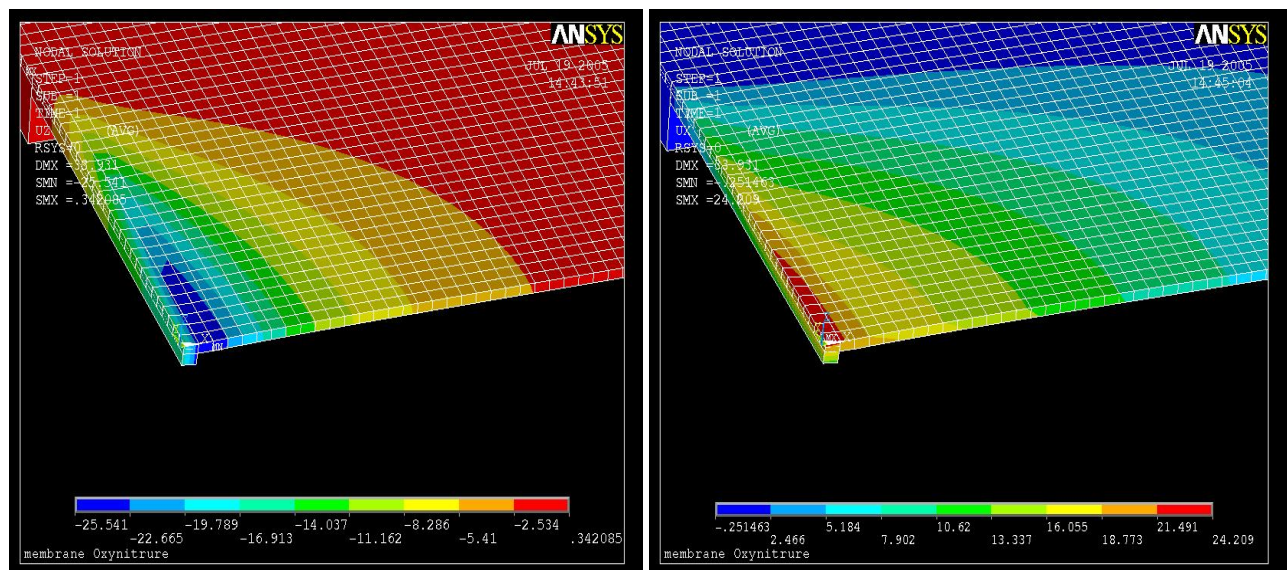


Figure III-40 : Distribution de la déformation de la membrane oxynitruée suivant les axes (OX) et (OZ) (h, e)=($100\mu\text{m}, 100\mu\text{m}$)

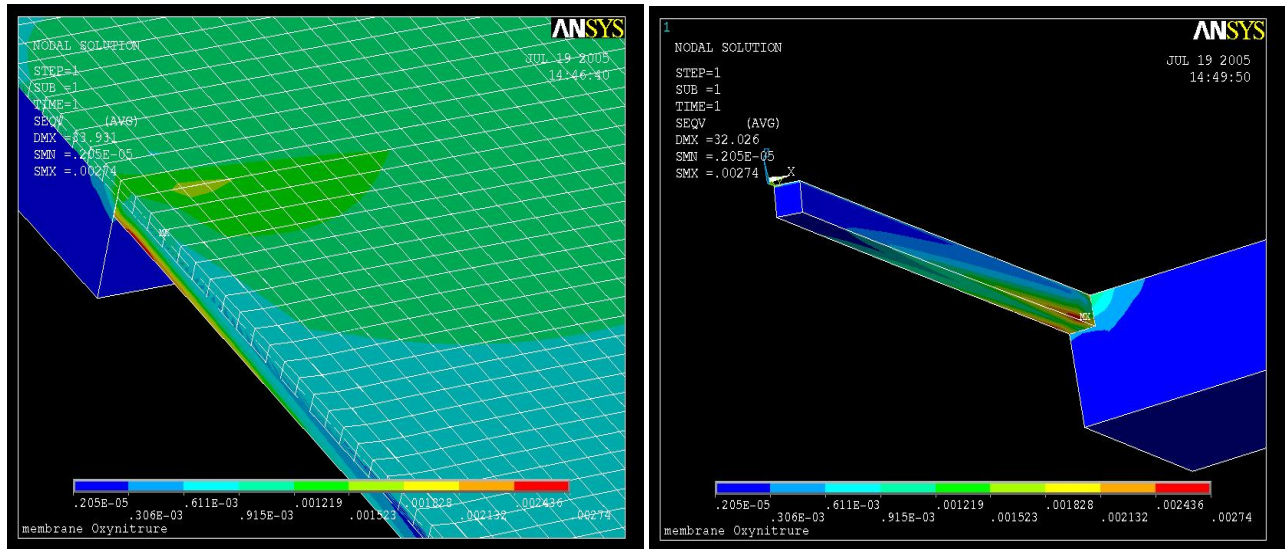


Figure III-41 : Distribution de la concentration de la contrainte de Von mises
(h, e)=(100μm,100μm)

	gradient			contrainte moyenne			Effet combiné		
h (μm)	100	100	200	100	100	200	100	100	200
e (μm)	100	200	100	100	200	100	100	200	100
Uz (μm) max							26,5	**	**
Utz (μm)	2,6	3,6	2,1	24,3	11,6	16,8	27	15,4	19
Ux (μm) max							19,3	**	**
Utx (μm)	2,9	1,85	1,6	16,2	11,7	16,1	19,1	13,6	17,7
σVM (MPa) max	35	26,1	59,1	207,8	233,1	194,8	239,7	**	**

Tableau III-7 : Comparaison de l'influence de la contrainte moyenne et du gradient de contrainte sur la variation de la déformation et de la contrainte maximale de Von mises
($U_t = \Sigma(U_z(\text{gradient}) + U_z(\text{contrainte}))$)

La superposition des effets de la contrainte moyenne et du gradient sur les déformations a été validée pour le cas (h, e)= (100μm, 100μm). Ceci permet d'évaluer facilement la part de chaque effet sur les déformations globales.

Le Tableau III-7 montre que les déformations dans le plan sont principalement attribuées à la contrainte moyenne (85 à 90%). De même, les déformations hors plan sont surtout générées par la contrainte moyenne (75 à 90%).

Le cas $(h, e) = (100\mu\text{m}, 100\mu\text{m})$ qui se rapproche des antennes fabriquées, montre que les déformations sont très importantes aussi bien dans le plan ($19\mu\text{m}$) que hors plan ($27\mu\text{m}$). Ceci explique la destruction de toutes les membranes lors de la fabrication.

Comme indiqué précédemment, l'augmentation de la largeur du mur entraîne une réduction plus importante des déformations que l'augmentation de son épaisseur.

Afin d'évaluer l'influence de l'épaisseur de la membrane sur les déformations, des simulations supplémentaires ont été réalisées pour le couple $(h, e) = (100\mu\text{m}, 100\mu\text{m})$. Le Tableau III-8 présente les résultats obtenus pour des membranes d'épaisseur 2 fois et 4 fois plus faibles que celles fabriquées.

épaisseur de SiOxNy (μm)	6,2	3,1	1,55
Uz max (μm)	24,39	13,837	7,023
Ux max (μm)	16,26	13,907	11,481
$\sigma(\text{Von Mises})$ max (MPa)	207,8	174,3	133,7

Tableau III-8 : Effet de l'épaisseur sur la déformation et la contrainte maximale de Von mises ($h=e=100\mu\text{m}$)

L'augmentation de l'épaisseur de la membrane a pour effet d'accroître sa déformation. Ceci est liée à l'augmentation des forces appliquées sur le mur de silicium par la membrane. La minimisation des déformations passe ainsi par un compromis entre la raideur de la membrane et les forces appliquées par celles-ci sur le mur de silicium.

III.6. CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons développé une nouvelle technologie de micro-usinage volumique de silicium pour la fabrication d'antennes à émission surfacique. La technologie est basée sur la combinaison de la gravure sèche (DRIE) et la gravure humide (KOH), et permet de réduire considérablement le silicium dans la direction de propagation du signal.

Nous avons fabriqué des antennes de type Yagi-Uda par la technique de micro-usinage de silicium cité dessus, mais aussi par les deux techniques usuelles de gravure à savoir la DRIE et le KOH. Ces trois techniques ont permis de réaliser des antennes avec différents encastréments de silicium dans la direction de propagation. La caractérisation en fréquence des antennes fabriquées a montré une parfaite concordance avec les résultats de simulation pour les antennes fabriquées par DRIE et DRIE + KOH. Cependant, l'augmentation de la

largeur de l'encastrement dans la direction de propagation dans le cas de la gravure KOH induit un décalage de la fréquence de résonance mesurée par rapport à celle simulée.

Afin d'étudier le comportement mécanique des antennes fabriquées sur une membrane à faible encastrement, des simulations de ces membranes sous ANSYS ont été réalisées. Ces simulations montrent l'existence d'une déformation de la membrane dans le plan liée à la présence d'une contrainte moyenne, ainsi qu'une déformation hors plan liée surtout à l'effet combiné de la contrainte moyenne et du gradient de contrainte.

Nous avons conclu ainsi que pour la diminution des déformations des membranes faiblement encastrees, il faudrait réaliser des membranes avec des contraintes moyennes très faibles ($<10\text{MPa}$). Cette condition est assez délicate à obtenir avec la filière bicouche oxyde/nitride au vu de l'incertitude sur la détermination des contraintes moyennes ($\pm 10\%$) et des épaisseurs ($\pm 5\%$). Par contre, la filière de membrane monocouche d'oxynitride pourrait constituer une meilleure alternative puisqu'on pourrait régler la contrainte moyenne nulle en fonction du recuit, et que le gradient de contrainte est assez faible.

III.7. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE.III

- [III.1] D.Neculoiu, P.Pons, R.Plana, P. Blondy, A.Muller, D.Vasilache. "MEMS antennas for millimeter wave applications". Proc.of SPIE 4559 66-73, 2000
- [III.2] P. Viezbicke. "Yagi Antenna Design". NBS, Technical Note 688, US Printing Office, Washington 1976
- [III.3] Y. Qian, W.R. Deal, N. Kaneda, T. Itoh. "Microstrip-fed quasi-Yagi antenna with broadband characteristics". Electronics Letters, Vol. 34, No. 23, pp. 2194-2196
- [III.4] G. Zheng, A.A. Kishk, A.W. Glisson, A.B. Yakovlev. "Simplified feed for modified printed Yagi antenna". Electronics Letters, Vol. 40, No. 8, pp. 464-466, April 2004
- [III.5] J. Sor, Y. Qian, T. Itoh. "Coplanar waveguide fed quasi-Yagi antenna". Electronics Letters, Vol. 36, No. 1, pp. 1-2, January 2000
- [III.6] D. Neculoiu, P. Pons M. Saadaoui, L. Bary, D. Vasilache, K. Grenier, D. Dubuc, A. Muller, R. Plana. "Membrane supported Yagi-Uda antennae for millimetre-wave applications". IEE Proceedings - Microwaves, Antennas and Propagation, Vol. 151, No. 4, pp311-314, August 2004
- [III.7] K.P. Ma, Y. Qian. "Analysis and Applications of a new CPW-Slotline Transition". IEEE Transaction on Microwave Theory and Techniques, Vol. 47, No. 4, pp. 426
- [III.8] K.R. Williams, R.S. Muller. "Etch rates for micromachining processing". IEEE Journal of MEMS, Vol. 5, No. 4, pp. 256-269, 1996
- [III.9] H. Seidel, L. Csepregi, A. Heuberger, H. Baumgartel. "Anisotropic etching of silicon in alkaline solutions". Journal of Electrochemical Society, Vol. 137, No. 11, pp. 3612-3632, November 1990
- [III.10] K.E. Bean. "Anisotropic etching of silicon". IEEE Transaction on Electron Devices, Vol. ED-25, No. 10, pp. 1185-1193, October 1978
- [III.11] M.J. De Boer, J.G.E. Gardeniers, H.V. Jansen. "Guidelines for etching silicon MEMS structures using Fluorine High density Plasmas at cryogenic Temperatures". IEEE Journal of MEMS, Vol. 11, No. 4, pp. 385-401, August 2002
- [III.12] T.K. Tsujimoto, S. Okudaira. "Low temperature reactive ions etching and microwave plasma etching of silicon". Applied Physics Letters, Vol. 52, Issue. 8, pp. 616-618, February 1988
- [III.13] A.M. Hynes, H. Ashraf, J.K. Bhardwaj, J. Hopkings, I. Johnston, J.N. Shepherd. "Recent advances in silicon etching for MEMS using the ASE process". Sensors and Actuators, Vol. 74, Issue. 1-3, 1999
- [III.14] J.K. Bhardwaj, H. Ashraf. "Advances silicon etching using high density plasmas". Proceeding SPIE Micromachining and Microfabrication Process Technology, Vol. 2639, pp. 224-233, 1995
- [III.15] W. Rangelow. "Critical tasks in high aspect ratio silicon dry etching for microelectromechanical systems". Journal of Vacuum Science and Technology -A, Vol. 21, No. 4, pp. 1550-1562, August 2003
- [III.16] J. Kiihamäki, S. Franssila. "Pattern shape effects and artefacts in deep silicon etching". Journal of Vacuum Science and Technology -A, Vol. 17, No. 4, pp. 2280-2285, August 1999
- [III.17] J.C. Arnolds, D.C. Gray, H.H. Sawin. "Influence of reactant transport on fluorine reactive ion etching of deep trenches in silicon". Journal of Vacuum Science and Technology -B, Vol. 11, No. 6, pp. 2071-2080, December 1993

- [III.18]** J.C. Arnolds, H.H. Sawin. "Charging of pattern features during plasma etching". Journal of Applied Physics, Vol. 70, No.10, pp. 5314-5317, November 1991
- [III.19]** C.H. Kim, Y.K. Kim. "Prevention method of a notching caused by surface charging in silicon reactive ion etching". Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol. 15, pp. 358-361, 2005
- [III.20]** Damien Veychard. "Conception et réalisation d'un convertisseur électrothermique à grande constante de temps en technologie microsystèmes pour un disjoncteur thermique ". Thèse de doctorat, TIMA (Techniques de l'Informatique et de la Microélectronique pour l'Architecture des ordinateurs), INP GRENOBLE - INPG. décembre 1999
- [III.21]** D. Resnik, D. Vrtacnik, U. Aljancic, M. Mozek, S. Amon. "Different aspect ratio pyramidal tips obtained by wet etching of (100) and (111) silicon". Microelectronics Journal, Vol. 34, pp. 591-593, 2003
- [III.22]** G.K. Mayer, H.L. Offreins, H.L. Sandmaier, K. Kühl. "Fabrication of non-underetched convex corners in anisotropic etching of (100) silicon in aqueous KOH with respect to novel micromechanic elements". Journal of Electrochemical Society, Vol. 137, No. 12, pp. 3947-3951, December 1990
- [III.23]** D.W. De lima Monteiro, O. Akhar-Mehr, P.M. Sarro, G. Vdovin. "Single mask microfabrication of aspherical optics using KOH anisotropic etching of Si". Optics Express, Vol. 11, No. 18, pp. 2244-2252, September 2003
- [III.24]** R.N. Simons, R.Q. Lee. "On-wafer Characterization of millimetre wave antennas for wireless applications". IEEE Transaction on Microwave Theory and Techniques, Vol. 47, No. 1, pp. 92, January 1999

CONCLUSION GENERALE

La montée en fréquence est inévitable avec la saturation des canaux et le rétrécissement du spectre fréquentiel. Devant l'intérêt économique et scientifique lié à la réduction du coût de la production et de la miniaturisation, la dernière décennie s'est distinguée par le développement de nouveaux circuits micro-ondes capables de fonctionner à des fréquences jusqu'à une centaine de gigahertz. La réduction du coût de production a tiré profit de l'utilisation du silicium qui s'est imposé comme l'élément essentiel dans la fabrication des fonctions micro-ondes. Les possibilités de micro-usinage ont permis de créer une nouvelle filière de circuits micro-ondes suspendus où le silicium est gravé sous les conducteurs. La suppression du silicium a permis de réduire les pertes diélectriques ainsi que les modes dans le substrat, et garantir par la suite une propagation idéale de l'onde véhiculée dans l'air. L'incorporation de ces dispositifs dans les systèmes doit apporter une amélioration des performances d'autant plus que la fréquence d'utilisation est élevée, mais la fiabilité de ces circuits reste en général à valider.

Dans cette optique, les travaux menés avaient pour objectif d'améliorer le procédé de fabrication des circuits micro-ondes sur membrane diélectrique tout en garantissant une meilleure fiabilité mécanique.

Au cours du premier chapitre, nous avons décrit dans un premier temps et d'une manière générale les briques de base pour le procédé de fabrication des circuits micro-ondes.

La membrane diélectrique qui représente le support mécanique des circuits a été étudiée en détail. La technologie auparavant initiée au laboratoire consiste à associer une couche d'oxyde thermique avec une couche de nitrure non stoechiométrique déposé par LPCVD. Le but de cette combinaison étant d'assurer la fabrication de membranes avec une contrainte moyenne très faible (85MPa) et transparente. Dans ce sens, nous avons décrit deux filières d'élaboration de cette membrane composite à base d'oxyde thermique, mais en modifiant les conditions de dépôt du nitrure.

La première filière est ancienne et est basée sur la formation du nitrure à 750°C à partir de la réaction gazeuse entre le silane et l'ammoniac. Cette filière a permis de déposer des films de nitrure non stoechiométrique $\text{SiN}_{1,25}$ ayant des contraintes de 600MPa. L'association de ce film avec l'oxyde thermique permet d'obtenir des membranes composites avec une contrainte et moyenne et une permittivité effective de 85MPa et 1,1 respectivement. Cette filière a donné naissance aux premiers circuits micro-ondes sur membranes au laboratoire. Cependant, le

dépôt de nitrure par ce procédé est restreint à un nombre limité de plaquette à cause de la dégradation de l'uniformité de l'épaisseur dans le four de dépôt.

Pour cela, la deuxième filière de croissance du nitrure a été développée récemment afin d'obtenir un nitrure de silicium ayant les mêmes propriétés optiques et mécaniques que le nitrure décrit ci-dessus, mais avec une meilleure uniformité de l'épaisseur sur un grand nombre de plaquettes. Les premières expériences ont porté sur la réaction gazeuse entre le dichlorosilane et l'ammoniac à 800°C. Dans ce cas le nitrure obtenu $\text{SiN}_{1,15}$ affiche les mêmes propriétés qu'auparavant mais avec une non uniformité de dépôt. Une rampe de température de 800°C / 830°C a permis de réduire la non uniformité ($\leq \pm 5\%$) sur un lot de 25 plaquettes.

Néanmoins, ces membranes composites sont de faibles épaisseurs ($< 2\mu\text{m}$) et sont restreintes à des applications de circuits micro-ondes de surface assez faibles (côté $<$ quelque mm) si on veut garantir une bonne fiabilité mécanique.

Nous avons présenté les résultats liés à la mise en place d'une filière de dépôt de membrane par plasma à basse température ($\leq 300^\circ\text{C}$). Nous avons évalué tout d'abord les contraintes mécaniques dans l'oxyde et le nitrure de silicium. L'utilisation du recuit thermique à haute température permet de réaliser des films avec des contraintes résiduelles réglables. Cependant, des problèmes liés à la non reproductibilité des résultats de l'oxyde et la delamination des couches de nitrure nous ont poussé à développer la filière oxynitrure. Grâce à la grande vitesse de dépôt et la possibilité d'obtenir des contraintes faiblement en tension, nous avons réalisé les premières membranes de $6\mu\text{m}$ d'épaisseur et les premières lignes coplanaires de $2\mu\text{m}$ d'épaisseur. La composition chimique de l'oxynitrure a été déterminée par RBS et montre un taux égal de l'oxygène et de l'azote dans le film. La séparation de phase entre ces deux éléments pourrait expliquer la fissuration observée dans les films lors des recuits thermiques. Le gradient de contrainte a été déterminé en fonction de la température par la mesure de la déformation statique des micro-poutres.

Nous avons démontré ensuite la fiabilité mécanique des circuits réalisées sur la membrane composite en oxyde / nitrure grâce à une série de tests de choc et de vibration déterminée par les spécifications spatiales. Ces tests ont été concluants en termes de fiabilité mécanique.

La caractérisation électrique des circuits fabriqués a permis de démontrer les potentialités de la filière de la membrane oxynitrure. En effet, les pertes obtenues sur ce type de membrane sont comparables à celles obtenues avec la membrane composite oxyde / nitrure et inférieures à 0,5dB/cm à 30GHz pour une impédance de 75Ω . Ces pertes peuvent être minimisées en réalisant des circuits conçus à 120Ω ($< 0,1\text{dB/cm}$ à 30GHz).

Nous avons aussi montré que l'utilisation de l'or évaporé permet de réduire légèrement les pertes ($<0,1\text{dB/cm}$) pour une épaisseur deux fois plus faible que celle utilisée avec des conducteurs en or électrodéposé. Néanmoins, les déformations de la membrane générées par les contraintes dans l'or évaporé sont plus importantes.

Le deuxième chapitre traite de la caractérisation mécanique des films minces par la méthode de gonflement de membrane. Après avoir présenté le banc de test mis en place ainsi que le procédé de fabrication des membranes et les méthodes d'extraction des paramètres mécanique, nous avons montré les résultats concernant la caractérisation de film mince de nitrure et d'oxyde. Les dispersions obtenues sur la détermination du module d'Young et des contraintes et du nitrure sont importantes, et sont attribuées au montage utilisé ainsi qu'aux erreurs sur la l'extraction théorique des paramètres. Quant à l'oxyde thermique, ces caractéristiques sont extraites à partir de la caractérisation du bicouche oxyde /nitrure. Les résultats montrent que le module d'Young de l'oxyde est incohérent avec la littérature et que les contraintes sont assez dispersées. Ces incohérences sont attribuées aux dispersions importantes sur la détermination des paramètres mécaniques du nitrure et du bicouche.

Nous avons procédé au troisième chapitre à la présentation de la technologie de micro-usinage du silicium pour la fabrication d'antennes à émission surfacique de type Yagi-Uda. Après avoir discuté brièvement de la conception et des résultats de simulation de ce type d'antennes, nous avons exposé les techniques usuelles de micro-usinage du silicium à travers la gravure sèche et humide du silicium. Ces deux techniques ont aboutit à la mise en place d'un nouveau procédé de gravure profonde qui combine la gravure sèche e humide. Nous avons présenté les détails technologiques de cette technique et nous avons démontré que ce procédé permet de réduire considérablement le silicium dans la direction de propagation de l'antenne et assure une propagation quasi idéale. La caractérisation des différentes antennes fabriquées montre un très bon accord avec les simulations pour la gravure sèche et sèche + humide du silicium. Par contre la présence d'un volume important de silicium dans la direction de propagation obtenu par gravure KOH montre un décalage de la fréquence de résonance des antennes.

Afin de clarifier l'origine des déformations des membranes faiblement encastrées, nous avons entrepris des simulations mécaniques de membranes composite oxyde /nitrure et monocouche à base d'oxynitrure ont été réalisées. Les résultats montrent la présence d'une déformation hors plan due au gradient de contrainte et à la contrainte moyenne, et une déformation dans le plan liée surtout à la contrainte moyenne. Ces simulations ont montré les limitations de la

filière de membranes bicouche pour la fabrication de ce type de membrane à cause de la dispersion sur la détermination de la contrainte moyenne, et ouvre une voie de développement et d'amélioration de la filière oxynitride.

Ainsi, au cours des travaux présentés dans ce mémoire, la filière technologique des circuits micro-ondes sur membrane diélectrique a été présentée. Cette filière regroupe les moyens de fabrication technologique, de caractérisation mécanique et électrique. Nous avons pu initier la caractérisation mécanique des matériaux au laboratoire qui reste en phase de développement. Nous nous sommes aussi appuyés sur la filière présentée pour la fabrication et la caractérisation d'antennes à émission surfacique.

De ce travail, un large éventail de perspectives peut être dressé afin d'améliorer la technologie des circuits micro-ondes sur membrane. Dans le premier chapitre, et au niveau de la fabrication des membranes diélectriques minces, l'acquisition prochainement au laboratoire de nouveaux fours va permettre de réaliser des membranes monocouches d'oxynitride par LPCVD à haute température. Le film déposé va être plus stable thermiquement et présentera un faible gradient de contrainte. Au niveau des membranes épaisses, l'amélioration du procédé étudié notamment sur la montée en température va permettre de réaliser des films stables et homogènes. A notre avis, le fait de diminuer le taux d'azote dans les films déposés sera une solution efficace pour répondre à cette demande.

Dans le deuxième chapitre, l'étude de l'origine des dispersions sur les mesures des paramètres mécaniques des films minces doit être entreprise afin d'élargir l'utilisation du système pour la caractérisation d'une large gamme de matériaux notamment les films plastiques. Dans ce contexte, il faudrait réaliser des simulations mécaniques de l'ensemble du système, calibrer le montage en réalisant des caractérisations de films minces très faiblement contraint avec des paramètres mécaniques bien cités dans la littérature comme le silicium, et enfin envisager d'automatiser le banc de test pour pouvoir réaliser des études de reproductibilités.

Dans le dernier chapitre concernant les antennes Yagi, il faudrait envisager de réaliser une étude mécanique plus approfondie des membranes faiblement encastrées pour valider l'effet de la contrainte moyenne et du gradient de contrainte sur les déformations. Les améliorations des procédés de réalisation des membranes citées ci dessus permettront de fabriquer des membranes faiblement encastrées et plates.

LISTE DES PUBLICATIONS

Revue avec comité de lecture

M. Saadaoui, P. Pons, R. Plana, L. Bary, P. Dubreuil, D. Bourrier, D. Neculoiu, A. Muller
Dry followed by wet backside etching processes for micromachined endfire antennae
Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol. 15, No. 7, July 2005, pp. 65-71

D. Neculoiu, P. Pons, M. Saadaoui, L. Bary, D. Vasilache, K. Grenier, D. Dubuc, A. Muller, R. Plana
Membrane supported Yagi-Uda antennae for millimeter-wave applications
IEE Proceedings - Microwaves, Antennas and Propagation, Vol. 151, No. 4, August 2004, pp. 311-314

D. Dubuc, M. Saadaoui, S. Melle, F. Flourens, L. Rabbia, K. Grenier, P. Pons, R. Plana
Smart MEMS concept for high secure RF and millimeter wave communications
Microelectronics Reliability, Vol. 44, No. 6, June 2004, pp. 899-907

Ouvrage

Publishing House of the Romanian Academy. Series in Micro and Nanoengineering

❖ Volume.7 : “Advanced MEMS for RF and millimeter wave communications”, 2005

Editeurs: A. Muller, Anders Rydberg, Robert Plana

“Millimeter wave hybrid receiver with membrane supported endfire antenna” pp. 120-127

“A 15-45 GHz frequency multiplier integrated with a micromachined Yagi-Uda antenna” pp. 114-119

❖ Volume.5 : “MEMS technologies for millimeter wave devices and circuits”, 2004

Editors: Robert Plana, A. Muller, Dan Dascalu

“Fabrication of silicon based micromachined antennas for millimeter-wave applications” pp. 43-49

Conférences Internationales avec proceedings à comité de lecture

M. Saadaoui, A. Muller, P. Pons, D. Neculoiu, L. Bary, D. Dubuc, K. Grenier, L. Rabbia,, R. Plana
New technologies based on dry and dry followed by wet backside etching processes for endfire
membrane supported millimeter wave antennae manufacturing
MME03, Micromechanics Europe, Delft, Nederland, November 2003, pp. 143-146

A. Muller, M. Saadaoui, P. Pons, D. Neculoiu, R. Plana
Membrane supported endfire antennas manufactured using silicon micromachining
IEEE International Workshop on Antenna Technology, Small Antenna and novel Metamaterials,
Singapore, 7-9 March 2005

M. Saadaoui, P. Pons, R. Plana, L. Bary, A. Muller, D. Neculoiu, R. Plana
Dry plus wet etching for micromachined in plane radiation antennas
MME04, Micromechanics Europe, Leuven, Belgium, September 2004, pp. 5-7

K. Yacine, M. Saadaoui, P. Pons, R. Plana,
Mechanical characterization of Silicon Nitride thin films deposited on silicon wafers using
nanoindentation techniques
Eurosensors XVIII, Rome, Italy, 13-15 September 2004

L. Rabbia, M. Saadaoui, D. Dubuc, K. Grenier, P. Pons, L. Bary, R. Plana
RF MEMS : Status and prospects
MME 02, Micromechanics Europe, Sinaia, Romania, October 2002, pp. 6-8

D. Dubuc, M. Saadaoui, F. Flourens, P. Pons, A. Boukabache, H. Haubert, J. Tao, R. Plana
MEMS-based redundancy ring for low noise millimeter-wave front-end
Photonics Europe, Strasbourg, France, 26-30 Avril 2004

D.Dubuc, L.Rabbia, M. Saadaoui, F.Flourens, B.Ducarouge, M.Aissi, F.Bouchriha, K.Grenier, P. Pons, J.Graffeuil, R.Plana
Modelling and design of MEMS for RF and millimeter wave applications
International Semiconductor Conference (CAS 2002), Sinaia, Romania, 8-12 October 2002

D. Neculoiu, A. Muller, P. Pons, L. Bary, M. Saadaoui, R. Plana and D. Dascalu
Emitter front-end with micromachined yagi-uda antenna for millimeter wave applications
27th International Semiconductor Conference (CAS'2004), Sinaia, Rumania, 4-6 October 2004

D. Neculoiu, A. Muller, P. Pons, L. Bary, M. Saadaoui, D. Vasilache, R. Plana
The design of membrane-supported millimeter-wave antennas,
International Semiconductor Conference (CAS2003), Sinaia, Romania, 28sept 2 October 2003

D. Dubuc , K. Grenier , L. Rabbia , A. Takacs , M. Saadaoui , P. Pons , P. Caudrillier , O. Pascal, H. Aubert , H. Baudrand , J. Tao , P. Combes , J. Graffeuil , R. Plana
MEMS and MEMS technologies for wireless communications
MIEL 2002, 23rd International Conference on Microelectronics, Nis (Yougoslavie), 12-15 Mai 2002

Workshops

M. Saadaoui, P. Pons, A. Boukabache, D. Dubuc, K. Grenier, R. Plana, A. Muller, D. Neculoiu
Dry plus wet etching for micromachined in plane radiation antennas
MEMSWAVE, 5th Workshop on MEMS for millimeter wave communications, Uppsala, Sweden
30 June/ 2 July 2004

M. Saadaoui, A. Muller, P. Pons, L. Bary, D. Neculoiu, D. Dubuc, K. Grenier, D. Vasilache, R. Plana
Fabrication of silicon based micromachined antennas for millimeter-wave applications
MEMSWAVE, 4th Workshop on MEMS for millimeter Wave communications, Toulouse, France,
2– 4 July 2003

M. Saadaoui, P. Pons, K. Grenier, D. Dubuc, R. Plana, X. Lafontan, H. Aubert, J.W. Tao, A. Takacs,
Low losses Microsystems Technology for mm wave applications
MEMSWAVE, 4th Workshop on MEMS for millimeter Wave communications, Toulouse, France
2 – 4 July 2003

D. Dubuc, K. Grenier, M. Saadaoui, A. Tackacs, P. Pons, H. Aubert, R. Plana
Low losses and compact membrane suspended filters
International workshop on Microwave Filters, Toulouse, FRANCE, 13-14 September 2004

A. Muller, D. Neculoiu, M. Saadaoui, P. Pons, L. Bary, D. Vasilache, C. Buiculescu, A. Ovidiu, I. Petrini, D. Dascalu, R. Plana
Millimeter wave hybrid receiver with membrane supported endfire antenna
MEMSWAVE, 5th Workshop on MEMS for millimeter wave communications, Uppsala, Sweden
30 June/ 2 July 2004

D. Neculoiu, A. Muller, P. Pons, L. Bary, M. Saadaoui, C. Buiculescu, O. Andrei, R. Plana, D. Dascalu
A 15-45 GHz multiplier integrated with a micromachined Yagi-Uda antenna
MEMSWAVE – 5th Workshop on MEMS for millimeter wave communications, Uppsala, Sweden
30 June/ 2 July 2004

P. Pons, D. Dubuc R. Plana, F. Flourens, M. Saadaoui, X. Dollat, H. Aubert, J. Tao, G. Prigent, J.L. Cazaux, J.C. Cayrou, C. Schaffauser, F. Pressec, X. Lafontan
Micromachined low noise millimeter-wave front-end for multimedia communication
1st Symposium on Potentially Disruptive Technologies and their Impact in Space, Marseille, France
4 - 6 July 2005

Conférences Nationales avec proceedings à comité de lecture

M. Saadaoui, L. Rabbia, P. Pons, R. Plana

Low losses coplanar wave guide on bulk silicon

5th National conference on electromagnetism and micro-waves, Toulouse, France, 24 January 2002

M. Saadaoui, P. Pons, P. Temple Boyer, B. Rousset, L. Bouscayrol

Study of PECVD dielectrical membranes

6th National conference on microelectronics and Microsystems, Toulouse, France, 14-16 May 2003

M. Saadaoui, P. Pons, R. Plana

Technological process for membrane supported low losses high performances endfire antennae

7th National conference on microelectronics and Microsystems, Marseille, France, 4-6 May 2004

F. Bouchriha, D. Dubuc, M. Saadaoui, P. Pons, R. Plana, K. Grenier

3D Interconnexions for millimeter and high frequency applications

National conference on micro-waves, Lille, France, 21-23 Mai 2003

F. Bouchriha, D. Dubuc, M. Saadaoui, P. Pons, P. Plana, K. Grenier

Low silicon resistivity based low losses of passive circuits.

6th National conference on electromagnetism and micro-waves, Toulouse, 29 January 2003

Résumé

Les travaux présentés dans ce mémoire traitent du développement et de l'optimisation de la filière technologique d'élaboration de circuits passifs micro-ondes suspendus sur membrane diélectrique. Cette élaboration passe par l'étude physique de nouveaux matériaux susceptibles de répondre aux cahiers des charges. Après une description de la filière technologique développée au LAAS il y a une dizaine d'années et qui est basée sur l'association d'une couche d'oxyde thermique avec du nitrure faible contrainte déposé par LPCVD, nous proposons une technologie basée sur la fabrication de membranes épaisses à partir des dépôts par plasma. L'intérêt majeur de cette technologie est d'améliorer la fiabilité mécanique du composant lorsque la largeur des membranes est supérieure à quelques millimètres. Les résultats en terme de caractérisation fréquentielle montre un bon accord avec la filière développée auparavant. Dans un second volet, nous proposons un banc de test pour la caractérisation mécanique des matériaux. Dans cette optique, un système de gonflement de membrane suspendue sous pression différentielle a permis de tester les propriétés mécaniques du nitrure de silicium. Les contraintes résiduelles et le module d'Young du matériau sont extraits. La dernière partie concerne la réalisation d'une antenne à émission surfacique de type Yagi-Uda sur membrane diélectrique. La miniaturisation et les technologies de micro-usinage volumique du silicium ont permis la réduction des dimensions, et surtout l'utilisation de ce type d'antennes en haute fréquence. Nous décrivons un nouveau procédé de gravure de silicium adapté à la fabrication de ce type d'antenne et qui permet l'obtention de membranes faiblement encastrées. La caractérisation électrique des structures fabriquées est en accord avec les résultats de simulation électrique. De plus, des simulations mécaniques des structures fabriquées sont présentées afin de clarifier l'origine des déformations des dispositifs et d'apporter des solutions technologiques pour améliorer la rigidité des membranes à faible encastrement.

Mots clés : Technologie membranes, micro-usinage, Métallisation, Lignes coplanaires, Mesures RF, Gonflement de membranes, Module d'Young, contraintes résiduelles, Antennes à émission surfacique, Déformations des membranes faiblement encastrées.

Abstract

The aim of this work is to present the new developments of technology related to manufacturing of passif circuit on dielectrical membranes. After describing the technology established previously in LAAS and which combines thermal silicon oxide film with low stress silicon nitride deposited by LPCVD. We propose a new low stress recipe to deposit thick silicon oxinitride film obtained by plasma. The major interest of such technology is to increase the rigidity of suspended devices when the membranes width is superior to ten millimeters. RF characterizations of coplanar waveguide lines fabricated on silicon oxinitride membrane were in good agreements with the lines fabricated on composite membrane.

The following chapter describes a bulge test system for the mechanical of thin films characterization. The deflection of thin silicon nitride membranes under differential pressure leads to the extraction of Young's modulus and residual stress state.

In the last section, we describe a novel technological process based on dry followed by wet backside silicon etching for the manufacturing of 'quasi-three edge' membranes-supported millimeter wave circuits according to the undercut mechanism. In order to validate the technology, a Yagi-Uda antenna for 45 GHz was designed and fabricated. The demonstrator was characterized in terms of return loss and isotropic gain using 'on wafer' measurements. The agreement between the modelling and the measurements is very good, and validates the new technological approach, which assures free-space propagation conditions for endfire membrane-supported antennae structures. Moreover, quasi free edge membranes were simulated using ANSYS tool to understand the deformation behaviour of such a structure.

Keywords: Membrane technology, micromachining, Metallization, Coplanar waveguides, RF measurements, Bulge test, Young's Modulus, residual stress, endfire antennae, Deformation of free edge membrane