

# Etude de l'empilement de couches minces de cuivre sur alumine : applications à la réalisation de composants passifs haute température

Nicole Doumit

## ► To cite this version:

Nicole Doumit. Etude de l'empilement de couches minces de cuivre sur alumine : applications à la réalisation de composants passifs haute température. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Jean Monnet - Saint-Etienne, 2015. Français. NNT : 2015STET4004 . tel-01433109

# HAL Id: tel-01433109 https://theses.hal.science/tel-01433109

Submitted on 12 Jan 2017

**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.





# THESE

Pour obtenir le grade de

# DOCTEUR DE L'UNIVERSITE JEAN-MONNET DE SAINT-ETIENNE

Ecole doctorale Science, Ingénierie, Santé : ED SIS 488

## Discipline : Microélectronique

Présentée et soutenue publiquement le 26 mai 2015

Par

# **Nicole DOUMIT**

# Etude de l'empilement de couches minces de cuivre sur alumine : Applications à la réalisation de Composants passifs haute température

Directeur de thèse :

Co-directeur :

Jean-Jacques ROUSSEAU

**Stéphane CAPRARO** 

# Membres du Jury

Pascal XAVIER	Professeur, IUT Grenoble
Martine LE BERRE	Maitre de Conférences HDR, INSA Lyon
Guillaume KERMOUCHE	Professeur, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne
Jean-Pierre CHATELON	Maitre de Conférences HDR, LT2C
Jean-Jacques ROUSSEAU	Professeur LT2C
Stéphane CAPRARO	Maitre de Conférences, LT2C

# REMERCIEMENTS

A l'issue de la rédaction de cette recherche, je suis convaincue que la thèse est loin d'être un travail solitaire. En effet, je n'aurais jamais pu réaliser ce travail doctoral sans le soutien d'un grand nombre de personnes dont la générosité, la bonne humeur et l'intérêt manifestés à l'égard de ma recherche m'ont permis de progresser dans cette phase délicate de «l'apprenti-chercheur ».

Je souhaite remercier en premier lieu mon directeur de thèse français, M. Jean-Jacques ROUSSEAU, Professeur et ex-directeur du laboratoire Télécom Claude Chappe ou LT2C (Université Jean-Monnet, Saint-Etienne, France) et présent adjoint-directeur de l'Ecole Doctorale de Saint-Etienne (EDSIS) pour m'avoir accueilli au sein de son équipe. Je lui suis également reconnaissante pour le temps conséquent qu'il m'a accordé, ses qualités pédagogiques et scientifiques, sa franchise et sa sympathie. J'ai beaucoup appris à ses côtés et je lui adresse ma gratitude pour tout cela.

J'adresse de chaleureux remerciements à mon co-encadrant de thèse français, M. Stéphane CAPRARO, Maitre de conférences du laboratoire Télécom Claude Chappe, pour son attention de tout instant sur mes travaux, pour ses conseils avisés et son écoute qui ont été prépondérants pour la bonne réussite de cette thèse. Son énergie et sa confiance ont été des éléments moteurs pour moi. J'ai pris un grand plaisir à travailler avec lui.

J'associe à ces remerciements, M. Jean-Pierre CHATELON, Professeur du laboratoire Télécom Claude Chappe et enseignant à l'IUT Saint-Etienne, d'avoir m'aider surtout dans la partie mesure et qui était tout le temps disponible pour m'aider dans n'importe quel problème qui s'affronte devant moi.

Mes remerciements vont également à tous mes collègues au sein des deux laboratoires surtout l'équipe des composants passifs du laboratoire LT2C que ce soient thésards, stagiaires, professeurs... Et mes remerciements les plus chaleureux reviennent à mes collègues Libanais Ardaches TCHANGOULIAN, Elie ABOU DIWAN, Joseph KESSERWANI et ma collègue Marocaine Mérième GHENNAME qui m'ont tout le temps soutenu et haussé le moral.

Je tiens aussi à remercier mes amis Dijonnais : Fatima BARAKAT, Ahmad KHALIL, Carmen JABER, Moustafa AL KASS, Ali MHANNA et Enzo AYACHE qui étaient tout le temps à mes côtés. Ainsi que mes amis Stéphanois : Zeina SAAYFANE, Hussein HAMMOUD, Nohra HAGE, Zahraa et Hassan MAATOUK.

Merci à mes parents qui ont été tout le temps à côté de moi et qui grâce à eux je suis là, merci à ma sœur Nisrine, mon frère Joseph, et toutes les familles DOUMIT et MERHEB ; un grand merci à ma sœur spirituelle Rachelle RIZK et à tous ceux qui ont plus particulièrement assuré un soutien affectif à ce travail doctoral.

Je remercie aussi M. Guillaume KERMOUCHE, Professeur de l'Ecole des Mines de Saint-Etienne qui m'a aidé à comprendre les problèmes mécaniques des structures et composants que nous avons réalisé.

Je remercie également Mme Martine LE BERRE, Maitre de Conférences et HDR de l'INSA – Lyon et M. Pascal XAVIER, Professeur de l'IUT – Grenoble pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de rapporter ce travail.

Enfin, mais non des moindres, tous mes remerciements à mon bien aimé Roy ROUKOS pour l'amour qu'il m'a démontré pendant toutes ces années, et le soutient qu'il m'a donné, me permettant de me construire comme chercheur.

# **INTRODUCTION**

Dans le domaine de l'électronique, la miniaturisation des composants passifs magnétiques constitue un enjeu majeur. Certaines applications particulières (avionique par exemple) exigent une limitation / réduction très importante des volumes et des poids. Pour répondre à cette problématique une des solutions consiste à faire fonctionner les équipements (tel que les variateurs de vitesse pour les commandes des moteurs) à des températures très élevées ( $200 - 250^{\circ}$ C). Ce qui permet de s'affranchir des volumineux et pesants systèmes de refroidissement.

C'est dans ce contexte que se situe notre travail, relatif au développement de composants passifs intégrés capable de fonctionner à des températures élevées.

Pour répondre à cette problématique, il convient de développer des composants magnétiques intégrés capable de fonctionner à haute température. Il s'agit d'un des objectifs de l'équipe composants RF du LT2C.

Les composants passifs que l'on retrouve le plus fréquemment sont des inductances et des transformateurs. Une solution consiste pour réduire le volume occupé à développer ces composants sous forme planaire. Ce nouveau type de structure nécessite des procédés de fabrication sous forme d'empilement de couches (diélectrique, conducteur, magnétique) compatibles avec une fabrication collective.

D'autre part, plusieurs études à haute température ont été faites en électronique de puissance sur des convertisseurs, sur des transistors de puissance et leurs commandes rapprochées, dans lesquelles se trouvent les composants passifs.

La question qui se pose est d'étudier l'impact de ces empilements sur la structure du composant ainsi que l'influence de la température.

Le laboratoire LT2C – Laboratoire Telecom Claude Chappe – qui fait partie de l'Université Jean-Monnet de Saint-Etienne s'intéresse depuis plusieurs années à la conception et la réalisation de composants passifs pour des applications dans le domaine hyperfréquence et radiofréquence.

L'objectif de ce travail de thèse est l'étude de l'empilement des couches minces en fonction de la température dans le but de fabriquer des composants passifs pouvant fonctionner jusqu'à des températures ambiantes de 200°C et même plus. Plusieurs brevets [Brev1 – Brev8] abordent la conception et la réalisation des inductances et des transformateurs intégrés mais aucun n'aborde les aspects haute température. Le travail du laboratoire consiste alors à concevoir et réaliser des composants d'une manière qu'ils répondent aux critères suivants :

- Fonctionnement à des températures supérieures à 200°C
- Fabrication collective
- Dimensions compatibles avec l'intégration dans un module de puissance

Cette thèse concerne principalement le premier critère mentionné ; le but est d'aboutir à des composants fonctionnant à haute température.

Le travail présenté dans ce manuscrit est divisé en quatre chapitres :

- ✓ Chapitre 1 Contexte de l'étude : Dans ce chapitre, nous proposons une étude bibliographique des composants passifs RF notamment les inductances avec leurs applications du point de vue « empilement des couches ». D'autre part, nous abordons les différents empilements de couches minces réalisés au sein du LT2C dans le but de fabriquer une inductance. Et nous terminons le chapitre par l'objectif de ce travail et une étude sur la tenue en température des couches minces.
- ✓ Chapitre 2 Les couches minces dans les composants planaires : Nous abordons dans ce chapitre les différentes propriétés mécaniques des couches minces telle que leur adhérence et les contraintes qui y sont présentes : contraintes intrinsèques, extrinsèques, thermiques... Ensuite, nous abordons la technique de fabrication des composants planaires et les différentes méthodes de caractérisation utilisées.
- ✓ Chapitre 3 Etude mécanique des couches minces : Ce chapitre est consacré à la caractérisation des couches minces de cuivre sur de l'alumine. La première étape de l'étude consiste à étudier à l'aide du MEB la présence ou l'absence de fissure dans les couches minces, après avoir subi différents recuits. La deuxième étape consiste à étudier par ellipsométrie le type et l'épaisseur de la couche d'oxyde qui peut s'être formée sur la couche mince après un recuit. L'étude du module de Young de la couche de cuivre est ensuite abordée par nanoindentation afin de s'assurer de la pureté de la couche déposée. Et enfin, la mesure des rayons de courbure est réalisée à l'aide du

profilomètre permet d'étudier l'évolution des contraintes dans les couches à l'aide de la formule de Stoney. Des simulations effectuées sous COMSOL Multiphysics complèteront les résultats obtenus expérimentalement.

✓ Chapitre 4 – Etude électrique des composants planaires : Dans ce chapitre, nous présentons tout d'abord les différents appareils de mesures utilisés (LCR-mètre et impédancemètre). Ensuite, nous étudions l'influence de la température (après cyclage thermique ou à différentes températures) sur la valeur de l'inductance L et de la résistance R des composants.

Les quatre chapitres étant présentés, le manuscrit se termine par une conclusion générale et les références.

## **Brevets**

[Brev1] P. E. Grandmont, Qun Lu, Fei Ma, *Planar Transformer*, US Patent 5 781 093 Jul 1998.

[Brev2] J-W Park, P.F.Cros, M. Allen, Y.K. Yoon, *Methods for Manufacturing Inductor Cores*, US Patent 7 140 092 Nov 2006.

[Brev3] D.P. Kossives, A.W. Lotfi, L.F. Schneemeyer, M.L. Steigerwald, R.B. Van Dover, *Micromagnetic Device For Data Transmission Applications And Method Of Manufacture Therefor*, US Patent 6 163 234 Dec 2000.

[Brev4] B. Strzalkowski, M. Seibt, U. Schwarzer, *Method Of Constructing Inductors And Transformers*, US Patent 2010/0109123 A1

[Brev5] XIE, Huikai, *Integrated Power Passives*, World Intellectual Property Organization WO 2007/115255 A2

[Brev6] J.S. Won et al, *Integrated Transformer And Power Supply Using The Same*, US Patent 2009/0231885 A1.

[Brev7] K.J. Kim er al, Integrated Passive Device And IPD Transformer, US Patent 2010/0033287 A1.

[Brev8] Bouvier S. et al, *Integrated 3D High density And High Quality Inductive Element*, World Intellectual Property Organization WO 2009/118694

# Chapitre 1 – Contexte de l'étude

I.	Génér	alités sur les composants passifs planaires	14
	I.1.	Composants passifs	.14
	I.2.	Composants planaires	.15
	I.3.	Empilement de couches	.15
	I.3.1.	Le conducteur	16
	I.3.2.	Les isolants	17
	I.3.3	Les matériaux magnétiques	.17
II.	Exem	ple de composant : L'inductance	18
	II.1.	Constitution	18
	II.2.	Principe de fonctionnement	18
	II.3.	Applications	19
	II.3.1	. Les applications de puissance	.19
	II.3.2	2. Traitement du signal	20
	II.4.	Etat de l'art des inductances planaires	21
	II.4.1	. Inductances sans matériau magnétique	21
	II.4.2	2. Inductances avec une couche magnétique	25
	II.4.3	. Inductances avec deux couches magnétiques	29
III	. Comp	osants réalisés au Laboratoire LT2C	32
	III.1.	Les inductances à air	32
	III.2.	Les inductances à une couche magnétique	33
	III.3.	Les inductances à deux couches magnétiques	34
	Inc	ductance avec bonding	34
	Inc	ductance avec « air bridge »	35
IV	. Objec	tifs du travail	36
V	Concl	usion	41

I. I	Proprie	étés mécaniques des couches minces :	47
I.1	l.	Adhérence des couches minces :	47
I.2	2.	Contraintes dans les couches minces :	47
	I.2.1.	Les contraintes thermiques :	47
	I.2.2.	Les contraintes intrinsèques :	48
	I.2.3.	Les contraintes extrinsèques :	.55
I.3	3.	Tenseurs de contraintes :	57
I.4	4.	Contraintes Von Mises Stress et Ultimate Tensile Strength :	.58
II. I	Réalisa	ation des couches minces et des composants :	60
II.	.1.	Techniques de dépôt : Pulvérisation cathodique :	.60
II.	.2.	Procédé de fabrication des composants :	61
	II.2.1	Préparation du substrat:	62
	1.	Rodage :	.62
	2.	Polissage :	62
	II.2.2	Nettoyage :	63
	II.2.3	Elaboration de la couche mince :	.64
	II.2.4	Photolithographie :	65
	II.2.5	Gravure :	66
III. C	Caract	érisation des couches minces	67
III	I.1.	Caractérisation mécanique	67
III	[.2.	Caractérisation morphologique	68
III	[.3.	Caractérisation physico-chimique	69
IV. (	Conclu	usion	71

# Chapitre 2 - Les couches minces dans les composants planaires

# Chapitre 3 - Etude mécanique des couches minces

I. Lei	recuit	77
II. Méo	canique de la rupture	78
III. Essa	ai mécanique de traction	80
IV. Etu	de des couches minces	85
IV.1.	Caractérisation par MEB	
IV.2.	Caractérisation par ellipsométrie	
IV.3.	Caractérisation par nanoindentation	
IV.4.	Caractérisation au profilomètre	91
V. Etu	de des contraintes sous COMSOL Multiphysics	93
V.1.	Présentation de COMSOL	93
V.2.	Présentation de la structure étudiée	
VI. Rés	ultats de Simulation	97
VI.1.	Influence de l'épaisseur de cuivre sur l'Alumine :	97
VI.2.	Influence de la température sur les contraintes	99
VI.3.	Influence du recuit sur les contraintes de Stoney	101
VII.	Conclusion	102

## Chapitre 4 - Etude électrique des composants planaires

I. Descr	iption des appareils de mesures	107
I.1.	Description du LCRmètre	107
I.1.1.	Constitution du LCRmètre	108
I.1.2.	Erreurs	109
I.2.	Description de l'impédancemètre	109
I.2.1.	Constitution de l'impédancemètre Agilent 4292A	109
I.2.2.	Principales caractéristiques de l'impédancemètre	110
I.2.3.	Erreurs et compensation (calibrage)	112

II. Dispo	ositifs de STMicroelectronics	113
II.1.	Présentation des composants	113
II.2.	Résultats avant recuit	114
II.3.	Résultats à température ambiante après recuit	114
III. Dispo	ositifs réalisés au LT2C	117
III.1.	Présentation des composants	118
III.2.	Résultats avant recuit à température ambiante	118
III.3.	Résultats en haute température	118
IV. Conc	lusion	124

# CHAPITRE 1 Contexte de l'Etude

# SOMMAIRE

I. Généralités sur les composants passifs planaires	14
I.1. Composants passifs	14
I.2. Composants planaires	15
I.3. Empilement de couches	15
I.3.1. Le conducteur	16
I.3.2. Les isolants	17
I.3.3. Les matériaux magnétiques	17
II. Exemple de composant : L'inductance	18
II.1. Constitution	18
II.2. Principe de fonctionnement	18
II.3. Applications	19
II.3.1. Les applications de puissance	19
II.3.2. Traitement du signal	20
II.4. Etat de l'art des inductances planaires	21
II.4.1. Inductances sans matériau magnétique	21
II.4.2. Inductances avec une couche magnétique	25
II.4.3. Inductances avec deux couches magnétiques	29
III. Composants réalisés au Laboratoire LT2C	32
III.1. Les inductances à air	32
III.2. Les inductances à une couche magnétique	33
III.3. Les inductances à deux couches magnétiques	34
1. Inductance avec bonding	34
2. Inductance avec « air bridge »	35
IV. Objectifs du travail	36
V. Conclusion	41

Pour mieux aborder le cadre du travail, nous évoquerons tout d'abord dans ce chapitre quelques notions générales sur les composants passifs et planaires. Ensuite, nous présentons une étude bibliographique sur l'empilement des couches pour la réalisation de composants passifs (types de structure, constitution, types de matériaux...).

Dans un deuxième point, nous nous intéressons aux inductances planaires, leur constitution, leur principe de fonctionnement ainsi que les applications pour lesquelles elles sont utilisées.

Nous aborderons ensuite la description des différents types d'inductances planaires réalisées au sein du laboratoire LT2C pour enfin terminer par les objectifs de ce travail.

## I. Généralités sur les composants passifs planaires

#### I.1. Composants passifs

En électronique on classe généralement les composants dans deux grandes familles :

- Les composants actifs qui sont souvent à base de silicium, tels que les diodes, les transistors...
- Les composants passifs tels que la résistance, le condensateur, l'inductance...

Dans ce travail, on s'intéresse aux composants passifs magnétiques utilisant le plus souvent mais pas nécessairement un matériau magnétique.

En ce qui concerne les composants passifs magnétiques, les deux composants les plus classiques sont l'inductance et le transformateur qui sont utilisés pour différentes fréquences. Il est à noter que plus la fréquence de fonctionnement est élevée, plus la taille des composants utilisés est réduite.

Dans le domaine des basses et moyennes fréquences allant jusqu'à 10MHz, ces deux composants sont généralement des composants discrets fabriqués de façon unitaire. Ils occupent des volumes importants et ne se prêtent pas à une quelconque intégration.

Cependant, les besoins actuels de miniaturisation, de diminution des coûts et des volumes sont importants surtout dans le domaine des équipements mobiles (aéronautiques et ferroviaires...). Ce qui se traduit par l'apparition de la technologie planaire pour la réalisation de ces composants.

#### I.2. Composants planaires

Les composants planaires sont des composants miniaturisés formés par un empilement de couches : magnétiques, isolantes, conducteurs. Les principaux avantages de ces composants sont :

- Une faible épaisseur;
- Une fabrication compatible avec les techniques de micro-fabrication ce qui permet la réduction des coûts grâce à un procédé de fabrication collectif ;
- Des fréquences d'utilisation allant jusqu'à plusieurs GHz.

Malgré ces avantages, les composants planaires présentent quelques inconvénients parmi lesquels on peut citer :

- Une grande surface occupée dans le cas de transformateurs planaires : cette grande surface est due au noyau magnétique plat utilisé.
- Un faible espacement entre les enroulements ce qui engendre une grande capacité entre ceux-ci.

## I.3. Empilement de couches

Comme dit auparavant, les composants planaires sont des composants miniaturisés formés par un empilement de couches : magnétiques, isolants, conducteurs. Ainsi, plusieurs structures d'empilement de couche peuvent se présenter. La figure 1 représente quelques exemples d'empilement de couches :

- Un conducteur directement déposé sur un substrat isolant ;
- Un conducteur déposé sur une sous couche isolante ;
- Un conducteur déposé sur une couche magnétique isolante ;
- Un conducteur en sandwich entre deux couches magnétiques isolantes.



Figure 1: Différents types d'empilement de couches

L'utilisation de différents types de matériau est une nécessité pour l'intégration d'un composant magnétique planaire. Ces matériaux sont :

- Le conducteur pour la réalisation du bobinage ;

- La couche magnétique qui entre dans la constitution du noyau magnétique ;

- L'isolant qui est utilisé pour éviter le contact entre le matériau magnétique (ou le substrat) et le conducteur afin de ne pas provoquer de court-circuit au niveau de l'enroulement lors de l'empilement des couches de matériau ou du substrat.

Par la suite, nous présentons brièvement chaque type de matériau.

#### I.3.1. Le conducteur

Les trois principaux métaux conducteurs utilisés dans la littérature sont : l'or, l'aluminium et le cuivre. Cependant l'aluminium présente une résistivité supérieure (environ 2,9.10<sup>-8</sup>  $\Omega$ .m) aux deux autres (résistivité de Cu : ~ 1,7.10<sup>-8</sup>  $\Omega$ .m et celle de l'Or : ~ 2,3.10<sup>-8</sup>  $\Omega$ .m).

L'or, de faible résistivité, a une bonne résistance à l'oxydation mais est sujet à la «peste pourpre» (composé intermétallique Al/Au poreux fragile et non-conducteur apparaissant à des températures de l'ordre de 200°C) [1]. Par ailleurs son coût est très élevé.

Le cuivre constitue le matériau le plus utilisé pour la réalisation des bobinages grâce à sa plus faible résistivité malgré son oxydation rapide.

#### I.3.2. Les isolants

Les isolants permettent de séparer électriquement le bobinage du noyau magnétique ou du substrat s'il est par exemple semi-conducteur. Les matériaux isolants les plus utilisés sont : l'oxyde de silicium (SiO<sub>2</sub>), l'oxyde d'aluminium (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), les nitrures de silicium et les polymères de type résines photosensibles ou polyimides. Ces isolants ne sont pas employés dans les mêmes circonstances. En effet, la nature des isolants dépend des éléments de la bobine que l'on désire isoler. Ainsi, pour isoler le composant du substrat, on utilise les oxydes et les nitrures de silicium d'une épaisseur de l'ordre de quelques dixièmes de µm. Alors que pour des épaisseurs d'isolement importantes, les polymères sont plus appropriés. De même, les polyimides comme les résines, permettent de structurer la croissance des matériaux déposés par électrochimie en faisant office de moule. L'ordre de grandeur des propriétés physiques (permittivité relative et conductivité) des principaux matériaux isolants utilisés est donné dans le tableau ci-après :

Tableau 1 :	Propriétés	physiques	des	isolants	utilisés
-------------	------------	-----------	-----	----------	----------

	Silicium	Oxyde de Silicium	Alumine	Polyimide
	(Si)	$(SiO_2)$	$(Al_2O_3)$	
Permittivité		5 (Oxyde PECVD)	-	
diélectrique	11,9	3,9 (Oxyde thermique)	Entre 9 et 10	3,4
relative ( $\varepsilon_r$ )				
Conductivité	2,52.10 <sup>-4</sup>	Entre 5.10 <sup>-10</sup> et 5.10 <sup>-9</sup>	$10^{-8} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1} \text{à}$	$10^{-13} \Omega^{-1} \mathrm{cm}^{-1} \mathrm{a}$
(σ)	$S.m^{-1}$	$\Omega^{-1}$ cm <sup>-1</sup> à 500°C [1]	25°C	25°C

#### I.3.3. Les matériaux magnétiques

Les matériaux magnétiques les plus utilisés dans le domaine des radiofréquences sont les matériaux ferrimagnétiques, et plus particulièrement les ferrites (oxydes ferrimagnétiques). Les principaux paramètres du matériau constituant le noyau sont : une perméabilité relative élevée permettant une augmentation significative de l'inductance, un niveau d'induction à saturation et une résistivité électrique élevés afin de limiter les "pertes fer" par courants de Foucault. La présence d'un matériau magnétique dans une inductance a pour intérêt de :

- Faire office de support mécanique pour les conducteurs constituant les enroulements.
- Renforcer le flux magnétique embrassé par ces enroulements, autrement dit augmenter significativement la valeur de l'inductance (jusqu'à un facteur μr).
- Réaliser un blindage : lorsque le matériau magnétique enferme totalement la bobine, on obtient des «inductances blindées».

Parmi les matériaux magnétiques les plus utilisés, on peut citer les alliages de Fer-Nickel (NiFe) [2-11] qui sont des matériaux de type ferromagnétique ayant une perméabilité relative allant de 100 à 5000 et qui sont déposés le plus souvent par électrochimie. Des alliages de Cobalt, matériau ferromagnétique, sont utilisés comme le CoNbZr [8, 11] qui est déposé par pulvérisation. D'autre part, on trouve les matériaux magnétiques de type ferrite tel que le YIG qui peut se présenter en couche mince [12] déposée par pulvérisation cathodique RF. Ce matériau a généralement une perméabilité comprise entre 30 et 40. On peut également trouver le YIG massif commercial [13] avec une perméabilité de 140 à 3MHz et 25 à 100MHz.

#### II. Exemple de composant : L'inductance

#### **II.1. Constitution**

Une inductance ou bobine est un composant électronique constitué d'un bobinage enroulé autour d'un noyau. Ce noyau peut être l'air ou un matériau magnétique selon le type d'application.

Dans les pages qui suivent, nous nous intéressons aux applications des inductances planaires ainsi qu'un état de l'art vu sous l'angle de l'empilement de couches.

#### **II.2.** Principe de fonctionnement

Comme dit auparavant, une inductance est un composant constitué d'un ou de plusieurs bobinages avec ou sans matériau magnétique permettant de canaliser les lignes de champ.

Son symbole en convention récepteur est représenté dans la figure 2 :

U(t)

Figure 2: symbole d'une inductance

Du point de vue électrique, la valeur de l'inductance L n'est rien d'autre que le coefficient de proportionnalité entre le flux total  $\phi$  à travers la bobine et le courant i qui la traverse.

$$\phi = L.i \tag{1}$$

En régime quelconque, la loi d'Ohm s'écrit :

$$u(t) = \frac{d\phi(t)}{dt}$$
(2)

$$u(t) = L \frac{di(t)}{dt}$$
(3)

L'énergie stockée dans une inductance est donnée par l'expression :

$$W = \int i d\phi \tag{4}$$

En régime linéaire (L constante), l'expression de l'inductance en fonction de l'énergie stockée se simplifie :

$$W = \frac{1}{2}Li^2 \tag{5}$$

Une inductance sans matériau magnétique est fabriquée lorsque l'application nécessite une faible valeur de l'inductance.

De ce fait, nous abordons dans le paragraphe suivant, les différentes applications des inductances.

#### **II.3.** Applications

Les domaines d'application des inductances planaires intégrées sont très variés. On distingue principalement deux types d'applications : les applications de puissance liées au stockage d'énergie et les applications liées au traitement du signal.

#### II.3.1. Les applications de puissance

En électronique, une alimentation est utilisée afin de fournir une tension continue à un système électronique à partir d'une source continue (hacheur) ou d'une source alternative (redresseur). Depuis quelques années, les alimentations à puissance répartie sont de plus en plus préconisées au détriment de grosses alimentations plus onéreuses à mettre au point

et plus encombrantes. Cette idée est confortée d'une part par l'apparition d'un grand nombre d'appareils et appareillages portables (téléphones portables, GPS, baladeurs musicaux, etc.) et d'autre part par l'accroissement du nombre des composants (transistors, microprocesseurs, microcontrôleurs, etc.) qui les constituent nécessitant une alimentation spécifique pour chaque type. L'idée est, ici, d'adapter l'alimentation à la charge au plus près possible en utilisant des convertisseurs qui s'alimentent à partir d'une alimentation principale. Cette source d'alimentation principale peut être une source alternative ou continue. On parle alors de répartition de la puissance (Figure 3) [14].



Figure 3: Diagramme d'une alimentation à répartition de puissance

Chaque convertisseur adapté à une charge s'alimente à partir de l'alimentation principale. Ces convertisseurs sont des interfaces électroniques conçues pour alimenter au mieux la charge durant son fonctionnement.

Les structures de convertisseurs les plus utilisées dans de telles applications sont : le hacheur abaisseur (Buck), le hacheur élévateur (Boost), le hacheur à stockage inductif abaisseur-élévateur-inverseur (Buck-Boost) et le hacheur à stockage capacitif abaisseur-élévateur-inverseur (Cuck) [15].

L'intégration de telles structures est rendue possible grâce au découpage haute fréquence. En effet, plus la fréquence de découpage est grande, plus l'inductance de lissage ou de stockage et éventuellement le condensateur de filtrage pourront être de faibles valeurs. Les composants passifs et particulièrement l'inductance peuvent donc être fabriqués par des technologies compatibles aux circuits intégrés.

#### II.3.2. Traitement du signal

De nos jours, on trouve des applications du traitement du signal partout notamment :

- dans les télécommunications (téléphonie ou transfert de données via satellites) où la compression des données est importante pour utiliser au mieux la bande passante disponible et minimiser les pertes ;
- En audio où l'objectif est d'obtenir un son de plus grande qualité possible en améliorant les techniques d'enregistrement et de compression ;
- En imagerie pour des applications médicales (IRM) ou spatiales (images radars ou satellitaires) ;
- En vidéo où la compression et la restitution de séquence vidéo ou la réalisation d'effets spéciaux est courant.

En conclusion, l'intégration des circuits électriques contenant des composants passifs notamment l'inductance est devenue indispensable vue l'apparition d'un grand nombre d'appareils portables. Ces inductances sont utilisées pour des applications de puissance, ou pour des applications de traitement de signal comme dans le cas des télécommunications.

Dans ce qui suit, nous présentons des travaux qui ont été déjà réalisés sur des inductances planaires vis-à-vis de l'empilement des couches à partir desquelles elles sont formées.

## II.4. Etat de l'art des inductances planaires

Sous l'angle de l'empilement des couches minces, on peut classer les inductances planaires en trois catégories :

- Les inductances sans matériau magnétique ou inductance à air ;
- Les inductances avec une couche magnétique ;
- Les inductances avec deux couches magnétiques.

#### II.4.1. Inductances sans matériau magnétique

Les inductances sans matériau magnétique sont des inductances formées d'une couche conductrice déposée sur un substrat isolant ou déposée sur une couche isolante et un substrat.

Ainsi, Xi-Ning et al [16] ont réalisé une inductance spirale sans matériau magnétique sur silicium. Deux inductances à deux tours ont été réalisées avec les dimensions suivantes (Figure 4):

Dimension	Figure 3 a	Figure 3 b
Dimension extérieure (µm)	500	500
Epaisseur (µm)	5	5
Espacement entre les deux spires (µm)	10	10
Largeur de chaque spire (µm)	80	50

Tableau 2 : Dimensions des inductances de Xi-Ning [16]



Figure 4 : Images MEB des inductances à deux tours [16]

Chaque inductance, constituée d'une spirale de deux tours, est suspendue afin de limiter les pertes dans le substrat (les variations de flux induisent dans le substrat, peu isolant, des courants et donc des pertes). Ces inductances de faible valeur (3,2 H et 1,5nH) sont destinées à des applications haute fréquence (jusqu'au GHz).

Le process de fabrication nécessite l'utilisation d'une résine épaisse qui sert de moule pour le dépôt électrolytique du cuivre. Cette résine est ensuite complètement éliminée. Ainsi, les auteurs obtiennent un composant constitué de deux couches seulement et reposant partiellement sur le substrat en silicium. Les principales étapes de réalisation concernent :

• Le dépôt d'une couche d'accroche Cr/Cu de faible épaisseur (100nm) afin d'assurer une bonne adhérence entre la spirale et le substrat. Cet alliage Cr/Cu

présente un coefficient de dilatation de  $9,5.10^{-6}$  K<sup>-1</sup> compris entre celui du cuivre (16,5.10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>) et du chrome (4,9.10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>);

 Le dépôt de la couche de cuivre puis la réalisation de la spirale constituée de deux spires possède un diamètre extérieur de l'ordre de 500µm. L'épaisseur des conducteurs est égale à 5µm.

Un second niveau de métallisation complètement suspendu permet de relier le plot central au plot extérieur.



Figure 5 : Coupe transversale de l'inductance réalisée par Xi-Ning

Cet exemple montre une structure simple constituée de deux matériaux différents (Cu/Cr, Cu) possédant des coefficients de dilatation assez proche (9,5.10<sup>-6</sup> et 16,5.10<sup>-6</sup>K<sup>-1</sup>).

En revanche, le substrat en silicium présente un coefficient de dilatation beaucoup plus faible  $(2,49.10^{-6} \text{ K}^{-1})$ .

La différence des coefficients de dilatation ne constitue pas un élément favorable pour un fonctionnement à haute température.

R. Murphy-Arteaga et al [17] présente la réalisation de plusieurs inductances intégrées, qui sont liées entre elles, en technologie MMIC compatible CMOS avec des « via » permettant de connecter les plots des inductances entre eux et de les réunir à une seule masse. La structure de base pour toutes les spirales est représentée sur la figure 6.



Figure 6 : Structure de l'inductance réalisée par Murphy-Arteaga [17]

Cette inductance constituée d'une spirale de 5 tours est destinée à des applications pour une gamme de fréquence de 40MHz jusqu'à 5GHz.

L'inductance a été réalisée en utilisant deux couches d'aluminium (Al) ; une section transversale de la structure est représentée sur la figure 7. Les spirales ont été fabriquées en utilisant la couche de métal la plus haute, et le contact avec le plot central a été réalisé en utilisant la couche métallique inférieure. La couche métallique inférieure a été séparée du substrat de silicium en utilisant un oxyde de silicium (SiO<sub>2</sub>) de 2  $\mu$ m d'épaisseur.



Figure 7 : Section des structures fabriquées [17]

Les auteurs obtiennent une inductance constituée de quatre couches sur un substrat de silicium :

- Une couche d'isolation de SiO<sub>2</sub> de 2µm d'épaisseur afin d'assurer une isolation entre le substrat et la spirale. Cette couche présente un coefficient de dilatation de 5.10<sup>-7</sup> K<sup>-1</sup>;
- Une couche de 0,64µm d'aluminium de coefficient de dilatation 24.10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>.
  Cette couche joue le rôle d'un « via » entre le plot central et le plot externe ;
- Une deuxième couche de SiO<sub>2</sub> de 1µm d'épaisseur qui sert de moule pour réaliser le contact entre la spirale et la première couche d'aluminium ;
- La spirale en aluminium constituée de 5 spires de 1µm d'épaisseur.

Ce deuxième exemple montre une autre structure d'inductance constituée de quatre couches formées de deux matériaux (SiO<sub>2</sub>, Al) possédant des coefficients de dilatation très différents. Ceci met en question l'empilement de ces couches sous haute température et par la suite le bon fonctionnement du composant.

#### II.4.2. Inductances avec une couche magnétique

Comme dit auparavant, les inductances avec couche magnétique sont formées généralement à partir d'un empilement de couches métalliques sur une couche magnétique et un substrat.

Dans ce domaine, C. Yang [18, 19] a réalisé des inductances à base de Cobalt Co, de manganèse de zinc MnZn, de Nickel-Zinc NiZn, et de ferrite de grenat YFe pour des applications radiofréquences. Les inductances réalisées ont les dimensions suivantes :

Tableau 3 : Dimensions d'une inductance (C.Yang) à une spire [18, 19]

Dimensions Largeur du rul		Longueur du ruban	Epaisseur
$440x440\mu m^2$	20µm	1550µm	4µm

Diverses inductances avec différents types de couches minces de ferrite ont été fabriquées, y compris les structures à un seul niveau et à deux niveaux de métal pour les interconnexions, comme le montre la figure 8.

Dans ces travaux, la gravure par faisceau d'ions (BIE) et la lithographie sont utilisés pour former les « vias » d'interconnexion.



Figure 8 : Les inductances fabriquées par Yang [19]

Le procédé de fabrication de ces inductances est représenté dans la figure 9.



Figure 9 : Processus de fabrication des inductances de Yang [19]

Cette structure constituée d'une seule spire de cuivre est destinée à des applications dans la gamme de fréquence allant jusqu'à 9GHz. Ces inductances sont formées d'un empilement de quatre couches sur un substrat de silicium :

- Une couche d'isolation de 0,5µm de SiO<sub>2</sub> dont le coefficient de dilatation est de 24.10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>;
- Une couche de matériau magnétique d'épaisseur 0,8µm ;
- Une couche d'accrochage (Cu/Ti) de faible épaisseur (150 nm). Cette couche présente un coefficient de dilatation de 12.10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup> compris entre celui du cuivre (16,5.10<sup>-6</sup>) et celui du titane (8,5.10<sup>-6</sup>);
- La spirale de cuivre possède une longueur de 440μm. L'épaisseur des conducteurs est égale à 4μm.

La figure 10 représente une image MEB de l'inductance fabriquée.



Figure 10 : Image MEB d'une inductance avec couche magnétique de CoZrO [19]

Cet exemple montre une structure d'inductance formée d'un empilement de quatre couches (SiO<sub>2</sub>, CoZrO, Cu/Ti, Cu) sur un substrat de silicium, présentant toutes des coefficients de dilatation différents susceptibles d'engendrer des contraintes à haute température.

G. Young Bum Kim et al [20] ont aussi travaillé sur des inductances à une couche magnétique (CoFe et NiFe) (Figure 11).



inductance à air; (c) inductance à couche magnétique couverte; (d) inductance à couche magnétique avec fente [20]

Ces inductances ont été fabriquées par empilement de quatre couches sur un substrat de silicium :

- Une couche de 4 μm de TEOS (tétra-éthyl-ortho-silicate) est déposée sur le substrat de Silicium dopé type P. Cette couche présente un coefficient de dilatation égal à 0,5.10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>;
- La spirale formée de 1 $\mu$ m d'aluminium (coefficient de dilatation : 24.10<sup>-6</sup>K<sup>-1</sup>) ;
- Une deuxième couche de TEOS de 2µm d'épaisseur ;
- La couche magnétique de  $Co_{90}Fe_{10}$  ou  $Ni_{81}Fe_{19}$  de faible épaisseur (0,3µm).

Ces inductances ont été fabriquées pour des applications haute fréquence allant jusqu'à 1GHz.

Dans le domaine des radiofréquences jusqu'à 5GHz, M. Yamaguchi et al [21] ont réalisé des inductances avec et sans couche magnétique afin d'améliorer leur facteur de qualité.

La figure 12 montre la structure réalisée.



Figure 12 : Inductance réalisée par Yamaguchi [21]

Ces inductances ont été réalisées par un dépôt de cuivre sur un substrat de silicium (Si) de 600µm puis la mise en forme du conducteur par lift-off. Elles sont formées de l'empilement des couches suivantes :

- Une couche de polymide a été déposée pour l'isolation ;
- Une couche d'accroche de 5nm de Ti dont le coefficient de dilatation est de 8,5.10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>;
- Un film de 0,1µm de CoNbZr, de coefficient de dilatation égal à 11.10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>, a été déposé par pulvérisation cathodique ;
- La spirale formée de 3µm de cuivre.

Ces inductances, avec les dimensions mentionnées dans le tableau 4, valent 7,7nH à 1GHz.

Tableau 4 : Dimensions des inductances M. Yamaguchi [21]

Epaisseur	Largeur du	Distance entre 2	Dimension
du cuivre	conducteur	spires	extérieure
2,6 – 3 μm	11µm	11µm	337µm

Dans cet exemple, on retrouve également les mêmes problèmes que ceux évoqués précédemment : empilement de couches possédant des épaisseurs et des coefficients de dilatation différents.

#### II.4.3. Inductances avec deux couches magnétiques

M. Yamaguchi et al [22] ont aussi réalisé des inductances sandwich à 4 spires avec des dimensions de 200x400 $\mu$ m entre deux couches minces de Co<sub>85</sub>Nb<sub>12</sub>Zr<sub>13</sub> d'épaisseur 0,1 $\mu$ m (Figure 13).



Figure 13: Inductance à double couche mince M.Yamaguchi [22]

Ces inductances sont formées d'un empilement de :

- Une couche magnétique de 0,2 µm de CoNbZr déposée sur un substrat de silicium;
- Une couche de 2 µm de SiO<sub>2</sub> ;
- Une couche de 2 µm de cuivre ;
- Une deuxième couche de 1 µm de CoNbZr ;

Ces inductances sont destinées à des applications allant jusqu'à 2GHz. Elles valent 7,9nH et leur facteur de qualité est de 12,7.

Pour des applications de puissance, deux inductances sandwich de 2 tours de cuivre d'épaisseur 20µm avec des matériaux composites ont aussi été réalisées en 2011 par Hideyuki Ito et al. (Figure 14) [23].



Figure 14: Inductance sandwich (a) vue schématique; (b) photographie [23]

La première inductance (Type A) a été réalisée à partir d'un empilement de cinq couches sur un substrat en verre :

- Une couche de  $6\mu m$  de SiO<sub>2</sub> pour isoler le fil conducteur du substrat en verre ;
- Une couche de ferrite Zinc  $(Zn_{0.36}Fe_{2.64}O_4)$ . Elle présente une épaisseur de 10µm et un faible coefficient de dilatation de l'ordre de 0,4.10<sup>-6</sup>K<sup>-1</sup>;
- Une deuxième couche de SiO<sub>2</sub> d'épaisseur 3µm ;
- Une couche de polyimide de coefficient de dilatation égal à 10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup> d'épaisseur 20µm qui sert de moule pour le dépôt du cuivre ;
- Une deuxième couche de ferrite de 10µm d'épaisseur.

La deuxième inductance (Type B) a été réalisée avec un composite à base de fer amorphe (Fe-Si-B-Cr). Cette structure est formée d'un empilement de quatre couches sur un substrat de verre également :

- Une couche de composite de 70μm d'épaisseur. Cette couche présente un coefficient de dilatation de l'ordre 30.10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>;
- Une couche de polyimide d'épaisseur 10µm afin d'assurer une bonne isolation entre la spirale et le substrat ;
- La spirale en cuivre constituée de deux tours possède un diamètre externe de 850µm. L'épaisseur des conducteurs est égale à 20µm ;
- Une seconde couche de composite d'épaisseur 50µm.

Ces deux exemples montrent deux structures complexes formées d'un empilement de couches minces sur des substrats de verre. Ces couches minces présentent différents coefficients de dilatation (Tableau 5). Ceci implique des déformations et des dilatations antagoniques au niveau des composants.

Matériau	Coefficient de dilatation
	(K <sup>-1</sup> )
Cu	16,5.10 <sup>-6</sup>
Cr/Cu	9,5.10 <sup>-6</sup>
Si	2,49.10-6
SiO <sub>2</sub>	5.10-7
Al	24.10-6
Cu/Ti	12.10-6
TEOS	0,5.10 <sup>-6</sup>
Ti	8,5.10 <sup>-6</sup>
CoNbZr	11.10-6
Zn <sub>0.36</sub> Fe <sub>2.64</sub> O <sub>4</sub>	0,4.10 <sup>-6</sup>
Polyimide	10-6
Composite	30.10-6

Tableau 5 : Coefficients de dilatation de différents matériaux

D'après ces travaux présentés, on peut conclure que les inductances sont formées à partir de divers empilements et types de couches et selon plusieurs méthodes. Ainsi, nous trouvons une diversité de substrats (silicium, verre), de couches magnétiques (à base de ferrite, de cobalt, de fer, de zinc) et d'isolants utilisés (SiO<sub>2</sub>, polyimide). Le choix de type de couches utilisées dépend de l'application et de la valeur de l'inductance souhaitée.

On peut constater au tableau 5 la grande diversité des coefficients de dilatation (de  $0,5.10^{-6}$  à  $30.10^{-6}$ ) qui ne seront pas sans poser problème lors d'un fonctionnement à haute température.

Dans ce qui suit, nous abordons les différents types d'inductances réalisées au sein du laboratoire LT2C.

## III.Composants réalisés au Laboratoire LT2C

Au sein du laboratoire LT2C, des inductances planaires sont réalisées et étudiées en fonction de différents paramètres tels que la fréquence, la température... [24-26]

Ces composants peuvent être classés en trois catégories selon l'empilement des couches à partir desquelles elles ont formées :

- Les inductances à air ;
- Les inductances à une seule couche magnétique ;
- Les inductances à deux couches magnétiques ;

#### III.1. Les inductances à air

Ce type d'inductance est réalisé par un dépôt d'une couche mince de cuivre d'épaisseur comprise entre 1 et 20 µm sur un substrat d'alumine de 635 µm d'épaisseur. (Figure 15)



Figure 15 : Empilement des couches d'une inductance à air

La figure 16 présente les différentes étapes nécessaires pour la réalisation d'une telle inductance.

	a) Dépôt du cuivre par pulvérisation
	b) Dépôt de la résine positive SPR 505A et recuit
<u>+++++++++++++++++++++++++++++++++++++</u>	c) Insolation par UV au travers le masque et recuit
	d) Développement de la résine insolée et recuit
	d) Gravure au perchlorure de fer et élimination de la résine
	d) Réalisation du bonding

Figure 16 : Procédé de fabrication d'une inductance à air

Le substrat en alumine présente un coefficient de dilatation de  $7.10^{-6}$  K<sup>-1</sup>. La spirale en cuivre présente un coefficient de dilatation de  $16,5.10^{-6}$  K<sup>-1</sup>.

La différence des coefficients de dilatation entre la spirale et le substrat ne constitue pas un élément favorable pour le fonctionnement du composant à haute température mais reste cependant assez proches.

#### III.2. Les inductances à une couche magnétique

Ces composants sont formés à partir d'un empilement d'une couche de cuivre sur une couche magnétique et un substrat de verre d'épaisseur 1mm.

Le procédé de fabrication de ces inductances est représenté dans la figure 17.



Figure 17 : Procédé de fabrication d'une inductance à une seule couche magnétique

Ainsi, on obtient un composant constitué de deux couches seulement et reposant sur un substrat de verre qui peut être éliminé :

- Une couche mince magnétique de ferrite (particulièrement le YIG). Cette couche possède une épaisseur allant jusqu'à 1000µm. Elle présente un coefficient de dilatation de 10.10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>.
- La spirale en cuivre constituée de N spires avec une épaisseur comprise entre 1 et 20  $\mu$ m. Cette couche présente un coefficient de dilatation de 16,5.10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>.

Dans cet exemple, la différence entre les coefficients de dilatation du cuivre et du ferrite est très élevée (facteur de 1,6).

## III.3. Les inductances à deux couches magnétiques

#### Inductance avec bonding

Ces inductances sont formées à partir d'une couche de cuivre entre deux couches de matériaux magnétiques. Le procédé illustré figure 18 concerne la réalisation de la



Figure 18 : Procédé de fabrication d'inductance à deux couches magnétiques

deuxième couche magnétique ; la première étant réalisée dans le procédé décrit figure 17.

Cette structure est formée à partir du même empilement de couches effectué pour la réalisation d'une inductance à une seule couche magnétique suivi de l'ajout d'une seconde couche magnétique ayant les mêmes propriétés que la première.

#### Inductance avec « air bridge »

Les structures réalisées peuvent être parfois plus sophistiquées. Ainsi, des inductances et des transformateurs planaires avec un « via horizontal » ont été réalisées [27]. Le pont d'air « Air Bridge » ou via horizontal permet de réaliser la connexion entre le plot central et le plan de masse (Figure 19).



Cependant l'air bridge est réalisé sur un deuxième niveau de métal. Ce deuxième niveau de métal doit être réalisé sur une couche d'isolant afin d'éviter un court-circuit. Pour cela la résine Su-8 a été choisie comme support pour le bridge.

Dans le cas d'une inductance à air, on aura un empilement de trois couches sur le substrat d'alumine :

- Une couche de cuivre formant la spirale avec une épaisseur comprise entre 1 et 20 μm;
- Une couche de résine Su-8 de quelques µm ;
- Une deuxième couche de cuivre pour réaliser le via.

Pour une inductance à une couche magnétique avec un via horizontal, on obtiendra une inductance constituée de quatre couches sur un substrat de verre :
- Une couche de YIG avec une épaisseur allant jusqu'à 1000 μm ;
- Une couche de cuivre formant la spirale avec une épaisseur comprise entre 1 et 20 μm;
- Une couche de résine Su-8 de quelques μm ;
- Une deuxième couche de cuivre pour réaliser le via.

La réalisation d'un via horizontal pour une inductance à double couche magnétique permet d'avoir un empilement de cinq couches sur un substrat de verre :

- Une couche de YIG avec une épaisseur allant jusqu'à 1000 μm ;
- Une couche de cuivre formant la spirale avec une épaisseur comprise entre 1 et 20 μm;
- Une couche de résine Su-8 de quelques μm ;
- Une deuxième couche de cuivre pour réaliser le via ;
- Une deuxième couche de YIG.

En conclusion, les inductances réalisées au laboratoire LT2C sont formées à partir d'un empilement de couches minces. Toutes les études ont été faites à une température ambiante de 25°C. Cependant, ces couches présentent différents coefficients de dilatation. Cette variation entre les coefficients de dilatation met en question le fonctionnement du composant à haute température. Or, les applications nécessitant des fonctionnements à haute température sont nombreuses, on peut citer par exemple les domaines de l'avionique, des transports... Il est donc important que les composants passifs puissent répondre aux exigences de ces applications. D'où le paragraphe suivant dans lequel nous abordons l'objectif de ce travail.

# IV.Objectifs du travail

Tous les composants électroniques sont formés à partir de matériaux conducteurs, magnétiques, et isolants... Ces composants ont un bon fonctionnement à température ambiante (25°C). Mais une fois mis dans un environnement à haute température (200°C), les propriétés des matériaux à partir desquels ils sont formés changent, ce qui peut aboutir à un dysfonctionnement de ces composants.

Plusieurs études ont été faites pour améliorer cette situation : la société Analog Devices par exemple a développé un circuit de commande rapprochée d'un transistor de puissance fonctionnant à 180°C mais ce modèle n'a été conçu que pour des transistors de puissance de très faibles calibres en tension et courant.

Le progrès en électronique de puissance haute température dépend des convertisseurs, et donc des transistors de puissance et tous les composants qui l'entourent notamment les composants passifs. Mais ces derniers présentent un problème de surface, de volume et de masse pour les applications en électronique de puissance, d'où la nécessité de l'intégration de ces composants comme les inductances et les transformateurs.

Or au niveau industriel, les fabricants proposent des composants passifs ne fonctionnant qu'à des températures inférieures à 150°C. La limite en température apparait alors comme un verrou complexe au développement d'un convertisseur complet fonctionnant à haute température.

En effet, à haute température, les coefficients de dilatation des matériaux utilisés dans la fabrication des composants varient en engendrant des déformations spécifiques pour chaque matériau puisqu'ils vont se dilater, la figure 20 donne un exemple d'une déformation après un recuit.



Figure 20: (a) Structure avant recuit; (b) Structure après recuit

Les matériaux utilisés pour la fabrication des composants dans ce travail sont le cuivre et l'alumine.

Le cuivre est le métal le plus conducteur électriquement et thermiquement après l'argent. Sa conductivité électrique à température ambiante est de 59,6.10<sup>6</sup> S.m<sup>-1</sup>, sa conductivité thermique est de 390 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> et son coefficient de dilatation est de 16,5.10<sup>6</sup> K<sup>-1</sup>. Ce qui lui confère des usages variés.

L'alumine, ou Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ou aussi oxyde d'aluminium, a une conductivité thermique de valeur égale à 30  $W.m^{-1}.K^{-1}$  à température ambiante de 25°C et un coefficient de dilatation de 7,1.10<sup>6</sup> K<sup>-1</sup>.

D'après les coefficients de dilatation des matériaux ci-dessus, nous pouvons remarquer que sous des températures élevées, le cuivre ne va pas se déformer de la même manière que celle de l'alumine. Des contraintes seront présentes à l'interface cuivre/alumine et vont croitre avec l'augmentation de la température. Les déformations dans la structure seront plus significatives, ce qui va aboutir à un endommagement de la couche de cuivre. La question qui se pose alors est à quelle température la couche de cuivre se détériore-telle suffisamment pour modifier les propriétés du composant voire pour le détruire.

En effet, le cuivre comme tout matériau possède une courbe de contraintes en fonction des déformations qu'il subit, comme celle représentée dans la figure 21 :



Figure 21: Contraintes en fonction de la déformation

Chaque matériau passe par deux régions avant d'arriver au point de rupture : la région élastique dans laquelle les contraintes ne dépassent pas la limite d'élasticité (120MPa pour le cuivre), [28, 29] et la région plastique dans laquelle les contraintes sont entre la limite d'élasticité et celle de plasticité.

Tant que les contraintes sont inférieures à la limite d'élasticité le matériau une fois refroidi ou la déformation appliquée retirée, le matériau revient à son état initial. Dans la région plastique, le matériau ne revient plus à son état initial mais il a encore un lien mécanique. Quand les contraintes dépassent le point limite de plasticité nous arrivons au point de rupture où le cuivre se décolle du substrat.

Des études sur l'effet de la température ont été réalisées [30] sur des inductances à substrat Silicium pour un intervalle de température entre -55°C et +125°C. Ces inductances sont représentées aux figures 24 et 25 :



Figure 22: Inductance de 6 spires sur substrat Si [30]



Figure 23: Vue en coupe de l'inductance à substrat Si [30]

Pour 25°C, à des fréquences de 1GHz et 4GHz, l'inductance a une valeur de 10,5nH et un facteur de qualité de 5,8.

Cette inductance a été ensuite soumise à des températures comprises entre -55°C et +125°C, des mesures des paramètres S ont été faites, et la valeur de l'inductance était constante tant que la fréquence de mesure restait inférieure à celle de la résonance  $f_{res}$ .

La figure 26 montre les variations de l'inductance, du facteur de qualité Q, de la résistance normalisée du conducteur, de la résistance du substrat et de sa capacité en fonction de la température. Les deux résistances  $R_s$  et R étudiées doublent de valeur entre -55°C et +125°C. Le facteur de qualité décroit avec l'augmentation de la température pour toutes les fréquences qui sont inférieures à 2GHz. Pour les basses fréquences (ici audessous de 2GHz), les pertes dans l'inductance sont dues à la résistance du conducteur. Ceci est bien montré à la figure 24 (a), où l'on peut remarquer que l'inductance ne varie pas en fonction de la température pour toute la gamme des fréquences se limitant entre 100 MHz et 5 GHz, pour varier ensuite légèrement entre 5 et 9 GHz. La figure 24 (b)

montre qu'au-dessous de 2GHz la variation du facteur de qualité Q est due aux pertes dans le conducteur, alors qu'une fois les 2GHz sont dépassées les pertes du substrat dominent sur celles du conducteur.



Figure 24: (a) Inductance; (b) Qualité de facteur Q; (c) résistance normalisée; (d) Résistance du substrat et sa capacité [30]

De ce fait, l'objectif de ce travail est d'étudier le comportement des structures réalisées dans notre laboratoire jusqu'à des températures de 200°C. Un premier aspect de ce travail concerne l'adhérence des couches empilées, particulièrement l'empilement de couche mince de cuivre sur de l'alumine. Le deuxième aspect concerne le comportement de l'empilement de ces couches minces/épaisses possédant des coefficients de dilatation différents (étude des contraintes dans les couches, rupture...)

La méthodologie du travail est résumée dans la figure 25 :



Figure 25 : Méthodologie de l'étude

La première partie de l'étude concerne la simulation d'un empilement cuivre / alumine afin d'étudier la déformation et l'évolution des contraintes dans ces couches. La simulation sera faite à l'aide du calcul d'éléments finis dans le but de vérifier le comportement de chaque couche sous haute température dans le but de prédire le moment de détérioration ou rupture de l'empilement.

La seconde étape est relative à la réalisation des dispositifs à l'aide de technologies micro-électroniques.

Et la dernière étape qui consiste à caractériser les composants électriquement et morphologiquement en cyclage thermique et sous température.

# **V.** Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les composants passifs planaires vis-à-vis de l'empilement des couches à partir desquelles ils sont formés.

Ensuite, nous avons détaillé un exemple de composant passif (l'inductance) : nous avons discuté de son principe de fonctionnement et de ses applications pour aborder ensuite les différents types d'inductances planaires. Ainsi, nous avons présenté les inductances sans matériau magnétique, les inductances à une seule couche magnétique et les inductances à double couches magnétiques.

Les différents types d'inductances réalisées au sein du laboratoire LT2C ont été aussi présentés.

Le chapitre se termine par les objectifs de ce travail de thèse tout en s'interrogeant sur la tenue en température des couches minces et des composants.

# Références

- 1. Troussier, G., *Intégration de bobines sur silicium pour la conversion d'énergie*, 2004, INSA de Toulouse.
- 2. O'Sullivan, E.J., et al., *Integrated, variable-reluctance magnetic minimotor*. IBM journal of research and development. **42.5** p. 681-694.
- 3. Ahn, C.H., Y.J. Kim, and M.G. Allen, *A planar variable reluctance magnetic micromotor with fully integrated stator and coils*. Microelectromechanical Systems, Journal of, 1993. **2**(4): p. 165-173.
- 4. Ahn, C.H. and M.G. Allen, *A fully integrated surface micromachined magnetic microactuator with a multilevel meander magnetic core*. Microelectromechanical Systems, Journal of, 1993. **2**(1): p. 15-22.
- 5. Allen, M.G. Integrated inductors for low cost electronic packages. in Electron Devices Meeting, 1995. IEDM'95., International. 1995. IEEE.
- 6. Ahn, C.H. and M.G. Allen, *A planar micromachined spiral inductor for integrated magnetic microactuator applications*. Journal of Micromechanics and Microengineering, 1993. **3**(2): p. 37.
- 7. Daniel, L., C.R. Sullivan, and S.R. Sanders. *Design of microfabricated inductors*. in *Power Electronics Specialists Conference, 1996. PESC'96 Record., 27th Annual IEEE*. 1996. IEEE.
- 8. Sullivan, C.R. and S.R. Sanders, *Design of microfabricated transformers and inductors for high-frequency power conversion*. IEEE Transactions on Power Electronics, 1996. **11**(2): p. 228-238.
- 9. Ahn, C.H. and M.G. Allen, *A comparison of two micromachined inductors (bar-and meander-type) for fully integrated boost DC/DC power converters.* Power Electronics, IEEE Transactions on, 1996. **11**(2): p. 239-245.
- 10. Löchel, B., et al., *Microcoils fabricated by UV depth lithography and galvanoplating*. Sensors and Actuators A: Physical, 1996. **54**(1): p. 663-668.
- 11. Roozeboom, F., et al., *Soft-magnetic fluxguide materials*. Philips journal of research, 1998. **51**(1): p. 59-91.
- 12. Siblini, A., et al., *Determination of initial magnetic permeability of YIG thin films using the current sheet method.* Advanced Materials Research, 2011. **324**: p. 290-293.
- 13. Haddad, E., et al., *Micro-Fabrication of Planar Inductors for High Frequency DC-DC Power Converters.* Edited by Leszek Malkinski, 2012: p. 119.
- 14. Artillan, P., Design, modelization and realization of integrated inductive components for low power supplies and microsystems. 2008.
- 15. Estibals, B., et al., Vers l'intégration de convertisseurs pour l'alimentation des microsystèmes. J3eA, 2003. 2(HORS SÉRIE 2): p. 005.
- 16. Xi-Ning Wang\*, X.-L.Z., Yong Zhou, Xu-Han Dai, Bing-Chu Cai, *Fabrication and performance of novel RF spiral inductors on silicon*. Microelectronics Journal 36, 2005: p. 737-740.
- R. Murphy-Arteaga, J.H.-C., A. Diaz-Sanchez, A. Torres-Jacome, W. Calleja-Arriaga, M. Landa-Vazquez, *Fabrication, charactérisation and modelling of integrated onsilicon inductors.* Microelectronics Reliability 43, 2003: p. 195-201.
- C. Yang, F.L., T. Ren, L. Liu, H. Feng, A.Z. Wang, H. Long, *Fully integrated ferritebased inductors for RF ICs*. Sensors and Actuators A 130–131, 2006: p. 365–370.

- 19. Ren Tianling, Y.C., Liu Litian, Wang A Z, and Zhang Xiao, *Equivalent circuit* analysis of an RF Integrated Inductor with Ferrite Thin- Film. Chinese Journal of Semiconductors, 2006. **27**: p. 511-515.
- 20. GyoungBum Kim, S.-Y.C., Eun-Kyung Hyun,YoungChai Jung, YoonSuk Choi, Jae-Sung Rieh, Seong-Rae Lee, and SungWoo Hwang, *Integrated planar spiral inductors with CoFe and NiFe ferromagnetic layer*. Microwave and optical technology letters, 2008. **50**: p. 676-678.
- 21. M. Yamaguchi, K.S., Y. Takahashi, K.I. Arai, S. Kikuchi, Y. Shimada, S. Tanabe, K. Ito, *Magnetic thin-film inductors for RF-integrated circuits*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 215-216, 2000: p. 807-810.
- 22. M. Yamaguchi, Y.M., K. Kaminishib, H. Kikuchic, S. Yabukamia, K.I. Araia, T. Suzukid, *Soft magnetic applications in the RF range*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 304, 2006: p. 208-213.
- 23. Hideyuki Ito, T., A. ; Okazaki, S. ; Kobayashi, H. ; Sugawa, Y. ;Takeshima, A.; Sonehara, M. ; Matsushita, N. ; Sato, T., *Fabrication of Planar Power Inductor for Embedded Passives in LSI Package for Hundreds Megahertz Switching DC–DC Buck Converter*. Journals & Magazines, 2011. **47**: p. 3204-3207.
- 24. Allasem, D., Contribution à la réalisation d'une micro-inductance planaire, 2010.
- 25. DAGAL, Y., Conception, Réalisation et Caractérisation d'Inductances Planaires à Couches Magnétiques, in LT2C, Université Jean Monnet, Saint Etienne.
- 26. Kriga, A., Étude et réalisation de micro-inductances pour convertisseur DC/DC. 2008.
- 27. Kahlouche, F., et al., *Fabrication and characterization of a planar interleaved microtransformer with magnetic core*. Microelectronics Journal, 2014. **45**(7): p. 893-897.
- 28. Hammond, C.R., The Elements, in Handbook of Chemistry and Physics. 81 ed2004.
- 29. Windischmann, H., J. Appl. Phys, 1987: p. 1800.
- 30. Groves, R., D. L. Harame, and D. Jadus, *Temperature Dependence of Q and Inductance in Spiral Inductors Fabricated in a Silicon-Germanium/Bi CMOS Technology*. IEEE J. Solid-State Circuits, 1997. **32**: p. 1455-1459.

# CHAPITRE 2 Les couches minces dans les composants planaires

# SOMMAIRE

I. Prop	riétés mécaniques des couches minces :	47
I.1.	Adhérence des couches minces :	47
I.2.	Contraintes dans les couches minces :	47
I.2.1	Les contraintes thermiques :	47
I.2.2	2. Les contraintes intrinsèques :	48
I.2.3	3. Les contraintes extrinsèques :	55
I.3.	Tenseurs de contraintes :	57
I.4.	Contraintes Von Mises Stress et Ultimate Tensile Strength :	
II. Réali	sation des couches minces et des composants :	60
II.1.	Techniques de dépôt : Pulvérisation cathodique :	60
II.2.	Procédé de fabrication des composants :	61
II.2.	1. Préparation du substrat:	62
1.	Rodage :	62
2.	Polissage :	
II.2.	2. Nettoyage :	63
II.2.	3. Elaboration de la couche mince :	64
II.2.	4. Photolithographie :	65
II.2.	5. Gravure :	66
III. Carao	ctérisation des couches minces	67
III.1.	Caractérisation mécanique	67
III.2.	Caractérisation morphologique	68
III.3.	Caractérisation physico-chimique	69
IV. Conc	lusion	71

Dans ce chapitre, nous présentons en premier lieu l'adhérence et les moyens de son calcul avec des explications sur les contraintes auxquelles une couche mince peut être soumise pour continuer ensuite par les différentes techniques de fabrication des composants et des couches minces. Nous nous intéressons alors à la technique de dépôt par pulvérisation cathodique et au procédé de fabrication complet dès le nettoyage jusqu'à l'obtention des composants pour ensuite présenter les moyens de caractérisation des couches minces.

# I. Propriétés mécaniques des couches minces :

# I.1. Adhérence des couches minces :

Le dépôt de couches minces sur un substrat est susceptible d'engendrer un problème au niveau de l'interface entre la couche déposée et le substrat. Ces couches peuvent aussi bien adhérer sur le substrat qu'être détériorées (cloque, fissure, décollement...).

Ce problème nous conduit à définir la notion de l'adhérence. En effet, l'adhérence est la propriété d'une couche à ne pas se décoller du substrat sur lequel elle a été déposée.

L'adhérence est mesurée par la force nécessaire à la séparation entre deux matériaux collés ; c'est aussi la caractéristique essentielle qui constitue le lien entre le substrat et la couche mince. L'adhérence est une des propriétés les plus importantes pour l'élaboration de films minces. Une couche mince qui adhère mal au substrat, met en échec la fabrication d'un composant, la couche mince doit posséder une bonne adhérence.

Pour améliorer ou augmenter l'adhérence, on peut agir sur plusieurs paramètres ; parmi lesquels le nettoyage des substrats, l'épaisseur des films minces, le dépôt d'une sous couche (couche d'accroche), la méthode de dépôt et les conditions de dépôt ...

#### I.2. Contraintes dans les couches minces :

Les couches minces déposées sur un substrat, en absence de sollicitation extérieure, sont soumises à des contraintes mécaniques. Ces contraintes sont généralement groupées sous le terme de « contraintes résiduelles » qui sont divisées en trois parties : Contraintes thermiques, contraintes extrinsèques et contraintes intrinsèques.

#### I.2.1. Les contraintes thermiques :

Lorsqu'un substrat revêtu d'une couche mince adhérente se trouve à une température différente de la température de dépôt, des contraintes thermiques se développent du fait de la différence de coefficients d'expansion thermique du film et du substrat [1].

Dans le cas où le substrat est épais par rapport à la couche mince, sa déformation plastique peut être négligée et la contrainte thermique biaxiale sera donnée par la relation :

$$\sigma_{th} = \frac{E_f}{1 - \nu_f} \left( \alpha_f - \alpha_s \right) \left( T_d - T_{mes} \right) \tag{1}$$

Avec:

Ef le module de Young du film ou de la couche mince déposée ;

 $v_f$  son coefficient de Poisson ;

 $\alpha_f$  et  $\alpha_s$  les coefficients de dilatation du film et du substrat respectivement ;

T<sub>d</sub> la température de dépôt ;

T<sub>mes</sub> la température de mesure appelée température ambiante.

Si la valeur de la contrainte obtenue est négative cela indique que nous sommes en présence d'une contrainte compressive et si elle est positive cela indique que la contrainte est en tension.



Figure 1 : (a) Contrainte en tension; (b) Contrainte en compression

#### I.2.2. Les contraintes intrinsèques :

Les contraintes intrinsèques, appelées aussi contraintes de croissance, proviennent du processus de croissance du dépôt. Ces contraintes résultent de la modification du volume de dépôt par rapport au volume du matériau monocristallin  $\left(\frac{\Delta V}{V}\right)$ . [2]

Ces contraintes sont généralement générées par le bombardement :

- des atomes lors de la pulvérisation cathodique ou de l'évaporation ;
- des ions lors des procédés de dépôt physique en phase vapeur.

Les contraintes intrinsèques sont à l'origine du changement du volume  $(\frac{\Delta V}{V})$  qui résulte des points suivants [2] :

déplacement d'un atome (dislocation ponctuelle) ;

- déplacement d'une ligne des atomes (dislocations linéaires) ;
- création d'une lacune dans le réseau cristallin du dépôt ;
- formation de micropores créés par associations de lacunes ;
- implantation d'atome ou d'ion dans le dépôt (impureté).

Généralement, les dépôts obtenus par pulvérisation cathodique ou évaporation à haute pression sont soumis à des contraintes de tension. En revanche, ceux obtenus à basse pression sont soumis à des contraintes de compression. Ce qui est le cas de la méthode de dépôt utilisée au sein de notre laboratoire.

#### Les contraintes de tension :

Ces contraintes ont été tout d'abord étudiées par Hoffman et al qui ont réalisé le modèle de « Relaxation aux Joints de Grains » (Grain Boundary Relaxation)[3, 4].

Ce modèle a été conçu pour expliquer comment au cours des différents stades de croissance du film des forces attractives inter-atomiques induisent une déformation élastique appelée relaxation des bords de grains morphologiques. Ce modèle a pour hypothèse que la déformation est due à la supériorité des forces d'adhésion au substrat par rapport à celle agissant entre les grains. A l'aide de son modèle, Hoffman aboutit à la formule suivante exprimant les contraintes de tension:

$$\sigma = \frac{E}{1 - \nu} \frac{\Delta}{D_{col}} \tag{2}$$

Avec :

 $\frac{E}{1-\nu}$  le module de Young réduit du film ;

 $\Delta$  la distance de relaxation ;

 $D_{col}$  la dimension latérale moyenne des grains colonnaires en fin de croissance.

 $\Delta$  est calculée par Springer [5], elle est donnée par la relation suivante :

$$\Delta = \frac{ar - \frac{r^2}{2}}{2a - r} \tag{3}$$

Où: a est le paramètre de maille du matériau massif et r la distance au plus proche grain.

Pour valider cette théorie, plusieurs études expérimentales ont été faites sur des films de Nickel (Ni) [3], de Titanium (Ti), de Molybdène (Mo), de Tantale (Ta) [6], ou de Chrome (Cr) [7] et de diamant [8].

D'autre part, des modélisations ont été réalisées pour compléter ce dernier modèle. Ainsi, les simulations de Muller [9] permettent de conclure que les contraintes de tension dans les films déposés par pulvérisation sont liées à une microstructure comportant des vides inter-colonnaires et des micro-pores. Un modèle simple, formé de colonnes parallélépipédiques dont l'espacement bidimensionnel est régi par une loi gaussienne, a été simulé par Andritschky et Teixeira [10] avec des films de Molybdène déposés par PVD (Physical Vapor Deposition). Ce modèle a permis de valider les études expérimentales de Springer et de Itoh et al [11].

Enfin, un modèle utilisant le potentiel universel d'énergie de liaison [12] a été développé par Misra et Nastasi. Ce modèle a été validé sur des films de chrome, il permet de prédire l'évolution des contraintes de tension en fonction du bombardement ionique dans les films [13].

En s'appuyant sur le modèle de Klokholm et Berry [14], Doerner et Nix [15] proposent une autre théorie : les atomes, arrivant à la surface du film en croissance, créent une surface désordonnée. Ensuite, le phénomène de recristallisation engendre un rétrécissement, ce qui crée les contraintes de tension dans le film. La figure 2 illustre ce modèle.



Figure 2 : Modèle de formation des contraintes de tension [15]

Cependant, la théorie de Hoffman reste la plus citée et adoptée pour expliquer la présence des contraintes de tension dans les films malgré l'évolution des études et des techniques permettant de suivre in-situ l'évolution des contraintes lors de la croissance des films [16-18].

En s'appuyant sur la théorie de Hoffman, Nix et Clemens [15] étudient l'évolution des contraintes de tension en fonction de la géométrie. Ainsi, ils utilisent deux approches : une tridimensionnelle et l'autre bidimensionnelle. Ces deux approches mènent aux mêmes résultats.



Figure 3 : Modèle de Nix et Clemens (a) tridimensionnel; (b) bidimensionnel [15]

Ce modèle aboutit à estimer la contrainte maximale de tension dans le film avant que celui-ci soit soumis à des contraintes plastiques ou qu'il se craquelle. Elle est donnée par la formule suivante :

$$\sigma_{\max} = \sqrt{\frac{(2\gamma_c - \gamma_{gb}).E}{a.(1-\nu)}}$$
(4)

Avec:

γ<sub>c</sub> l'énergie de surface des cristallites ;
γ<sub>gb</sub> celle des joints de grains ;
a le rayon des cristallites considérés (voir figure 3 a) ;
E module de Young du film ;
v son coefficient de Poisson.

Les contraintes de compression :

Lorsque le dépôt des couches minces se fait par des procédés impliquant des énergies élevées (basse pression), des contraintes intrinsèques compressives apparaissent.

Pour expliquer ce phénomène, plusieurs études et modèles ont été réalisés. D'Heurle [19] fut le premier à étudier ce phénomène : Pour lui, lors de la croissance du film, le bombardement de la surface par des espèces énergétiques contraint des atomes à s'incorporer dans le matériau avec une densité atomique supérieure à celle qui serait obtenue dans des conditions d'équilibre thermodynamique. Ce surplus atomique engendre une dilatation du système à l'échelle microscopique. Or, les dimensions du film étant fixées par celles du substrat, une accommodation volumétrique s'effectue dans le plan de la couche et génère des contraintes intrinsèques de compression dans le matériau. Cette hypothèse a été ensuite reprise par Hoffman et Thornton [20] pour prédire quantitativement le niveau de contraintes dans la couche en fonction du flux et de l'énergie des atomes arrivant sur celle-ci. Par la suite plusieurs modèles ont été réalisés, parmi lesquels on cite : le Modèle de Windischmann [21] et le modèle de Davis [22].

Le modèle de Windischmann repose sur trois hypothèses :

- à cause du bombardement énergétique de la surface du film, des atomes du volume sont déplacés de leur position d'équilibre via une série de collisions, ce qui engendre une distorsion volumétrique de la couche.
- dans le cas des films déposés à basse température, la diffusion en volume et la mobilité des défauts sont suffisamment faibles pour geler la distorsion volumétrique en temps réel.

la distorsion volumétrique d, homogène à une déformation, est proportionnelle à la fraction d'atomes déplacés de leur position d'équilibre n/N, où n représente le nombre d'atomes déplacés par unité de volume et N la densité d'atomes : d = K n/N, où K est un facteur de proportionnalité.

En partant de ces hypothèses et en appliquant la loi de Hooke, Windischmann obtient la formule suivante de la contrainte de compression :

$$\sigma = 4,79 K \phi \sqrt{E} \frac{\delta Q}{N_{Av}}$$
(5)

Avec:

K est un coefficient de proportionnalité donné par Windishmann;

 $\Phi$  est le flux ;

E l'énergie des atomes de la couche mince ;

$$\delta = \frac{\sqrt{M_f Z_p Z_f}}{U_0 \sqrt{M_p + M_f} \left( Z_p^{\frac{2}{3}} + Z_f^{\frac{2}{3}} \right)^{\frac{3}{4}}}$$
(6)

Et 
$$Q = \frac{E_f}{1 - \nu_f} \frac{M_f}{D_f}$$
(7)

 $M_f$  et  $M_p$  étant les masses atomiques des atomes incorporés dans le film et les projectiles (les atomes qui sont en mouvement avant qu'ils viennent se déposer sur le substrat);  $Z_f$  et  $Z_p$  leurs nombres atomiques respectifs;  $U_0$  l'énergie de sublimation du film;  $E_f$  son module de Young;  $v_f$  son coefficient de Poisson,  $D_f$  sa densité et  $N_{Av}$  le nombre d'Avogadro (6,023.10<sup>-23</sup> SI).

Cependant, ce modèle n'est applicable que lorsque l'énergie des particules incidentes est inférieure, approximativement, à l'énergie de déplacement atomique dans les films.

Pour cela, Davis [22] réalise un modèle afin de dépasser les limitations du modèle de Windischmann.

Le modèle de Davis s'appuie sur deux hypothèses :

- les contraintes compressives sont dues, comme pour le modèle de Windischmann, au déplacement et à l'implantation d'atomes du film sous la surface de celui-ci.
- D'intenses échauffements locaux sous forme de mouvements atomiques causés par le bombardement d'un ion dans sa région d'impact, engendrent une relaxation de la contrainte en générant des déplacements d'atomes implantés sous la surface du film.

En s'appuyant sur ces deux hypothèses et en appliquant la loi de Hooke, Davis parvient à établir la formule suivante de la contrainte :

$$\sigma = \kappa \frac{\sqrt{E_i}}{\frac{R}{\phi} + 0,016\rho \left(\frac{E_i}{U_0}\right)^{5/3}}$$
(8)

Où : 
$$\kappa = \frac{13,36K}{U_0} \frac{E_f}{1 - \nu_f}$$
 (9)

E<sub>i</sub> est l'énergie des ions incidents ;

 $\phi$  le flux ;

R la vitesse de dépôt atomique par unité de surface ;

 $\rho$  un paramètre proche de 1 dépendant du matériau [22] ;

K un facteur de proportionnalité (voir modèle de Windischmann);

U<sub>0</sub> l'énergie de sublimation du film ;

E<sub>f</sub> le module de Young du film;

v<sub>f</sub> le coefficient de Poisson du film.

En conclusion, les contraintes intrinsèques sont les contraintes qui proviennent du processus de dépôt de couches minces. Ces contraintes sont divisées en deux catégories : les contraintes de tension qui résultent des dépôts à haute pression et les contraintes de compression qui sont obtenues à basse pression.

#### I.2.3. Les contraintes extrinsèques :

Ces contraintes sont liées à l'interaction du matériau déposé avec les éléments présents dans l'environnement du film, pendant ou après le dépôt. Des impuretés telles que de l'oxygène, de l'hydrogène, de l'eau ou des atomes de gaz inertes peuvent s'incorporer dans les films, et induire une déformation qui engendre des contraintes de tension ou de compression. Cette déformation peut être due à l'incorporation d'atomes de taille différente de ceux du matériau déposé, à des réactions telles que l'oxydation ou l'hydrogénation du film conduisant à de nouvelles phases de volume molaire différent, ou à la réduction de l'énergie de surface des grains.

a. Incorporation d'oxygène et d'hydrogène :

L'incorporation d'oxygène ou d'hydrogène dans les films entraîne généralement l'apparition de contraintes compressives. Windischmann étudie l'incorporation de l'oxygène [23] sur des films de cuivre, d'oxyde de fer (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), de diélectriques, d'aluminium et de chrome. Une réduction des contraintes de tension a été remarquée. Cette réduction est due à l'oxydation du film ; ainsi pour le chrome par exemple, il apparait de l'oxyde de chrome aux joints de grains ce qui paralyse la coalescence des grains.

En revanche, pour l'incorporation d'hydrogène, de nombreuses corrélations ont été clairement établies entre la présence d'hydrogène et de contraintes compressives dans les films pour plusieurs types de matériaux, mais les mécanismes responsables ne sont pas aussi clairement définis comme dans le cas de l'oxygène.

b. Incorporation d'eau :

Ce type d'incorporation dans des films poreux peut considérablement en faire varier l'état de contrainte. En effet, les molécules d'eau, lorsqu'elles sont adsorbées sur les pores de films peu denses, peuvent interagir entre elles et modifier les forces d'interaction dans ces zones.

Selon l'orientation relative des molécules polaires adsorbées, leur nature, ainsi que la composition des parois des pores, des forces d'interaction attractives ou répulsives peuvent se développer, résultant en des contraintes extrinsèques de tension ou de compression. Le modèle proposé par Hirsch [24] étudie ce phénomène et montre que les interactions dipolaires entre molécules adsorbées sont responsables des forces et contraintes observées.

c. Incorporation des gaz rares :

Un certain nombre d'études attribuent la présence de contraintes compressives à l'incorporation du gaz rare utilisé pour la pulvérisation.

En particulier, pour Wagner et al [25], l'incorporation d'argon dans les films provoque des distorsions volumiques et en affecte la contrainte vers le domaine compressif. Pourtant, des cas où le taux d'argon incorporé et les déformations, correspondant à des contraintes compressives, étaient totalement indépendants, ont été observés [6]. Thornton, Tabock et Hoffman [26] ont montré que même s'il existe une corrélation entre contraintes compressives et incorporation d'argon dans les films, l'ordre de grandeur de ces contraintes reste invariant lors de vastes changements de la concentration en argon. En réalité, les contraintes compressives résultent du bombardement par des particules énergétiques, ou « atomic peening », qui crée des défauts à l'origine de ces contraintes et favorise l'incorporation des atomes de gaz rares dans les films [27].

Cependant, lorsqu'une couche mince est déposée dans un état de contrainte moyenne biaxiale isotrope  $\sigma$  sur un substrat avec lequel elle est adhérente, l'ensemble substrat/couche est soumis à une déformation qui est donnée par la relation suivante de Stoney [28] :

$$\sigma = \frac{1}{6} \frac{E_s}{1 - \nu_s} \frac{d_s^2}{d_f} \left( \frac{1}{R} - \frac{1}{R_0} \right)$$
(10)

Avec :

E<sub>s</sub> le module de Young du substrat ;

 $v_s$  le coefficient de Poisson du substrat;

d<sub>f</sub> l'épaisseur du film déposé ;

d<sub>s</sub> l'épaisseur du substrat ;

R le rayon de courbure de l'ensemble substrat/film après dépôt ;

R<sub>0</sub> le rayon de courbure du substrat avant dépôt.

Cette équation est valable pour les hypothèses suivantes [29] :

- L'épaisseur du film doit être très petite par rapport à celle du substrat ;
- Le matériau du substrat doit être homogène, isotrope, avec une élasticité linéaire ;
- Le matériau du film doit être isotrope ;
- Les déformations s'effectuent dans un régime de flexion faible, c'est-à-dire la déformée est inférieure à l'épaisseur du substrat. [30]

En conclusion, les contraintes extrinsèques sont des contraintes dues à une interaction du matériau déposé avec l'environnement pendant ou après le dépôt. Ces interactions peuvent être des incorporations d'oxygène, d'hydrogène, d'eau ou de gaz rares.

Cependant, pour parler de contraintes il est indispensable de parler de tenseurs de contraintes, que nous présentons au paragraphe suivant.

# I.3. Tenseurs de contraintes :

Nous considérons un solide  $\Omega$  en cours de déformation, nous isolons une partie  $\Omega_A$  de ce solide, et nous analysons les efforts agissant sur cette partie (Figure 4).



Figure 4 : Hypothèses de base pour la définition des contraintes

Du fait de la déformation, le changement de position relative des points matériels fait qu'ils ne sont plus dans leur état d'équilibre primitif (c'est-à-dire leur état avant déformation). Il en résulte l'apparition de forces qui tendent à faire revenir le corps dans son état d'équilibre. En particulier, les forces agissant sur la partie isolée  $\Omega_A$  sont :

• celles présentes dans  $\Omega_A$ , dues au changement de position relative des points matériels ;

• celles exercées sur  $\Omega_A$  par le reste du volume, et qui ont provoqué le changement de position relative des points matériels (en d'autres termes celles qui ont provoquées la déformation) de  $\Omega_A$ .

On considère un cube avec une base  $(\vec{e_1}, \vec{e_2}, \vec{e_3})$  comme le montre la figure suivante :



Figure 5 : Cube et base des contraintes

On décrit donc l'état de tenseur de contraintes par la matrice suivante :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{pmatrix}$$

En notant que les éléments de la diagonale représentent les composantes de la contrainte principale, et les termes hors diagonaux correspondent aux contraintes de cisaillement.

Cependant, il est utile de synthétiser le tenseur des contraintes par un scalaire appelé « contrainte équivalente » qui est après comparé à la limite d'élasticité ou la limite de plasticité afin de savoir l'état élastique ou plastique du matériau en étude. Les deux contraintes équivalentes qui sont les plus utilisées sont celle de Tresca et de Von Mises. Dans notre travail, on s'intéresse à l'étude des contraintes Von Mises qui feront l'objet du paragraphe suivant.

#### I.4. Contraintes Von Mises Stress et Ultimate Tensile Strength :

Von Mises Stress [31] est la combinaison générale de l'ensemble des contraintes se trouvant dans une couche (les contraintes normales et les contraintes de cisaillement). Son nom est attribué à Richard Edler Von Mises [32] bien que cette formule ait été établie par Maxwell en 1865 et développée par Huber [33] en 1904. Cette contrainte est donnée par la formule suivante :

$$\sigma_{VMS} = \sqrt{\frac{1}{2}} \left[ (\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + (\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + (\sigma_{33} - \sigma_{11})^2 + 6(\sigma_{12}^2 + \sigma_{23}^2 + \sigma_{31}^2) \right] (11)$$

Où :  $\sigma_{ii}$  représente les différents éléments de la matrice tenseur de contrainte.

Cette contrainte permet de déterminer le point de rupture des couches. Ainsi, lorsque sa valeur dépasse celle de la limite d'élasticité du matériau on passe dans le domaine plastique et cela implique la possibilité d'apparition de fissures dans celui-ci. Et lorsqu'elle dépasse sa limite de plasticité, appelé en anglais « Ultimate Tensile Strength » [34] cela implique la rupture ou le craquèlement du matériau.

Comme dit auparavant, chaque matériau possède sa propre courbe de contrainte  $\sigma$  en fonction de la déformation  $\varepsilon$  (Figure 6). D'après cette courbe, quatre points principaux sont identifiables : le point A – point d'état initial, le point B est le point de limite d'élasticité (en anglais yield strength), le point C qui est le point limite de plasticité (ultimate tensile strength) et le point D qui est celui de la rupture.



Figure 6: Courbe de la contrainte en fonction de la déformation d'un matériau

Il est à noter que, tant que la zone de fonctionnement du matériau étudié se situe entre le point A et le point B cela implique qu'il est dans la zone d'élasticité ce qui veut dire qu'il reviendra à son état initial une fois la contrainte annulée. En revanche, lorsqu'il sera dans la zone entre le point B et C cela veut dire qu'il est dans la zone de plasticité, le matériau n'est plus élastique et ne reviendra plus à son état initial. Au-delà du point C, des fissures commencent à apparaître dans le matériau jusqu'à arriver au point D, le point de rupture.

# II. Réalisation des couches minces et des composants :

Pour accomplir les objectifs de ce travail de thèse, nous avons besoin de réaliser des couches minces de cuivre sur un substrat d'alumine en pleine plaque. Ces couches seront réalisées afin de calculer les contraintes qui y sont présentes en mesurant leurs rayons de courbure et de calculer les contraintes de rupture par traction sous haute température.

D'autre part, nous aurons besoin de motifs et d'inductances planaires, formés aussi d'une couche mince de cuivre sur un substrat d'alumine, dans le but d'étudier leur comportement en fonction de la température.

Pour cela, il est indispensable de décrire le process qui nous permet de réaliser ces structures.

#### II.1. Techniques de dépôt : Pulvérisation cathodique :

Dans la fabrication des composants électroniques plusieurs méthodes peuvent être utilisées, comme l'indique la figure 7 [35]. Au sein du laboratoire Telecom Claude Chappe, la méthode de fabrication utilisée est la méthode de pulvérisation cathodique.



Figure 7 : Classification des techniques de dépôt des couches minces.

Le dépôt par pulvérisation est une méthode par érosion [36] ou tout simplement un arrachement d'atomes de la surface d'un matériau sous l'impact de particules ioniques qui sont neutres et projetées vers le substrat. Dans cette technique, les cibles peuvent être soumises à une alimentation de courant DC ou à une alimentation par un générateur d'alimentation radiofréquence (RF).

La méthode de pulvérisation utilisée au sein du laboratoire Télécom Claude Chappe est la méthode RF. Cette technique permet de polariser la cible négativement (cathode) par une tension RF et le substrat positivement (anode), ce dernier étant relié à la masse et placé à une distance de quelques centimètres de la cible.

Une fois le substrat placé, on fait le vide dans l'enceinte et on injecte de l'argon pour obtenir une pression d'environ 10<sup>-3</sup> mbar. Il apparait une différence de potentiel entre la cathode et l'anode. Une décharge électrique se produit créant un plasma [37] engendré par l'attraction des ions positifs d'argon vers la cathode. Ces ions bombardent la cible et entrainent les électrons vers l'anode. Un arrachement des atomes de la cible se produit et ceux-ci viennent se déposer sur le substrat formant ainsi une couche mince. Le schéma de la figure 8 [38] montre le processus de cette technique.



Figure 8 : Processus de la technique de pulvérisation cathodique.

# II.2. Procédé de fabrication des composants :

Dans ce paragraphe, nous nous intéressons à l'élaboration des couches minces.

Les principales étapes à aborder commencent par le nettoyage du substrat sur lequel on va déposer la couche mince, pour ensuite faire le dépôt, puis passer en salle blanche pour réaliser les motifs par photolithographie et enfin gravure.

Mais avant d'aborder ces étapes, il faut préparer le substrat afin de garantir une bonne qualité de couches minces.

#### II.2.1. Préparation du substrat:

Dans le cas où l'on va réaliser des inductances avec du matériau magnétique, nous serons amené à amincir la couche de ferrite. Ainsi nous allons vous présenter les différentes étapes technologiques pour préparer la couche magnétique qui nous servira par la suite de substrat pour nos dispositifs.

#### 1. Rodage :

Le rodage est une opération mécanique dont le but est d'enlever la matière pour diminuer les épaisseurs des substrats. Pour obtenir l'épaisseur demandée et une bonne planéité, le procédé de rodage par « abrasif libre » [39] est utilisé. (Figure 9)

Le rodage se fait, ainsi, par un abrasif au carbure de silicium mélangé avec de l'eau qui est injecté sur le plateau entre le substrat et le support de rodage en rotation.

Après rodage, l'état de surface est relativement rugueux de l'ordre de 500 nm. Cette rugosité est trop importante pour permettre de réaliser des composants. De ce fait, une étape de polissage est nécessaire.



Figure 9 : Machine de rodage

#### 2. Polissage :

C'est un procédé mécanique qui permet d'obtenir une faible rugosité de l'état de surface d'un substrat pour favoriser une bonne définition des motifs. Une solution diamantée contenant des billes abrasives de dimensions contrôlées, assure le polissage.

Cette technique se fait de la manière suivante : Le substrat à polir est déposé sur un porte substrat fixé sur un plateau qui peut contenir au maximum 4 substrats. Le plateau inférieur est recouvert d'un tapis adapté à l'aérosol utilisé qui est pulvérisé

avant polissage. Les deux plateaux sont mis en rotation pour une durée bien déterminée.



Figure 10 : Procédé du polissage

Une fois assuré de la préparation du substrat, nous passons au procédé de fabrication :

#### II.2.2. Nettoyage :

Cette étape est une étape indispensable pour s'assurer que l'échantillon ne contienne aucune impureté. Pour cela, avant d'effectuer le dépôt, il faut effectuer un nettoyage suivant un procédé bien précis. Au sein du laboratoire LT2C, nos échantillons sont nettoyés selon le processus décrit dans le tableau 1 :

#### Tableau 1 : Etape de nettoyage

Produit	Remarques	Durée	But
		ultrasons	
Acétone	Couvert par un papier	10	Elimination de
	aluminium pour ne pas	minutes	toute trace de cire,
	laisser évaporer		colle, huile, graisse
Ethanol	Même chose que pour	10	Elimination de
	l'acétone	minutes	toutes impuretés,
			notamment
			empreintes de doigts
Soufflette	Eliminer doucement le		Séchage
d'azote	reste d'acétone et		
	d'éthanol		
Eau		10	Elimination de

distillée		minutes	tous résidus de
			solvente
			Solvants
G 60			G ( 1
Soufflette	Eliminer doucement les		Séchage
			-
d'azote	gouttes d'eau		
u ulott	Bourres a cara		
Danier	Placer le substrat dans		Elimination des
1 aprei	I facer le substrat dalls		Emmation des
T 1 .	1 • • 1 1		•
Joseph +	le papier joseph pour le		impuretes
Ethanol	transport		
Ethunor	umsport		

Une fois le substrat nettoyé, il est prêt à suivre les étapes suivantes afin d'aboutir aux motifs désirés. Comme dit auparavant, l'étape suivante sera le dépôt de la couche mince.

# II.2.3. Elaboration de la couche mince :

Le substrat est inséré dans l'enceinte de dépôt (Figure 11). Un vide de 10<sup>-7</sup> Pa est réalisé.

Les principaux paramètres du dépôt sont : la pression dans l'enceinte pendant le dépôt, la puissance du générateur pour le dépôt, le débit de l'argon et la distance entre le substrat et la cible. Tous ces paramètres sont maintenus constants durant le dépôt. Et la durée de celui-ci affecte l'épaisseur du film de cuivre déposé : plus la durée de dépôt est élevée plus l'épaisseur du film de cuivre est élevée.

Tableau	2	:	Paramètres	du	dépôt
---------	---	---	------------	----	-------

Pression	Puissance	Débit	Distance	Pression de
limite pour	de dépôt	d'argon	cible –	dépôt (10 <sup>-3</sup>
dépôt (mbar)	(Watt)	(sccm)	substrat (cm)	mbar)
5.10-6	300	20	6,7	1 à 4

Ces paramètres permettent de réaliser un dépôt homogène sur le substrat et d'obtenir une vitesse de dépôt de l'ordre de  $10\mu$ m/h.



Figure 11 : Bati de pulvérisation cathodique radiofréquence.

La couche ainsi déposée (Figure 12), on arrive à l'étape de réalisation des motifs nécessaires (spires...) afin d'obtenir les composants demandés. D'où l'étape de la photolithographie.



#### II.2.4. Photolithographie :

Cette étape s'effectue en salle blanche. C'est une opération de transfert depuis un motif réalisé sur un masque vers un substrat recouvert de cuivre. Le procédé de photolithographie commence par le nettoyage du substrat puis l'application d'une résine photosensible sous forme de film à l'aide d'une pipette eppendorf. Pour que la résine s'étale sur tout le film de cuivre nous utilisons la méthode de spin-coating (Figure 13).





Afin d'éliminer les solvants et de polymériser la couche photosensible, une étape de recuit est nécessaire.

Une fois l'échantillon recuit, il est installé dans l'aligneur de masque. Il est placé avec précision par rapport au masque à l'aide d'une loupe binoculaire. Lorsque l'échantillon est bien positionné, il est mis en contact avec le masque par aspiration et insolé pendant une dizaine de secondes. Puis il est recuit de nouveau.

Après l'insolation, la résine non protégée est éliminée à l'aide de solvants spécifiques. Une dernière étape de recuit est ensuite nécessaire.

# II.2.5. Gravure :

Le but de cette étape est d'enlever le cuivre non protégé par la résine afin d'obtenir une reproduction du motif du masque. Au sein du laboratoire LT2C, le perchlorure de fer est la solution utilisée lors de la gravure du cuivre. La vitesse de la gravure dépend de la concentration de la solution et de la température. Après rinçage, l'échantillon est plongé dans l'acétone pour éliminer la résine couvrant les motifs non gravés.



Figure 14 : (a) motifs circulaires et rectangulaires Cu/Al2O3 ; (b) Différentes inductances à air ; (c) Inductance à air

### III. Caractérisation des couches minces

Pour s'assurer de la qualité des couches minces, celles-ci doivent passer par différentes étapes de caractérisation : caractérisations mécaniques, physico-chimiques, morphologiques, structurales...

Du point de vue mécanique, différentes caractéristiques de la couche mince peuvent être déterminées : épaisseur, rugosité, contrainte dans le film. Ces différentes mesures ont été réalisées à l'aide d'un profilomètre mécanique.

La morphologie des couches comme la détermination de l'homogénéité de surface, ainsi que la présence ou non de fissure est déterminée par microscopie électronique à balayage.

La caractérisation par nanoindentation nous permettra de déterminer le module de Young de la couche mince.

#### III.1. Caractérisation mécanique

Dans cette étape de caractérisation, différentes caractéristiques de la couche mince sont déterminées. Ces différentes caractéristiques (épaisseur, rugosité et contraintes dans le film) sont mesurées à l'aide d'un profilomètre mécanique « Dektak 3 – Veecor ».

Cette technique permet de déterminer l'épaisseur de la couche mince en mesurant la différence de marche entre le substrat et la couche. Elle permet également de déterminer la rugosité de la couche à l'aide du passage d'une pointe de 5µm de diamètre. D'autre part, les contraintes résiduelles dans la couche sont évaluées par la mesure du rayon de courbure du substrat seul et du rayon de courbure du substrat avec la couche déposée. Comme dit auparavant, dans notre cas deux catégories de contraintes sont présentes dans le film : les contraintes intrinsèques et les contraintes thermiques. La contrainte intrinsèque qui apparaît au cours du dépôt est générée lors des étapes de nucléation et de croissance de la couche mince. Alors que la contrainte thermique apparait lors du refroidissement de l'échantillon après le dépôt et quand on chauffe. A partir de la mesure du rayon de courbure, R<sub>0</sub>, d'un substrat et du rayon de courbure, R, d'un dépôt sur ce substrat, la formule de Stoney [40] permet de remonter à la contrainte totale de la couche en prenant en compte les épaisseurs et les constantes élastiques du substrat et du film. Suivant l'orientation du rayon de courbure, la contrainte sera soit positive soit négative. Dans le cas où la variation du rayon de courbure est négative, la contrainte est en compression ( $\sigma < 0$ ) et lorsque la variation du rayon de courbure est positive, la contrainte est en tension ( $\sigma > 0$ ).

La figure 15 représente un exemple de mesure de rayon de courbure d'un substrat d'alumine vierge (environ 35m).



Figure 15 : mesure de rayon de courbure d'un substrat d'alumine (environ 35m)

# III.2. Caractérisation morphologique

La morphologie des couches est déterminée par microscopie électronique à balayage.

Le principe général d'un microscope électronique à balayage est en somme assez simple: l'échantillon à observer est balayé par un faisceau électronique et on vient détecter les électrons secondaires de très faible énergie qui sont produits suite au bombardement de l'échantillon. Ces électrons secondaires sont amplifiés, détectés puis interprétés pour reconstruire une image en fonction de l'intensité du courant électrique produit. Le MEB réalise donc une topographie de l'échantillon à analyser, c'est pourquoi le MEB fournit des images en noir et blanc où chaque nuance de gris est le résultat de l'intensité du courant détecté [41, 42]. Les MEB ont une résolution qui se situe entre 0,4 et 20 nanomètres (soit 500 fois plus qu'un microscope optique). Cette méthode de caractérisation nous permet de déterminer l'homogénéité de surface ainsi que la présence ou non de fissure dans la couche caractérisée.



La figure 16 représente une topographie d'une couche mince de cuivre.

Figure 16 : Image MEB d'une couche mince de cuivre

# III.3. Caractérisation physico-chimique

Dans cette étape de caractérisation, l'appareil utilisé est le nanoindenteur. La nanoindentation consiste à mesurer la profondeur d'enfoncement d'un indenteur de géométrie connue dans un matériau dans le but d'obtenir ses propriétés élastoplastiques.



#### Figure 17 : Principe de la nanoindentation

La pointe utilisée sur l'appareillage est une pointe Berkovich de géométrie pyramidale à base triangulaire qui permet d'appliquer à la surface du film une force normale comprise entre 0,3mN et 500mN.

Durant un test d'indentation un système d'acquisition enregistre la force appliquée en fonction de la profondeur de pénétration de la pointe. Ces deux paramètres sont continuellement mesurés lors d'une phase de charge et d'une phase de décharge. Le résultat est une courbe charge-déplacement.



Figure 18 : Courbe charge-déplacement obtenue par nanoindentation

Les deux principales propriétés mesurées sont le module élastique (E) et la dureté (H). Le modèle utilisé pour le calcul du module et de la dureté est celui développé par Oliver et Pharr [43].

Ainsi, pour mesurer ces deux propriétés de la couche, il est indispensable de déterminer l'aire de contact A<sub>c</sub> entre l'indenteur et l'échantillon par la formule suivante :

$$A_c = 24.56 \ h_c^2 \tag{12}$$

Où :  $h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{F_{max}}{S}$  avec  $\varepsilon$  une constante égale à 1 pour un indenteur Berkovich selon le modèle de Oliver et Pharr.

H<sub>max</sub>, F<sub>max</sub> et S sont déterminés d'après la figure 19 :



Figure 19 : Détermination de F<sub>max</sub>, H<sub>max</sub>, et S

De ce fait, la dureté H et le module élastique E (module de Young) seront calculés d'après les relations suivantes :

$$H = \frac{F_{max}}{A_c} \tag{13}$$

$$S = \frac{\partial F}{\partial h} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c}$$
(14)

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu^2}{E}$$
(15)

Où : Er représente le module de Young réduit ;

E<sub>i</sub> le module de Young de l'indenteur ;

E le module de Young de l'échantillon ;

v le coefficient de Poisson de l'échantillon ;

v<sub>i</sub> le coefficient de Poisson de l'indenteur.

# **IV.Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différentes propriétés mécaniques des couches minces : adhérence, contraintes résiduelles et contraintes thermiques qui nous permettent de caractériser des couches minces. Nous avons ensuite abordé le procédé de la fabrication des couches minces et de la réalisation des composants en salle blanche. Pour enfin terminer par les différentes techniques qui nous ont permis de caractériser les couches minces que ce soit mécaniquement, morphologiquement ou physiquement.
Les résultats expérimentaux ainsi que la simulation de l'évolution des contraintes Von Mises dans la couche mince de cuivre seront présentés au chapitre suivant.

## Références

- 1. Thornton, J.A. and D. Hoffman, *Stress-related effects in thin films*. Thin Solid Films, 1989. **171**(1): p. 5-31.
- 2. Pawlowski, L., *Dépôts physiques: techniques, microstructures et propriétés*2003: PPUR presses polytechniques.
- 3. Hoffman, R., *Stresses in thin films: The relevance of grain boundaries and impurities.* Thin Solid Films, 1976. **34**(2): p. 185-190.
- 4. Doljack, F.A. and R. Hoffman, *The origins of stress in thin nickel films*. Thin Solid Films, 1972. **12**(1): p. 71-74.
- 5. R.W. Springer, A.C.A.-.-., Tech. Report #79, 1972, 124.
- 6. Thornton, J.A. and D.W. Hoffman, *Internal stresses in titanium, nickel, molybdenum, and tantalum films deposited by cylindrical magnetron sputtering.* Journal of vacuum science and technology, 1977. **14**(1): p. 164-168.
- 7. Hallbauer, A., et al., Overview about the optical properties and mechanical stress of different dielectric thin films produced by reactive-low-voltage-ion-plating. Thin Solid Films, 2008. **516**(14): p. 4587-4592.
- 8. Vink, T., et al., *Stress, strain, and microstructure of sputter-deposited Mo thin films.* Journal of applied physics, 1991. **70**(8): p. 4301-4308.
- 9. Müller, K.H., *Stress and microstructure of sputter-deposited thin films: Molecular dynamics investigations.* Journal of applied physics, 1987. **62**(5): p. 1796-1799.
- 10. Teixeira, M.A.e.V., Multicomponent and Multilayered Thin Films for Advanced Microtechnologies : Techniques, Fundamentals and Devices. Kluwer Academic Publishers, 1993.
- Itoh, M., M. Hori, and S. Nadahara, *The origin of stress in sputter-deposited tungsten films for x-ray masks*. Journal of Vacuum Science & Technology B, 1991. 9(1): p. 149-153.
- 12. Rose, J.H., et al., *Universal features of the equation of state of metals*. Physical Review B, 1984. **29**(6): p. 2963.
- 13. Verda, R., et al., *Depth profiling of hydrogen in crystalline silicon using elastic recoil detection analysis.* Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 2001. **183**(3): p. 401-412.
- 14. Klokholm, E. and B. Berry, *Intrinsic stress in evaporated metal films*. Journal of the Electrochemical Society, 1968. **115**(8): p. 823-826.
- 15. Doerner, M.F. and W.D. Nix, Stresses and deformation processes in thin films on substrates. Critical Reviews in Solid State and Material Sciences, 1988. 14(3): p. 225-268.
- Abermann, R., Internal stress of vapour-deposited aluminium films: Effect of O< sub> 2</sub> and water vapour present during film deposition. Thin Solid Films, 1990.
   186(2): p. 233-240.
- 17. Koch, R., *The intrinsic stress of polycrystalline and epitaxial thin metal films*. Journal of Physics: Condensed Matter, 1994. **6**(45): p. 9519.
- 18. Spaepen, F., *Interfaces and stresses in thin films*. Acta Materialia, 2000. **48**(1): p. 31-42.
- 19. d'Heurle, F., *Aluminum films deposited by rf sputtering*. Metallurgical and Materials Transactions B, 1970. **1**(3): p. 725-732.
- 20. Hoffman, D. and J.A. Thornton, *The compressive stress transition in Al, V, Zr, Nb and W metal films sputtered at low working pressures.* Thin Solid Films, 1977. **45**(2): p. 387-396.

- 21. Windischmann, H., *An intrinsic stress scaling law for polycrystalline thin films prepared by ion beam sputtering*. Journal of applied physics, 1987. **62**(5): p. 1800-1807.
- 22. Davis, C., A simple model for the formation of compressive stress in thin films by ion bombardment. Thin Solid Films, 1993. **226**(1): p. 30-34.
- 23. Windischmann, H., Crit. Rev. Solid State, 1992: p. 547.
- 24. Hirsch, E. and I. Varga, *Thin film annealing by ion bombardment*. Thin Solid Films, 1980. **69**(1): p. 99-105.
- 25. R.S. Wagner, A.K.S., T.T. Sheng, H.J. Levinstein et F.B. Alexander, Journal of Vacuum Science & Technology A, 1974. **11**.
- 26. Thornton, J.A., J. Tabock, and D. Hoffman, *Internal stresses in metallic films deposited by cylindrical magnetron sputtering*. Thin Solid Films, 1979. **64**(1): p. 111-119.
- 27. Stambouli, V., Effets induits par le bombardement ionique en cours de croissance sur les propriétés structurales de couches minces métalliques et diélectriques, in Université de Paris-Sud/Orsay1991.
- 28. Stoney, G. Proc. R. in Soc. London Ser. A. 1909.
- 29. Freund, L., J. Floro, and E. Chason, *Extensions of the Stoney formula for substrate curvature to configurations with thin substrates or large deformations*. Applied Physics Letters, 1999. **74**(14): p. 1987-1989.
- 30. Finot, M., et al., *Large deformation and geometric instability of substrates with thin-film deposits*. Journal of applied physics, 1997. **81**(8): p. 3457-3464.
- 31. Mises, R.V., *Göttin. Nachr. Math. Phys.* Mechanik der festen Körper im plastisch deformablen Zustand., 1913. 1: p. 582-592.
- 32. Hoffman, J.A.T.e.D.W., Thin Solid Films1989.
- 33. Hill, R. *Theoretical plasticity of textured aggregates*. in *Mathematical Proceedings of the Cambridge Philosophical Society*. 1979. Cambridge Univ Press.
- 34. DeGarmo, E.P., et al., *Materials and process in manufacturing*. Jolm Wiley and Sons, USA, 2003: p. 974.
- 35. Chatelon, J.P., Présentation : Dépôt de couches minces sous vide, 2011. p. 13.
- 36. Renou, G., *Dépôt de films nanométriques en pulvérisation cathodique radiofréquence*. Technique de l'ingénieur2006.
- 37. Zahn, M., Electromagnetic Field Theory1979.
- 38. Benlatrech, Y., *Synthèse et caractérisation de couches minces dures de chrome et nitrures de chrome élaborées par PVD*: Magister en physique UNIVERSITE MENTOURI-CONSTANTINE. p. 17.
- 39. ALLASSEM, D., Contribution à la réalisation d'une micro-inductance planaire. Thèse de Doctorat Option Optique Photonique Hyperfréquence de l'Université Jean Monnet de Saint Etienne, 2010.
- 40. Stoney, G.G., Proc. Soc. London, 1909. A82.
- 41. B. Agius, M.F., *Surfaces interfaces et films minces, observation et analyse*. Bordas, Paris, 1990.
- 42. Bareux, G.; Available from: <u>http://gisele.bareux.free.fr/LP/Cours/Caract\_surfaces.pdf</u>.
- 43. Oliver, W.C. and G.M. Pharr, *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments.* Journal of materials research, 1992. 7(06): p. 1564-1583.

# Chapitre 3 Etude mécanique des couches minces

### SOMMAIRE

I. Le rec	uit	77
II. Mécar	ique de la rupture	
III. Essai	nécanique de traction	
IV. Etude	des couches minces	
IV.1.	Caractérisation par MEB	
IV.2.	Caractérisation par ellipsométrie	
IV.3.	Caractérisation par nanoindentation	
IV.4.	Caractérisation au profilomètre	
V. Etude	des contraintes sous COMSOL Multiphysics	
V.1.	Présentation de COMSOL	
V.2.	Présentation de la structure étudiée	
VI. Résult	ats de Simulation	
VI.1.	Influence de l'épaisseur de cuivre sur l'Alumine :	
VI.2.	Influence de la température sur les contraintes	
VI.3.	Influence du recuit sur les contraintes de Stoney	
VII. Concl	usion	

Ce chapitre est consacré à l'étude mécanique des couches minces ou en d'autres termes à ce que l'on appelle la mécanique de la rupture. Il se décompose en quatre parties.

La première partie est consacrée à la caractérisation des couches minces de cuivre au MEB (microscope électronique à balayage) afin de visualiser les fissures qui se sont éventuellement créées dans la couche après un cyclage thermique.

La deuxième partie de ce chapitre est consacrée à l'étude du test de traction sous température qui a été utilisé pour la détermination de la contrainte de rupture ou la contrainte « critique » des couches. Pour ensuite passer à la nanoindentation qui nous a permis de calculer le module de Young réduit de la couche mince de cuivre et par la suite de déterminer l'effet de la température sur ce dernier.

Nous présentons ensuite la caractérisation par profilométrie à partir de laquelle on détermine les rayons de courbure de la structure étudiée ce qui permet de calculer les contraintes dans la couche mince.

Ce chapitre se termine par une étude mécanique des couches minces sous le logiciel d'éléments finis COMSOL Multiphysics. Nous commençons par une introduction générale sur le logiciel utilisé. Ensuite, nous présentons la structure étudiée et les résultats obtenus sur les contraintes équivalentes.

#### I. Le recuit

Le recuit d'un matériau correspond à un cycle de chauffage.

Cette technique consiste en une étape de montée graduelle en température pour se stabiliser pendant une heure à la température désirée suivie ensuite d'une étape de refroidissement à température ambiante. Les recuits ont été réalisés pendant une heure avec une rampe de 15°C/min pour chaque échantillon et ensuite une descente en température lente jusqu'à revenir à la température ambiante. (Figure 1)



Figure 1 : Evolution de la température du recuit en fonction du temps

Cette méthode est généralement utilisée en métallurgie avec différents objectifs :

- Adaptation de la taille de grains du métal ;
- Relaxation des contraintes résiduelles ;
- Baisse de la dureté en vue d'un usinage ;
- Obtention de pièces monocristallines de caractéristiques exceptionnelles.

Comme l'objectif de notre travail est l'étude mécanique des couches minces et donc l'étude des contraintes au sein de celles-ci, alors il était indispensable de valider le deuxième point mentionné ci-dessus qui indique qu'après recuit on a élimination des contraintes résiduelles. Ceci fera l'objet du paragraphe VI.3.

#### II. Mécanique de la rupture

Comme son nom l'indique, la mécanique de la rupture concerne une propriété du matériau qui se traduit par sa résistance à la fracture ou aussi ce qui est connu sous le terme de rupture fragile.

Cette rupture peut alors être une rupture complète de la structure ce qui veut dire un arrachement total de la couche de cuivre du substrat ou une rupture due à l'apparition de fissures ou microfissures dans les différentes couches notamment le cuivre qui est la couche conductrice. Il est à noter qu'une fissure peut se propager et créer la rupture complète ou la détérioration des couches.

Une fissure peut se propager selon trois modes différents :

- Le mode I ou mode par ouverture : ce mode correspond à une contrainte de traction normale au plan de fissure.
- Le mode II ou glissement de translation (cisaillement) : dans ce cas, une contrainte de cisaillement agit parallèlement au plan de la fissure mais perpendiculairement au front de fissure.
- Et le mode III ou glissement de rotation (vissage) : comme le mode II, celui-ci se traduit par une contrainte de cisaillement mais celle-ci agit parallèlement à la fois au plan de fissure et à son front.



La figure 2 montre ces différents modes de propagation des fissures.

Figure 2 : Modes de propagation des fissures

Cependant, la propagation d'une fissure peut aussi varier selon le type de matériau étudié : Ainsi, un matériau fragile subit une rupture brutale par la propagation d'une fissure venant déchirer la structure alors qu'un matériau ductile subit une déformation plastique avant de rompre.

Or, comme déjà dit auparavant, les tests de rupture réalisés sont basés sur l'essai de traction qui sera détaillé dans le paragraphe suivant, la fissure se propageant suivant le mode I.

#### III.Essai mécanique de traction

Les essais mécaniques sont des expériences permettant de caractériser les lois de comportement des matériaux afin d'établir une relation entre les contraintes et les déformations de ceux-ci. Parmi ces essais, le test de traction prend une grande importance dans ce travail de thèse.

Cependant, l'essai de traction réalisé est un essai pour les couches minces et donc il est totalement différent de celui de structures massives. Le principe de l'essai de traction des telles structures [1] se fait à l'aide de machines d'une capacité allant de 500 N à 100 kN. Ces machines permettent de réaliser de la traction mais aussi de la compression, de la flexion ou du cisaillement (Figure 3) et leur principe consiste à solliciter une éprouvette en traction dans deux sens jusqu'à rupture (Figure 4) afin de déterminer ses caractéristiques mécaniques telles que la résistance à la traction (Rm), la limite élastique (Re), l'allongement (A%)...



Figure 3 : Essai de traction pour des matériaux massifs



Figure 4 : Exemple d'essai de traction

Cependant, le test de traction à température ambiante (25°C) utilisé pour déterminer l'adhérence des couches minces et qui est utilisé au laboratoire Télécom Claude Chappe consiste à appliquer une force de traction ou d'arrachement mais dans une seule direction. Ainsi, après le dépôt de la couche de cuivre sur le substrat d'alumine, un plot est collé sur la surface de l'échantillon à l'aide d'une colle (Loctite 480 pour les mesures à température ambiante 25°C). Deux types de plots ont été utilisés : des plots d'acier de diamètre 8mm et des plots de téflons/acier de diamètre 4mm (Figure 5).



Figure 5 : Plots utilisés dans l'essai de traction des couches minces (a) formés d'acier et téflon ; (b) formés d'acier

Une fois collé, le plot est ensuite fixé à une tige liée à un support (Figure 6). Le principe de ce test consiste à déposer des masses sur ce support jusqu'à obtenir l'arrachement de la couche de cuivre afin de calculer l'adhérence ou la contrainte de rupture (MPa) selon l'équation suivante :

$$A = \frac{F}{S} \tag{1}$$

Où F représente la force nécessaire à l'arrachement (F = P = m.g) en Newton (N) ; et S représente la section du plot collé en  $mm^2$ .



Figure 6 : Schéma de l'essai de traction



Figure 7 : Test de traction mis en place au sein du laboratoire LT2C

Toutefois, ce banc a été modifié afin de pouvoir réaliser des mesures sous température. Une plaque chauffante associée à une contre-plaque assurant une bonne résistance mécanique et une répartition uniforme de la température permet de chauffer l'échantillon. Cet ensemble est séparé du support au moyen de plots en téflon. Cette plaque chauffante de forme carrée (120 x 120 mm<sup>2</sup>) peut atteindre une température de 300°C mesurée à l'aide d'un thermocouple située sur sa partie gauche (Figure 8 et 9).



Figure 8 : Schéma du test de traction sous température



Figure 9 : Test de traction sous température mis en place au sein du laboratoire LT2C

Cependant, avant la réalisation pratique du test de traction en température, il était important de connaitre l'évolution de la température dans toute la structure et sur les différentes surfaces la constituant. Ce travail a été effectué par B. Danoumbe [2]. La figure 10 montre la structure simulée.



Figure 10 : Structure en simulation 2D axysimétrique [2]

Les simulations à l'aide du logiciel COMSOL ont été faites à 200°C pour étudier le gradient de température sur toute la structure. On constate que la couche de cuivre présente une température uniforme et égale à 200°C. D'autre part, on peut également étudier l'influence de la longueur et de la nature du plot utilisé lors des essais en traction. Ainsi, la figure 10 (b) représente la température sur toute la structure selon l'axe z. Elle correspond à une simulation dont le plot est en acier avec une longueur de 25mm et un diamètre de 6mm.

Deux formes de plot ont été étudiées (Figure 11). La première concerne un plot en acier de section identique sur toute la longueur (forme 1) tandis que le deuxième plot est constitué de deux parties (forme 2). La première qui est en contact avec la couche mince de cuivre est en acier et la deuxième partie du plot est en téflon afin de limiter la diffusion thermique dans le plot.



Figure 11 : Forme et dimensions des plots (forme 1: en acier; forme 2: en téflon et acier)

Les résultats de simulation en transfert thermique montrent l'influence de la forme et de la nature du plot sur la température. En effet, en utilisant un plot en acier (conductivité thermique  $\lambda = 44.5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$  (COMSOL)), on perd environ 10°C entre les bords et le centre de notre échantillon. L'extrémité du plot qui doit recevoir la charge de traction reste audessus de 170°C. Lorsqu'on utilise un matériau moins conducteur thermique, le téflon ( $\lambda = 0.23 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ), nous ne perdons que 2°C environ entre les bords et le centre de l'échantillon tandis que la température à l'extrémité du plot (point A, Figure 10 - a) est à la température ambiante (20°C) quelle que soit la forme du plot.

L'étude d'adhérence par traction a été faite sur des échantillons d'épaisseur 5µm de cuivre, et 20µm. La figure 12 résume les essais réalisés.

Il est à noter que les mesures ont été réalisées sur 15 échantillons pour chacune des températures suivantes :  $25 - 50 - 100 - 130^{\circ}$ C, la colle ne permettant pas de travailler audelà de 130°C.

Les résultats obtenus, contrainte à la rupture  $A = \frac{m.g}{s}$  en fonction de la température, sont donnés à la figure ci-après.



Figure 12 : Contrainte critique (MPa) à l'interface Cuivre/Alumine en fonction de la température (°C)

Cette figure montre une augmentation de l'adhérence du cuivre sur l'alumine en fonction de la température. Ainsi, plus on augmente la température plus on a besoin d'appliquer une force élevée pour obtenir l'arrachement du cuivre.

On trouve un écart-type variant entre 0,01 et 0,1 MPa pour les échantillons formés de 5µm de cuivre et un écart-type de 0,03 à 0,14 MPa pour ceux de 20µm de cuivre. La question qui se pose est alors pourquoi a-t-on besoin d'exercer une contrainte plus élevée pour obtenir l'arrachement lorsque la température augmente? Initialement, on imaginait qu'en augmentant la température, on rendait les couches plus fragiles et donc on obtiendrait une force d'arrachement plus petite, mais il s'avère le contraire.

La rupture ou la détérioration d'une structure peut aussi être due à des fissures qui se propagent sans exercer des contraintes mécaniques externes et qui sont dues à des contraintes environnementales telles les hautes températures. Des couches minces de cuivre ont été caractérisées à l'aide du MEB pour vérifier la présence ou l'absence des fissures pour des températures allant de la température ambiante (25°C) à 250°C.

#### IV. Etude des couches minces

Dans cette partie, nous nous sommes intéressées à la caractérisation des couches minces de cuivre sur de l'alumine.

La première étape de l'étude consiste à étudier la présence ou l'absence de fissures dans les couches minces après avoir subi différents recuits. Cette étude de la présence de fissures a été réalisée au MEB.

La deuxième étape consiste à étudier le type et l'épaisseur de la couche d'oxyde qui se forme sur la couche mince après un recuit. Cette étude a été faite par ellipsométrie.

L'étude du module de Young de la couche de cuivre est ensuite abordée afin de s'assurer des propriétés de la couche mince déposée. Cette étude est réalisée par nanoindentation.

Enfin, la mesure des rayons de courbure des structures réalisées (cuivre / alumine) est faite à l'aide du profilomètre afin d'étudier l'évolution des contraintes dans les couches à l'aide de la formule de Stoney.

#### **IV.1. Caractérisation par MEB**

Comme dit auparavant, des couches de 5µm de cuivre ont été déposées en pleine plaque sur des substrats d'alumine. Un échantillon a été gardé à 25°C comme échantillon « témoin », alors que les autres ont été recuits à 100, 130 et 250°C dans un four « Nabertherm ».

Les figures suivantes montrent les résultats MEB pour l'échantillon témoin (25°C) et pour des recuits à 100 et 250°C.



Figure 14 : Image MEB d'une couche mince de cuivre à 25°C



Figure 15 : Image MEB d'une couche mince de cuivre après un recuit à 100°C



Figure 16 : Image MEB d'une couche mince de cuivre après un recuit à 250°C

Ces figures obtenues au MEB montrent bien l'absence de fissures dans la couche de cuivre pour les différentes températures d'études. Les déformations présentes sur les images sont des marques de poussières. Mais il est à noter qu'une augmentation des dimensions des grains de cuivre est observée avec l'élévation de la température. Ceci a été étudié et montré par Arnaud et Barbery [4] en 1991 qui ont réalisé une étude concernant l'effet thermique sur le cuivre et ses alliages. Ils ont remarqué que plus la température de recuit du cuivre était élevée plus les dimensions de ses grains sont importantes. (Figure 17)



en fonction de la température de recuit [3]

Par contre, on observe un changement de couleur des couches de cuivre en fonction de la température de recuit : ainsi, l'échantillon gardé à température ambiante et celui recuit à 100°C ont la même couleur alors que le changement de couleur apparait pour les autres échantillons : l'échantillon recuit à 130°C change de couleur et passe à une couleur rosâtre et celui recuit à 250°C passe à une couleur noirâtre. Ce changement de couleur est dû à l'oxydation de la couche de cuivre. Pour cela, la surface de ces échantillons a été également étudiée par ellipsométrie afin de déterminer le type et l'épaisseur de l'oxyde qui s'est créé dans la couche de cuivre, d'où l'objet du paragraphe suivant.

#### IV.2. Caractérisation par ellipsométrie

La caractérisation par ellipsométrie a été utilisée dans le but de repérer le type et l'épaisseur de la couche oxydée qui apparait pour les températures élevées.

En effet, comme tout matériau, une fois mis en contact avec un excès d'oxygène, le cuivre s'oxyde et passe à un état d'oxydation. Les composés du cuivre présentent quatre états d'oxydation :

• Le cuivre (I) : c'est l'oxyde de cuivre de symbole chimique Cu<sub>2</sub>O qui est d'une couleur rougeâtre.

- Le cuivre (II) : cette catégorie enferme généralement le carbonate de cuivre II, le sulfate de cuivre II, l'hydroxyde de cuivre II... Tous ces composés sont caractérisés par leur couleur bleu verdâtre.
- Le cuivre (III) : on les trouve généralement dans les supraconducteurs et ses composés sont d'une couleur bleu pale. (exemple : Cu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)
- Le cuivre (IV) : tels que  $CuF_6^{2-}$  mais cet état d'oxydation est très rare.

Ainsi, les échantillons recuits à 130°C ont changé de couleur vers le rougeâtre cela implique alors la constitution d'une couche d'oxyde de cuivre. Ce qui a été validé en ellipsométrie.

Cependant, les échantillons recuits à 250°C sont passés par une couleur noirâtre avec une épaisseur importante par rapport à la couche d'oxyde de cuivre qui apparait à 130°C. Mais vu le nombre limité d'oxydes que l'ellipsométrie permet de détecter, on n'a pas pu déterminer le type d'oxyde qui y est présent.

Une caractérisation mécanique a été réalisée pour des échantillons après recuit afin d'évaluer l'évolution des contraintes et du module de Young des couches minces mises en jeu. Cela fera l'objet du paragraphe suivant.

#### IV.3. Caractérisation par nanoindentation

Ce type de caractérisation que nous avons présenté au chapitre 2 permet de calculer le module de Young réduit de la couche mince déposée sur le substrat. Ce type de caractérisation permet de s'assurer que la couche mince déposée a le même module de Young que celui présenté dans la bibliographie.

Pour cette étude, des motifs ont été réalisés en salle blanche : une couche de cuivre a été déposée sur un substrat d'alumine de diamètre 5cm et différents motifs ont été gravés (cercle, ligne, rectangle...). De même, des dépôts de cuivre en pleine plaque ont été réalisés. Le module de Young de ces deux types de dispositifs a été mesuré pour s'assurer que les solutions utilisées lors de la gravure n'affectent pas les propriétés de la couche mince de cuivre.



Figure 18 : Motifs réalisés pour les mesures de nanoindentation

Une série de mesure a été conduite sur différents échantillons et en appliquant différentes forces. Cependant, il était indispensable de mesurer le module de Young d'un étalon de cuivre qui a un module de Young réduit de 130 GPa dans le but de calibrer le nanoindenteur. La figure 19 résume les résultats obtenus sur les couches minces de cuivre déposées sur un substrat d'alumine.



Figure 19 : Module de Young réduit d'un étalon en fonction de la force appliquée

On constate que pour toute force comprise entre 50mN et 200mN, la valeur du module de Young réduit trouvée est presque la même que celle trouvée dans la littérature (130GPa). Pour les forces qui sont au-delà de 200mN, le module de Young diminue. Ceci est dû à l'influence du module de Young du substrat puisque pour un tel type de nanoindenteur il faut que la pointe ne pénètre pas de plus que 10% dans l'épaisseur de la couche mince.

Pour cela, on choisit de travailler dans cette gamme de force (50mN < F < 200mN) afin de n'étudier que le module de Young réduit de notre couche mince de cuivre et d'éliminer l'influence du substrat.

En choisissant une force de 50mN, la figure 20 montre les résultats trouvés sur 5 échantillons identiques.



Figure 20 : Module de Young réduit (GPa) du cuivre pour une force de 50mN

La figure 20 montre que le module de Young de la couche mince de cuivre de 5µm a un module de Young réduit qui est égal en moyenne à 120 GPa. Ce qui est une valeur très proche de celle trouvée en littérature (~130 GPa) [5].

De ce fait, nous en déduisons que les couches minces de cuivre déposées au sein du laboratoire LT2C sont des couches identiques à celles étudiés en littérature.

#### IV.4. Caractérisation au profilomètre

La caractérisation au profilomètre a été réalisée sur 6 échantillons avant recuit puis après différentes températures de recuit afin d'étudier l'évolution des contraintes dans les couches minces.

Pour cela, trois recuits à 200°C ont été effectués et après chaque recuit, des mesures du rayon de courbure des structures, à l'aide d'un profilomètre ont été réalisées afin de calculer les contraintes d'après l'équation de Stoney expliquée au chapitre 2.

Avant tout dépôt et recuit, les substrats d'alumine ont été caractérisé au profilomètre afin de mesurer leur rayon de courbure (rayon de courbure de référence,  $R_0$ ).

Les contraintes résiduelles sont calculées en utilisant la formule de Stoney :

$$\sigma = \frac{1}{6} \frac{E_s}{1 - v_s} \frac{d_s^2}{d_f} \left( \frac{1}{R} - \frac{1}{R_0} \right)$$
(2)

Avec :

E<sub>s</sub> le module de Young du substrat (390 GPa) ;
v<sub>s</sub> le coefficient de Poisson du substrat (0,25) ;
d<sub>f</sub> l'épaisseur du film déposé (5μm) ;
d<sub>s</sub> l'épaisseur du substrat (635μm) ;
R le rayon de courbure de l'ensemble substrat/film après dépôt ;
R<sub>0</sub> le rayon de courbure avant dépôt.



Figure 21 : Les contraintes résiduelles dans la couche mince de cuivre

Cette figure montre une augmentation des contraintes résiduelles après le premier recuit à 200°C par rapport aux contraintes après dépôt. Ainsi, pour l'échantillon 5 par exemple, les contraintes de Stoney passent de 103 MPa après le dépôt de la couche mince jusqu'à 160 MPa après le recuit.

D'autre part, le premier recuit permet notamment d'éliminer ou réduire les contraintes résiduelles du métal liées à une action antérieure (déformation, soudure, etc.) ou un traitement thermique antérieur [6]. Cette hypothèse n'a pas pu être validée expérimentalement vu les incertitudes des mesures de rayon de courbure (12%). Mais elle sera validée plus tard par une simulation sous COMSOL.

En conclusion, la caractérisation des couches minces de cuivre à l'aide du MEB indique l'absence des fissures après des recuits allant jusqu'à 250°C. La caractérisation par ellipsométrie montre la présence d'une couche d'oxyde de cuivre après un recuit de la couche mince à 130°C. D'autre part, la caractérisation par nanoindentation indique que la couche mince déposée a le même module de Young que celui présenté dans la bibliographie. Enfin, la caractérisation au profilomètre indique une augmentation des contraintes de Stoney après le 1<sup>er</sup> recuit des couches minces. De ce fait, nous en déduisons que les couches minces déposées au sein du laboratoire LT2C sont des couches identiques à celles étudiées en littérature et elles adhèrent au substrat pour des températures allant jusqu'à 250°C.

Dans ce contexte d'étude, et avant de commencer l'étude des composants en température, il est indispensable d'étudier l'effet thermique sur l'évolution des contraintes dans les couches minces de cuivre dans le but de déterminer le point de détérioration du matériau et par la suite de la structure entière.

La partie suivante du chapitre sera consacrée à l'étude mécanique des couches minces sous le logiciel COMSOL Multiphysics afin de déterminer l'évolution des contraintes de Von Mises dans la couche mince de cuivre et de prédire l'endommagement de la structure.

#### V. Etude des contraintes sous COMSOL Multiphysics

Dans ce paragraphe, nous commençons tout d'abord par une introduction générale sur le logiciel COMSOL Multiphysic. Ensuite, nous décrirons la structure étudiée afin de prédire le comportement des couches minces de cuivre sur l'alumine. Ensuite, nous montrons l'effet de la température sur les contraintes équivalentes de Von Mises, pour enfin terminer par l'étude de l'influence du recuit sur les contraintes.

#### V.1. Présentation de COMSOL

Le logiciel COMSOL [7] est un ensemble de modules dédiés à la simulation de tout phénomène physique. Il offre de nombreuses facilités permettant l'utilisation des outils et des commandes qui aident à la simulation et à l'analyse.

Le logiciel Comsol, anciennement appelé FEMLAB, est avant tout un outil de résolution d'équations aux dérivées partielles par éléments finis. Sa particularité est de disposer d'une base de données d'équations permettant de modéliser différents phénomènes physiques, comme le transfert de chaleur, l'électrostatique, l'écoulement de fluides ou encore la déformation des matériaux...

Ainsi, le champ d'application couvert est extrêmement vaste du macroscopique vers le microscopique.

Comsol Multiphysics constitue un ensemble complet de simulation : applications prédéfinies ou non, avec un maillage automatique de la géométrie en triangles ou en tétraèdres pour la discrétisation de l'espace, un solveur et un outil de post-traitement. L'utilisateur peut ajouter si nécessaire des modules spécialisés et des ensembles complets d'équations et des conditions aux limites spécifiques.

Ce logiciel est multiplateforme (Windows, Mac, Linux). Il peut être couplé avec différents logiciels de CAO. En plus des phénomènes physiques précités, COMSOL Multiphysics autorise l'utilisateur à définir ses propres systèmes d'équations aux dérivées partielles (EDP), sous forme différentielle. Les couplages avec des équations aux dérivées ordinaires (EDO) et des équations algébro-différentiels (EAD) sont également possibles.

La résolution d'un problème à l'aide de COMSOL suit la succession logique des étapes suivantes :

- 1. Création de la géométrie ;
- Définition des propriétés physiques des matériaux intervenant dans les équations aux dérivées partielles ;
- 3. Définition des conditions aux limites ;
- 4. Choix du Maillage;
- 5. Résolution numérique ;
- 6. Visualisation des résultats.

Dans notre cas, ces étapes de calcul s'effectuent indépendamment, suivant le diagramme représenté dans la figure 22.



Figure 22 : Diagramme de simulation utilisé sous COMSOL 4.4

Le module thermique choisi est le « heat transfer in solids ». Il est basé sur l'équation suivante :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} - \nabla (k \nabla T) = Q$$
(3)

Où : ρ représente la densité (kg.m<sup>-3</sup>) ; C<sub>p</sub> la capacité thermique (J/(kg.K)) ; T la température (K) ; t le temps (s) ; k la conductivité thermique (W/(m.K)) ; Q la quantité de chaleur dissipée (J).

Le second module choisi est le module mécanique « structural mechanics » qui est basé sur les équations suivantes :

$$\sigma = D\varepsilon_{el} + \sigma_0 = D(\varepsilon - \varepsilon_{th} - \varepsilon_0) + \sigma_0 \tag{4}$$

Et :

$$\varepsilon_{th} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{x} \\ \varepsilon_{y} \\ \varepsilon_{z} \\ \gamma_{xy} \\ \gamma_{yz} \\ \gamma_{yz} \\ \gamma_{xz} \end{bmatrix}_{th} = \alpha_{vec} (T - T_{ref})$$
(5)

Où :  $\sigma$  représente le vecteur contrainte (Pa) ; D la matrice d'élasticité ;  $\epsilon_x$ ,  $\epsilon_y$ ,  $\epsilon_z$ ,  $\gamma_{xy}$ ,  $\gamma_{yz}$ ,  $\gamma_{xz}$  sont les composantes de la contrainte (Pa) ;  $\alpha_{vec}$  le coefficient de dilatation thermique (1/K) ; T la température d'étude (K) ; T<sub>ref</sub> la température de référence (K).

#### V.2. Présentation de la structure étudiée

Dans ce paragraphe, nous décrivons la structure qui a été simulée et étudiée sous COMSOL et également réalisée au sein du laboratoire LT2C : elle est constituée d'une couche mince de cuivre pleine plaque (épaisseur 5µm) déposée sur un substrat d'alumine (5000µm x 2500µm) d'épaisseur de 635µm (Figure 23). En simulation, le substrat a été défini de façon à ne présenter aucune rugosité et un rayon de courbure infini représentant une surface plane.



Figure 23 : Représentation de la structure étudiée

En plus de la représentation de la structure, les modules de simulation utilisés sont le transfert de chaleur (Heat Transfer) et le module de la mécanique de structure dans les solides (Structural Mechanics) qui seront couplés à travers le module « Multiphysics » dans le logiciel COMSOL. D'autre part, il faut également renseigner les paramètres et les caractéristiques de chacun des matériaux.

De même, le maillage est choisi selon les dimensions de la géométrie étudiée (Figure 24). On peut alors démarrer la simulation.



Figure 24 : Maillage tétrahédrique sous COMSOL

#### VI. Résultats de Simulation

#### VI.1. Influence de l'épaisseur de cuivre sur l'Alumine :

Dans ce paragraphe, nous abordons l'étude de l'influence de l'épaisseur de la couche mince de cuivre déposée sur un substrat d'alumine avec les dimensions précisées au paragraphe précédent.

La figure 25 représente les contraintes équivalentes, Von Mises Stress (VMS), simulées sous COMSOL pour différentes épaisseurs de cuivre (5 à 50  $\mu$ m) à température ambiante (25°C). Ces contraintes sont données par la formule suivante :

$$\sigma_{VMS} = \sqrt{\frac{(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + (\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + (\sigma_{11} - \sigma_{33})^2 + 6(\sigma_{12}^2 + \sigma_{23}^2 + \sigma_{31}^2)}{2}}$$
(6)

Où  $\sigma_{ij}$  représente les différents paramètres de la matrice des tenseurs de contrainte.





Figure 25 : Les contraintes équivalentes (VMS) (MPa) à température ambiante en fonction de l'épaisseur du cuivre (µm)

D'après la figure 25, nous remarquons que les contraintes Von Mises augmentent avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche de cuivre. Ainsi, on remarque que ces contraintes croissent linéairement de 2MPa pour 5µm de cuivre jusqu'à 15MPa pour une épaisseur de 50µm de cuivre.

Cette augmentation des contraintes en fonction de l'épaisseur du cuivre a été étudiée par Abermann et al. [8]. Thurner et Abermann ont étudié l'évolution des contraintes intrinsèques dans des couches minces de Chrome (Cr) qui ont été déposées par évaporation thermique sur une poutre de flexion. En mesurant la flexion pendant le dépôt et en utilisant l'équation de Stoney, la contrainte moyenne du film a été obtenue. Les résultats sont montrés figure 26. Pour trois températures de dépôt différents, 300 K, 473 K et 573 K, la force par unité de largeur est représentée en fonction de l'épaisseur du film. On remarque alors que pour 300 K (27°C ~température ambiante) cette force augmente linéairement de 0 N/m jusqu'à 140 N/m pour des épaisseurs de 0 nm jusqu'à 100 nm.



Figure 26 : Force par unité de largeur dans les films Cr déposés à différentes températures en fonction de leur épaisseur. [8]

Ainsi, cela corrobore les résultats obtenus par simulation sur les couches minces de cuivre déposées sur un substrat d'alumine.

#### VI.2. Influence de la température sur les contraintes

Cette structure déjà simulée auparavant pour l'étude de l'influence de l'épaisseur du cuivre sur les contraintes a été aussi simulée pour l'étude de l'influence de la température sur les contraintes.

La figure 27 résume les résultats trouvés pour les contraintes équivalentes de Von Mises, la limite d'élasticité de la couche mince de cuivre (Re) et la limite de plasticité (UTS) :



Figure 27 : L'influence de la température sur les contraintes Von Mises, limite élastique et Ultimate Tensile Strength pour différentes épaisseurs du cuivre

Cette figure valide l'hypothèse déduite de la théorie et qui exprime que les contraintes augmentent avec la température : Pour un  $\Delta T$  positif, les contraintes thermiques augmentent. Ainsi, pour une couche mince de cuivre de 5 µm, en passant de 100°C à 250°C ( $\Delta T = 250 - 100 = 150$ ), Von Mises Stress passe de 50 MPa à 150 MPa (point A  $\rightarrow$  point B). Ceci est dû à l'augmentation des contraintes thermiques dans la couche. Ces contraintes thermiques ont été expliquées au chapitre 2.

Cependant, on remarque que lorsque l'épaisseur de la couche de cuivre augmente, les contraintes augmentent aussi et cela a été vérifié auparavant (paragraphe VI.1). Ainsi, pour une température de 150°C par exemple (points M et N), les contraintes de Von Mises sont égales à 100 MPa pour une épaisseur de 5  $\mu$ m de la couche mince de cuivre ; tandis qu'elles sont égales à 150 MPa pour une couche mince de cuivre de 30  $\mu$ m d'épaisseur.

D'autre part, il est remarquable que l'apparition de fissures ou la rupture de la couche de cuivre s'effectue pour une température de plus en plus faible lorsque l'on augmente l'épaisseur du cuivre. Ainsi, une couche mince de cuivre de 5 µm dépasse son état plastique au-delà de 250°C (point B), les contraintes de Von Mises ayant dépassées la limite de plasticité (UTS) (point C). Tandis qu'une couche de cuivre de 30 µm dépasse son état plastique au-delà de 200°C. De ce fait, il faudra vérifier que les contraintes dans la structure ne soient pas trop proches de la valeur seuil de la contrainte de limite d'élasticité, pour laquelle le cuivre passe de son état élastique à son état plastique indiquant la possibilité

d'avoir des fissures. Pour cela, et comme nous nous sommes intéressés aux couches de cuivre d'épaisseur 5  $\mu$ m, nous retiendrons qu'à partir de 150°C, la couche mince de cuivre passe à un état plastique et qu'au-delà de 250°C celle-ci dépasse son état plastique. On peut ainsi avoir l'apparition de fissures, voire la rupture de la couche de cuivre.

Toutes ces courbes représentent les contraintes équivalentes de Von Mises ou autrement dit les contraintes globales dans toute la structure. Cependant, ces contraintes ne peuvent pas être mesurées expérimentalement mais elles sont utiles dans l'étude de l'apparition des fissures dans les couches de cuivre qui peuvent engendrer la détérioration de la structure.

#### VI.3. Influence du recuit sur les contraintes de Stoney

Après avoir étudié l'influence de la température sur les contraintes, il est indispensable d'étudier l'influence du recuit ou du cyclage thermique sur les contraintes équivalentes de Von Mises.

Pour cela, on simule la même structure pour 4 cycles thermiques successifs : le premier cycle est celui du dépôt. Cela consiste à chauffer la structure jusqu'à 100°C qui correspond sensiblement à la température du substrat pendant le dépôt. Alors que les autres cycles consistent à chauffer la structure (substrat + couche mince de cuivre) jusqu'à 200°C puis un refroidissement jusqu'à l'ambiante est effectué. (Figure 28)



Figure 28 : Représentation du premier et deuxième cycle thermique

La figure 29 résume les résultats de simulation obtenus. Il s'agit de la contrainte de Von Mises simulées sur toute la longueur du substrat (5cm).



Figure 29 : L'influence du nombre de recuit sur les contraintes équivalentes VMS (MPa)

On observe que les contraintes se stabilisent après le premier cycle thermique. Ainsi quel que soit le nombre de cycles thermiques que la structure subit les contraintes équivalentes de Von Mises gardent la même valeur que celle trouvée après le premier cycle (à condition de ne pas dépasser la température maximale du premier recuit). Ceci montre bien l'élimination de la variation des contraintes résiduelles dans la couche mince après recuit. Ce résultat de simulation corrobore les résultats trouvés expérimentalement en utilisant la formule de Stoney.

#### **VII.** Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons défini la mécanique de rupture des matériaux tout en abordant le sujet des fissures et de leur propagation. Ensuite, nous nous sommes intéressés à l'essai mécanique de traction qui nous permet de mesurer la contrainte critique à l'interface de nos couches (Cuivre/Alumine). Nous avons tout d'abord décrit le banc expérimental de traction utilisé au laboratoire LT2C sous température. Les résultats acquis nous ont permis de conclure que la contrainte critique augmente avec l'augmentation de la température, puisque les contraintes deviennent plus compressives dans la couche mince ce qui demande plus de forces pour l'arrachement de la couche mince de cuivre.

D'autre part, des échantillons ont été observés au MEB afin d'étudier la présence des fissures et leur évolution en fonction de la température. Aucun indice de fissure n'a été remarqué mais une croissance des grains de cuivre due au recuit a été observée pour une température de 200°C.

On note également un changement de couleur de la couche de cuivre au-delà de 100°C dû à l'oxydation de cette couche ; l'étude par ellipsométrie ne nous a pas permis de déterminer la nature de la couche oxydée.

Ensuite, une caractérisation par nanoindentation a été conduite afin de déterminer le module de Young réduit du cuivre. La mesure du rayon de courbure de l'échantillon après chaque recuit permet de déterminer les contraintes résiduelles dans la couche mince (formule de Stoney). Cette caractérisation nous a permis de valider le fait que les contraintes résiduelles sont éliminées après le premier recuit et que peu importe le nombre de recuits réalisés ultérieurement les contraintes restent identiques.

D'autre part, nous nous sommes intéressés à l'étude des contraintes dans la couche mince sous COMSOL Multiphysics. Les résultats obtenus nous permettent de déduire que plus l'épaisseur du cuivre augmente sur un substrat d'alumine plus les contraintes de Von Mises Cu/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> augmentent. De même plus la température augmente plus ces contraintes (Von Mises) augmentent. Lorsque Von Mises dépasse la limite de plasticité (UTS), nous arrivons au point de rupture ou de décollement du cuivre. Ainsi, pour une épaisseur de 5µm de cuivre, l'apparition de fissures ou le décollement de la couche mince peut avoir lieu pour des températures supérieures à 250°C.

Enfin, l'influence du nombre de recuits ou de cycles thermiques sur les contraintes équivalentes de Von Mises a été étudiée afin de valider que pour une même température de recuit seul le premier recuit conditionne l'amplitude des contraintes de Von Mises. Ainsi, le nombre de recuits (à une même température) que la structure subit n'a aucun effet sur les contraintes.

Ayant validé expérimentalement et par simulation qu'une couche mince de cuivre de 5 µm d'épaisseur peut rester adhérente jusqu'à 250°C, le chapitre suivant fera l'objet de l'étude des composants après recuit et sous température afin de vérifier leur bon fonctionnement.

### Références

- 1. Hill, P.H.W., *Transistors*, in *Traité de l'électronique analogique et numérique [« The Art of Electronics »]* 1996.
- 2. Danoumbé, B., *Etude des contraintes des couches minces de cuivre en fonction de la température.* 2013.
- 3. Mittal, E.K., *Stresses in thin films*. Adhesion Aspects of Thin Films: Volume 1, 2001. 1: p. 1.
- 4. BARBERY, J., *Traitements thermiques du cuivre et de ses alliages*. Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques, 1991(M1295): p. M1295. 1-M1295. 21.
- 5. Ashby, M.F., D.R.H. Jones, and Y. Brechet, *Matériaux*1991: Dunod.
- 6. l'acier, F.f.d.; Available from: <u>http://www.ats-ffa.org/fiches/traitements\_thermiques.htm</u>.
- 7. COMSOL. Available from: <u>http://www.comsol.com/</u>.
- 8. Thurner, G. and R. Abermann, *Internal stress and structure of ultrahigh vacuum evaporated chromium and iron films and their dependence on substrate temperature and oxygen partial pressure during deposition*. Thin Solid Films, 1990. **192**(2): p. 277-285.

# Chapitre 4 Etude Electrique des Composants Planaires

## SOMMAIRE

I. Descr	iption des appareils de mesures	
I.1.	Description du LCRmètre	
I.1.1	. Constitution du LCRmètre	
I.1.2	. Erreurs	109
I.2.	Description de l'impédancemètre	
I.2.1	. Constitution de l'impédancemètre Agilent 4292A	
I.2.2	. Principales caractéristiques de l'impédancemètre	110
I.2.3	. Erreurs et compensation (calibrage)	112
II. Dispo	sitifs de STMicroelectronics	
II.1.	Présentation des composants	
II.2.	Résultats avant recuit	
II.3.	Résultats à température ambiante après recuit	
III. Dispo	ositifs réalisés au LT2C	
III.1.	Présentation des composants	
III.2.	Résultats avant recuit à température ambiante	
III.3.	Résultats en haute température	
IV. Conc	lusion	

Dans le chapitre précédent, nous avons étudié les caractéristiques mécaniques des couches minces de cuivre sur un substrat d'alumine en fonction de la température. La problématique était d'éviter la détérioration des couches. On avait pensé tout d'abord que plus la température augmente, plus la dilatation des couches est différente et plus il y aura des risques d'endommagement de la couche mince de cuivre. Ce qui n'est pas vrai puisqu'on a remarqué que plus la température augmente (dans une certaine limite) plus l'adhérence entre cuivre et alumine sera grande (la limite n'étant cependant pas déterminée). Aucun indice de fissure n'a été remarqué après le recuit de la structure cuivre / alumine mais une croissance des grains de cuivre due au recuit a été observée pour une température de 200°C. D'autre part, des simulations sous le logiciel COMSOL ont été lancées pour étudier l'évolution des contraintes de Von Mises dans la couche mince de cuivre en fonction de la température. On a constaté que la couche mince de cuivre de 5 µm d'épaisseur (l'épaisseur la plus classique, utilisée pour la réalisation des composants passifs au laboratoire LT2C) tient pour des températures allant jusqu'à 250°C, où elle dépasse son état plastique et met en question l'apparition de fissures et par la suite son endommagement.

Ce chapitre a pour objectif d'étudier le comportement électrique de composants en fonction de la température dans le but d'aller vers des composants qui fonctionnent à 250°C. Pour cela, des études ont été faites sur des composants de la société STMicroelectronics en premier lieu et ensuite sur des composants réalisés au sein du laboratoire Télécom Claude Chappe afin d'étudier l'évolution de l'inductance et de la résistance des enroulements en fonction de la température.

Ainsi, dans une première étape, une description des appareils de mesure utilisés (LRCmètre, impédancemètre) sera tout d'abord abordée. Ensuite, nous passerons à la partie résultats qui sera divisée en deux sections : la première se rattache à l'étude des composants de la société STMicroelectronics et la seconde concernera l'étude des composants réalisés au laboratoire LT2C.

#### I. Description des appareils de mesures

#### I.1. Description du LCRmètre

Un LCRmètre est un appareil de mesure utilisé dans la caractérisation des dispositifs et des composants électroniques dans le domaine des basses fréquences (< quelques MHz).
#### I.1.1. Constitution du LCRmètre

Le LCRmètre 4284 A (20 Hz – 1 MHz) [1] est composé de trois blocs qui sont définis sur le schéma fonctionnel de la figure 1 :

- Le premier bloc est un générateur/oscillateur qui permet d'exciter le dispositif à caractériser (DST).
- Le deuxième bloc est constitué du dispositif ainsi que des câbles et pointes permettant de relier le DST au générateur/oscillateur.
- Le dernier bloc est le pont auto-équilibré qui permet d'imposer une masse virtuelle pour la mesure vectorielle des grandeurs V et I.



Figure 1 : Schéma fonctionnel d'un LCRmètre [1]

La méthode de mesure est basée sur la technique du « pont auto-équilibré ». Le schéma de principe de la méthode du pont auto-équilibré est présenté sur la figure 2. L'amplificateur contre-réactionné utilisé permet de maintenir le potentiel au point L proche de zéro Volt, créant ainsi une masse virtuelle. De ce fait et à l'équilibre on obtient la relation suivante :

$$\frac{\underline{V_1}}{\underline{Z}_{DST}} + \frac{\underline{V_2}}{R} = 0 \tag{1}$$

A partir de cette équation on obtient alors l'impédance du DST :

$$\underline{Z}_{DST} = \frac{-\underline{V}_1 R}{\underline{V}_2} \tag{2}$$



Figure 2 : Schéma du pont auto-équilibré

#### I.1.2. Erreurs

Lors de l'utilisation du LCRmètre, plusieurs erreurs peuvent altérer la mesure. Afin de minimiser les erreurs, une compensation est nécessaire. Sur le LCRmètre, trois standards sont disponibles :

- Open : Permet de supprimer les parasites en parallèle avec le dispositif sous test (ex : réduire la conductance en parallèle avec le DST).
- Short : Permet de supprimer les impédances résiduelles en série avec le DST.
- Load : Permet de supprimer les erreurs dues à la réflexion dans les câbles. Cette correction est souvent utilisée pour des structures complexes.

Les dispositifs qui ont été mesurés à l'aide du LCRmètre sont des dispositifs à « forte résistance » (quelques centaines d'Ohms). L'erreur due à la résistance de contact est négligeable, l'incertitude provient de l'appareillage (4% de la mesure). Le calcul d'incertitude sur la valeur de L pour les conditions de mesure (fréquence, valeur mesurée, tension...) conduit à une incertitude de 4% de la mesure.

## I.2. Description de l'impédancemètre

## I.2.1. Constitution de l'impédancemètre Agilent 4292A

Le circuit de mesure d'un impédancemètre est fonctionnellement divisé en trois blocs : bloc source générant le signal, bloc pont auto équilibré et bloc de mesure vectorielle (Figure 3) [2, 3].

Le bloc source génère un signal de test variable appliqué au dispositif inconnu. La fréquence du signal de test varie de 40 Hz à 110 MHz avec une résolution maximale de 1mHz. Le niveau du signal de sortie (variable de 5 mV à 1 V) est réglé à l'aide d'un atténuateur. En plus de la génération du signal de test appliqué

au DST, les signaux de référence interne utilisés sont également générés dans ce bloc.

- Le pont auto balancé équilibre le courant traversant la résistance à celui du DST afin de maintenir un potentiel nul à la borne basse L<sub>P</sub>. Le détecteur D détecte le potentiel sur la borne basse et contrôle à la fois l'amplitude et la phase à la sortie du modulateur, de sorte que le potentiel détecté s'annule. Cette opération d'équilibrage est effectuée automatiquement sur la gamme de fréquence de 40 Hz à 110 MHz.
- Le bloc « détection du rapport vectoriel » mesure la tension aux bornes du DST et celle aux bornes de la résistance étalon placée en série. Un traitement numérique permet d'obtenir le module et la phase, et détermine ainsi la partie réelle et imaginaire de l'impédance. De ce fait on peut déterminer l'impédance du DST, étant donné que la valeur de la résistance étalon est connue.



Figure 3 : Schéma simplifié du bloc analogique de l'impédancemètre Agilent 4294A [2, 3]

## I.2.2. Principales caractéristiques de l'impédancemètre

Les principales caractéristiques de l'appareil sont résumées dans tableau 1 suivant:

Gamme de fréquence	40Hz à 110MHz, avec une résolution de 1mHz
Précision sur l'impédance	±0,08%.
Précision sur le facteur de qualité Q	±3% (typique) @ Q=100, £10MHz
Gamme d'impédance	$3m\Omega$ to $500M\Omega$
Mesure /Affichage du résultat	En continu /coordonnées cartésiennes.
Nombre de point par balayage	2 à 801 points
Paramètres mesurés	Z ,  Y , θ, R, X, G, B, L, C, D, Q
Principe /Méthode de mesure	-Mesure courant-tension I-V/
	-Pont auto équilibré (ABB)
Types de mesure	-Mesure en transmission 4TP (Standard)
	-Mesure un port APC-7 avec HP 42942A
	-Sonde de mesure d'impédance un port avec HP
	42941A

Tableau 1 :	Principales	caractéristiques	de l'impé	dancemètre	4292A[4]
-------------	-------------	------------------	-----------	------------	----------

L'impédancemètre 4294A est un appareil très précis qui permet d'effectuer des mesures dans une gamme de fréquence allant de 40Hz à 110MHz. Il fournit une précision basique de 0,08%. Contrairement au LRC mètre, l'analyseur d'impédance délivre les résultats en continu sur une gamme de fréquence donnée. Ces résultats sont obtenus sous forme complexe (parties réelle et imaginaire).

Le banc complet est illustré par la figure 4 ci-après. Il est équipé de l'impédancemètre Agilent 4294A, d'une station sous pointes, des sondes et des standards d'étalonnage fournis par Cascade Microtech. Le chuck sur lequel les composants sont placés est un chuck chauffant qui peut atteindre 200°C. Les pointes utilisées pour les mesures sont des pointes RF pouvant supporter 200°C.



Figure 4 : Le banc de l'impédancemètre Agilent 4294A

#### I.2.3. Erreurs et compensation (calibrage)

Afin de réduire les effets des sources d'erreur existantes entre le DST et le "Plan d'étalonnage" de l'instrument, on effectue une compensation ou un calibrage pour éliminer les erreurs du système de mesure à l'aide de standards de calibrage. Il existe deux types de compensation :

- une compensation Open/Short pour éliminer les effets résiduels simples de fixation;
- une compensation Open/Short/Load qui permet d'éliminer les effets résiduels complexes de fixation et de corriger les erreurs de déphasage.

Seuls les composants « faible résistance » ont été caractérisés à l'aide de l'impédancemètre avec des sondes RF qui pénètrent dans le matériau conducteur (contrairement aux sondes BF dont la pénétration est très faible). Les résistances de contact sont estimées à quelques centièmes d'Ohms, l'incertitude provient alors essentiellement de l'opérateur (calibrage...). Le calcul d'incertitude sur la valeur de L pour les conditions de mesure (fréquence, valeur mesurée, tension...) conduit à une incertitude de 4% de la mesure.

## II. Dispositifs de STMicroelectronics

Ce travail s'inscrit dans le cadre du projet européen Catrene Euripides THOR.

Dans ce paragraphe, nous nous intéressons aux composants réalisés par la société STMicroelectronics, notamment les transformateurs à air. Ceci dans le but de vérifier leur fonctionnement en haute température (en particulier de tester l'empilement cuivre / silicium jusqu'à 200°C).

## II.1. Présentation des composants

Les composants STMicroelectronics mesurés sont représentés sur la figure 5. Ces composants sont des transformateurs formés de spires carrées. Ils sont constitués d'un substrat silicium et d'une couche métallique de cuivre patternée suivant les dimensions mentionnées au tableau 2.



Figure 26 : Empilement de couches à partir desquelles sont formés les composants STMicroelectronics

Substrat de Silicium

Tableau 2	2:	Caractéristiques	dimensionnelles de	es composants	<b>STMicroelectronics</b>

Largeur de la spire :	Espacement entre les	Diamètre interne :	Nombre de spires :
W (µm)	spires (S)	D <sub>i</sub> (µm)	Ν
10	30	300	70

A partir des formules analytiques, on peut déterminer les valeurs théoriques de R<sub>DC</sub> et de L :

$$R_{DC} = \rho \frac{L}{S} \tag{3}$$

 $\Rightarrow R_{DC} = 210 \Omega$ 

La formule de Wheeler donne la valeur de l'inductance L en fonction des dimensions géométriques d'une inductance à air :

$$L_{Wheeler} = K_1 \mu_0 \frac{N^2 D_{moy}}{1 + K_2 X} \tag{4}$$

Où :  $K_1$  et  $K_2$  sont des coefficients donnés par Wheeler tel que  $K_1 = 2,34$  et  $K_2 = 2,75$  pour des inductances carrées ;

 $\mu_0$  est la perméabilité du matériau ;

$$D_{moy} = \frac{D_{out} + D_{in}}{2}$$
$$X = \frac{D_{out} - D_{in}}{D_{out} + D_{in}}$$

A partir de ces équations et des dimensions du transformateur, on peut calculer la valeur de l'inductance du primaire et on obtient :  $L = 7,2 \mu H$ 

#### II.2. Résultats avant recuit

Cinq échantillons ont été mesurés pour une fréquence de fonctionnement de 500kHz avant qu'un recuit ou un cyclage thermique ne soit effectué. Nous avons obtenu les valeurs d'inductance et de résistance suivantes :  $L = 6,90 \pm 0.2 \mu H$  et  $R = 209 \pm 5\Omega$ .

Il est à noter que la fréquence de mesure a été choisie à 500kHz afin que le déphasage mesuré à cette fréquence soit suffisamment grand vis-à-vis de la résolution de l'appareil. D'après ces résultats, on obtient un bon accord entre les valeurs théoriques et les valeurs mesurées.

#### II.3. Résultats à température ambiante après recuit

Cinq échantillons ont été recuits pendant une heure à 150°C, 5 autres échantillons ont été recuits pour une heure mais sous 200°C et 5 autres avec les mêmes conditions sous 250°C.

A partir des mesures effectuées à température ambiante sur les différents échantillons, on peut calculer la valeur moyenne (qui porte sur les échantillons d'une même série) de L et R pour les trois températures de recuit.

Température de recuit des échantillons	L(µH)	R(Ω)
150°C	(6.8±0.2) μH	(228±5) Ω
200°C	(6,8±0.2) μH	(228±5) Ω
250°C	(6.7±0.2) μH	(228±5) Ω

Tableau 3 : Mesures au RLCmètre à température ambiante de différents échantillons STMicroelectronics

On constate une variation très faible de L (comprise dans l'incertitude de mesure). Pour confirmer que L est constante, on s'intéresse aux dimensions géométriques du composant après recuit. Pour cela, des mesures de largeurs du conducteur et entre les spires ont été faites au MEB avant et après recuit.

Les résultats obtenus sont identiques pour toutes les températures (25, 150, 200 et 250°C). La figure 7 montre une image au microscope optique des mesures effectuées.



Figure 7 : Mesure de la largeur des spires et leur espacement à l'aide d'un microscope optique

En appliquant les valeurs de dimensions trouvées au microscope optique sur la formule de Wheeler donnée auparavant, nous retrouvons sur les résultats obtenus au RLCmètre (L = 6,9  $\mu$ H). Ce qui valide la stabilité de L après recuit.

D'autre part, la variation de 9% de R (valeur initiale  $210\Omega$  – valeur après recuit  $228\Omega$ ) peut être due soit au changement morphologique de la couche mince de cuivre et par la suite de sa résistivité soit au changement de son épaisseur soit à une diffusion de la couche de passivation dans la couche mince de cuivre. Gadkari [5] a étudié l'effet du recuit sur les différentes caractéristiques d'une couche mince. Dans son étude, des couches minces de cuivre ont été recuites pendant 30 minutes à diverses températures. La résistivité électrique à la température ambiante en fonction de la température de recuit est représentée sur la figure 8 pour différentes épaisseurs de cuivre.



Figure 8 : Effet du recuit sur la résistivité électrique à température ambiante des couches minces de cuivre

Comme on le voit sur la figure 8, la résistivité de la couche de 100nm est stable tout d'abord, puis diminue avec l'augmentation de la température de recuit, atteint un minimum, et enfin augmente. Cela est expliqué par le changement morphologique que le film de cuivre subit tel que la croissance des grains et le réarrangement des joints de grains... Cette étude a été conduite pour des épaisseurs de cuivre allant de 10 à 100 nm, épaisseur très inférieure à l'épaisseur de nos couches. Cependant, les résultats obtenus pour la couche de 100nm sont applicables à une couche de forte épaisseur. En effet, la figure 8 montre la diminution de la résistivité de la couche mince en fonction de son épaisseur (à 300K et 4K). On peut observer qu'à partir de 100nm la résistivité de la couche est presque indépendante de son épaisseur. Cette résistivité est voisine de celle d'une couche épaisse  $(2.10^{-8} \rightarrow 1,7.10^{-8} à 300K)$ .



Figure 9 : L' "effet de taille": la résistivité électrique en fonction de l'épaisseur

Ainsi, nous pouvons des figures 8 et 9 dire que la résistivité à température ambiante d'une couche mince (supérieures à quelques centaines de nm) varie très peu pour des températures de recuit inférieures à 200°C.

Comme la longueur du conducteur est fixe et que la résistivité  $\rho$  est stable pour des températures de recuit allant jusqu'à 200°C, il s'avère alors que l'augmentation de R est due soit à la diminution de l'épaisseur de la couche mince de cuivre après le recuit soit à un problème de diffusion de la couche de passivation dans le cuivre.

En conclusion, L reste constante. Cette stabilité dans la valeur vient du fait que la valeur de l'inductance ne dépend que de la géométrie (voir formule de Wheeler) et comme la géométrie ne varie pas de façon significative avec la température alors celle-ci reste presque invariable. Tandis que R augmente de 9% lorsque les composants sont recuits. Cette variation est due soit à la variation de l'épaisseur de la spirale soit à une diffusion de la couche de passivation dans le cuivre.

Ceci nous permet de conclure que les composants restent fonctionnels pour des températures allant jusqu'à 200°C mais il met en question l'étude de leur vieillissement, de l'oxydation et de l'apparition de microfissures...

#### III.Dispositifs réalisés au LT2C

Dans ce paragraphe, nous nous intéressons aux composants réalisés au sein du laboratoire LT2C, notamment les inductances à air. Ceci dans le but de vérifier leur fonctionnement en

haute température et si l'empilement cuivre / alumine reste adhérent jusqu'à 200°C ou subi une détérioration.

#### III.1. Présentation des composants

Les composants réalisés au sein du laboratoire LT2C sont des inductances planaires. Elles ont été caractérisées sans recuit, avec recuit à l'ambiante et à température élevée. Ces inductances sont formées de spirales carrées en cuivre de 5µm d'épaisseur sur un substrat d'alumine. Deux structures d'inductance ont été caractérisées :

- Ech\_A formé de 5 spires en cuivre espacées d'une distance de 100µm et avec une largeur de bande de 100µm.
- Ech\_B formé de 15 spires en cuivre espacées d'une distance de 100μm et avec une largeur de bande de 200μm.

#### III.2. Résultats avant recuit à température ambiante

Les valeurs initiales (moyennes) de l'inductance L et la résistance R de chaque composant à température ambiante sont représentées dans le tableau suivant :

	Ech_A	Ech_B
Linitialemanip	$(54 \pm 2)  nH$	$(580 \pm 23) \text{ nH}$
<b>R</b> initiale manip	$(2,2 \pm 0,1) \Omega$	$(7,2 \pm 0,1) \Omega$
Linitialethéorique	55 nH	600 nH
<b>R</b> initialethéorique	2,1 Ω	7,0 Ω

Tableau 4 : Les valeurs initiales moyennes de L et R pour chaque lot de 5 échantillons étudiés

#### III.3. Résultats en haute température

Dans cette partie, les échantillons « Ech\_A » et « Ech\_B » ont été mesurés à l'aide de l'impédancemètre pour des températures allant de 25 à 200°C. La température de mesure est celle du chuck sur lequel sont positionnés les composants (Figure 9). Les pointes RF utilisées pour faire les mesures fonctionnent jusqu'à 200°C [6]. Le tableau 5 résume les différents résultats trouvés pour une fréquence de 500 kHz. La figure 11 montre les résultats affichés sur l'écran de l'impédancemètre. Ainsi, la première courbe A représente la valeur de la résistance en fonction de la fréquence et la deuxième courbe B représente la partie imaginaire du composant mesuré. Il est à noter que la durée du cyclage est de deux minutes pour chaque température.

On observe que la valeur de la résistance évolue peu en fonction de la fréquence (augmentation de quelques  $60m\Omega$  entre les très basses fréquences et 10MHz). A ces fréquences, les effets de peau et de proximité sont encore négligeables.

Etant donné que le domaine fréquentiel est limité à 10 MHz, nous pouvons considérer que  $Z_{\text{imagianire}}=L\omega$ , les couplages capacitifs étant négligeables à ces fréquences.

La figure 11 B étant celle de Z<sub>imagianire</sub>, nous pouvons en déduire alors la valeur de l'inductance L.  $(L = \frac{Z_{imag}}{2\pi f})$ 



Figure 10 : Banc de caractérisation de l'inductance sous température



Figure 11 : Visualisation des résultats à l'impédancemètre

	Température	R (Ω)	L (nH)
	(°C)		
	25	2,2	51
	50	2,4	54
	75	2,6	52
Ech_A	100	2,8	51
	125	3,0	51
	150	3,2	52
	25	7,4	58
	50	8	58
	75	8,8	59
Ech B	100	9,5	58
_	125	10,3	58
	150	11,0	58
	175	11,7	59
	200	12,4	59

Tableau 5 : Variation de L et R en fonction de la température

Les résultats trouvés montrent que la valeur de l'inductance ne varie pas en fonction de la température ce qui veut dire que ses dimensions géométriques n'ont pas variées. Mais l'augmentation de R est notable. Pour les échantillons « Ech\_A », cette augmentation entre 25°C et 150°C est de 40%. Et pour les échantillons « Ech\_B », elle est de 60% entre 25°C et 200°C. Cette augmentation de R est probablement due à l'augmentation de la résistivité du

cuivre. Pour vérifier cette hypothèse, calculons le coefficient de température  $\alpha$  de la résistance :  $R = R_0(1 + \alpha T)$  qui devrait être proche de celui du cuivre.

• Pour l'échantillon « Ech\_A » correspondant à la figure 12 :

Lorsque la température passe de 0 à 160°C (point A  $\rightarrow$  point B), la résistance passe de 2,0 à 3,3 $\Omega$ . On obtient ainsi :

$$\alpha_A = \frac{1}{R_0} \cdot \frac{\Delta R}{\Delta T} = \frac{1}{2,0} \cdot \frac{3,3-2,0}{160} = 4.10^{-3} K^{-1}$$

Figure 12 : Résistance (Ω) de "Ech\_A" en fonction de la température (°C)

• Pour l'échantillon « Ech\_B » correspondant à la figure 13 :

Lorsque la température passe de 0 à 250°C (point C  $\rightarrow$  point D), la résistance passe de 6,6 à 14,0 $\Omega$ . On obtient ainsi :

$$\alpha_A = \frac{1}{R_0} \cdot \frac{\Delta R}{\Delta T} = \frac{1}{6.6} \cdot \frac{14.0 - 6.6}{250} = 4.5 \cdot 10^{-3} K^{-1}$$





Figure 13 : Résistance (Ω) de "Ech\_B" en fonction de la température (°C)

La valeur trouvée de  $\alpha$  étant très proche de celle théorique (3,9.10<sup>-3</sup> (K<sup>-1</sup>)), nous pouvons alors valider nos résultats, l'augmentation de la résistance est due à l'augmentation de la résistivité.

D'autre part, ces mêmes échantillons ont été mesurés pendant le cycle de refroidissement. Le tableau 6 résume les résultats trouvés.

	Température	R (Ω)	L (nH)
	(°C)		
	100	2, 7	52
Ech_A	75	2,5	51
	50	2,3	52
	25	2,0	53
	175	10,8	58
	150	10,3	58
Ech_B	125	9,6	58
	100	8,9	58
	75	8,3	58

Tableau 6 : L et R lors du refroisdissement

Vu l'incertitude, on peut dire que l'on a les mêmes valeurs avant et après le cyclage thermique. (Figures 14 et 15)



Figure 14 : Evolution de L( $\mu$ H) et R( $\Omega$ ) en fonction de la température (°C) pour la série Ech\_A



Figure 15 : Evolution de  $L(\mu H)$  et  $R(\Omega)$  en fonction de la température (°C) pour la série Ech\_B

En conclusion, l'inductance L ne varie pas en fonction de la température. Tandis que R augmente de 60% mais revient à sa valeur initiale après le cyclage thermique. Le fait de revenir aux valeurs initiales de R indique que la couche mince de cuivre est toujours dans son état élastique pour les températures inférieures à 200°C. Ainsi, une fois refroidi, les contraintes thermiques dans le composant s'annulent, lui permettant de revenir à son état initial.

## **IV.Conclusion**

Dans ce chapitre nous avons abordés deux parties différentes : Nous avons commencé tout d'abord par une description des appareils de mesure utilisés, notamment le LRCmètre et l'impédancemètre. En seconde partie, nous avons présenté les différents résultats obtenus avec les dispositifs de la société STMicroelectronics et ceux réalisés au laboratoire LT2C.

Les caractérisations ont été tout d'abord effectuées pour tous les échantillons à température ambiante (25°C). Ensuite, les échantillons de STMicroelectronics ont subi des recuits pour des températures de 150°C, 200°C et 250°C puis mesurés après refroidissement. D'après les résultats obtenus, on note une stabilité de L et une augmentation de la résistance R de 9%. La stabilité de L est due à l'invariance de la géométrie du composant avec la température. Alors que la variation de R vient soit d'une variation de l'épaisseur de la couche de cuivre formant la spirale soit du fait de la diffusion de la couche de passivation dans la couche mince.

D'autre part, les dispositifs du laboratoire LT2C ont subi deux autres types d'études pour des températures allant de 25°C à 200°C: la première consistait à mesurer les valeurs de L et R de ces composants tout en augmentant la température. Cette étude nous a permis de valider la stabilité de L et une augmentation de 40% de R entre 25°C et 150°C et une augmentation de 60% de R entre la température ambiante et 200°C. Cette augmentation de la résistance est due à l'augmentation de la résistivité du cuivre en fonction de la température.

La deuxième étude consistait à mesurer aussi L et R mais pendant le cycle de refroidissement (pour des températures allant de 200°C à 25°C). On s'est aperçu alors qu'on retrouve les valeurs initiales de R et L vu l'incertitude de mesure sur le composant.

En conclusion, les composants restent fonctionnels lorsqu'ils sont dans un environnement de haute température. La valeur de l'inductance ne varie pas vis-à-vis de la température. Tandis que la résistance varie lorsque le temps de recuit des composants est important. Ceci met en question l'étude du vieillissement de la couche mince de cuivre.

Parmi les mécanismes de vieillissement on note :

 la diffusion d'un matériau dans un autre (par exemple la diffusion de la couche de passivation dans la couche mince de cuivre);

- l'augmentation de la résistance qui va se traduire par une augmentation des pertes Joules et donc un fonctionnement à plus haute température qui peut accélérer la dégradation ou la modification du matériau ;
- l'oxydation des contacts s'ils sont mal ou pas assez protégé (peu de dorure par exemple);
- le fluage qui provoque la déformation irréversible différée (c'est-à-dire noninstantanée) d'un matériau soumis à une contrainte constante, inférieure à la limite d'élasticité du matériau, pendant une durée suffisante.

## Références

- 1. DAGAL, Y., Conception, Réalisation et Caractérisation d'Inductances Planaires à Couches Magnétiques, in LT2C, Université Jean Monnet, Saint Etienne.
- 2. Technologies, A., *Impedance Measurement Handbook*. second ed. Vol. 5950-3000.
- 3. Kéradec, J.-P., *Transformateurs HF à n enroulements: Identification expérimentale.* Techniques de l'ingénieur. Génie électrique, 2009. 4(D3059).
- 4. Durney, C.H., and C. C. Johnson, *Introduction to Modern Electromagnetics*1969.
- 5. GADKARI, P., *EFFECT OF ANNEALING ON COPPER THIN FILMS: THE CLASSICAL SIZE EFFECT AND AGGLOMERATION*, 2005, University of Central Florida Orlando, Florida.
- 6. Inc., C.M., |Z|PROBE® High-Frequency Wafer Probe (40 GHz).

# **CONCLUSION ET PERSPECTIVES**

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été consacrés à l'étude des couches minces de cuivre sur un substrat d'alumine à différentes températures, leur adhérence et leurs caractéristiques structurales et électriques. Ce manuscrit est composé de quatre chapitres dont le contenu va être rappelé.

Tout d'abord, une étude bibliographique a été présentée sur les composants passifs planaires vis-à-vis de l'empilement des couches à partir desquelles ils sont formés. Ensuite, un exemple de composants passifs – l'inductance – a été abordé : nous avons discuté de son principe de fonctionnement et de ses applications. Puis, nous avons présenté les inductances sans matériau magnétique, les inductances à une seule couche magnétique et les inductances à double couche magnétique. Les différents types d'inductances réalisées au sein du laboratoire LT2C ont été aussi présentés. Le premier chapitre se termine par les objectifs de ce travail de thèse tout en s'interrogeant sur la tenue en température des couches minces et des composants.

Les différentes propriétés mécaniques des couches minces (adhérence, contraintes résiduelles et contraintes thermiques) ont été présentées au début du deuxième chapitre. Ensuite, le procédé de fabrication des couches minces et la réalisation des composants en salle blanche ont été abordés. Pour enfin terminer le chapitre, une étude bibliographique sur les différentes techniques a permis de caractériser les couches minces mécaniquement, morphologiquement et physiquement.

Le troisième chapitre a été consacré à l'étude mécanique des couches minces ou en d'autres termes à ce que l'on appelle la mécanique de la rupture. Il est divisé en deux parties : une partie expérimentale et une partie simulation. Nous avons ainsi abordé le sujet des fissures et de leur propagation. Ensuite, nous nous sommes intéressés à l'essai mécanique de traction qui nous permet de mesurer la contrainte critique à l'interface des couches (Cuivre/Alumine). Ainsi, nous avons décrit le banc expérimental de traction utilisé au laboratoire LT2C sous température et qui nous a permis de conclure que la contrainte critique augmente avec l'augmentation de la température. Ceci indique une bonne adhérence des couches sous haute température et demande plus de forces pour arracher la couche mince de cuivre du substrat d'alumine. D'autre part, une étude de la présence des fissures et leur évolution en fonction de la température a été effectuée au MEB. Aucun indice de fissure n'a

été remarqué mais une croissance des grains de cuivre due au recuit a été observée pour une température de 200°C. Ensuite, une étude par ellipsométrie ne nous a pas permis de déterminer la nature de la couche oxydée qui est apparue au-delà de 100°C. La caractérisation par nanoindentation nous a permis de valider le fait que les contraintes résiduelles sont éliminées après le premier recuit et que peu importe le nombre de recuits réalisés ultérieurement les contraintes restent identiques. Ces contraintes ont été calculées par la formule de Stoney en mesurant le rayon de courbure de l'échantillon après chaque recuit.

Dans la seconde partie du troisième chapitre, nous nous sommes intéressés à l'étude des contraintes dans la couche mince sous COMSOL Multiphysics. Les résultats obtenus nous permettent de déduire que plus l'épaisseur du cuivre augmente (sur substrat d'alumine) plus les contraintes de Von Mises Cu/Al2O3 augmentent. De même plus la température augmente plus ces contraintes (Von Mises) augmentent. Lorsque les contraintes de Von Mises dépassent la limite de plasticité (UTS), nous arrivons au point de rupture ou de décollement du cuivre. Ainsi, pour une épaisseur de 5µm de cuivre, l'apparition de fissures ou de décollement de la couche mince peut avoir lieu pour des températures supérieures à 250°C. L'influence du nombre de recuits ou de cycles thermiques sur les contraintes équivalentes de Von Mises a été aussi étudiée. Cette simulation nous a permis de déduire que le nombre de recuits (à une même température) subit par la structure n'a aucun effet sur les contraintes.

Dans le quatrième et dernier chapitre, deux parties différentes ont été abordées : Nous avons commencé tout d'abord par une description des appareils de mesure utilisés, notamment le LRCmètre et l'impédancemètre. En seconde partie, nous avons présenté les différents résultats obtenus avec les dispositifs de la société STMicroelectronics et ceux réalisés au laboratoire LT2C. Ce travail nous a permis de vérifier que les composants restent fonctionnels même dans un environnement sous haute température. Ainsi, l'empilement de couche mince de cuivre sur un substrat d'alumine adhère bien sous haute température. La valeur de l'inductance ne varie pas vis-à-vis de la température. Tandis que la résistance varie lorsque le temps de recuit des composants est important. Ceci met en question l'étude du vieillissement de la couche mince de cuivre.

Dans un souci de toujours miniaturiser les composants et d'étudier le comportement de l'empilement de couches minces en fonction de la température, il est intéressant d'ajouter des couches magnétiques dans ces composants.

Ainsi, il sera judicieux de développer des études sur l'adhérence entre la couche conductrice et la couche magnétique en fonction des épaisseurs de ces couches minces ainsi qu'en fonction de la température.

D'autre part, il sera indispensable d'étendre le domaine en température du banc de traction mis en place. Etant limité à des mesures allant jusqu'à 130°C, il sera important de trouver ou même de créer, par des collaborations avec des chimistes, une colle supportant des températures allant jusqu'à 250°C.

Il conviendra aussi de développer un modèle permettant de calculer les contraintes à l'interface en fonction de la température. Ceci nous permettrait d'utiliser ce modèle dans un logiciel mécanique basé sur la méthode d'éléments finis (ABAQUS par exemple) dans le but de prédire l'adhérence entre les différentes couches empilées.

Il sera utile d'affiner la méthode de détermination des contraintes par la méthode de Stoney et de trouver une méthode pour le calcul des contraintes dans un empilement de plusieurs couches (plus que deux couches).

D'autre part, l'objectif final est d'utiliser ce composant dans un module de puissance. De par les études menées au cours de cette thèse et des points soulevés précédemment, d'autres questions se posent avec notamment la géométrie et l'épaisseur des conducteurs afin que le composant présente le moins de pertes possible tout en ayant une forte valeur d'inductance pour un fonctionnement à haute température.

Des études complémentaires sur le vieillissement des composants devront être entreprises dans le but d'étudier l'évolution de l'adhérence entre les couches ainsi que les propriétés électriques.

## Résumé

Ce travail de thèse consiste à étudier l'empilement de couche mince de cuivre sur un substrat d'alumine afin de réaliser des composants passifs fonctionnant à haute température.

Une étude des couches minces de cuivre a été tout d'abord menée par simulation à l'aide du logiciel COMSOL Multiphysics et expérimentalement à l'aide de bancs de caractérisation spécifiques. Cette étude a permis de mettre en évidence une augmentation des contraintes équivalentes de Von Mises stress avec la température et avec l'épaisseur de cuivre. Les simulations montrent également une relaxation des contraintes résiduelles après un recuit d'une heure de la couche de cuivre. Les résultats expérimentaux montrent une augmentation de l'adhérence avec la température et l'absence de tout indice de fissures.

D'autre part, des études électriques sur des composants intégrés ont été effectuées: soit après recuit des composants soit en cyclage thermique (25-200°C). Ces mesures ont permis de mettre en évidence une stabilité de la valeur de l'inductance quelque soit le type de traitement thermique effectué. La résistance augmente avec la température et retrouve sa valeur initiale après un cyclage thermique. Ce qui n'est pas le cas après un recuit ; la résistance augmente mais ne retrouve plus sa valeur initiale après refroidissement.

Ainsi, ce travail a permis de conclure que les composants testés restent fonctionnels à haute température sans aucune détérioration.

## Abstract

This thesis is a study of copper thin film on an alumina substrate in order to realize passive components operating at high temperature.

A study of copper thin films was made by simulation using COMSOL Multiphysics software and experimentally using specific characterization benches. This study highlighted an increase of Von Mises equivalent stresses with temperature and with copper thickness. Simulations also show a relaxation of residual stresses after one hour of annealing. Experimental results show an increase of adhesion in function of temperature and an absence of cracks.

On the other hand, electrical studies for integrated components were performed either after annealing or in thermal cycling (25-200°C). These measures highlighted inductance stability regardless of heat treatment type. The resistance increases with temperature and returns, after thermal cycling, to its initial value. This is not the case after annealing; the resistance increases but cannot return to its initial value after cooling.

Thus, this work has concluded that tested components remain functional at high temperature without any deterioration.