



HAL
open science

Étude de couches minces de cuivre sur substrat YIG en vue de réaliser des composants magnétiques passifs planaires pour un fonctionnement à haute température

Bonaventure Danoumbé

► To cite this version:

Bonaventure Danoumbé. Étude de couches minces de cuivre sur substrat YIG en vue de réaliser des composants magnétiques passifs planaires pour un fonctionnement à haute température. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université de Lyon, 2017. Français. NNT : 2017LYSES022 . tel-02107507

HAL Id: tel-02107507

<https://theses.hal.science/tel-02107507>

Submitted on 23 Apr 2019

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.



N° d'ordre NNT : 2017LYSES022

THÈSE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

Opérée au sein de :

L'UNIVERSITÉ JEAN MONNET DE SAINT ÉTIENNE

École doctorale 488

(**Sciences Ingénierie Santé (sis)**)

Spécialité de doctorat : **Microélectronique**

Discipline : **Optique Photonique Hyperfréquence**

Soutenue publiquement le 13 Juillet 2017, par

Bonaventure DANOUMBÉ

Étude de couches minces de cuivre sur substrat YIG en vue de réaliser des composants magnétiques passifs planaires pour un fonctionnement à haute température

Devant le jury composé de :

NDAGIJIMANA Fabien	Professeur, IMEP-LAHC, Grenoble	Rapporteur
LE BERRE Martine	Maître de Conférences HDR, INSA, Lyon	Rapporteuse
ROUSSEAU Jean Jacques :	Professeur, LaHC, Université Jean Monnet, Saint Etienne	Examineur, Directeur de thèse
CAPRARO Stéphane	Maître de Conférences, LaHC, Université Jean Monnet, Saint Etienne	Examineur, Co-encadrant
CHATELON Jean Pierre	Maître de Conférences HDR, LaHC, Université Jean Monnet, Saint Etienne	Invité

Sommaire

Sommaire

Sommaire 2

Introduction 7

Table des matières du chapitre 1 12

Chapitre 1: Composants passifs planaires en multicouches..... 13

1.1 Architecture d'un composant planaire..... 13

1.1.1 Structure 13

1.1.2 Couches minces 15

1.2 Constitution des composants planaires 16

1.2.1 Matériaux utilisés 16

1.2.2 Propriétés mécaniques des empilements 25

1.2.3 Propriétés électriques 38

1.3 Le composant planaire étudié 41

1.3.1 Définition d'un composant passif planaire..... 41

1.3.2 Etat de l'art sur les composants passifs planaires..... 41

1.3.3 Les inductances planaires magnétiques..... 46

1.4 Conclusion..... 52

Références du chapitre 1..... 53

Table des matières du chapitre 2 58

Chapitre 2: Elaboration et techniques de caractérisation des couches minces 59

2.1 Matériaux utilisés dans les empilements 60

2.1.1 Le substrat : Grenat de fer et d'Yttrium 60

2.1.2	Le conducteur électrique : cuivre	62
2.1.3	Bilan	67
2.2	Elaboration des couches minces et réalisation des composants	68
2.2.1	Elaboration des couches minces	68
2.2.2	Elaboration des couches minces de cuivre sur le YIG	71
2.2.3	Réalisation des composants	76
2.3	Caractérisation des couches minces	79
2.3.1	Caractérisation mécanique	79
2.3.2	Caractérisation morphologique et physicochimique	96
2.3.3	Caractérisations électriques	101
2.4	Conclusion	106
	Références du chapitre 2	108
	Table des matières du chapitre 3	113
	Chapitre 3: Etudes mécaniques et morphologiques des couches minces	114
3.1	Etude des contraintes thermomécaniques	115
3.1.1	Présentation du logiciel et des paramètres de simulation	115
3.1.2	Structure étudiée	115
3.1.3	Paramètres de simulation	116
3.1.4	Calcul des contraintes thermomécaniques	117
3.1.5	Comparaison des méthodes	122
3.1.6	Résultats des simulations	124
3.1.7	Bilan	133
3.2	Caractérisation mécaniques et morphologiques des couches minces	135

3.2.1	Présentation des différents traitement thermiques.....	135
3.2.2	MEB et microanalyse	137
3.2.3	Détermination des contraintes critiques en température	142
3.3	Conclusion.....	148
	Références du chapitre 3.....	151
	Table des matières du chapitre 4	154
	Chapitre 4:Caractérisation électrique des couches minces et des composants planaires	155
4.1	Caractérisation de la résistivité des couches minces	156
4.1.1	Présentation de la méthode.....	156
4.1.2	Résistivité des couches minces.....	157
4.1.3	Influence du recuit et du substrat.....	158
4.1.4	Influence des couches de passivation	161
4.1.5	Etude de vieillissement.....	163
4.1.6	Bilan	164
4.2	Etude des composants	165
4.2.1	Présentation du banc de mesure : impédancemètre.....	165
4.2.2	Réalisation des mesures.....	166
4.2.3	Résultats et discussions.....	168
4.3	Conclusion.....	175
	Références du chapitre 4.....	176
	Conclusion et perspectives.....	178
	Références de la conclusion	182

Annexes	184
Annexe 1 : Structure cristallographique des matériaux utilisés	184
A1-1 Structure cristallographique du substrat, YIG.....	184
A1-2 : Structure cristallographique du cuivre	185
Annexe 2 : Processus de collage entre le substrat de YIG et la lame de verre	186
Annexe 3 : Mesures sous pointes.....	187
Références des annexes	188
Valorisation de la recherche.....	189
Conférences Internationales avec comité de lecture	189
Revue internationale avec comité de lecture.....	189

Introduction

Introduction

L'évolution crescendo de l'électronique implique selon Moore [1] un doublement de la densité d'intégration des composants microélectroniques sur un wafer tous les deux ans. Ce fait oblige donc une miniaturisation poussée et une fabrication collective des composants en surface, constitués d'empilement de couches de différents matériaux : conducteur, magnétique et diélectrique. Dans ces conditions l'épaisseur des couches minces est fortement réduite vis-à-vis des autres dimensions. Cette réduction de l'épaisseur entraînera une modification des propriétés du matériau.

La fiabilité d'un dispositif électronique dépend de l'intégrité du composant qui est également dépendante de l'adhésion des différentes couches entre elles. Or les composants fonctionnent très souvent dans des environnements où la température peut varier fortement. Cette variation de température peut avoir des conséquences considérables sur les propriétés des matériaux constituant le composant d'une part, et sur les caractéristiques de ce composant d'autre part. En effet, cette variation crée des déformations dans la structure, ce qui engendrera des contraintes thermomécaniques dans les différents éléments le constituant. Les contraintes ainsi introduites dépendent essentiellement des propriétés mécaniques et thermiques des matériaux mis en commun et de la variation de la température. Ces contraintes thermomécaniques sont plus ou moins élevées selon que la différence entre les propriétés des matériaux concernés est plus ou moins grande.

Par ailleurs, la fabrication des composants microélectroniques est un processus comportant plusieurs étapes de réalisation. Au cours de ces étapes, plusieurs contraintes vont influencer l'état de couche, notamment celles dues à l'effet de la température de dépôt, celles dues à la déformation de la structure, celles dues aux étapes de micro usinage, etc. A ces contraintes dites intrinsèques s'ajouteront, lors du fonctionnement, les contraintes thermomécaniques précédentes et les contraintes dues à d'autres sollicitations. Les composants seront donc, lors du fonctionnement, soumis à une contribution de contraintes ayant plusieurs origines.

Dans cette thèse, nous nous limiterons aux contraintes d'origines thermiques et sur leurs conséquences vis-à-vis des composants planaires multicouches. En effet, le Projet Surfaces Complexes et Composants Passifs HF/RF du Laboratoire Hubert Curien (LaHC)

étudie et fabrique depuis des années des composants planaires passifs multicouches parmi lesquels les inductances et transformateurs planaires ; la fabrication de ces composants se fait selon les techniques de microélectronique classique en salle blanche. Les composants fabriqués sont destinés à une utilisation dans des environnements où la température peut s'élever excessivement. En effet, ces composants peuvent être utilisés dans un environnement à haute température (par exemple l'avionique) ou dans un environnement à forte puissance (de l'ordre du watt). Sur ce dernier point une augmentation de la température due en partie par l'échauffement par effet Joule de la couche conductrice peut détériorer le composant. Ceci explique l'utilisation de refroidisseurs permettant d'évacuer ce flux thermique du système afin de minimiser les contraintes thermiques qui affecteraient l'intégrité des composants. Or si les composants arrivaient à résister à ce flux thermique et à la température de l'environnement qui est souvent élevée, on pourrait s'affranchir du système de refroidissement et donc de réduire le poids et le volume du dispositif.

C'est dans cette optique que le LaHC a décidé de mettre en place une étude à haute température (jusqu'à 200°C) sur les composants magnétiques planaires. L'objectif de cette thèse est d'étudier les empilements de couches minces, structure à partir de laquelle les composants planaires sont fabriqués, en haute température afin appréhender l'influence de celle-ci sur leurs caractéristiques mécaniques, surtout l'adhésion des couches entre elles, et électrique, surtout la résistivité de la couche conductrice de cuivre. Dans un deuxième temps, des études électriques sur les composants réalisés au laboratoire seront menées. Les travaux réalisés au cours de cette thèse sont présentés dans ce manuscrit en quatre chapitres.

Le premier chapitre traite des composants planaires en multicouches. Dans ce chapitre nous ferons un état de l'art des composants planaires utilisés en microélectronique réalisés à partir d'empilements de couches minces. Il est constitué de trois parties. Les deux premières parties sont dédiées à l'architecture et à la constitution de ces composants. Il s'agira, dans ces parties, de la structure des couches minces et des matériaux constituant les composants planaires avec quelques caractéristiques dont des propriétés mécaniques et électriques des empilements. La troisième partie définira le composant planaire étudié dans cette thèse et un bref état de l'art sur les composants passifs planaires, les inductances et les transformateurs planaires sera entrepris. Pour finir, l'objectif de cette thèse sera rappelé.

Le deuxième chapitre est consacré à l'élaboration et aux techniques de caractérisation des couches minces. Tout d'abord, les matériaux utilisés pour la réalisation des composants seront présentés avec certaines de leurs caractéristiques mécaniques et électriques. Ensuite, l'élaboration des couches minces et la réalisation des composants seront abordées ; il s'agira d'une présentation des techniques d'élaboration des couches minces (l'accent sera mis sur la pulvérisation cathodique) et de la technique de fabrication en salle blanche, la photolithographie suivie de la gravure chimique humide permettant d'obtenir les composants étudiés. Les techniques de caractérisation utilisées au cours de cette thèse seront présentées. Les caractérisations mécanique, morphologique, physicochimique et électrique permettront :

- de déterminer les propriétés des couches minces telles que le module de Young et la limite élastique ;
- de déterminer les contraintes critiques grâce au banc réalisé à cet effet ;
- de déterminer les contraintes intrinsèques dites de Stoney ;
- de déterminer la présence de polluants en surface des couches et d'identifier la morphologie de celles-ci ;
- de déterminer la résistivité électrique des couches minces, la résistance et l'inductance des composants (inductances planaires).

Le troisième chapitre abordera les études mécaniques des couches minces. La première partie de ce chapitre traite de l'étude numérique réalisée avec le simulateur 3D par éléments finis COMSOL Multiphysics ; ces études se font dans un environnement virtuel dont on pourra étudier l'influence de la température de dépôt et de la température de fonctionnement pouvant atteindre 200°C, sur les contraintes agissant sur la structure. En utilisant le critère de Von Mises, nous déterminerons alors l'intégrité des structures étudiées à cette température. La deuxième partie concerne les caractérisations mécanique, morphologique et physicochimique réalisées sur les structures en couches minces pendant cette thèse.

Le dernier chapitre présentera la caractérisation électrique de la couche mince conductrice et du composant. Deux parties essentielles composent ce chapitre. Dans la première partie qui concerne les couches minces on étudiera la résistivité des couches de cuivre en fonction de la température et du nombre de recuit, du type de substrat et de la nature de la couche de passivation (étain ou or). La deuxième partie concerne l'étude des caractéristiques,

résistive et inductive, des composants en température (mesure in situ lorsque le composant est chauffé jusqu'à 200°C) et en fonction de la température de recuit.

[1] G. E. MOORE, «Cramming More Components onto Integrated Circuits,» *Electronics*, vol. 38, n° 18, 19 Avril 1965.

Chapitre 1 : Composants passifs planaires en multicouches

Table des matières du chapitre 1

Chapitre 1: Composants passifs planaires en multicouches.....	13
1.1 Architecture d'un composant planaire.....	13
1.1.1 Structure	13
1.1.2 Couches minces	15
1.2 Constitution des composants planaires	16
1.2.1 Matériaux utilisés	16
1.2.2 Propriétés mécaniques des empilements	25
1.2.3 Propriétés électriques	38
1.3 Le composant planaire étudié	41
1.3.1 Définition d'un composant passif planaire.....	41
1.3.2 Etat de l'art sur les composants passifs planaires.....	41
1.3.3 Les inductances planaires magnétiques.....	46
1.4 Conclusion.....	52
Chapitre 1: Références.....	53

Chapitre 1: Composants passifs planaires en multicouches

Ce premier chapitre est consacré à l'état de l'art des composants planaires utilisés en microélectronique réalisés à partir d'empilements de couches de natures différentes dénommés multicouches.

Les deux premières parties de ce chapitre seront dédiées à l'architecture et à la constitution de ces composants. Dans la première partie, nous parlerons de leur structure composée d'empilements de couches minces et nous définirons ces couches dans quelques domaines d'application. Dans la deuxième partie nous présenterons les matériaux constituant les composants planaires avec quelques caractéristiques dont des propriétés mécaniques et électriques des empilements.

Nous verrons enfin dans la troisième partie le composant planaire étudié dans cette thèse. Nous définirons ce composant passif avant de faire un bref état de l'art sur les composants passifs planaires, en l'occurrence les inductances et les transformateurs planaires. Nous parlerons plus spécialement de l'inductance planaire tout en présentant l'objectif de son application ; dans cette section, nous ferons également ressortir les verrous technologiques, les conditions d'utilisations et l'objectif de notre travail.

1.1 Architecture d'un composant planaire

1.1.1 Structure

Les composants planaires se composent généralement d'empilement de couches de divers matériaux. Plusieurs cas sont possibles :

- plusieurs composants (empilements de plusieurs couches ou multicouche) se trouvent sur un support commun appelé *wafers* qui peut être par exemple du silicium (Si), de l'Arséniure de Gallium (GaAs) ou du Phosphore d'Indium (InP) [1]. Dans le cas des composants intégrés à des fins de miniaturisation, le silicium est le plus communément utilisé [2], on parle

alors de technologie silicium (**Figure 1-1** [3]). Ces substrats sont utilisés pour leur propriétés électroniques.

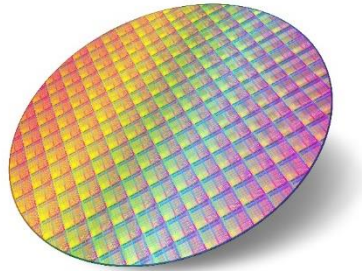


Figure 1-1 : Wafer de silicium avec plusieurs composants [3]

- d'un seul dépôt de matériau (monocouche) ou un empilement fait à base de couches minces successives sur un support mécanique appelé substrat. Dans ce cas où il s'agit d'un seul composant, le support peut avoir un autre rôle en plus de celui du support mécanique dans le fonctionnement du composant ; c'est le cas par exemple des supports magnétiques. On parlera ainsi de composant rapporté. La **Figure 1-2** montre une représentation éclatée d'un composant planaire, un transformateur fabriqué au laboratoire Hubert Curien [4].

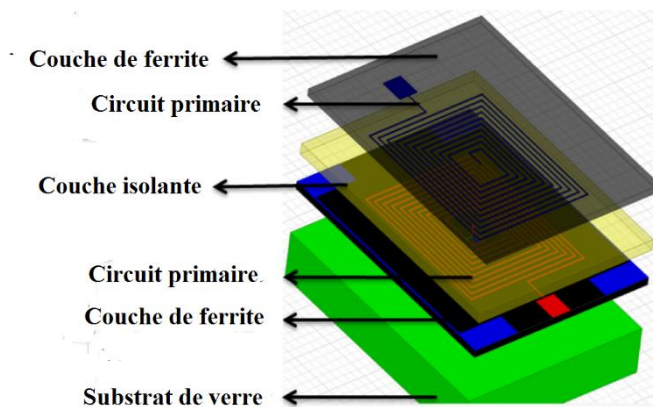


Figure 1-2: Structure d'un transformateur planaire réalisée au Laboratoire Hubert Curien [4]

On remarque dans les deux exemples précédents qu'il faut nécessairement des couches minces pour avoir un composant planaire. Ce qui nous conduit à présenter ce qu'est une couche mince.

1.1.2 Couches minces

1.1.2.1 Définition

Une couche mince d'un matériau donné est un élément de ce matériau dont l'une des dimensions, l'épaisseur, a été fortement réduite. Cette épaisseur correspond à la distance entre deux surfaces limites (quasi bidimensionnalité). Cette structure 2D entraîne une perturbation de la majorité des propriétés physiques [5]. Cette couche de quelques nanomètres à quelques micromètres d'épaisseur (**Figure 1-3**) est généralement obtenue par dépôt physique ou chimique du matériau en question sur un autre (d'épaisseur très grande) qui sert de support mécanique, appelé substrat. Ces techniques de dépôt seront abordées dans le chapitre 2.



Figure 1-3 : Couche mince de cuivre (de $5\mu\text{m}$ d'épaisseur) sur un substrat de YIG de $1000\mu\text{m}$ d'épaisseur et de 5cm de long et 2,5cm de large

1.1.2.2 Domaines d'utilisation

Les couches minces sont indispensables à la technologie moderne car elles sont à la base de la plupart des objets utilisés dans divers domaines. Elles sont réalisées soit à des fins de protection contre des agents chimiques, soit pour des modifications de caractéristiques mécaniques (outils de coupe par exemple), soit pour miniaturisation ... En microélectronique par exemple, elles jouent un rôle important dans les systèmes VLSI (Very-Large-Scale-Integrated) tels que les CPU (Central Processing Units) et les mémoires dynamiques dans les ordinateurs. Elles interviennent également dans le domaine de l'optique (revêtement sur des

miroirs) ; du solaire (cellules photovoltaïques) ; etc. [6] ; la **Figure 1-4** représente les domaines d'utilisation possible des couches minces.

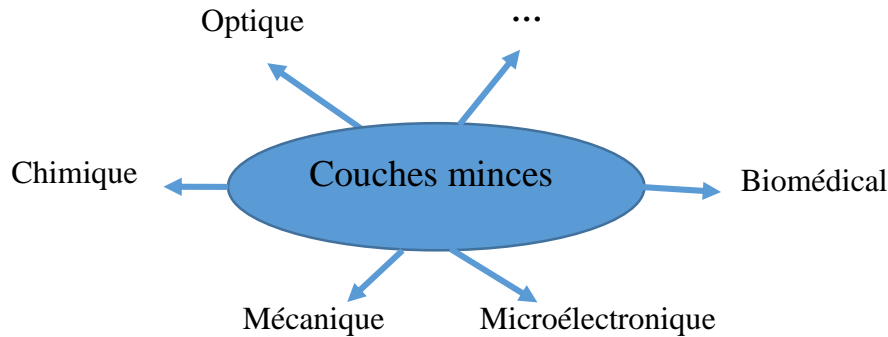


Figure 1-4 : Domaines d'utilisation des couches minces

1.2 Constitution des composants planaires

Comme le montre la **Figure 1-2**, un composant planaire est constitué de plusieurs matériaux différents dont les principaux sont les matériaux diélectriques (isolant), magnétiques (ferrite par exemple) et conducteurs. Nous présentons tout d'abord ces matériaux puis leurs propriétés mécaniques et électriques qui nous intéressent dans la suite des travaux.

1.2.1 Matériaux utilisés

1.2.1.1 Matériaux diélectriques

1.2.1.1.1 Définition et rôles

Appelé également isolant, un diélectrique est un matériau ayant une résistivité très élevée par rapport à celle des autres matériaux. Cette grandeur exprimée en Ohm.mètre ($\Omega.m$) dans le système international (SI) varie entre 10^8 à 10^{16} $\Omega.m$ (voire 10^{20} $\Omega.m$ pour certains isolants) pour ce genre de matériaux. Leur forte résistivité peut s'expliquer par le fait qu'ils ne

contiennent pas assez d'électrons libres et que la bande interdite ou gap (entre la bande de valence et la bande de conduction) est très importante ($> 6 \text{ eV}$).

Etant donné qu'il possède une très grande résistance lorsqu'une tension est appliquée à ce matériau, le diélectrique peut être utilisé pour :

- assurer une séparation électrique entre des conducteurs portés à des potentiels différents afin de diriger l'écoulement du courant dans les conducteurs désirés : protection des personnes et des équipements ;
- supporter les éléments d'un réseau électrique et les isoler les uns par rapport aux autres et par rapport à la terre ;
- remplir les fonctions de diélectrique d'un condensateur.
- être une couche de protection (passivation) sur les couches conductrices (par exemple le cuivre)

1.2.1.1.2 Caractéristiques

Un isolant est caractérisé par ses propriétés électriques, mécaniques, chimiques et thermiques. Les principales caractéristiques diélectriques des isolants sont :

- **Permittivité relative (ϵ_r)** qui est le rapport de la capacité C d'un condensateur dont le diélectrique est le matériau en question par la capacité C_0 d'un condensateur à vide (armatures séparées par le vide ou l'air). Elle s'exprime par :

$$\epsilon_r = \frac{C}{C_0} \quad 1.1$$

Où C et C_0 s'écrivent :

$$C = \epsilon_0 \epsilon_r \frac{S}{e} \quad 1.2$$

$$C_0 = \epsilon_0 \frac{S}{e} \quad 1.3$$

Avec S la surface d'une armature, e la distance qui sépare les armatures (ou la largeur du diélectrique) et ϵ_0 la permittivité du vide ($\epsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12} \text{ F.m}^{-1}$).

- **Rigidité diélectrique** : c'est l'aptitude du diélectrique à supporter une tension seuil de détérioration (claquage). En effet, lorsqu'on augmente la tension à laquelle il est soumis au-delà d'une certaine valeur appelée tension de claquage, il apparaît un arc électrique dans l'isolant qui le traverse en suivant son propre chemin : dans ce cas, il est détérioré irréversiblement si c'est un isolant solide. Pour les isolants gazeux et liquides, la destruction est réversible (recombinaison des ions avec des électrons).

Comme toute caractéristique, la permittivité des matériaux diélectriques varie avec la température. Cependant, elle est quasi invariable dans la plage de température de notre étude (20°C à 200°C) comme l'a montré A. Sylvestre [7] dans ses études sur les couches minces pérovskites SrTiO₃. Dans ces études, l'auteur a réalisé que la permittivité réelle est quasiment constante avec la température et à des fréquences supérieures à 100 Hz. Le seul paramètre influençant la valeur de la permittivité réelle est la température de recuit (*curing*). La permittivité réelle augmente avec cette température de recuit (T_{curing}) comme le montre la **Figure 1-5**.

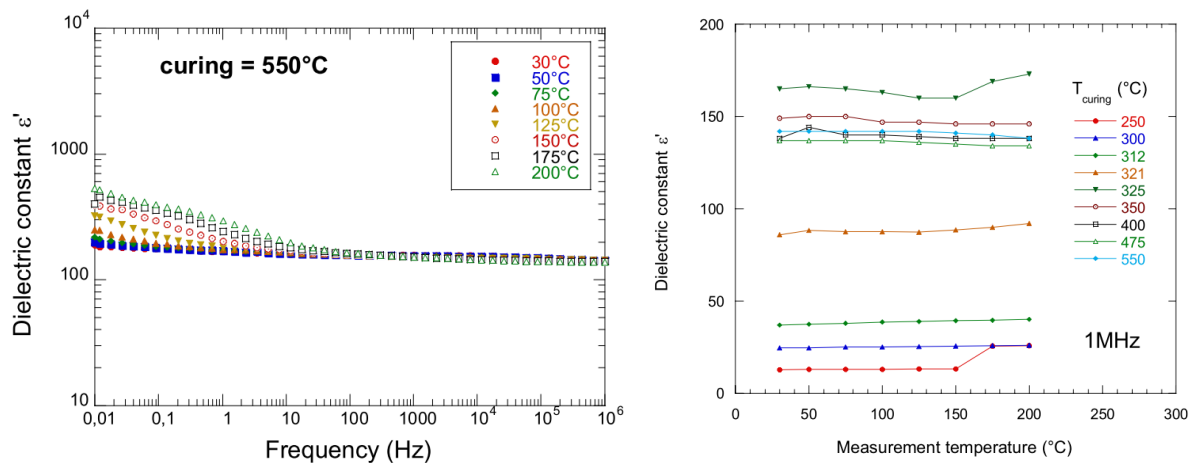


Figure 1-5 : Influence de la fréquence et de la température de recuit sur la permittivité réelle [7]

1.2.1.2 Matériaux magnétiques

Du fait de leurs nombreuses applications technologiques, les matériaux magnétiques peuvent être comparés, du point de vue économique, aux semi-conducteurs [8]. Ils jouent un rôle très important en microélectronique car ils permettent d'augmenter les performances, des composants passifs et particulièrement celles des composants inductifs (inductances, transformateurs ...). Aussi, associés aux métamatériaux, ils peuvent augmenter d'autres potentialités [9] comme le fonctionnement multibandes, l'agilité en fréquence, etc. Les matériaux magnétiques peuvent être classés en quatre groupes principaux qui sont : trois groupes de matériaux magnétiques "classiques" à savoir les matériaux "doux", "durs" et les matériaux destinés à l'enregistrement magnétique ; le quatrième groupe est constitué des super réseaux métalliques magnétiques qui ont vu le jour au milieu des années 1980 [8].

Les matériaux doux sont les plus utilisés pour la plupart des applications radiofréquences et hyperfréquences du fait de la valeur de certaines de leurs caractéristiques, comparées à celles des matériaux durs comme le montre la **Figure 1-6**. Il s'agit de :

- L'aimantation rémanente à saturation (M_r ou aimantation à champ nul) faible ;
- Champ coercitif (H_c ou champ à aimantation nulle) faible permettant une désaimantation facile ;
- L'aimantation à saturation (M_s) pour un champ beaucoup plus élevé.

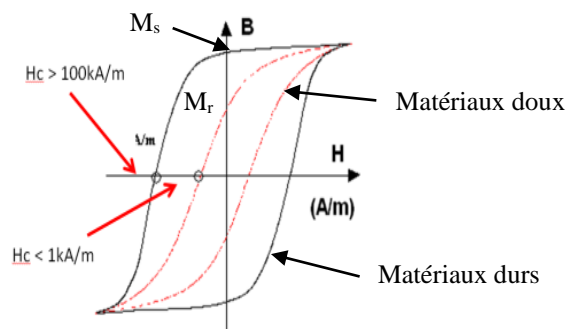


Figure 1-6 : Courbes d'hystérésis des matériaux doux et durs

1.2.1.2.1 Origine du magnétisme

Les matériaux magnétiques sont connus depuis des années, à l'époque de la découverte du fer. Les premières mentions de l'existence des aimants qui ont été décrites par les Grecs, datent d'environ 800 avant Jésus-Christ [10].

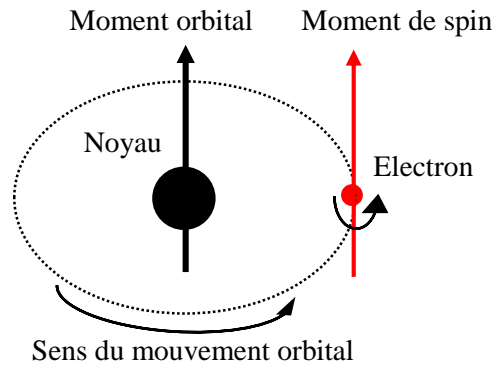


Figure 1-7: Mouvements de l'électron et moments magnétiques

Le pouvoir de ces matériaux d'attirer d'autres matériaux de même nature est nommé magnétisme. Celui-ci a deux origines qui sont les deux mouvements de l'électron de l'atome du matériau en question (**Figure 1-7**). En effet, le magnétisme provient de la contribution de deux moments magnétiques [8] [10] [11].

- La contribution orbitale due à la rotation des électrons autour du noyau ;
- La contribution de spin ou moment dû à la rotation des électrons sur eux même.

1.2.1.2.2 Caractéristiques des matériaux magnétiques

Les matériaux magnétiques soumis à un champ magnétique extérieur \vec{H} produisent une induction dite magnétique \vec{B} à l'intérieur et à l'extérieur de ces matériaux ; ils ont également leur aimantation \vec{M} modifiée par ce champ appliqué. Par définition, l'induction magnétique s'écrit dans le système SI (système international) par :

$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M}) \quad 1.4$$

Où dans le système CGS (système dont les unités principales sont le centimètre (C), le gramme (G) et la seconde(S)) par :

$$\vec{B} = \vec{H} + \mu_0 \vec{M} \quad 1.5$$

μ_0 correspond à la perméabilité du vide (4.10^{-7} en SI et 1 en CGS) et l'aimantation \vec{M} représente la densité volumique de moment magnétique dans le matériau magnétique (exprimée en $A.m^{-1}$ en SI et en $emu.cm^{-1}$ en unités CGS). Dans la suite du manuscrit, nous utiliserons le système CGS.

L'aimantation \vec{M} est reliée au champ magnétique \vec{H} par la relation :

$$\vec{M} = \chi \cdot \vec{H} \quad 1.6$$

Où χ est la susceptibilité magnétique du milieu.

C'est cette caractéristique qui détermine la classe du matériau magnétique. La **Figure 1-8** [12] montre l'évolution générale des caractéristiques des matériaux magnétiques l'aimantation (M) et l'inverse de la susceptibilité (χ) en fonction du champ magnétique (H) et de la température (T)

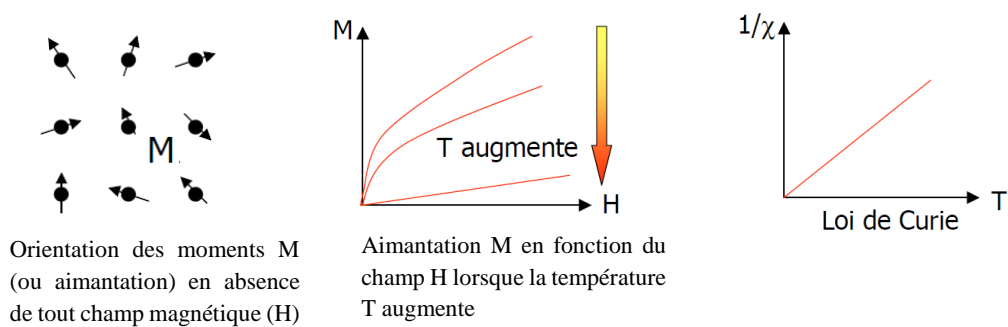


Figure 1-8: Caractéristiques des matériaux magnétiques [12]

Selon l'orientation des résultantes des moments magnétiques (orbital et spin, **Figure 1-7**) de chaque atome du matériau, les matériaux magnétiques peuvent être classés en différentes catégories : diamagnétiques, paramagnétiques, ferromagnétiques et

ferrimagnétique. Le matériau magnétique de notre étude appartient à la dernière classe, c'est-à-dire les matériaux ferrimagnétiques ou ferrites.

1.2.1.2.3 Matériau utilisé – Ferrites, fréquences des matériaux magnétiques

Les matériaux magnétiques les plus utilisés en microélectronique sont les ferrites qui peuvent être définis comme des composants à base d'oxyde de fer (magnétite) contenant d'autres métaux principalement le zinc et le nickel (Ni-Zn), le manganèse et le nickel (Ni-Mn) ; ils sont également constitués du grenat de matériaux métalliques (fer, aluminium ...) et de terre rares (l'yttrium est le plus utilisé). Leur choix est principalement imposé par la gamme de fréquence dans laquelle ils sont destinés à travailler. Le but est d'avoir pour une fréquence donnée la perméabilité magnétique la plus élevée et les pertes les plus faibles possibles. Partant de ce constat, il est possible de présenter de manière simple le matériau magnétique le plus utilisé pour des applications de puissance en fonction de la gamme de fréquence comme décrit par Lucas [13] (**Figure 1-9**).

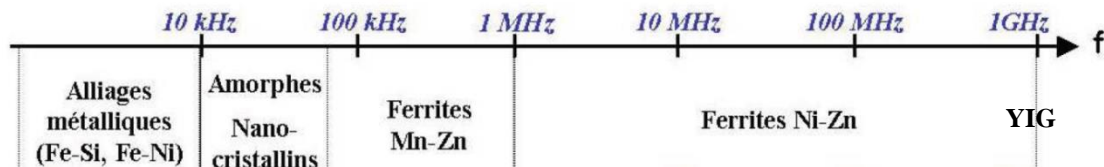


Figure 1-9: Ferrites et fréquences d'utilisation [13]

Les matériaux utilisés pour des applications hyperfréquences appartiennent aux classes des ferromagnétiques dont la susceptibilité varie entre 50 et 10000 et des ferrimagnétiques dont la susceptibilité est autour de 3000. Mais les plus utilisés sont les ferrites de type spinelle qui sont sollicités pour des applications dont la fréquence est entre 10kHz et 1MHz et les ferrites du type grenat pour des fréquences variant entre quelques mégahertz et la centaine de GHz. Les ferrites sont également utilisées à cause de leur faible perte à des bandes de fréquences données.

Le matériau magnétique que nous avons utilisé durant cette thèse est un ferrite constitué du grenat de fer et d'yttrium appelé communément YIG (Yttrium Iron Garnet). Ce ferrite est choisi car, comme tous les ferrites de type grenat, il possède une grande perméabilité magnétique à des hautes fréquences [4]. Ce matériau est utilisé pour canaliser les lignes de champ magnétique ceci pour améliorer les caractéristiques électriques des composants mais aussi il sert de support mécanique (substrat) du matériau conducteur en couche mince. Il est le plus utilisé pour ces nombreuses qualités parmi lesquelles sa grande résistivité ($10^{12} \Omega.m$) lui permettant d'être un excellent milieu de propagation pour les ondes électromagnétiques et une tangente de pertes diélectriques ($\tan\delta$) voisine de 10^{-4} à 10 GHz [14]. Le domaine d'utilisation en fréquence pour le YIG est largement au-dessus du domaine des ferrites présentés dans la **Figure 1-9**. Pour ces ferrites la plage d'utilisation est comprise entre quelques mégahertz et plusieurs gigahertz [15].

Le YIG possède des propriétés magnétiques intéressantes et les propriétés mécaniques telles qu'une bonne rigidité ou module d'Young (grande de valeur du module d'élasticité, ici 190 GPa) et une bonne résistance pratique à l'extension (une valeur élevée de la limite élastique) qui lui permettent de tenir mécaniquement. Par ailleurs, il faut aussi que ce support se déforme peu sous l'effet de la chaleur ; ses bonnes propriétés thermiques, en l'occurrence le coefficient de dilatation thermique (faible valeur $9,9.10^{-6}/^{\circ}C$), lui procurent cette possibilité.

1.2.1.3 Matériaux conducteurs

Les matériaux conducteurs sont, à l'inverse des isolants, capables de conduire le courant électrique. Ils doivent être le moins résistant possible afin de réduire les pertes en ligne. Les matériaux conducteurs sont les métaux car ils possèdent la liaison atomique caractéristique de la conduction électrique : la liaison métallique [16].

Les principales caractéristiques des matériaux conducteurs sont : les propriétés électriques (conductivité électrique, ...), les propriétés mécaniques (limite élastique...), les propriétés thermiques (conductivité thermique...), les propriétés métallurgiques (température de fusion ...) et les propriétés chimiques (oxydation). L'une des caractéristiques des conducteurs, la résistivité qui est l'inverse de la conductivité électrique, permet de sélectionner

le conducteur adéquat. Plus la résistivité est petite, plus le conducteur électrique sera qualifié de « bon ». En se basant sur cette dernière remarque, les matériaux conducteurs en microélectronique sont classés comme suit : l'argent, le cuivre, l'or, l'aluminium (**Tableau 1-1**). La résistivité peut être calculée par la méthode de Drude [16] [17] ; elle s'exprime par :

$$\rho = \frac{m}{n\tau e^2} \quad 1.7$$

Où m désigne la masse d'un électron, e la charge élémentaire (*qui est égale à $1,6022 \cdot 10^{-19}$ C*), n le nombre d'électrons conducteurs (électrons libres) et τ le taux de relaxation qui peut être déterminé à partir de l'expression de la vitesse moyenne des électrons libre :

$$\vec{v} = -\frac{e\tau}{m}\vec{E} \quad 1.8$$

Avec E , le champ électrique appliqué au conducteur.

Tableau 1-1: Résistivité des conducteurs à 273 K et à 293 K [17] [18]

Conducteur	Argent	Cuivre	Or	Aluminium
Résistivité ($\mu\Omega \cdot \text{cm}$) à 273 K	1,47 – 1,51	1,54 – 1,56	2,04 – 2,05	2,45
Résistivité ($\mu\Omega \cdot \text{cm}$) à 293 K	1,59	1,68	2,21	–

Nous remarquons dans ce tableau que l'argent est le meilleur conducteur de tous les métaux usuels de l'électronique mais le cuivre est de loin le plus utilisé pour des raisons suivantes :

- Le rapport coût/résistivité de celui-ci est le plus intéressant que celui des autres ;
- Il est ductile et malléable et donc facilement façonnable (laminage, filage, emboutissage, pliage, ...)

Nous voyons que la résistivité des conducteurs augmente avec la température (**Tableau 1-1**). Cette évolution est quasi linéaire et s'exprime par l'équation 1.9

$$\rho = \rho_0(1 + \alpha(T - T_0)) \quad 1.9$$

Avec ρ et ρ_0 la résistivité, en $\Omega.m$, à la température T et T_0 (température ambiante, en $^{\circ}C$)

Les propriétés mécaniques et thermiques les plus sollicitées pour le matériau conducteur utilisé sont les mêmes que celles du support en matériau magnétique qui sont la rigidité caractérisée par le module d'Young, la limite élastique et le coefficient de dilatation thermique. Ces propriétés sont, pour le cuivre massif, respectivement : 120 GPa, de 54 à 270 MPa (pour le cuivre pur doux à dur polycristallin [19]) et $16.10^{-6}/^{\circ}C$; elles varient avec la température. Plus de détails sur ces caractéristiques seront données dans le chapitre 2.

1.2.2 Propriétés mécaniques des empilements

1.2.2.1 Généralités

Les propriétés mécaniques des couches minces sont nombreuses. Elles ont les mêmes propriétés que celles des matériaux massifs à savoir : la dureté, la ductilité, la malléabilité, ... qui sont liées à une grandeur physique appelée module d'Young. La propriété essentielle au bon fonctionnement des composants est l'adhésion (il faut que la couche mince adhère bien à son support mécanique, le substrat).

1.2.2.2 Adhésion, adhérence

Par définition, selon la société américaine *American Society for Testing and Material*, l'adhésion est « la condition dans laquelle deux surfaces sont tenues ensemble, soit par les forces de valence, soit par l'ancrage mécanique ou soit par les deux à la fois » [20]. Les forces mentionnées peuvent être de Van der Waals, les forces électrostatiques, et/ou forces chimiques dues à l'ensemble des phénomènes physico-chimiques qui se produisent lorsque les deux matériaux sont mis en contact. C'est le cas des structures en couches minces à partir desquelles sont fabriquées les composants issus de la microélectronique. Par ailleurs, les différentes forces indiquées et l'ancrage mécanique sont classés sous le terme de « mécanismes d'adhésion » ou théories d'adhésion ; ils interviennent pour favoriser la solidarisation des différentes couches mises en commun [21] [22] [23].

Les différentes couches doivent rester bien solidaires car la durée de vie du composant microélectronique y est directement liée. Un des exemples pratiques est la dépendance de la fiabilité des microprocesseurs vis à vis de l'adhérence des différentes couches minces empilés sur le wafer de silicium formant la structure d'interconnexion évoquée par S. ROY [24]. Cette détérioration est aussi une conséquence d'une importante électromigration des atomes du conducteur, pouvant conduire jusqu'à la rupture d'une ligne de connexion (le cuivre aux interfaces couche mince-substrat). Une bonne tenue des interfaces est aussi nécessaire pour passer avec succès les étapes de polissage mécano chimique qui permettent d'obtenir un bon état de surface entre chaque phase de dépôt.

L'adhérence est définie comme le travail (l'énergie) nécessaire pour séparer des atomes ou des molécules à l'interface ; c'est la mesure de l'adhésion. Elle dépend essentiellement de l'état de surface (qui favorise les mécanismes d'adhésion) du substrat et des propriétés mécaniques de la couche mince. Pour déterminer cette adhérence, plusieurs méthodes existent appelées tests d'adhérence ; parmi ces méthodes, on a le clivage, le pelage, la traction, le cisaillement, le test de quadrillage [25], le scratch test [24], la nanoindentation et les techniques connexes présentées par Sam Zhang [26] ; cet auteur traite essentiellement des propriétés comme la dureté, la ténacité et l'adhésion des couches minces. Nous traiterons ce thème dans le chapitre suivant.

1.2.2.3 Contraintes

Lorsqu'un corps est soumis à une charge mécanique ou à une variation de température, celui-ci est susceptible de se déformer. Cette déformation est liée à une grandeur représentative de la charge appelée contrainte. Par définition, la contrainte est le rapport de la charge en Newton (N) par la surface (ou section) en mètre carré (m²) de la partie du corps à laquelle elle est appliquée. En utilisant les grandeurs de la **Figure 1-10**, la contrainte exprimée en Pascal (Pa) et s'écrit :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \quad 1.10$$

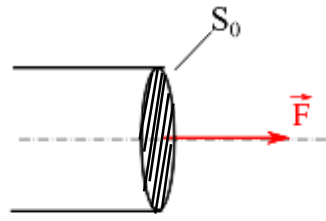


Figure 1-10: Force (F) appliquée sur une surface (S_0)

L'adhésion dépend particulièrement des contraintes qui elles aussi ont plusieurs causes. Deux types de contraintes peuvent être définis : les contraintes en compression (valeur négative) ou les contraintes en tension ou extension (valeur positive). Divers paramètres interviennent dans la formation de ces contraintes dont la méthode de dépôt et les traitements thermiques.

1.2.2.3.1 Etat des contraintes

Dans les couches minces, les états des contraintes sont dictés par les propriétés du matériau, en l'occurrence sa température de fusion et le coefficient de dilatation thermique. Ainsi, si le matériau est de type I (température de fusion élevée, comme par exemple le chrome (1890°C [27]) [28] , avec une forte mobilité atomique [29]), on obtient des contraintes en tension qui augmentent avec l'épaisseur de la couche déposée ; ces contraintes révèlent le mode de croissance en colonne. Par contre, si le matériau est de type II (basse température de fusion et faible mobilité atomique : le cuivre (1085°C [27]), l'or (1064°C [27])...), les contraintes résultantes sont très faibles et décroissent avec l'épaisseur de la couche mince pour donner des contraintes en compression ; ces contraintes caractérisent le mode de croissance en îlot. La **Figure 1-11** donne l'évolution des contraintes en fonction de l'épaisseur pour les deux types de matériaux.

Les signes des contraintes (positif ou négatif) peuvent également être contrôlés lorsque l'on maîtrise les paramètres de dépôt tels que la pression dans l'enceinte de dépôt, le débit d'argon injecté et la puissance du générateur RF dans le cas de la pulvérisation cathodique par exemple. D'autre part, ces signes peuvent être imposés soit par la forme du substrat, sa courbure, soit par le signe de la variation de température ; on parle alors des contraintes intrinsèques et des contraintes thermiques.

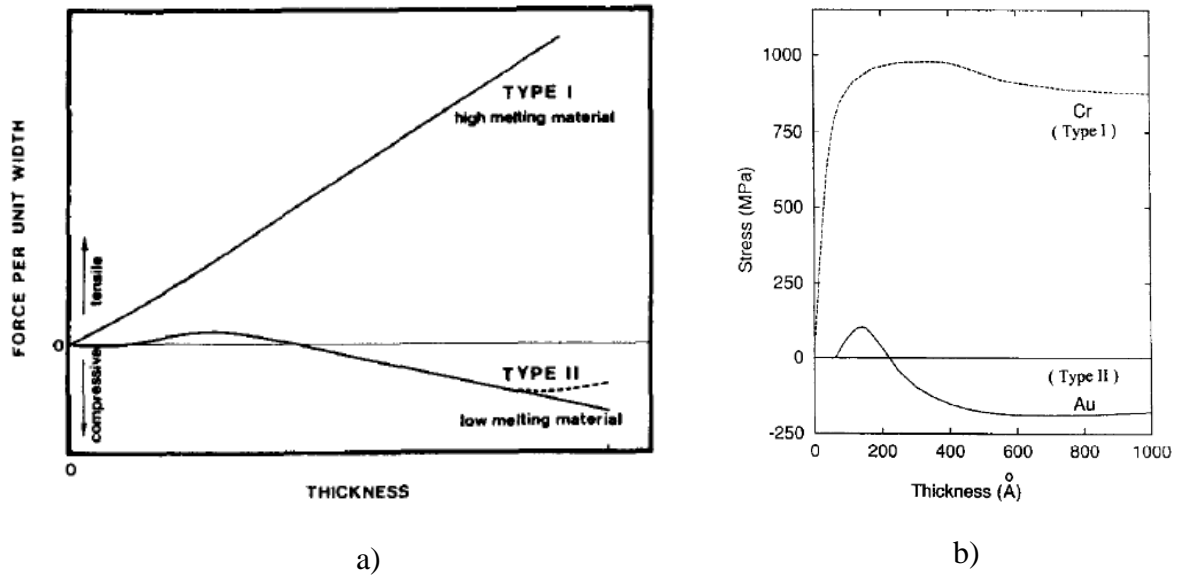


Figure 1-11 : Etat des contraintes selon le type de matériau : a) [29], b) [28]

Dans les travaux similaires (étude des couches de cuivre sur l'alumine) déjà effectués au laboratoire [30], les résultats obtenus par la méthode de la courbure donne des contraintes en tension. Cette méthode utilisée pour déterminer la valeur de la contrainte dite de Stoney sera présentée dans la sous-section suivante. La couche mince sollicitée en compression se dilatera et si le substrat est mince, le film courbe le substrat et il se trouve du côté convexe (**Figure 1-12 b**) [31]). Si le film a une contrainte de traction, le film et le substrat se courbent de sorte que le film soit du côté concave (**Figure 1-12 a**). [27]

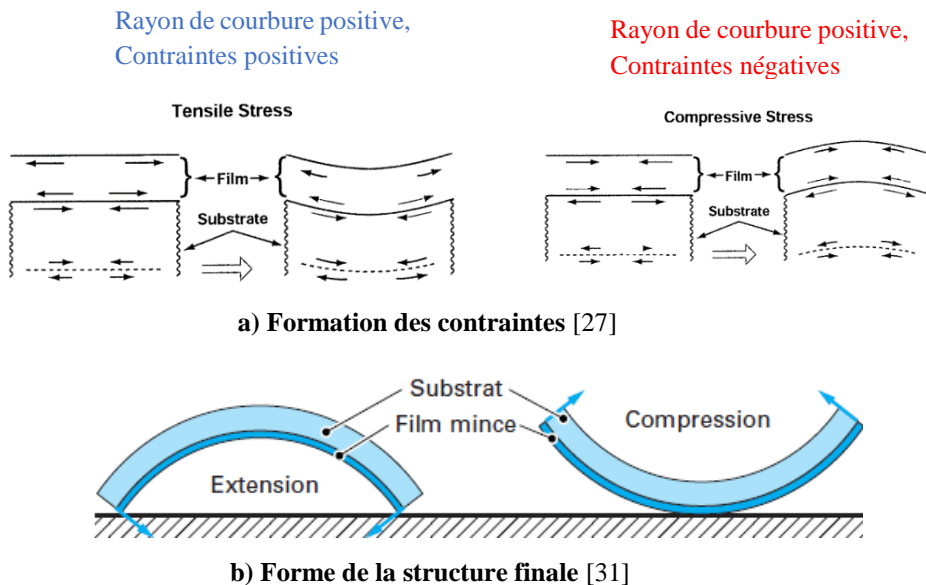


Figure 1-12: Contraintes en tension et en compression en couche mince

1.2.2.3.2 Contraintes intrinsèques

Les contraintes intrinsèques sont celles introduites dans les structures après le procédé d'élaboration. Elles sont dues principalement à la déformation du substrat dont la cause est entre autres la différence de température entre le dépôt et la température ambiante.

Elles peuvent influencer sur la planéité du substrat. C'est à partir de ce constat que Stoney a déterminé les contraintes intrinsèques à partir de mesures de la planéité des échantillons. La planéité peut être obtenue à l'aide d'un profilomètre ou par réflexion laser en mesurant le rayon de courbure du substrat avant et après dépôt. Lors d'un dépôt, cette courbure est modifiée, ce qui entraîne une création de contraintes dans la couche mince. Connaissant les rayons de courbure avant et après dépôt, la contrainte ainsi introduite peut être obtenue par la formule dite de STONEY, formule largement utilisée dans la littérature [32] [33] [34].

La contrainte intrinsèque obtenue par Stoney et notée σ_{sto} est donnée par :

$$\sigma_{sto} = \pm E_d \cdot \frac{h_s^2}{6h_f} \cdot K \quad 1.11$$

Avec : E_d le module de Young du substrat à déterminer selon sa géométrie ; h_s et h_f les épaisseurs du substrat et de la couche mince respectivement et K est l'inverse de rayon courbure R de la paire substrat/couche mince.

Selon la forme géométrique du substrat, le module de Young de la structure E_d est défini en fonction des propriétés mécaniques du substrat qui sont le module d'Young (E) et le coefficient de Poisson (ν). Ainsi, pour une couche mince déposée sur un substrat plat rectangulaire (c'est le cas des structures étudiées dans cette thèse) la structure a un module de Young *biaxial* [32] qui s'écrit :

$$E_d = \frac{E_s}{1 - \nu_s} \quad 1.12$$

Avec E_s et ν_s le module de Young et le coefficient de Poisson du substrat respectivement.

Et pour un substrat circulaire assimilable à un cylindre de hauteur négligéable devant le diamètre (ou un disque), E_d s'écrit :

$$E_d = \frac{E_s}{1 - \nu_s^2} \quad 1.13$$

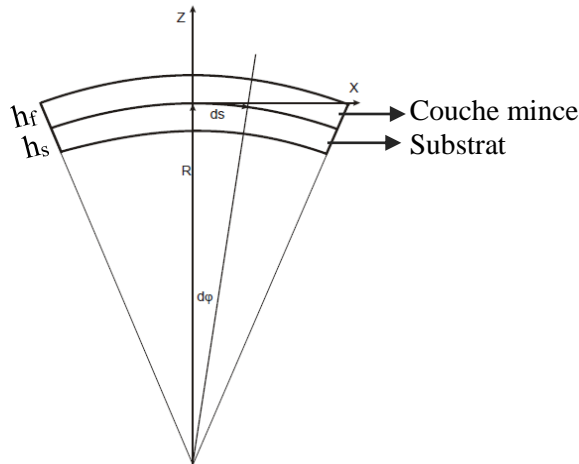


Figure 1-13 : Mesure du rayon de courbure

On remarque, en première approximation, que la formule de Stoney ne prend pas les caractéristiques mécaniques de la couche mince, mais elles ont été bien prises en compte. Elles se trouvent dans l'expression du rayon de courbure. Cette courbure dépend également des dimensions caractéristiques de la structure (l'épaisseur et le rayon) telles que représenté sur la **Figure 1-13**.

FENG Xue et al [35] donnent beaucoup plus de détails pour la détermination de l'inverse du rayon de courbure K des structures circulaires et trouvent les contraintes sous la forme :

$$\sigma = \frac{E_s h_s^2}{6 h_f (1 - \nu_s) \left(1 - \frac{1 - \nu_s}{2} \left(1 - \frac{R_f^2}{R_s^2} \right) \right)} K \quad 1.14$$

Où R_f , R_s et sont respectivement les rayons de la couche mince et du substrat.

On remarque effectivement que la formule de Stoney (équation 1.11) est retrouvée lorsqu'on a réalisé un dépôt en pleine plaque ($R_f = R_s$).

Lorsqu'on souhaite avoir les contraintes dues à un changement de milieu (entre deux états initial et final, par exemple avant et après le dépôt (à $t = 0$ et à t quelconque)), le calcul se fait en fonction de la différence de l'inverse des rayons de courbure. Elles s'obtiennent alors par :

$$\sigma_{sto}^f = \mp \frac{E_s}{1 - \nu_s} \frac{h_s^2}{6h_f} (K - K_0) \quad 1.15$$

Avec K et K_0 les inverses de rayons de courbure après et avant dépôt respectivement ; h_s et h_f sont respectivement les épaisseurs du substrat et de la couche mince.

Cette formule beaucoup utilisée en microélectronique n'est applicable que lorsque l'épaisseur de la couche mince est plus petite devant celle du substrat ; la couche mince est uniforme et le substrat se déforme peu (petite flèche).

La formule dite de Stoney est corrigée par Timoshenko en prenant directement en compte les propriétés mécaniques de la couche mince (notamment E_f et ν_f) [36]. Les contraintes obtenues par cette nouvelle formule nommée Stoney-Timoshenko ne diffèrent pas trop de celles obtenues par la formule de Stoney, c'est peut-être pour cette raison qu'elle n'est presque pas utilisée dans la littérature.

1.2.2.3.3 Contraintes thermiques

Toute variation de température entraîne un déplacement (dilatation ou rétraction) d'un point se trouvant sur un matériau. La déformation est définie par le rapport de variation de longueur par la longueur initiale pour toute variation de température suffisante. Etant donné que la déformation et la contrainte sont liées par la loi de Hooke [37], il se forme alors dans les couches minces des contraintes dites thermiques dues à la différence des coefficients de dilatation thermique des matériaux substrat et couche mince. La déformation thermique (ε_{th}) s'obtient par :

$$\varepsilon_{th} = \int_T^{T_a} (\alpha_f - \alpha_s) dT \quad 1.16$$

Avec T_d la température de l'environnement, α_f et α_s les coefficients de dilatation respectifs du film et du substrat.

La contrainte thermique moyenne dans le film mince (σ_{th}^f) sera alors :

$$\sigma_{th}^f = \frac{E_f}{1 - \nu_f} (\alpha_f - \alpha_s) (T_d - T) \quad 1.17$$

E_f et ν_f le module d'Young et le coefficient de Poisson du film mince.

Lorsque la structure de la couche mince se trouve dans un milieu où les conditions favorisent la courbure et une déformation due à la température, la contrainte induite dans le film est la somme des contraintes de Stoney et thermique. Cette somme sera appelée contrainte en couche mince. A cette somme sera également ajoutée la contrainte due aux sollicitations mécaniques externes.

1.2.2.4 Endommagement

En mécanique, l'endommagement des structures est causé soit par le poids propre de cette structure, on parle alors de fluage, soit par des charges extérieures ou sollicitations. Ces sollicitations endommageraient les structures en question, même si leur valeur en contrainte est nettement inférieure à la valeur de la résistance élastique (limite élastique R_e ou σ_e) ou la résistance mécanique de rupture (R_m ou σ_m) du matériau, on parle alors de rupture par fatigue. Pour prévoir la rupture des matériaux, on a en mécanique plusieurs méthodes connues sous le nom de critères de résistance des matériaux ou critères d'endommagement. Nous en présenterons ici deux qui sont les plus représentatifs. Mais bien avant cela faisons un petit rappel sur les deux caractéristiques à savoir la limite élastique R_e (ou σ_e) et la résistance mécanique à la rupture R_m (ou σ_m).

Ces deux caractéristiques mécaniques sont explicitées à partir de la courbe *contrainte* (σ) – *déformation* (ε) de l'essai de traction conventionnel. Cet essai consiste à appliquer deux forces de même intensité, même direction et de sens opposé sur une éprouvette (un échantillon de forme spéciale du matériau à tester) du matériau ; un microordinateur lié à la machine de traction engistre alors les données (force) et résultats (déformations) et trace la

courbe *contrainte – déformation* (ou d’une autre manière, *force (F) – allongement (A)*). Cette courbe est donné à la **Figure 1-14**.

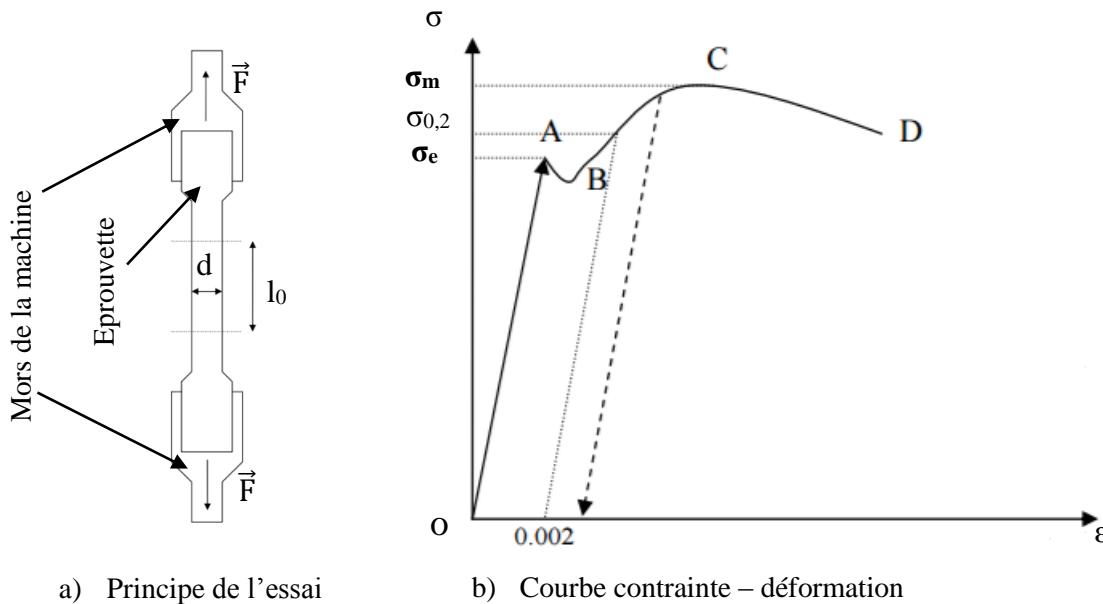


Figure 1-14: Essai de traction, principe et courbe

Dans le domaine OA de la courbe, les contraintes sont proportionnelles aux déformations et le coefficient de proportionnalité est le module d'élasticité E. Dans ce domaine, les déformations sont élastiques, c'est-à-dire que dès que les forces de traction sont supprimées, l'éprouvette reprend sa forme initiale. La contrainte limite de ce domaine est σ_e d'où l'appellation limite élastique. Dépasser cette limite, les déformations ne sont plus réversibles ; lorsque les forces de tractions sont supprimées, il y a toujours présence d'une déformation rémanente, on est dans le domaine plastique. Au point C, les contraintes n'augmentent plus avec la déformation et la vitesse de déformation augmente subitement. A la contrainte égale à σ_m , il suffit d'une toute petite contrainte pour une grande déformation susceptible à la rupture de l'éprouvette d'où l'appellation de contrainte maximale à l'extention ou à la rupture du matériau.

1.2.2.4.1 Critères d'endommagement

1.2.2.4.1.1 Rappel sur les contraintes

Les sollicitations appliquées sur une structure ont en général trois composantes dans l'espace correspondant aux trois axes de l'espace cartésien et donc neuf composantes au total

comme le montre la **Figure 1-15**. Si on considère que la sollicitation est uniaxiale, la contrainte σ qui en résulte se définit alors par :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad 1.18$$

Avec F l'effort de la sollicitation et S la surface à laquelle s'applique cet effort.

L'effort appliqué entraîne des déformations relativement plus petites (ε_{ij}) qui sont liées aux contraintes par la relation généralisée de Hooke [22] [37] :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{(1 - \nu)}{E} \sigma_{ij} - \frac{\nu}{E} \sigma_{kk} \delta_{ij} \quad 1.19$$

Avec σ_{ij} les composantes du tenseur de contraintes dans la structure (i, j et k = 1, 2 ou 3 désignant les trois axes du repère spatial cartésien (x,y,z)), $\delta_{ij} = 1$ pour $i = j$ et 0 pour $i \neq j$, ν et E respectivement le coefficient de Poisson et le module d'Young du matériau.

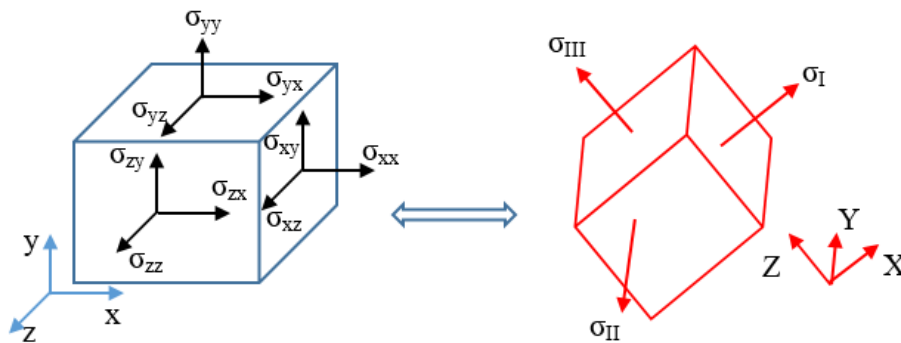


Figure 1-15 : Composantes du tenseur de contraintes dans la base d'origine et la base de directions principales

Le tenseur de contraintes dans le matériau s'écrit alors sous la forme matricielle suivante :

$$[\bar{\sigma}]_{xyz} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz} \end{pmatrix} \quad 1.20$$

Dans cette relation, il y a trois composantes normales (σ_{xx} , σ_{yy} et σ_{zz}), contraintes suivant chacune des directions indiquées (x, y, et z) et six composantes tangentielles ou

contraintes de cisaillement (σ_{xy} , σ_{yz} , σ_{xz} , σ_{zy} , σ_{zx} et σ_{yx}), contraintes de cisaillement dans les plans formés par les axes deux à deux ; ces contraintes sont également désignées par la lettre τ (τ_{xy} , ...). Cette matrice a la particularité d'être symétrique ($\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$); il y a donc finalement six composantes : trois normales et trois tangentielles.

Il arrive souvent qu'on diagonalise la matrice des contraintes afin d'être dans une base de directions principales permettant de mieux étudier le système considéré. Les trois contraintes situées sur la diagonale de la nouvelle matrice sont alors appelées contraintes principales et notées σ_I , σ_{II} et σ_{III} :

$$[\bar{\Sigma}]_{XYZ} = \begin{pmatrix} \sigma_I & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{II} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{III} \end{pmatrix} \quad 1.21$$

La plupart des critères utilisent une contrainte équivalente qui prend en compte toutes les composantes et la compare à l'une des caractéristiques mécaniques (R_e ou R_m) du matériau en question. Ici, deux critères sont présentés.

1.2.2.4.1.2 Critère de Von Mises

Le critère de Von Mises σ_{VM} [37] [38] compare la contrainte équivalente dite de Von Mises à la limite élastique du matériau (R_e ou σ_e). Cette contrainte s'écrit dans le repère cartésien :

$$\sigma_{VM} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\sigma_{xx} - \sigma_{yy})^2 + (\sigma_{yy} - \sigma_{zz})^2 + (\sigma_{zz} - \sigma_{xx})^2 + 6(\sigma_{xy} + \sigma_{xz} + \sigma_{yz})} \quad 1.22$$

Et dans le repère de directions principales :

$$\sigma_{VM} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\sigma_I - \sigma_{II})^2 + (\sigma_{II} - \sigma_{III})^2 + (\sigma_{III} - \sigma_I)^2} \quad 1.23$$

Le critère stipule que la contrainte équivalente au sens de Von Mises (σ_{VM}) doit être inférieure à la limite élastique du matériau ; la structure résisterait alors aux sollicitations créant ces contraintes. Ce critère s'écrit :

$$\sigma_{VM} \leq \sigma_e \quad 1.24$$

Avec σ_e la limite élastique lorsqu'il s'agit de contrôler l'élasticité.

Lorsqu'il s'agit de contrôler la plasticité de la structure concernée, on comparera les contraintes de Von Mises à la résistance pratique à la rupture (σ_m ou en anglais UTS pour *ultimate tensile stress*).

1.2.2.4.1.3 Critère de Tresca

Le critère de Tresca est un critère de cisaillement maximal. La contrainte cisaillement est, par opposition à la contrainte normale, celle qui est tangente au plan formé par deux des trois directions de l'espace ; on l'appelle alors contrainte tangentielle. Le critère de Tresca stipule que la contrainte maximale de cisaillement dans la structure ne doit pas dépasser le taux de cisaillement élastique du matériau. Il s'écrit :

$$\tau_{max} < \tau_e \quad 1.25$$

Avec τ_{max} le cisaillement maximal au sens de Tresca et τ_e le cisaillement élastique ; ils s'expriment respectivement :

$$\tau_{max} = \text{Max} \left(\frac{\sigma_I - \sigma_{II}}{2}, \frac{\sigma_{II} - \sigma_{III}}{2}, \frac{\sigma_{III} - \sigma_I}{2} \right) \quad \text{et} \quad \tau_e = \frac{\sigma_e}{2} \quad 1.26$$

1.2.2.5 Influence de la température

La température a une influence sur les caractéristiques physiques et mécaniques des matériaux ; leur évolution peut être très différente, par exemple le module de Young E évoluera différemment du coefficient de dilatation α . Celui-ci est constant sur une grande plage de température pour la plupart des céramiques [39].

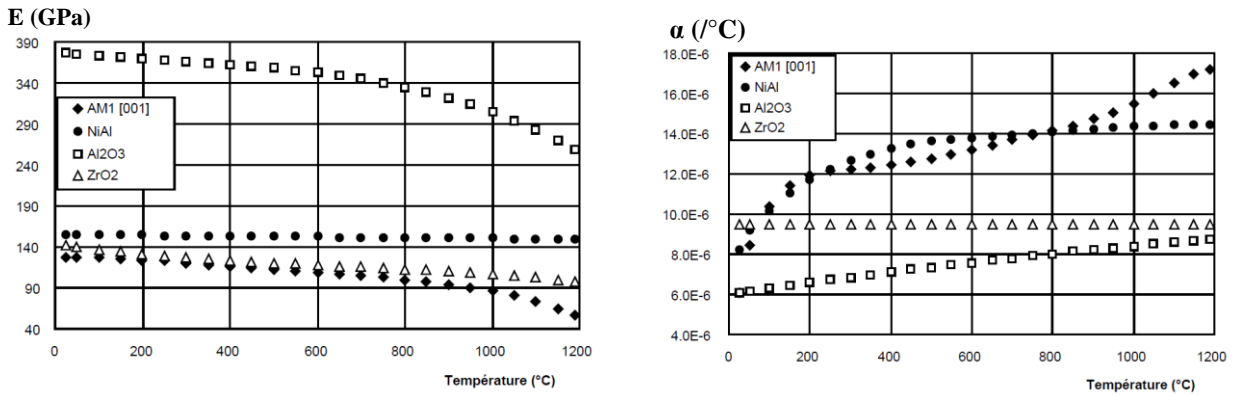


Figure 1-16 : Evolution du module d'élasticité E (GPa) et du coefficient de dilatation α ($1/^\circ\text{C}$) en fonction de la température pour différents matériaux [39]

La Figure 1-16 montre l'évolution du module d'élasticité (ou module d'Young) et celle du coefficient de dilatation thermique de quelques matériaux en fonction de la température donné par A. Bickard [39]. Cette variation des propriétés en fonction de température entraîne, d'une part une diminution de la ténacité du matériau car le module de Young représente sa rigidité et, d'autre part de fortes contraintes thermiques du fait des grandes déformations. On remarque bien dans cette figure que les propriétés mécaniques de l'alumine, substrat utilisé dans les travaux de N. Doumit [30] varient très peu avec la température ; son module d'Young diminue très peu de façon quasi linéairement jusqu'à 400°C alors que son coefficient de dilatation thermique augmente légèrement également de façon quasi linéaire jusqu'à 1200°C . Rappelons que nos travaux se portent sur le cuivre et le YIG à des températures allant jusqu'à 200°C ; les propriétés de ces derniers en fonction de la température seront présentées dans le chapitre suivant. Mais avant cela parlons brièvement l'influence de la température sur la limite élastique et la charge maximale à la rupture.

La limite élastique et la charge maximale à l'extension ou charge à la rupture sont les propriétés utilisées pour les critères de résistance des matériaux. Ces critères comparent les contraintes globales (notées σ), c'est-à-dire suivant toutes les directions de l'espace ou suivant les directions privilégiées appelées directions principales, dans la structure à sa limite élastique (σ_e) ou YS (*yield stress*, σ_y) lorsqu'on cherche à prédire la plasticité de la structure ; lorsqu'on compare les contraintes globales de la structure à sa charge maximale à l'extension (σ_m) ou UTS (*ultimate tensile strength*, σ_u). Les équations 1.27 et 1.28 (relations empiriques) donnent l'évolution en fonction de température de σ_e et σ_m respectivement [19]. Dans ces équations, la température s'exprime en Kelvin (K).

$$\sigma_e = 1570,3 - 14,184T + 5,641 \cdot 10^{-2}T^2 - 1,0592 \cdot 10^{-4}T^3 + 9,288 \cdot 10^{-8}T^4 - 3,086 \cdot 10^{-11}T^5 \quad 1.27$$

$$\sigma_u = 191,31 + 0,65634T - 1,85 \cdot 10^{-3}T^2 + 1,0185 \cdot 10^{-6}T^3 \quad 1.28$$

Ces équations sont respectivement valides dans les plages de température de 20 à 600°C et 20 à 700°C. Entre 20°C et 200°C la limite élastique décroît de 211 MPa à 191 MPa et la contrainte maximale à l'extention de 250 MPa à 196 MPa pour le cuivre pur [19]

1.2.3 Propriétés électriques

1.2.3.1 Généralités

Pour définir les propriétés électriques des conducteurs on parle souvent de la résistivité (ou de la conductivité). Plus cette grandeur est élevée, moins le matériau est un bon conducteur d'électricité et inversement. Comme la plupart des propriétés et caractéristiques, la conductivité, et donc la résistivité, varient avec plusieurs paramètres dont la température. Cette propriété est aussi directement liée à la mobilité et au nombre d'électrons libres du matériau.

1.2.3.2 Influence de la température et des impuretés

L'agitation thermique augmente avec la température et rend plus difficile la circulation des charges électriques ; de ce fait la conductivité σ diminue avec la température. La résistivité, est définie par :

$$\rho = \rho_0(1 - \alpha T) \quad 1.29$$

Avec T la température en °C, ρ_0 la résistivité à la température de 0°C (Ωm), α le coefficient de température en °C⁻¹ (ou K⁻¹) qui est différent du coefficient de dilatation thermique en °C⁻¹ aussi.

Ainsi, pour le cuivre, l'évolution de la résistivité en fonction de la température peut être obtenue l'équation 1.9 [40] (**Figure 1-17**)

$$\rho = 1,72(1 + 0,0042(T - 20)). 10^{-8} \quad 1.30$$

Avec T , la température en °C et ρ , la résistivité en $\Omega.m$

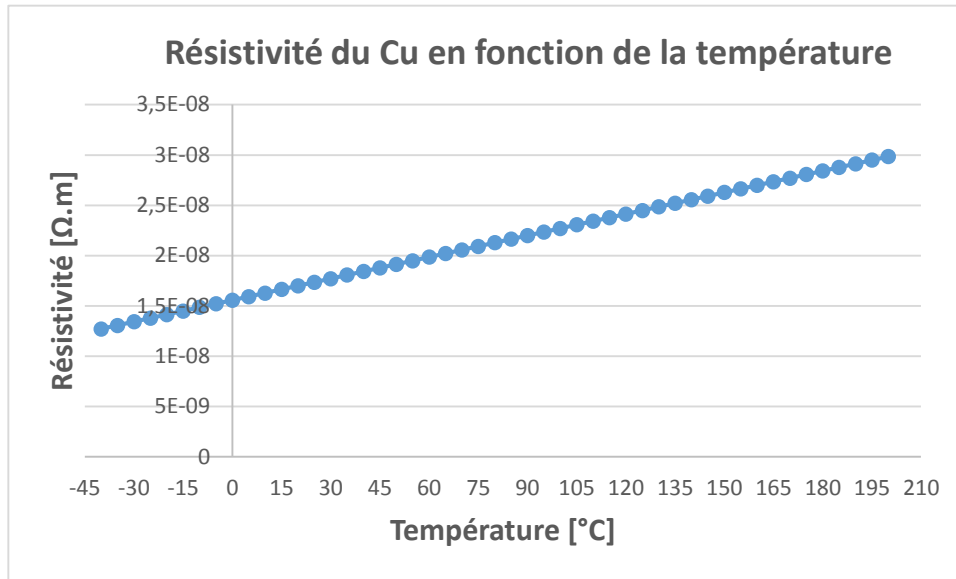


Figure 1-17: Evolution de la résistivité du cuivre en fonction de la température [40]

On peut exprimer autrement l'évolution de cette propriété avec la température lorsque l'on connaît le coefficient de variation de la résistivité selon la température [41]. Cette expression est la suivante :

$$\rho(T) = \rho_{20} + k(T - T_{20}) \quad 1.31$$

Avec $\rho(T)$, ρ_{20} , k , T et T_{20} respectivement la résistivité à la température T ($\Omega.m$), la résistivité à la température de 20°C ($\Omega.m$), le coefficient de variation de la résistivité selon la température ($\Omega.m^{\circ}C^{-1}$), la température (°C) et T_{20} la température standard (20°C).

D'autre part, les éléments d'alliages (ou impuretés) et la déformation ont également une influence sur la résistivité ; la **Figure 1-18 a)** présente l'évolution de la résistivité du cuivre en fonction de la température et de ces éléments.

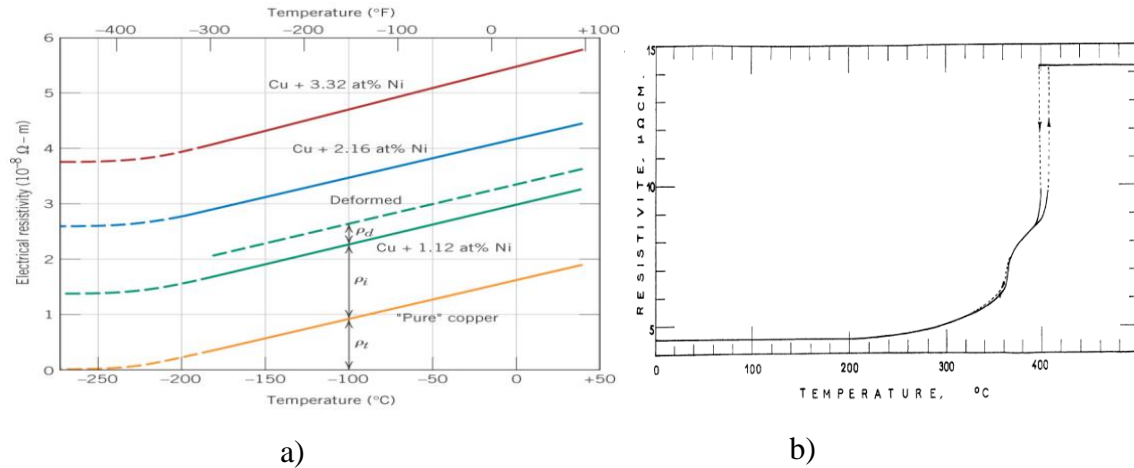


Figure 1-18: Evolution de la résistivité en fonction de la température – a) Cuivre, prise en compte des impuretés et des déformations [43]; b) alliages Au-Cu [58]

La résistivité augmente quasi linéairement avec la température pour les métaux purs et alliages excepté certains alliages « intermétalliques » tels que le Constantan (Cu-Ni) ou le Manganin (Cu-Mn-Ni) qui ont une résistivité élevée mais presque constante (faibles coefficients de température) [42], ou encore l’alliage or-cuivre (Au-Cu) dont la résistivité reste constante jusqu’à 200 $^{\circ}C$ comme indiqué dans la **Figure 1-18 b**). Pour le cuivre pur, on voit que sa résistivité passe de 1 $\mu\Omega \cdot cm$ à -100 $^{\circ}C$ à environ 2 $\mu\Omega \cdot cm$ à 50 $^{\circ}C$ (**Figure 1-18 a**)). Cette valeur de résistivité passe à 3 $\mu\Omega \cdot cm$ selon l’équation 1.30 pour une température 200 $^{\circ}C$.

D’autres paramètres contribuent également à la variation de la résistivité des matériaux ; c’est le cas des impuretés et des déformations (**Figure 1-18 a**)), pour le cuivre [43]. Dans ce cas, la résistivité totale s’écrira alors :

$$\rho_t = \rho_T + \rho_i + \rho_d \quad 1.32$$

Où ρ_T , ρ_i et ρ_d sont les contributions de la température, des impuretés (lacunes, insertions, atomes étrangers ...) et de la déformation.

1.3 Le composant planaire étudié

1.3.1 Définition d'un composant passif planaire

Un appareil électrique ou électronique est constitué de plusieurs éléments dont des composants passifs. A l'opposé d'un composant actif qui génère de l'énergie dans le sens électrique du terme, un composant passif est un consommateur ou un transformateur d'énergie. La consommation consiste en l'utilisation de cette énergie pour son fonctionnement (inductance, condensateur...) dans un mode de fonctionnement donné ; cette énergie emmagasinée sera ensuite dissipée lorsque le composant est isolé de la source. La transformation quant à elle consiste à diminuer ou amplifier la grandeur source (transformateur), ou encore à « aiguiller » la grandeur source (circulateur, isolateur, résonateur ...). En plus de ces fonctions, la taille de ces composants tend à diminuer depuis plusieurs années afin de réduire leur volume et leur coût.

A cause de leur très petite taille (de l'ordre quelques millimètres carrés), ces composants passifs planaires doivent être réalisés avec précaution dans un environnement le plus contrôlé possible et propre. Pour ces raisons ces composants sont fabriqués en salle blanche par les techniques classiques de la microélectronique utilisant notamment la photolithographie. Nos travaux concernent spécialement les inductances et les transformateurs dont une brève étude bibliographique sera présentée par la suite.

1.3.2 Etat de l'art sur les composants passifs planaires

Depuis l'invention de la méthode planar à l'origine de la conception du premier circuit intégré (six transistors) par l'américain Robert Noyce (avec la collaboration de Jack Kilby) en 1959 [2] et [44], la technologie des circuits intégrés ne cesse de croître avec des résultats de plus en plus satisfaisants. En effet, en 1965 Gordon Moore établit une loi se basant sur un constat empirique qui postule le doublement annuel des performances des circuits intégrés (mémoires et processeurs) [45]. Dix ans plus tard, Moore réévaluera sa loi et dit que le doublement aurait lieu tous les deux ans (aujourd'hui, certains admettent le compromis de 18 mois [46]) et non tous les ans. C'est ainsi qu'on peut avoir de nos jours presque toutes les

fonctions de l'électronique à l'échelle micrométrique voire même nanométrique. Nous faisons allusion par fonctions électroniques aux composants passifs entre autres, comme l'inductance, la résistance, le condensateur (ou capacité), etc. Par la suite, nous ne présenterons que les concepts de l'inductance et du transformateur car ils font partie des compétences sur la fabrication des composants développés au laboratoire Hubert Curien.

1.3.2.1 Inductance planaire

1.3.2.1.1 Définition

L'inductance est un dipôle électronique qui a la propriété de stocker de l'énergie magnétique lorsqu'il est traversé par un courant électrique ; le bobinage plonge alors dans son propre champ magnétique. Son comportement électrique s'oppose aux variations de courant qui le traverse et, lorsque celui-ci varie, il apparaît une tension u à ses bornes d'où l'équation :

$$u = \frac{Ldi}{dt} \quad 1.33$$

Avec : u la différence de potentiel en volt (V) ; L la valeur de l'inductance en Henry (H) et i le courant qui traverse la bobine en Ampère (A).

Selon le besoin exprimé, une inductance planaire peut être conçue avec ou sans matériau magnétique. Le composant inductance à air ou sans noyau magnétique possède un coefficient de *self induction*, ou inductance L , plus faible qu'une inductance à noyau magnétique. Mais la présence de ce matériau dans le composant induit des pertes à partir d'une certaine fréquence. Le choix du matériau magnétique est donc primordial. L'inductance L est définie par le rapport entre le flux magnétique instantané ϕ par le courant instantané i ; il s'écrit alors :

$$L = \frac{\phi}{i} \quad 1.34$$

Le flux du champ magnétique est égal, quant à lui, au produit du champ magnétique B , par la surface, S , formée par le contour du circuit magnétique ; c'est le produit scalaire des deux vecteurs champ \vec{B} et surface orientée \vec{S} . Il s'exprime Weber en (Wb) par :

$$\phi = \vec{B} \cdot \vec{S} \quad 1.35$$

Avec B , l'induction magnétique en Tesla (T) (ou Gauss : 1 T = 10000 Gauss) et S la surface en mètre carré (m²) **Figure 1-19**.

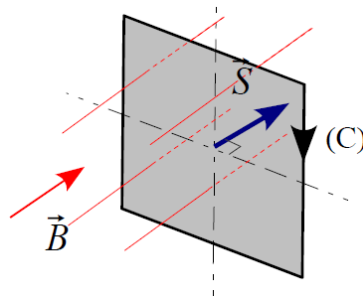


Figure 1-19 : Champ magnétique

1.3.2.1.2 Topologie des inductances planaires

L'objectif de ce travail concerne spécifiquement les comportements mécaniques thermique et électrique des structures en couche mince à la base de la fabrication des composants planaires. Par conséquent nous ne détaillerons pas leurs formes de façon précise ; toutefois, différentes topologies de composants seront données à titre d'exemple.

Il existe trois principales topologies pour les inductances : type solénoïde, type serpentín et type spirale.

- **Inductance solénoïde** : c'est un empilement 3D de deux structures conductrices 2D séparés par un isolant ou par un matériau magnétique ; les deux structures sont interconnectées par des vias métalliques de même matière et l'ensemble forme un solénoïde [47].

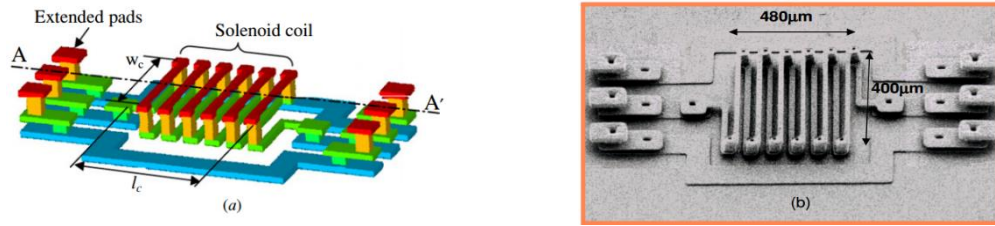
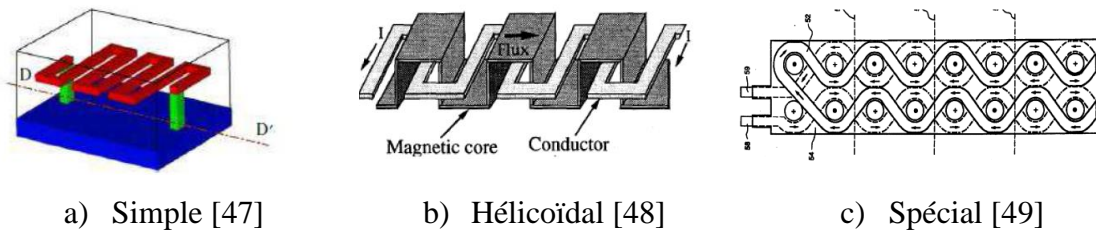


Figure 1-20 : Inductance planaire solénoïde. a) Schéma ; b) Fabriquée [47]

- **Inductance serpentín** : Elles se présentent sous forme de serpentins de même niveau métallique comme les serpentins simples [47] ou hélicoïdaux [48] et de deux niveaux métalliques comme les serpentins spéciaux [49].



a) Simple [47]

b) Hélicoïdal [48]

c) Spécial [49]

Figure 1-21 : Inductances serpentins

- **Inductance spirale** : elle est constituée d'une réalisation en spirale d'un matériau conducteur sur un support rigide isolant ou magnétique selon que l'inductance est à air ou à noyau magnétique. C'est cette configuration qui est de plus en plus utilisée de nos jours. La spirale peut être sous forme carrée, hexagonale, circulaire ou octogonale [50] comme le montre la Figure 1-22 [51].

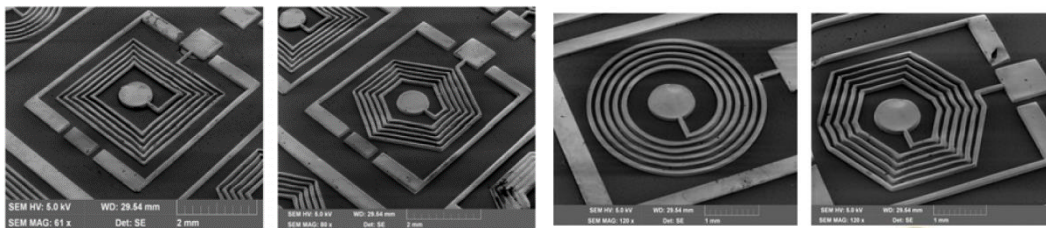


Figure 1-22: Topologie des inductances planaires spirales [51]

La configuration carrée est celle réalisée par le Laboratoire Hubert Curien (LaHC). Nous citons par exemple, pour les inductances, les réalisations de D. D. Yaya [52] dont les configurations et réalisations sont représentées à la Figure 1-23

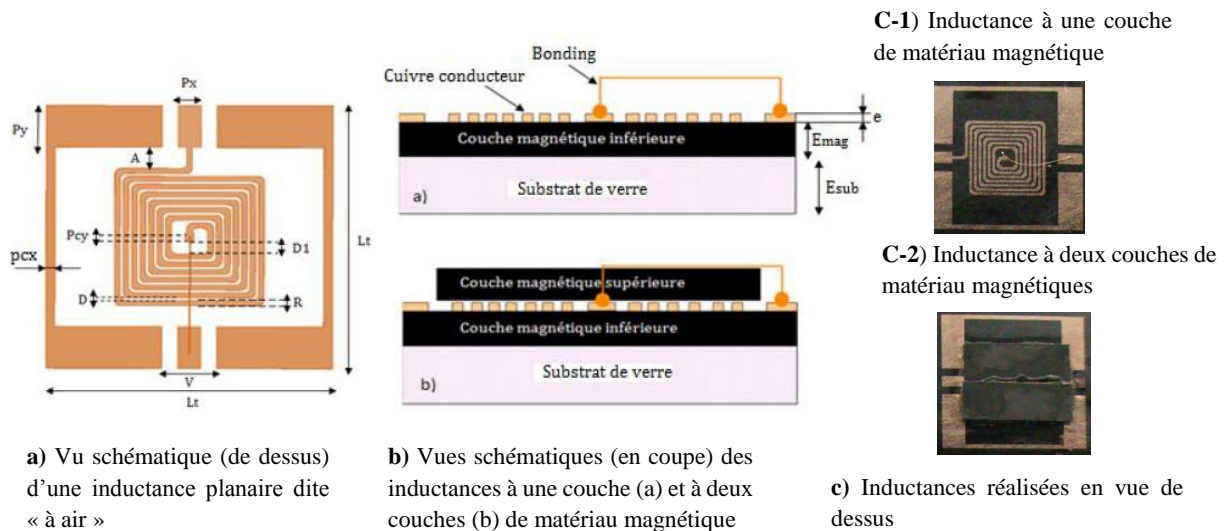


Figure 1-23: Configurations et réalisation des inductance de D. D. Yaya [52]

1.3.2.2 Transformateurs

1.3.2.2.1 Définition

Un transformateur est un composant électrique ou électronique qui est utilisé à chaque fois qu'il y a nécessité de modification de la grandeur d'entrée (tension électrique en générale). Cette modification consiste à la diminution ou à l'augmentation de l'amplitude de cette grandeur. On parle alors de transformateur abaisseur ou élévateur. Il est aussi utilisé en guise de prévention et de sécurité, on parle dans ce cas de transformateur d'isolement. Un transformateur comporte deux enroulements, appelés circuits primaire et secondaire.

1.3.2.2.2 Topologie de transformateurs planaires

La topologie d'un transformateur est désignée selon la forme des enroulements le constituant ou encore selon la géométrie globale (disposition finale de ses enroulements). Ainsi, on trouve dans la littérature des transformateurs dont la structure spatiale est composée d'enroulements primaire et secondaire situés dans un même plan ou dans des plans géométriques différents mais parallèles en générale. Les deux principales structures sont la structure entrelacée (Interleaved) et la structure empilée (Stack). D'autres structures existent en

faisant une combinaison entre l'entrelacée et l'empilée comme Stack-Interleaved ou encore des structures 3D [53] et bobines en vis-à-vis (Face-To-Face) (**Figure 1-24**).

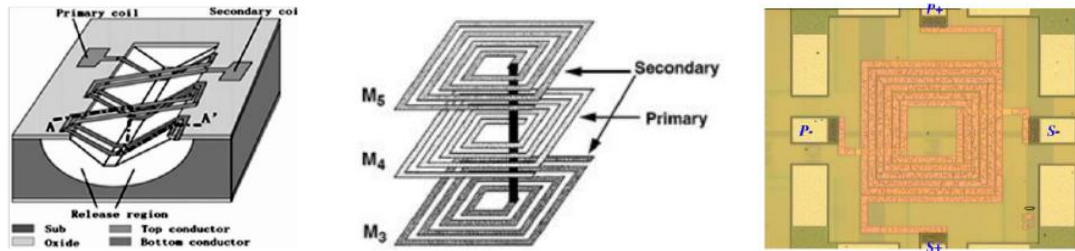


Figure 1-24: Topologie des transformateurs, a) 3D [53], b) 1-to-2, c) entrelacée

Dans la **Figure 1-25** nous présentons quelques topologies de transformateurs réalisées par F. Kalhouche [4] au laboratoire Hubert Curien.

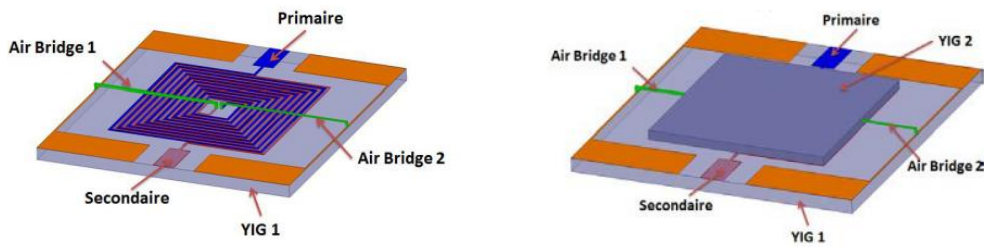


Figure 1-25: Design des transformateurs entrelacés simple et doubles couches de matériau magnétique réalisés par F. Khalouche [4]

1.3.3 Les inductances planaires magnétiques

Nous allons nous focaliser sur les inductances planaires magnétiques, application finale de cette thèse. De ce fait, nous présenterons des applications sur ce type de composant.

1.3.3.1 Objectifs des applications à base d'inductance

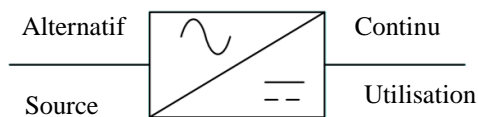
L'un des buts de la microélectronique est la réalisation des composants de base de l'électronique à l'échelle micrométrique, voire nanométrique. Pour cela la technique de réalisation des composants se déroule en *salle blanche*. Cette technique permet de réaliser des composants aussi petits que performants. Ces performances, dans le cas de l'inductance ou du

transformateur, peuvent être évaluées par des caractéristiques inductance (L), facteur de qualité (Q) et surface occupée par le composant. Y - K. Yoon et *al* [47] donnent les caractéristiques pour différentes inductances sur silicium (**Tableau 1-2**). L'inductance peut être utilisée en électronique de puissance.

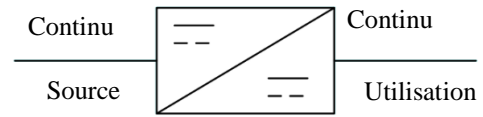
Tableau 1-2 : Performances des inductances spiraux et solénoïdes [48]

Types	Facteur Q	Inductance (nH)	Aire (μm^2)	Fréquence (GHz à Q_{max})	Nombre de travaux
Spiral	3,6 – 18	1,9 – 25	13225 – 250000	0,1 – 5,5	12
Solénoïde	17 – 30	2,7 – 4,8	128000 – 225000	1 – 4,5	3

L'énergie électrique produit et distribuée est en générale alternative alors que la plupart des composants électroniques ou microélectroniques des appareils tels que les téléphones mobiles, les assistants numériques personnels appelés PDA (*personal digital assistant*), les PC, les GPS, ... utilisent une tension continue. Une conversion s'impose donc pour adapter la charge à la source d'alimentation. Pour cela, on utilise un convertisseur qui est un redresseur lorsque la source est alternative. On parle de hacheur quand la source est continue.



Symbole d'un redresseur



Symbole d'un hacheur

Figure 1-26 : Symboles de redresseur et hacheur

Pour le traitement du signal, l'inductance trouve encore son importance que ce soit en vidéo, audio ou en imagerie. L'inductance est ainsi rencontrée dans les filtres passe bande, les amplificateurs faible bruit ou LNA (Low Noise Amplifier), les oscillateurs contrôlés en tension ou VCO (Voltage Controlled Oscillator), ... La **Figure 1-27** montre l'inductance dans ces différents composants cités.

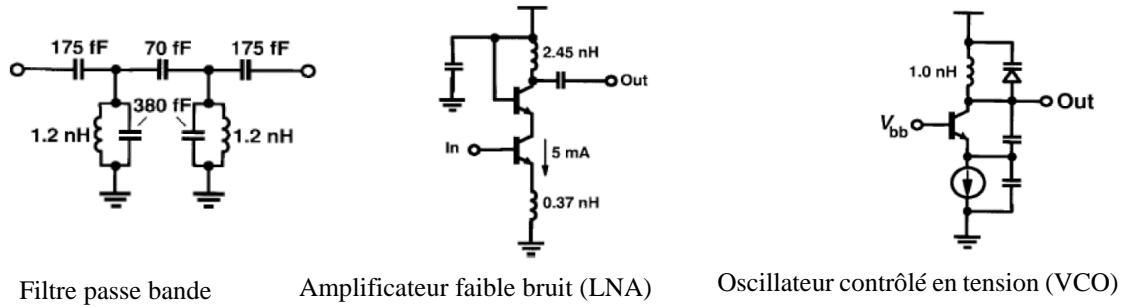


Figure 1-27 : Place de l'inductance en traitement de signal [47]

1.3.3.2 Verrous technologiques

La miniaturisation des inductances s'avère être un verrou technologique dans sa fabrication mais également dans l'obtention des performances de ces composants sous des applications traitement du signal et électronique de puissance.

L'avancée crescendo de l'électronique vers la microélectronique a une grande conséquence sur les composants. En effet, la nouvelle tendance voudrait une fabrication collective de composants destinés à être utilisés dans des appareils relativement « puissants », « résistants » et « légers ». Il faut donc des composants passifs planaires de dimensions et donc de poids aussi faible que possible. La réalisation de tels types de composant nécessite alors des technologies aussi complexes que variées.

En fonctionnement dans leur environnement, vu leur taille qui est très petite par rapport à d'autres éléments voisins, les composants passifs planaires vont être fortement influencés par ceux-ci. Cette influence est l'effet collectif des diverses contraintes ayant diverses origines telles que thermique, compatibilité électromagnétique, etc. Ces contraintes agiront directement sur les caractéristiques électriques et mécaniques de ces composants. Il faut alors fixer des conditions dans lesquelles on doit les utiliser.

1.3.3.3 Conditions d'utilisation

Toute fabrication, tout ouvrage ou tout objet technique dispose des limites qu'il ne faut pas dépasser pour son bon fonctionnement. Pour les composants planaires réalisés par le laboratoire Hubert Curien, nous nous fixons trois paramètres comme paramètres limites pour

une bonne utilisation. Il s'agit de la fréquence, du courant et de la température. Cette dernière a un effet considérable sur la tenue mécanique des couches.

1.3.3.3.1 Fréquence et courant

La fréquence d'utilisation d'un composant magnétique est imposée par le choix du matériau magnétique (**Figure 1-9**). Le laboratoire étudie et fabrique depuis quelques années des composants qui fonctionnent dans la plage de fréquence de quelques mégahertz à un gigahertz. Nous citons à titre d'exemple les inductances de D. Allassem [54], les transformateurs de K. Youssouf [55] et ceux de F. Khalouche [4] pour ne citer que ceux-là.

En ce qui concerne le courant, les composants du laboratoire Hubert Curien peuvent être soumis soit à de faibles courants (quelques milliampères) soit à forts courants (jusqu'à 1A par exemple, [56]).

1.3.3.3.2 Température

Les composants électriques ou électroniques sont en général installés dans des environnements qui peuvent atteindre des températures allant jusqu'au-delà de centaines de degrés Celsius. La température de l'environnement du composant est alors très différente de la température ambiante. Cette augmentation de température a deux causes principales :

- La chaleur dégagée par effet joule de chacun des composants à proximité ;
- La variation brusque de température (l'ensemble de l'appareillage placé dans une atmosphère chaude).

La variation de la température entraîne une variation des dimensions de la structure (dilatation ou contraction). Ces variations dimensionnelles entraînent alors des contraintes thermomécaniques plus ou moins importantes dans la structure des composants selon que la variation de la température est plus ou moins élevée.

On peut donc dire que la détérioration du composant est favorisée par une variation de température lors de son fonctionnement. Les composants planaires étant composés de multicouches, cette dégradation est directement liée à des problèmes mécaniques des couches

minces qui pourront créer des fissures, décollement voire pouvant aller jusqu'à la destruction du composant. Nous tenterons donc d'estimer cette température limite dans les prochains chapitres.

Il faut aussi noter que la température a également une influence sur les propriétés électriques et magnétiques des composants ; elle les dégrade lorsqu'elle atteint une certaine valeur. Les caractérisations que nous effectuerons porteront sur les aspects électriques et mécanique. Au laboratoire les travaux de N. Doumit [30] ont porté sur des couches de cuivre sur l'alumine et par conséquent sur des composants à air. Dans ces travaux, l'auteure a d'abord étudié l'influence de la température sur les couches minces de cuivre sur l'alumine puis l'influence de la température sur les composants à air. N. Doumit a trouvé que les contraintes critiques thermomécaniques augmentent avec la température d'où une augmentation de l'adhésion des couches minces sur le substrat d'alumine jusqu'à 200°C. Par contre, pour les composants, elle a constaté une modification dans les caractéristiques électrique avec l'augmentation de la température : il y a une augmentation de la résistance électrique alors que l'inductance est quasiment constante. Actuellement les composants sont généralement à base de matériau magnétique, le YIG en l'occurrence, car ces derniers sont à l'origine de l'augmentation des performances du composant. Ils permettent d'augmenter la valeur de l'inductance pour une même dimension du composant et de fonctionner à haute fréquence.

1.3.3.4 Objectifs de la thèse

Dans les composants électroniques, les multicouches comportent toujours des couches conductrices dont les fonctionnalités peuvent être différentes. L'étude du comportement en température des couches minces conductrices est donc primordiale. Pour cette raison, ce travail est basé sur l'étude de couches minces de cuivre sur un substrat de ferrite (YIG). Cette structure est à la base de la fabrication des composants magnétiques que sont les inductances et les transformateurs réalisés au laboratoire Hubert Curien.

Les températures élevées ou des variations thermiques introduiront des contraintes dans les couches minces composant les inductances. Dans ce travail, les contraintes thermomécaniques seront les premières étudiées. Ces contraintes imposées par l'environnement extérieur, s'ajoutent aux contraintes initiales ou aux contraintes intrinsèques introduites lors du

procédé d'élaboration de ces couches minces. La somme de ces contraintes appelée contraintes globales vont alors détériorer le composant, voire le détruire lorsqu'elles atteignent une certaine valeur, qui peut être quelques fois même inférieure à la limite élastique du (des) matériau(x) déposé(s). La destruction en question est liée au comportement de la multicouche. En effet, les contraintes dans le film entraîneraient la délamination du substrat lorsqu'elles sont en compression ou y produiraient des craquelures lorsqu'elles sont en tension [29].

La variation de la température n'influe pas seulement sur les propriétés mécaniques des couches minces mais aussi sur leurs propriétés électriques. Nous faisons allusion à la résistivité et donc à la résistance entre autres des couches conductrices. Ces caractéristiques varient avec la température et aussi avec l'épaisseur des couches minces. Un simple traitement thermique peut modifier la résistivité d'une couche mince comme c'est le cas des couches minces de nickel dans les travaux de A. Colombant [57].

L'objectif principal de notre travail est donc la détermination de la limite du comportement mécanique en l'occurrence l'adhésion des couches minces de cuivre sur le YIG en fonction de la température d'une part. A cette étude, nous analyserons d'autre part le comportement électrique en fonction de la température des couches minces de cuivre ou des composants qui en découlent, étant donné que ces composants sont destinés à une utilisation dans des environnements sévères (où règnent de hautes températures). Ainsi, les questions que nous pouvons nous poser sont :

- Nos composants tiendront-ils mécaniquement dans ces conditions de température ?
- Les caractéristiques électriques seraient-elles fortement modifiées par cet environnement pour favoriser le dysfonctionnement de l'application concernée ?

Afin de répondre à ces questions, nous ferons des études mécaniques physicochimique et morphologique et des études électriques.

1.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons abordé des concepts liés aux composants microélectroniques planaires. Ces composants sont réalisés soit par milliers sur un seul support mécanique appelé wafer qui est par exemple du silicium, ou de l'Arséniure de Gallium ou du Phosphore d'Indium, ou soit un composant indépendant.

Les composants ainsi obtenus sont constitués d'un empilement de couches minces de matériaux différents. Ces matériaux ont chacun un rôle très important dans le fonctionnement du composant. Le conducteur permet de transmettre l'énergie électrique, le matériau magnétique a pour rôle le confinement et la canalisation des lignes de champs de cette énergie et le diélectrique a pour rôle une bonne isolation afin d'éviter des court circuits.

Ces composants sont, dans la plupart des cas, soumis à des environnements qui peuvent les détériorer. Les températures de fonctionnement peuvent dégrader les couches minces du point de vue mécanique, électrique, voire chimique. L'adhésion entre les différentes couches de matériaux est la base de l'endurance du composant et donc du dispositif tout entier. Nous nous sommes donc fixés comme objectifs d'évaluer l'adhérence des couches minces conductrices sur un substrat (matériau magnétique) en fonction de la température de travail. Comme cette adhérence dépend en particulier des contraintes, nous avons parcouru les critères d'endommagement permettant d'estimer la limite de rupture de la couche mince. Nous avons aussi présenté les propriétés électriques des couches minces de cuivre qui, elles aussi, varient en fonction de la température de fonctionnement.

Le chapitre suivant traitera de la fabrication des composants en partant de l'élaboration des couches minces jusqu'à la photolithographie en salle blanche et la gravure chimique. Les techniques de caractérisations utilisées seront également présentées.

Références du chapitre 1

- [1] G. DAMBRINE et S. BOLLAERT, «Composants à sémi conducteur pour hyperfréquences,» *Techniques de l'ingénieur*, n° %1E2810, pp. 1-3, 2007.
- [2] P. STROPPA et YUVANOE, *La Microélectronique*, Grenoble: CEA, 2006.
- [3] R. BOULESTIN, «Liquidation de LFoundry à Rousset : Un dénouement probable déjà gravé depuis des années,» 27 Décembre 2013. [En ligne]. Available: <http://www.silicon.fr/lfoundry-rousset-denouement-probablement-deja-grave-depuis-plusieurs-annees-91721.html>. [Accès le 12 Octobre 2016].
- [4] F. KHALOUCHE, *Fabrication et caractérisation des micro transformateurs à couches magnétiques*, Saint Etienne: Thèse, Université Jean Monnet, 2014.
- [5] M.-A. PINAULT, *Techniques de dépôt*, Master MATEC – CEDER, 2006.
- [6] J. BØTTIGER, J. CHEVALLIER, P. KRINGHØJ et K. O. SCHWEITZ, «Stesses in thin film,» *Adhesion Aspects of Thin Films, Vol. 1*, pp. 1-16, 2001.
- [7] A. SYLVESTRE, *Apport de la spectroscopie diélectrique basse fréquence dans l'analyse de matériaux isolants à forte permittivité*, Grenoble I: HDR, Université Joseph Fourier, 2006, pp. 8-16.
- [8] J. DEGAUQUE, «Magnétisme et matériaux magnétiques : introduction,» *Journal de physique IV, Colloque C3, supplément au journal de physique III*, vol. II, pp. 1-13, 1992.
- [9] CEA, «Les matériaux magnétiques: Des ferrites aux métamatériaux,» *Clefs CEA*, n° %156, pp. 19-26, 2007-2008.
- [10] M. PIECUCH, «Les matériaux magnétiques : de la boussole à l'électronique de spin,» chez *230e conférence de l'Université de tous les savoirs*, 2000.
- [11] M. BOUDJERDA, *Etude d'un isolateur coplanaire en bande X pour des applications télécoms*, Magister, Université Ferhat Abbas Setif, 2012, pp. 3-30.
- [12] «Chapitre 1: Les matériaux magnétiques,» Septembre 2016. [En ligne]. Available: <https://fr.scribd.com/document/342070886/CMmagne-tismeND-pdf>.
- [13] A. LUCAS, *Etude et mise au point de transformateurs large bande radiofréquence*, Cachan: Thèse, Ecole Normale Supérieure, 2010, pp. 15-26.
- [14] L. PINIER, *Etude et mise au point de ferrites à basse température de frittage pour la réalisation de composants hyperfréquences intégrés*, Thèse, Ecole Polytechnique X, 2006, pp. 8-20.
- [15] O. ZAHWE, *Conception et réalisation d'un circulateur coplanaire à couche magnétique de YIG en bande X pour des applications en télécommunications*, Saint Etienne: Thès, Université Jenan Monnet, pp. 49-69.
- [16] A. BELAYACHI, «Chapitre 6: Théorie de DRUDE pour les métaux,» chez *La physique des matériaux*, Rabat, Université Mohamed V, pp. 2-25.
- [17] R. FORTUNIER, *Propriétés physiques, mécaniques, et électroniques des matériaux solides*, Saint Etienne: Ecole des Mines, 2005, pp. 140-145.
- [18] R. A. MATULA, «Electrical resistivity of copper, gold palladium and silver,» *Journal of Physics and Chemistry*, vol. 8, n° %14, pp. 1160-1162, 1207-1212, 1257-1262, 1979.

- [19] UCSanDiego (UCSD), «Pure Copper,» [En ligne]. Available: <http://aries.ucsd.edu/LIB/PROPS/PANOS/cu.html>. [Accès Juillet 2013].
- [20] H. K. PULKER, «Mechanical properties of optical films,» *Thin solid films, METALLURGICAL AND PROTECTIVE COATINGS*, n° %189, pp. 191-204, 1982.
- [21] M. AUFRAY, Adhésion et Adhérence des Matériaux, 2009, pp. 1-14.
- [22] S. ROY, Mesure de l'adhérence et des propriétés mécaniques de couches minces par des essais dérivés de la nanoindentation. Application à la microélectronique et au biomédical, Paris: Thèse, Ecoles des Mines, 2008, pp. 21-30; 37-42.
- [23] ECAM (Ecole Catholique des Arts et Métiers) de Lyon, «En savoir plus sur le collage,» ECAM (Ecole Catholique des Arts et Métiers) de Lyon, [En ligne]. Available: <http://materiaux.ecam.fr/savoirplus/collage/+Collage.html>. [Accès mars 2015].
- [24] S. ROY, E. DARQUE-CERETTI, E. FELDER et H. MONCHOIX, Mesure de l'adhérence de couches minces de la microélectronique par nanoindentation sur coupe et nano-rayure, Paris: Article, Ecole Nationale des Mines de Paris, Alchimer SA.
- [25] B. DANOUMBE, Etude des contraintes en couches minces de cuivre en fonction de la température, Saint Etienne: Master, Laboratoire LT2C , 2013, pp. 20-28.
- [26] K. ZENG, K. B. YEAP, A. KUMAR, L. CHEN et H. JIANG, «Fracture Toughness and Interfacial Adhesion Strength of Thin Films: Indentation and Scratch Experiments and Analysis,» *Hand book of nanostructured thin films and coatings*, vol. 1, pp. 67-94.
- [27] D. OTTELLO, «Technologie des métaux et alliages particulièrement en aéronautique,» [En ligne]. Available: <http://aviatechno.net/files/metauxalliages.pdf>. [Accès le 1 Decembre 2016].
- [28] C. V. THOMPSON et R. CAREL, «Stress and grain growth in thin films,» *Journal of Mechanic and Physic*, vol. 44, n° %15, pp. 657-673, 1996.
- [29] R. ABERMANN, «Measurements of the intrinsic stress in thin metal films,» *Vacuum*, vol. 41, pp. 1279-1282, 1990.
- [30] N. DOUMIT, Etude de l'empilement de couches minces de cuivre sur alumine : Applications à la réalisation de Composants passifs haute température, Saint Etienne: Thèse, Université Jean Monnet, Membre de l'Université de Lyon, 2015.
- [31] M. MASSENAT, Circuits en couches minces - Couches minces traditionnel, vol. E 3365, Paris: Techniques de l'Ingénieur, 2003, pp. 6-14.
- [32] N. SCHWARZER et F. RICHTER, «On the determination of stress from substrate bending: STONEY's formula and its limit,» pp. 1-10.
- [33] N. SCHWARZER, «Determining intrinsic stresses in layered material via indentation - the question of in principle feasibility,» pp. 1-23.
- [34] X. FENG, Y. HUANG et A. J. ROSAKIS, «On the Stoney formula for a thin film/substrate System With nonuniform substrate thickness,» *Journal of Applied Mechanics - Transactions of the ASME*, vol. 74, n° %11276-1281, 2007.
- [35] X. FENG, Y. HUANG, H. JIANG, D. NGO et . A. J. ROSAKIS, «The effect of thin film/substrate radii on the stoney formula For thin film/substrate subjected to nonuniform axisymmetric Misfit Strain And Temperature,» *Journal of mechanics materials and structures*, vol. 1, n° %16, pp. 1041-1053, 2006.
- [36] A. ROCHER, M. CABIÉ et A. PONCHET, «Contraintes dans les couches épitaxiées de matériaux semi-conducteurs,» *MATERIAUX 2006*, 13-17 Novembre 2006.

- [37] A. F. BOWER, Applied mechanics of solids, New York: CRC Press, Taylor and Francis Group, 2010, pp. 13-87.
- [38] R. V. MISES, «Mechanics of solid bodies in the plastically-deformable state,» *Nachr. d. Kgl. Ges. Wiss. Göttingen, Math.-phys. Klasse 4*, pp. 582-592, 1913.
- [39] A. BICKARD, Endommagement sous sollicitations thermiques et mécaniques d'un aluminium de nickel et d'une barrière thermique déposés sur un superalliage monocristallin, Paris: Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1998, pp. 22-37.
- [40] «Résistance des enroulements,» 18 Décembre 2002. [En ligne]. Available: http://ythurel.web.cern.ch/ythurel/Numeric/electronique/transformateur/transformateur_hf/Rapport%20HF/Resistance%20Cuivre/Resistance%20Cuivre.htm. [Accès le 10 Janvier 2017].
- [41] D. LALONDE, Caractérisation électrique et thermique des matériaux en composite de carbone utilisés en aéronotique dans le cadre d'études de solutions de retour de courant, E. P. d. Montréal, Éd., Montréal: Université de Montréal, 2011, pp. 4-6; 19-23.
- [42] J.-C. DELOMEL, «Résistivité des Métaux et Alliages,» *Techniques de l'Ingénieur*, vol. K, n° %1710v2, 2009.
- [43] Anonyme, «Chapiter 12 : Electrical properties,» [En ligne]. Available: <https://www.researchgate.net/file.PostFileLoader.html?id=576bc5afcbd5c2f5774ec999&asstKey=AS%3A376100472541184%401466680748958>. [Accès le 15 Novembre 2015].
- [44] P. MATHERAT, Une histoire de la microélectronique, Paris: GET - Télécom-Paris - Comelec / CNRS - LTCI (UMR 5141), 2007.
- [45] M. VOLLE, «La loi de Moore,» 26 Mars 2001. [En ligne]. Available: <http://www.volle.com/travaux/moore.htm>. [Accès Janvier 2015].
- [46] V. GERARD, «Multimédia et Informatique, Puces électroniques,» 18 Janvier 2014. [En ligne]. Available: <http://villemin.gerard.free.fr/Multimed/Moore.htm>. [Accès le 30 Janvier 2015].
- [47] Y.-K. YOON et M. G. ALLEN, «Embedded conductor technology for micromachined RF elements,» *JOURNAL OF MICROMECHANICS AND MICROENGINEERING*, n° %115, pp. 1317-1326, 2005.
- [48] H. CHANG et M. G. ALLEN, «A comparison of two micromachined inductor (bar-and meander-type) for fully integrated boost DC/DC power converters,» *IEEE Transactions on Power Electronics*, vol. 11, n° %12, pp. 239-245, Mars 1996.
- [49] J. E. ACUNA, J. L. RODRIGUEZ et F. OBELLEIRO, «Design of Meander Line Inductors on Printed Circuit Boards,» *International Journal of RF and Microwave*, vol. 11, pp. 219-230, 2001.
- [50] S. COUDERC, Etude de matériaux ferromagnétiques doux à forte aimantation et à résistivité élevée pour les radio-fréquences: Applications aux inductances spirales planaires sur silicium pour réduire la surface occupée, Limoges: Thèse, Université de Limoges, 2006, pp. 286-292.
- [51] C. MARTIN, E. HADDAD, C. BUTTAY, B. ALLARD et C. JOUBERT, *Développement de micro de micro-inductances planaires pour des convertisseurs DC-DC haute fréquence*, Lyon: Unité mixte de recherche, CNRS.
- [52] D. D. YAYA, Conception, réalisation et caractérisation d'inductances planaires à couches magnétiques, Saint Etienne: Thèse, Université Jean Monnet, 2013, pp. 47-70.

- [53] L. GU et X. LI, «High-Performance CMOS-Compatible Solenoidal Transformers With a Concave-Suspended Configuration,» *IEEE Transaction Microwave Theory Technology*, vol. 55, n° 16, p. 1237-1245, Juin 2007.
- [54] D. ALLASSEM, Contribution à la réalisation d'une micro-inductance planaire, Saint Etienne: Thèse, Université Jean Monnet, 2006.
- [55] Y. K. KHAMIS, Modélisation des transformateurs planaires intégrés, Saint-Etienne: Thèse, Université Jean Monnet, 2014.
- [56] M. A. A. KOULARAMBAYE, L. THIAW, J. MBAINAIBEYE, J. CHATELON et J. ROUSSEAU, *Characterization method for inductors in their environment*, Saint Etienne: Article, Université de Lyon, UJM, LabHC UMR 5516, F-42023, 2016.
- [57] A. COLOMBANT, G. GOUREAUX et P. HUET, *Le Journal de Physique et le Radium*, vol. 20, n° 12-3, pp. 303-309, 1959.
- [58] M. C. ANQUETIL, «Résistivité électrique d'un alliage Au Cu,» *Le Journal de Physique et le Radium*, vol. 23, n° 112, pp. 986-988, 1962.
- [59] D. M. MATTOX, «Atomistic and resulting film properties: Residual film stress,» *Vacuum technology and coating*, 2001.

Chapitre 2 : Composants passifs planaires en multicouches

Table des matières du chapitre 2

Chapitre 2:	Elaboration et techniques de caractérisation des couches minces	59
2.1	Matériaux utilisés dans les empilements	60
2.1.1	Le substrat : Grenat de fer et d'Yttrium	60
2.1.2	Le conducteur électrique : cuivre	62
2.1.3	Bilan	67
2.2	Elaboration des couches minces et réalisation des composants	68
2.2.1	Elaboration des couches minces	68
2.2.2	Elaboration des couches minces de cuivre sur le YIG	71
2.2.3	Réalisation des composants	76
2.3	Caractérisation des couches minces	79
2.3.1	Caractérisation mécanique	79
2.3.2	Caractérisation morphologique et physicochimique	96
2.3.3	Caractérisations électriques	101
2.4	Conclusion	106
Chapitre 2:	Références	108

Chapitre 2: Elaboration et techniques de caractérisation des couches minces

Le chapitre précédent donnait les objectifs de cette thèse, et a aussi traité des composants microélectroniques tout en parlant des couches minces, éléments de base à la réalisation de ces derniers. Ce chapitre va s'atteler essentiellement à l'empilement des couches constituant les composants planaires et les techniques de caractérisation.

Tout d'abord nous parlerons des matériaux utilisés comme le substrat et la cible à l'origine des couches minces de cuivre en présentant leurs différentes propriétés mécaniques et structurales. Nous présenterons ensuite l'élaboration des couches minces de cuivre en citant les différents moyens de mise en œuvre de ces structures tout en s'attardant sur la pulvérisation cathodique magnétron, technique utilisée au laboratoire. La technique de fabrication des composants qui commence par la photolithographie (en salle blanche) jusqu'à la gravure chimique sera aussi brièvement présentée.

Le but de ce chapitre est de présenter la réalisation des couches minces et des composants et leurs caractérisations. Après une première partie sur la présentation des matériaux constituant le substrat et la couche conductrice, la seconde partie concerne l'élaboration des couches minces où nous parlerons également de la fabrication des composants. Nous présenterons enfin les différentes caractérisations utilisées lors de cette thèse. Ces caractérisations sont présentées dans deux parties à savoir les caractérisations mécaniques et physicochimiques et les caractérisations électriques. Pour les caractérisations mécaniques, nous présenterons d'abord la nanoindentation ou indentation instrumentée puis les tests d'adhésion à la suite desquels le banc d'essai de « traction critique » mis en place sera décrit ; les caractérisations morphologiques au profilomètre mécanique s'en suivront. Dans la même section seront présentées les caractérisations morphologique et physicochimique dont la Microscopie Electronique à Balayage (MEB), équipée principalement de l'outil de microanalyse électronique EDS (Energy Dispersive Spectrometry). Nous terminerons ce chapitre par les techniques de caractérisation électrique utilisée : La méthode de mesure sous pointes au LCRmètre et à l'impédancemètre.

Les résultats de toutes les caractérisations seront présentés aux chapitres suivants.

2.1 Matériaux utilisés dans les empilements

2.1.1 Le substrat : Grenat de fer et d'Yttrium

Les composants passifs planaires réalisés au laboratoire sont de deux types : les composants à air et les composants à matériau magnétique (une couche ou deux couches) [1]. La réalisation des composants est un long processus qui commence par le dépôt de couche mince sur un support mécanique appelé le substrat. Pour réaliser les composants à air, le substrat est un isolant, en général de l'alumine (Al_2O_3) ; et pour les composants magnétiques, ce support est un matériau magnétique. Dans le cadre de ce travail, le substrat sera du Grenat de Fer d'Yttrium (YIG : *Yttrium Iron Garnet*) qui est un oxyde complexe. Nous présenterons par la suite ses principales caractéristiques.

2.1.1.1 Caractéristiques du substrat magnétique

Les matériaux magnétiques les plus utilisés dans le domaine des hyperfréquences sont les ferrites, c'est-à-dire, les matériaux ferrimagnétiques à base d'oxydes de fer. Le YIG ($\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$), grenat de fer et d'yttrium, appartient à l'une des trois classes des ferrites qui sont : les spinelles, les grenats et les hexaferrites. La formule générale des composés de cette classe, les grenats, est de la forme $\text{R}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ où R désigne une terre rare comme l'Yttrium [2]. Le YIG et ses dérivées sont très utilisés car ils ont une forte susceptibilité et des faibles pertes d'origine électrique ou magnétique, comme tous ferrites. Ces matériaux ont une perméabilité magnétique qui varie fortement avec le champ appliqué, les rendant possiblement accordable [3]. Parmi tous les grenats, le YIG joue un rôle prépondérant en raison de son amortissement de rotation particulièrement faible, entre $4 \cdot 10^{-5}$ et $2,9 \cdot 10^{-4}$ [4], qui conduit à des raies de résonance ferromagnétique très étroites [2]. Il a une structure cristallographique cubique à face centrée [2] [5] [6] dont la maille élémentaire est représentée à l'annexe 1.

2.1.1.1.1 Propriétés mécaniques, électriques et magnétiques du YIG

Le YIG est le matériau le plus utilisé dans le domaine des hyperfréquences en raison de propriétés très intéressantes données dans le **Tableau 2-1**. A partir de ces propriétés

(électrique, magnétique, magnéto-optique, thermique, mécanique ou ferromagnétisme) ce matériau peut être utilisé dans différents domaines ; il possède une bonne résistance aux effets de radiation, une grande conductivité thermique, une grande résistivité électrique, une magnétisation à saturation contrôlable et un coefficient de dilatation thermique modéré [7].

Tableau 2-1: Quelques propriétés du YIG à la température ambiante

Propriétés	Valeur	Références
Résistivité électrique	$10^8 \Omega.m$	[8]
Fréquence d'utilisation	Jusqu'à 18 GHz et plus	[9]
Aimantation M_s	175-181 mT (à 300K)	[10]
Perméabilité	9,755	[11]
Tangente des pertes	Entre 10^{-4} et 10^{-3}	[12] [13]
Température de Curie	550 - 559 K	[3], [5], [14], [13] [15]
Capacité thermique massique	390 J/kg.K	[16]
Conductivité thermique	8 W/m.K	[16]
Module d'Young	190 GPa, 200 GPa	[16] [15]
Coefficient de dilatation	$9,9 \text{ à } 10,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	[16] [15] [17]
Coefficient de Poisson	0,3	[16]
Masse volumique	5150 kg/m^3	[16]

Certaines de ces caractéristiques varient avec la fréquence d'utilisation. Nous présentons ici l'évolution de l'aimantation en fonction de la température.

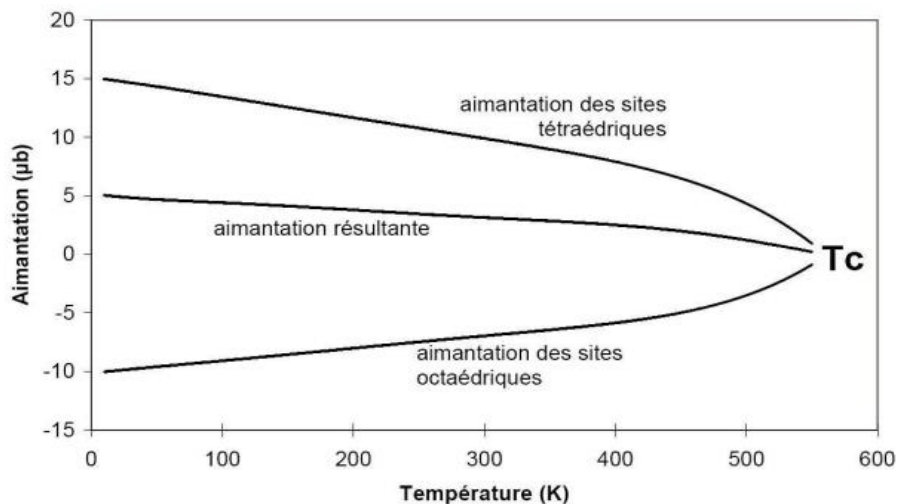


Figure 2-1: Evolution de l'aimantation du YIG en fonction de la température [18]

Comme on peut le remarquer dans la **Figure 2-1**, la température a une influence sur l'aimantation du YIG, ce qui entrainera systématiquement une modification des performances des composants à haute température. En général, les performances des composants diminuent

avec l'augmentation de la température car celles-ci sont fonction des propriétés magnétiques du YIG. Plus l'agitation thermique est importante, plus le matériau voit son aimantation globale diminuer jusqu'à s'annuler à la température de Curie qui est autour de 280°C (**Figure 2-1** [18]). Au-delà de cette température, il se comporte comme un matériau paramagnétique. Il faut donc utiliser les dispositifs à base de YIG à des températures largement plus petites que 280°C !

Le second matériau utilisé dans les composants électroniques est le conducteur électrique. Dans le cas des composants étudiés au laboratoire, ce matériau est le cuivre.

2.1.2 Le conducteur électrique : cuivre

Les composants étudiés sont composés de substrat magnétique et de couche mince d'un matériau conducteur, le cuivre, déposé sur ce substrat par une méthode d'élaboration des couches minces, la pulvérisation cathodique. Cette technique sera décrite à la section 2.2.1.1. La couche mince présente des propriétés très proches du matériau massif. Nous allons présenter les propriétés mécanique et électrique du cuivre.

2.1.2.1 Propriétés mécanique et électrique du cuivre

Le cuivre est très utilisé en électronique à cause de ses multiples propriétés intéressantes dont sa conductivité électrique. Que ce soit thermiquement ou électriquement, il est le deuxième meilleur conducteur après l'argent. Il n'est pas seulement le plus utilisé en électronique mais aussi dans le domaine électrique depuis la production jusqu'à l'utilisation (appareillage) en passant par le transport. Le cuivre est beaucoup utilisé grâce à son caractère extrêmement malléable et ductile. C'est un métal amagnétique ; il possède également la qualité d'être anti-étincelant lorsqu'on lui ajoute d'autres éléments comme le béryllium [19]. Dans le **Tableau 2-2** nous indiquons les valeurs de quelques caractéristiques dont certaines seront utilisés comme paramètres de simulation dans nos études numériques présentées au chapitre suivant. La pluralité des valeurs de certaines caractéristiques, surtout les mécaniques, est due au fait qu'il y a plusieurs nuances de cuivre : de très doux (faible dureté) à très dur (forte dureté). Pour la limite élastique par exemple, la valeur de 54 MPa correspond à celle du cuivre doux et 270 MPa correspond à celle du cuivre dur [20].

Tableau 2-2 : propriétés du cuivre à la température ambiante

Propriétés	Valeur	Références
Résistivité électrique	1,67 à 1,71.10 ⁻⁸ Ω.m	[21], [22], [23]
Capacité thermique massique	385 à 390 J/kg.K	[21]
Conductivité thermique	370 à 400 W/m.K	[21], [22]
Charge à la rupture (UTS)	230 à 350 MPa	[21], [24]
Limite élastique (sensible à l'écrouissage)	54 à 270 MPa	[20] [21], [24], [25]
Module d'élasticité (E)	120 à 130 GPa	[21], [24], [25]
Coefficient de Poisson	0,33 ; 0,34	[21], [24]
Coefficient de dilatation	17.10 ⁻⁶ à 18.10 ⁻⁶ /K	[21], [23], [25]
Masse volumique	8930 kg.m ⁻³	[21]

La plupart des valeurs de ce tableau sont à température ambiante, or certaines propriétés changent avec la variation de la température ; elles se dégradent en général. Comme notre travail porte sur des échantillons soumis à des températures élevées, il est important de connaître l'évolution des propriétés mécanique et électrique de leurs constituants (empilements de couches) en fonction de la température afin de connaître la plage de température à laquelle il serait préjudiciable d'employer ces dispositifs d'empilement de couches. Celles particulièrement intéressantes sont la résistivité électrique, la limite élastique, la charge maximale à l'extension (ou *UTS* : *Ultimate Tensile Stress*) et le module de Young. Dans les références [26] et [27], de l'Institut Européen du Cuivre et [28] nous trouvons les variations des propriétés physiques.

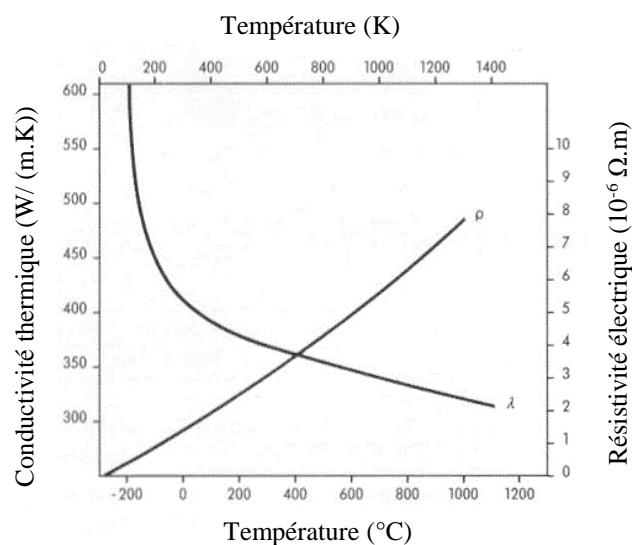


Figure 2-2: Evolution de la résistivité (ρ en $10^{-8} \Omega.m$) et de la conductivité thermique (λ en $W/m.K$) du cuivre en fonction de la température [27]

La **Figure 2-2** montre les courbes des conductivités électrique et thermique du cuivre Cu-a1 (Désignation ISO Cu-ETP (*Electrolytic Tough-Pitch*) avec teneur de 99,9% de cuivre [29]). Nous voyons dans cette figure une forte influence de la température sur ces deux propriétés : la résistivité augmente linéairement et ce d'une manière considérable entre 20°C et 200°C ; elle passe de $1,7 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot m$ à $2,7 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot m$, ce qui correspond à une augmentation d'environ 59%. Si on utilise l'équation 1.30 donnée au chapitre précédent, on trouve une augmentation d'environ 76%. Cette augmentation est due à l'agitation thermique des électrons. L'influence de la température de l'environnement de travail des composants n'est donc pas à négliger.

Pour un composant, la résistance est un paramètre important. La résistance électrique augmente aussi comme la résistivité de façon quasi linéaire avec l'évolution de la température entre deux instants de température T_1 et T_2 respectivement. Les résistances R_1 et R_2 à ces deux instants ont une relation de proportionnalité qui peut s'écrire comme l'équation 2.1 [30]

$$R_2 = R_1 [1 + \alpha_1 (T_2 - T_1)] \quad 2.1$$

Où R_2 et R_1 désignent la valeur de la résistance du conducteur aux températures T_2 et T_1 respectivement et α_1 le coefficient de température de la résistance à la température T_1 .

Les propriétés mécaniques du cuivre pur quant à elles varient très peu avec la température [19] [28] [20] du moins dans la plage de notre étude (20°C à 200°C). Nous montrons dans la **Figure 2-3** les courbes de la limite élastique et de la contrainte maximale à l'extension (UTS) en fonction de la température. Nous y trouvons, dans la plage de 20°C à 200°C, une diminution de 22 % pour l'UTS et à peine 5% pour la limite élastique. Ceci explique que la température n'a pas d'influence sur l'élasticité du cuivre dans la plage de notre étude ; il peut être légèrement adouci (22%) mais reste toujours dans le domaine élastique.

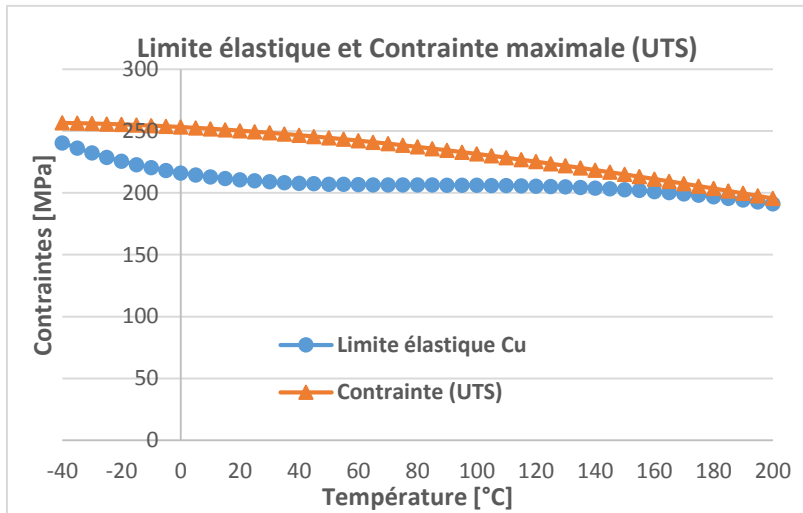


Figure 2-3 : Evolution de la limite élastique et la contrainte maximale à l'extension du cuivre pur en fonction de la température à partir des équations 1.27 et 1.28 [20]

Par contre, pour des nuances dont la teneur en cuivre est plus faible que celle du cuivre pur (Cu-a1) ou pour ses alliages, les propriétés mécaniques peuvent varier de façon importante avec la température. C'est le cas cuivre Cu-b1 (désignation ISO, Cu-DHP (*Phosphorus Deoxidised High residual*)), contenant 0,013 à 0,05% de phosphore résiduel dont les caractéristiques sont tracées dans les **Figure 2-4** et **Figure 2-5**, ces variations sont un peu plus importantes. Ces figures mettent en évidence la diminution de la charge maximale à la rupture et celle de la limite élastique du Cu-b1 en fonction de la température.

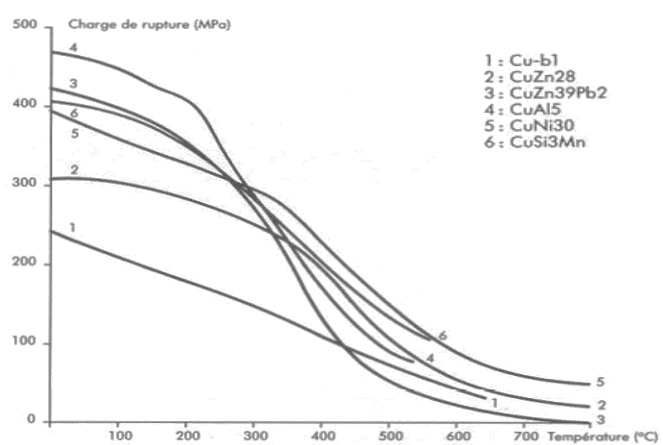


Figure 2-4 : Evolution de la charge à la rupture (MPa) du cuivre et de quelques alliages en fonction de la température [27]

La limite élastique diminue de 35 MPa (soit environ 20%), de la température ambiante à 200°C (**Figure 2-5**), alors qu'elle n'a diminué que de 5% pour le cuivre pur dans cette plage de température (**Figure 2-3**). Il faut aussi remarquer que les valeurs des caractéristiques à la température ambiante du cuivre Cu-b1 sont plus petites que celle du cuivre pur.

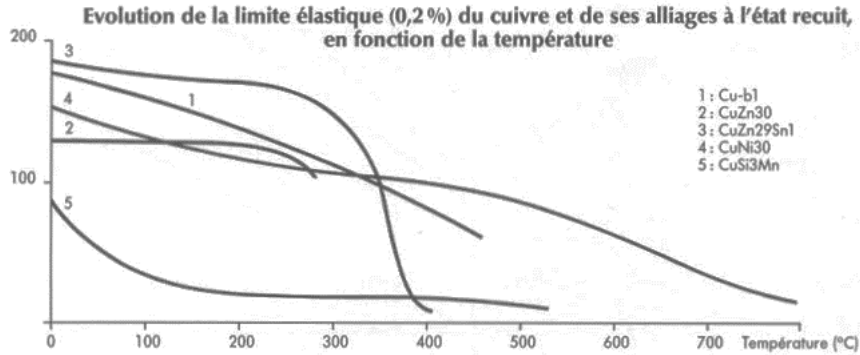


Figure 2-5 : Evolution de la limite élastique (MPa) du cuivre et de quelques alliages en fonction de la température [27]

Les caractéristiques mécaniques du cuivre dépendent également d'un autre paramètre, son épaisseur. En effet, ces caractéristiques, notamment la limite élastique et la contrainte maximale à la rupture et la dureté, augmentent avec la diminution de l'épaisseur du matériau ; ceci est visible dans la **Figure 2-6** où on peut estimer que, pour une diminution de 20% de l'épaisseur, la limite élastique à 0.2% de déformation a presque quadruplé alors que la contrainte de traction n'augmente que d'environ 40%.

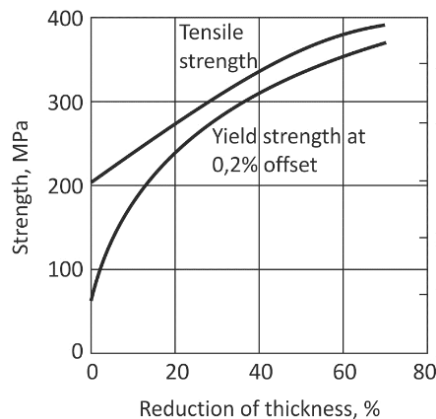


Figure 2-6 : Variation de la limite élastique et de la contrainte maximale à la rupture en fonction de la réduction de l'épaisseur du cuivre [28]

2.1.3 Bilan

Nous avons présenté les matériaux utilisés dans la constitution des structures en couches minces et des composants microélectroniques. De cette présentation, on en retient une synthèse sur les propriétés électrique et mécanique de ces matériaux. A part l'évolution des propriétés magnétiques en fonction de la température qui est brièvement présentée, les caractéristiques mécaniques et électriques du substrat de YIG ne sont pas présentées à cause du manque de travaux de ce côté. Par contre, pour le matériau en couche mince, le cuivre, nous pouvons résumer que :

La résistivité augmente quasi linéairement avec la température alors la conductivité thermique diminue.

La limite élastique et la résistance maximale à l'extension (UTS) diminuent légèrement en fonction de la température dans la plage de notre étude ; elles diminuent respectivement de 5% et de 22%. La valeur de ces propriétés est beaucoup plus élevée pour les couches minces que pour les matériaux massifs. Ces valeurs augmentent lorsque l'épaisseur du matériau diminue.

Comme nous l'avons présenté au chapitre 1 (figure 1-9 et équation 1.9), la résistivité du cuivre évolue en fonction de la température de fonctionnement. Pour la **Figure 2-2**, nous trouvons une augmentation de la résistivité entre 20°C et 200°C autour de 59% alors que celle-ci peut être atteindre 76% en utilisant de l'équation 1.9, pour une même plage de température.

Après avoir présenté chacun des matériaux nécessaires à la fabrication des composants du laboratoire, nous présentons dans le paragraphe suivant leurs fabrications.

2.2 Elaboration des couches minces et réalisation des composants

2.2.1 Elaboration des couches minces

Les composants réalisés sont un empilement de couches : couche mince conductrice sur couche épaisse magnétique

Dans les structures étudiées, il est nécessaire d'avoir une couche de 5µm de cuivre sur le matériau magnétique, YIG (1 mm). Cette fine couche est obtenue par pulvérisation cathodique, moyen d'élaboration des couches minces parmi tant d'autre. En électronique, trois techniques principales de dépôt de couches sont utilisées : les techniques sous vide, par dépôt chimique, par sérigraphie et cuisson [23]. Dans cette classification, pour les deux premières techniques on trouve les méthodes de dépôt par voie physique, par voie chimique et les méthodes propres au dépôt de films organiques (mixte entre les méthodes par voies physique et chimique) [23]. Pour les méthodes par voie physique, le dépôt se fait uniquement à partir de phase vapeur d'où le nom PVD (*physical vapour deposition*), dans un vide poussé et à l'aide d'un plasma alors que pour la voie chimique, il se fait soit en phase vapeur d'où le nom CVD (*chemical vapour deposition*) [31], [32] ou soit en phase liquide [33].

Tableau 2-3 : Méthodes d'élaboration des couches minces

Méthodes d'élaboration des couches minces			
Voie Physique (PVD)		Voie Chimique	
Milieu vide poussé	Milieu plasma	Milieu gaz réactif	Milieu liquide
Evaporation	Pulvérisation cathodique, quatre variantes : (DC diode, DC triode, RF diode et RF triode)	CVD	Spray pyrolyse
Faisceau d'électrons		Laser CVD	Bain chimique
Implantation d'ions		Plasma CVD	Sol-Gel
Laser pulsé (DLP)			MOD

MOD = Metal-Organic decomposition

Le **Tableau 2-3** fait le récapitulatif des différentes méthodes d'élaboration des couches minces selon : [23], [31] - [34] parmi lesquelles la pulvérisation cathodique, cette technique PVD est la plus utilisée à cause de sa simplicité de mise en œuvre [31]. Nous présentons cette technique utilisée pour l'élaboration des échantillons étudiés.

2.2.1.1 Pulvérisation cathodique

La pulvérisation est un procédé, dans laquelle le matériau à déposer est éjecté de la surface d'un solide (cible) par le bombardement de cette surface par des particules énergétiques (en général des ions de gaz neutre dans notre cas, de l'argon) [35]. Les cinq éléments suivants sont essentiels dans une installation de pulvérisation cathodique, il s'agit :

- ✓ D'une enceinte de dépôt équipée pour la pulvérisation ;
- ✓ D'un système de pompage (primaire et secondaire) permettant de réaliser le vide (pression inférieure ou égale à 10^{-6} mbar) avant dépôt ;
- ✓ D'un générateur de courant haute tension continu ou radiofréquence ;
- ✓ D'un système de refroidissement de la cathode.
- ✓ D'une connexion permettant l'introduction d'un gaz neutre.

Dans son principe de fonctionnement représenté par la **Figure 2-7** [34], la cible où est placée le matériau à déposer, est réalisée sous forme de disque ou de plaque rectangulaire de quelques millimètres d'épaisseur. Cette cible est fixée à la cathode. Cette dernière est reliée à une alimentation continue (dans le cas de la pulvérisation DC) ou alternative (pulvérisation RF) selon le type de matériau à déposer.

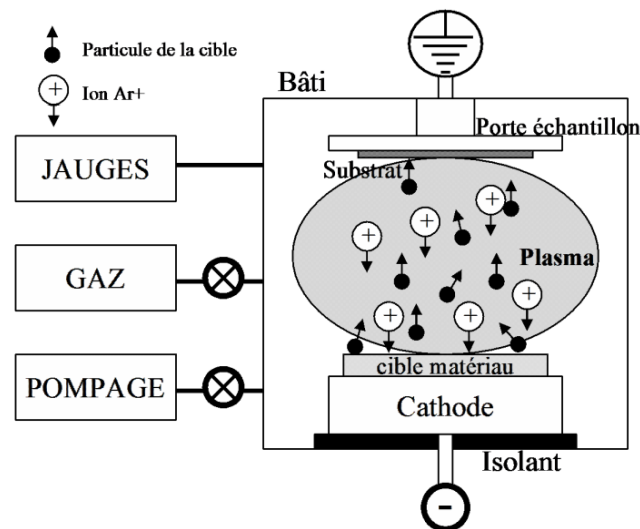


Figure 2-7 : Principe de la pulvérisation cathodique DC [34]

Le gaz neutre est introduit dans l'enceinte de dépôt et en appliquant une tension électrique, une décharge se produit, ionisant les atomes de gaz. Les ions sont alors attirés par la cathode et viennent bombarder la cible placée sur cette cathode dont les atomes sont éjectés et viennent se déposer sur un substrat placé en face. Les principaux paramètres influençant la qualité et la vitesse du dépôt sont la pression du gaz utilisé dans l'enceinte, la distance cible/substrat et la puissance du générateur.

Le procédé de pulvérisation le plus simple et le plus ancien, est le procédé DC à diode (**Figure 2-7**), pour lequel seuls les matériaux conducteurs peuvent être déposés. Pour le dépôt des isolants, les charges positives s'accumulent sur la cathode et la tension effective chute rapidement entre les 2 électrodes, provoquant l'arrêt de la pulvérisation. En plus de cela, la vitesse de dépôt est plus faible et les tensions utilisées sont importantes (entre 3 et 5 kV) [34].

Pour le dépôt des isolants et céramiques, on utilise le procédé RF. Cette technique permet d'alterner le signe de la tension d'excitation du plasma. Ainsi, lors de l'alternance négative (**Figure 2-8** [36]), les ions d'argon (Ar^+) viennent pulvériser la cible et lors de l'alternance positive, ce sont les électrons qui sont précipités sur la cible et qui rétablissent ainsi l'équilibre. Pour éviter une pulvérisation du substrat lors de l'alternance positive de la tension, la fréquence d'excitation doit être élevée et est de 13,56 MHz (valeur normalisée) [34], pour limiter la mobilité des ions. Il faut aussi toujours orienter ces ions vers la cible en mettant une capacité en série avec la cathode afin d'accumuler les charges négatives.

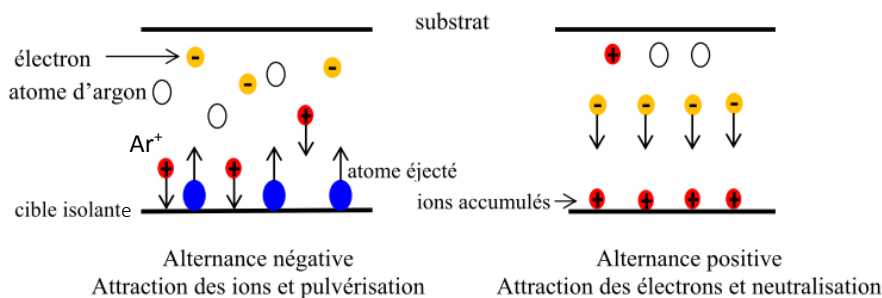


Figure 2-8 : Alternance de la tension en pulvérisation RF [36]

Pour augmenter la vitesse de dépôt, on utilise des cathodes dites magnétrons ; cela permet, par la présence d'aimants permanents derrière la cible (**Figure 2-9**), d'augmenter la longueur des lignes de champ magnétique et ainsi le trajet des électrons du plasma, augmentant la densité des atomes d'argon ionisés. Cela entraîne une vitesse de pulvérisation, et donc de dépôt, beaucoup plus grande.

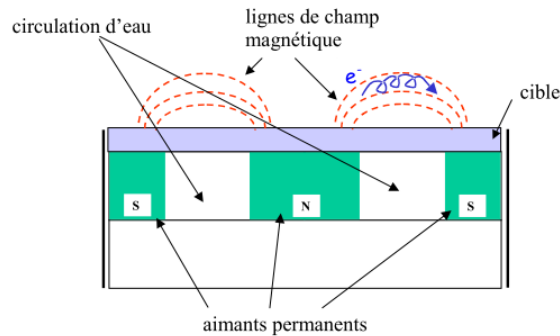


Figure 2-9 : configuration de la cathode magnétron en pulvérisation [35]

2.2.2 Elaboration des couches minces de cuivre sur le YIG

La méthode de dépôt des couches minces utilisée dans le laboratoire étant décrite, nous décrirons maintenant les différentes étapes du protocole d'élaboration de nos échantillons. Tout d'abord, nous décrirons la machine utilisée ensuite s'en suivront les processus qui englobent les étapes de la préparation du substrat jusqu'au dépôt.

2.2.2.1 Machine utilisée

Le dispositif utilisé est un ensemble d'appareils d'une méthode classique de pulvérisation cathodique RF. Il est constitué essentiellement d'un générateur d'onde radiofréquence de puissance maximale de 300 W, d'une enceinte de dépôt, d'un système de pompage composé d'une pompe à palette (pompe primaire) et d'une pompe turbo moléculaire (pompe secondaire). Un circuit de refroidissement est relié à la cathode. La **Figure 2-10** montre le dispositif de pulvérisation disponible au Laboratoire Hubert Curien.

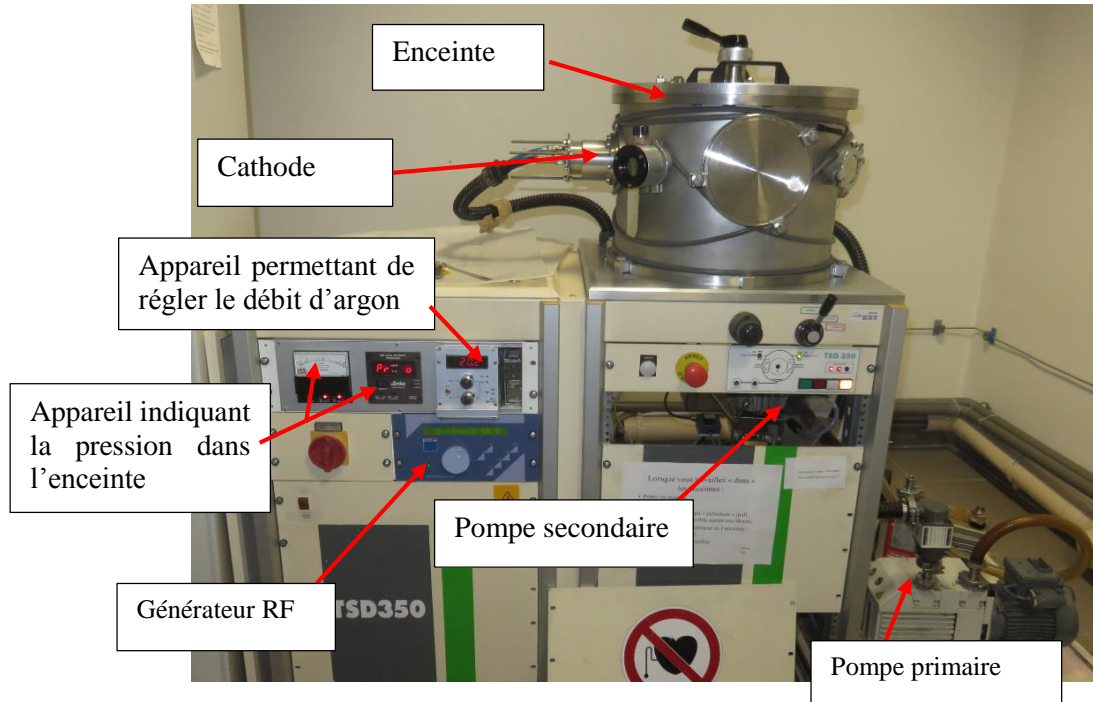


Figure 2-10 : Dispositif de pulvérisation RF du LaHC

2.2.2.2 Etapes de dépôt

2.2.2.2.1 Préparation du substrat

2.2.2.2.1.1 Contrôle de rugosité

L'état de surface du substrat est très important pour une bonne adhérence. En effet, une surface très lisse causerait un décollement de la couche mince et une surface très rugueuse entrainerait de très grandes contraintes résiduelles et des problèmes lors de la gravure du cuivre. Il faut donc un état de surface acceptable avec une rugosité optimale. Le contrôle de la rugosité a été réalisé à l'aide d'un profilomètre mécanique *Dektak T – Bruker*. La rugosité arithmétique moyenne (Ra) est alors déduite à partir d'un passage sur la surface à l'aide d'une pointe de $2\mu\text{m}$ de diamètre.

2.2.2.2.1.2 Collage du YIG sur un support de verre

Lorsque le substrat à une épaisseur qui favorise sa fragilité, un support mécanique est nécessaire afin d'empêcher une cassure lors des opérations de sciage, de rodage et de polissage. C'est une lame de verre polie qui est utilisée à cet effet. Le substrat de YIG et la lame de verre avant d'être collés doivent subir un nettoyage que nous décrirons dans la partie 5. Deux types de colles sont utilisés : la colle *Geofix* composée d'une résine et d'un durcisseur, afin d'unir les deux matériaux d'une manière permanente et la colle *Baume de Canada*, lorsqu'une séparation des matériaux liés est prévue durant une étape de fabrication. Le protocole de collage est présenté en annexe 2.

Dans le cas où le substrat n'est pas fragile, on passe directement l'étape de sciage.

2.2.2.2.1.3 Sciage

Cette opération consiste à donner au substrat une dimension imposée par les machines de polissage et de rodage. Selon les besoins, le substrat peut être rodé pour obtenir des épaisseurs désirées et/ou poli pour obtenir une rugosité souhaitée (100 à 200 nm). Le sciage permet donc d'obtenir des dimensions adaptées aux différents appareils. L'appareil que nous avons utilisé est une scie de précision, *IsoMet™ 1000 Precision Saw*, équipée d'un disque d'épaisseur 300 μm (ou 400 μm) et de diamètre 120 mm. Le déplacement très précis de l'appareillage de préhension de l'échantillon est possible grâce à une vis sans fin entraînée par un micro moteur. La scie utilisée est représentée **Figure 2-11**.



Figure 2-11 : Scie utilisée du LaHC

2.2.2.2.1.4 Rodage, polissage

Le rodage et le polissage sont des opérations qui permettent de contrôler la géométrie et les dimensions d'une surface **Figure 2-12**. Le rodage consiste à aplanir la surface de notre matériau et/ou de diminuer son épaisseur ; dans notre cas, c'est la planéité de la surface que nous avons recherchée.

Le polissage permet d'améliorer la rugosité de la surface du substrat. La rugosité souhaitée pour nos travaux est de 100 à 200nm environ [37]



Figure 2-12 : Rodeuse (a) et polisseuse (b) automatiques

2.2.2.2.1.5 Nettoyage du substrat

Cette étape précède nécessairement le dépôt. Elle permet d'éliminer des surfaces des échantillons les traces éventuelles de graisse, résidus et impuretés (poussières, bavures, ...) existants.

Le dispositif utilisé lors de cette étape est un appareil de nettoyage par ultrasons. Le principe de ce procédé consiste à mettre l'échantillon dans différents bains suivant le protocole :

- ✓ 10 minutes aux ultrasons dans de l'acétone ;
- ✓ 10 minutes aux ultrasons dans de l'éthanol ;
- ✓ 10 minutes aux ultrasons dans une solution dégraissante ;
- ✓ 10 minutes aux ultrasons dans l'eau déminéralisée ;

- ✓ Séchage à l'azote.

Après ces étapes de nettoyage et lorsque l'échantillon est placé sur le porte échantillon, un dernier nettoyage est opéré à l'aide de *papier Joseph* légèrement imbibée d'éthanol sur le substrat, puis on pratique un balayage à l'azote. Après cela, on met l'ensemble dans l'enceinte et le processus de dépôt peut commencer.

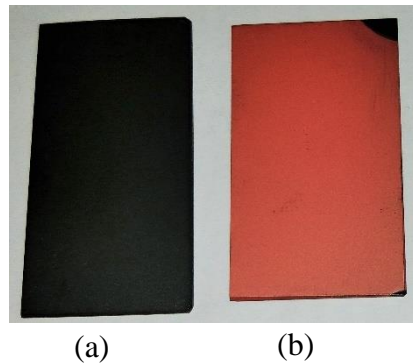
2.2.2.2.2 Dépôt de couche mince

L'échantillon étant placé dans l'enceinte après l'étape de nettoyage, le réglage de la distance entre la cible et le substrat est nécessaire avant le dépôt. Il est montré [38] que pour une couche uniforme sur une très grande surface du substrat, celui-ci doit être placé bien parallèlement à la cible et distant d'elle de 6,7 cm. Après ce réglage, l'enceinte est fermée et le processus de dépôt peut maintenant commencer. Ce processus de dépôt par pulvérisation cathodique comprend les opérations suivantes :

- Le pompage pour la réalisation du vide : le vide dans l'enceinte est alors réalisé pour atteindre la pression requise inférieure ou égale à $5 \cdot 10^{-6}$ mbar.
- Réglage du débit d'argon : ce gaz permet d'amorcer le plasma. Le débit d'argon est réglé à 50 sccm (*Standard Cubic Centimeters per Minute*).
- Mise en marche du générateur RF : Une circulation d'eau est nécessaire dans la cathode.
- Dépôt : après apparition du plasma, il faut quelques minutes (5 à 10) de pré-pulvérisation afin d'éliminer les impuretés présentes à la surface de la cible. Ces impuretés sont déposées sur un cache protégeant le substrat. Ensuite, le débit d'argon est diminué à 20 sccm et le dépôt peut se réaliser à une puissance de 300 W.

L'épaisseur de la couche mince obtenue dépend de la durée du dépôt. La vitesse de dépôt est de $10 \mu\text{m} \cdot \text{h}^{-1}$. La **Figure 2-13** montre deux échantillons avant et après le dépôt. Dans le cas où la couche mince obtenue n'a pas une autre opération immédiate à subir (mesure de résistivité, recuit, traction critique, ...) on enduit la surface conductrice d'une couche de résine

afin d'empêcher son oxydation. Après l'élaboration de la couche mince, on passe à l'étape de réalisation des composants.



*Figure 2-13: (a), Substrat de YIG avant le dépôt ;
(b), couche mince de cuivre réalisée sur ce substrat*

2.2.3 Réalisation des composants

Deux grandes étapes principales contribuent à la réalisation d'un composant planaire (inductance sous forme spirale) à partir de la couche mince précédemment élaborée. Il s'agit de la photolithographie et de la gravure.

2.2.3.1 Photolithographie

Cette étape s'effectue en salle blanche. Elle consiste à « imprimer » le design de l'inductance à réaliser sur la surface de la couche conductrice, celle-ci étant recouverte d'une résine photosensible afin de protéger le design lors de l'étape de gravure. La photolithographie est constituée de trois étapes : le revêtement, l'exposition (ou l'insolation) et le développement (ou la révélation). La **Figure 2-14** montre les différentes étapes de réalisation du composant planaire. A chaque étape un traitement thermique peut être nécessaire, mais il ne sera pas décrit ici.

- i. **Le revêtement** consiste à étaler uniformément sur la surface de la couche conductrice de l'échantillon une résine photosensible négative, SPR-505.

Pour cela, on a utilisé une *tournette* ou *étaleuse* dont le principe de fonctionnement est basé sur la méthode du *spin-coating*.

- ii. **L'exposition** consiste à insoler la résine photosensible à un rayonnement ultraviolet (UV) de façon sélective en utilisant un masque à cet effet. Ce masque aligné avec précision sur l'échantillon est une plaque (verre) ou feuille (plastique) transparent sur laquelle le design du composant est réalisé en couche opaque aux rayons UV. Selon que la résine soit positive ou négative, une image correspondant au design du masque ou son complément est réalisée dans la couche de la résine.

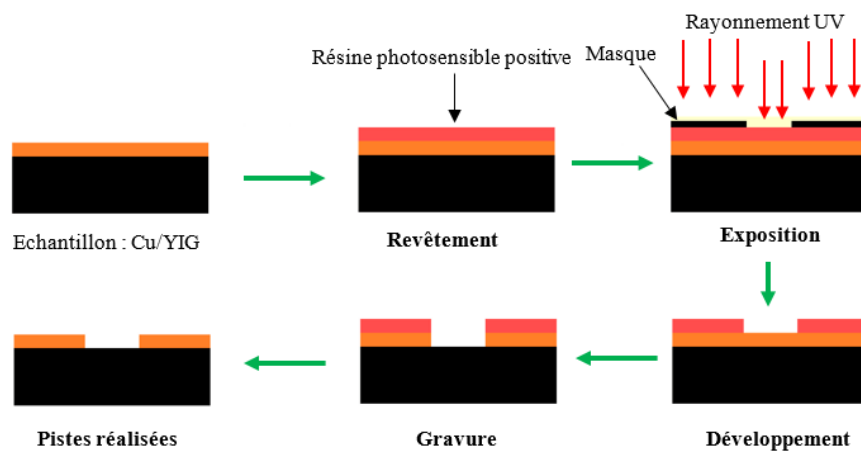


Figure 2-14 : Etapes de réalisation d'un composant planaire

- iii. **Le développement** consiste à révéler l'image (ou son complément) réalisé dans la résine par dissolution sélective. Après développement, les parties exposées aux rayons UV seront sans résine si la résine est positive ou les parties protégées seront sans résine si elle est négative (notre cas). Après cette étape, on passe à l'étape de gravure.

2.2.3.2 Gravure

Cette étape permet enfin de faire apparaître le design souhaité des pistes du composant sur le substrat. On utilise à cet effet une méthode directe par gravure chimique en milieu humide. Après l'étape de développement, l'échantillon est plongé dans une solution de perchlorure de fer diluée à 50% portée à une température comprise entre 30 et 40° dans un

bain 40 et 50°C. Les parties du cuivre non protégées par la résine sont alors attaquées chimiquement par la solution de perchlorure et dissoutes dans celle-ci. L'échantillon est enfin retiré, rincé puis mis dans l'acétone afin d'enlever la résine protectrice. La **Figure 2-15** montre les inductances réalisées. Il est montré dans cette figure que plusieurs composants peuvent être réalisés sur un seul substrat. Le plot central de l'inductance est relié à l'une de ses bornes par un fil micrométrique de cuivre appelé bonding. Il est aussi possible de réaliser un composant à double couche de matériau magnétique en mettant une autre couche de ce matériau par-dessus le composant.

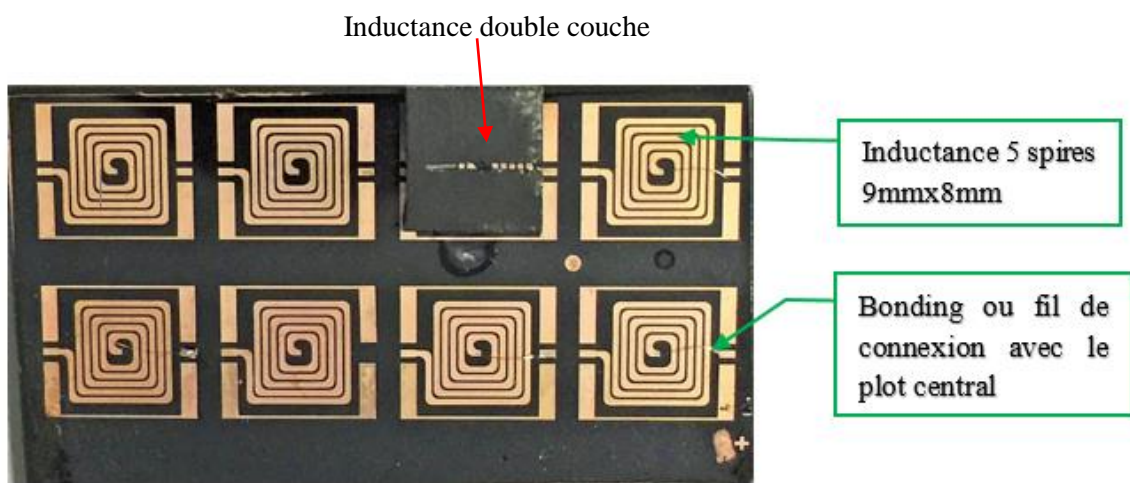


Figure 2-15 : Inductances réalisées

Comme le cuivre s'oxyde relativement vite à l'air libre, nous avons fait des revêtements de couches d'autres conducteurs afin de protéger les couches de cuivre contre l'oxydation. Les matériaux utilisés pour cette passivation sont bien connus à, il s'agit de l'or et de de l'étain.

Le dépôt de la fine couche d'or s'effectue par une technique électrochimique, l'électrodéposition ou dorure galvanique. Cette technique consiste à plonger l'échantillon à dorer, saisi par une pince reliée à la cathode de l'appareil (« Galvano Flash »), dans l'électrolyte (une solution aqueuse d'or) préalablement chauffée pendant 30 minutes à 45°C où une plaque de titane platinée reliée à l'anode est déposée. Il faut agiter légèrement l'échantillon en gardant la même distance entre l'anode et la cathode pendant le dépôt afin d'obtenir une épaisseur homogène et constante. Cette opération dure 10 secondes environ. Par contre, le dépôt de l'étain ou étamage est purement chimique et se réalise à froid. Cette technique consiste à immerger

l'échantillon dans une solution aqueuse d'étain chimique ; il faut également agiter légèrement l'échantillon dans ce bain d'étain pour les mêmes raisons que celles de la dorure. Dans les deux techniques, après le dépôt, il faut rincer l'échantillon à l'eau courante.

2.3 Caractérisation des couches minces

Dans cette section nous parlerons des moyens de caractérisation des couches minces que nous avons réalisées. L'objectif de cette section est, d'une part, de déterminer le paramètre de rigidité, en l'occurrence le module de Young (E) de la couche mince puisque cette caractéristique peut différer légèrement de celle des matériaux massifs et, d'autre part, de présenter le banc mis en place au laboratoire pour la détermination des contraintes critiques en température ayant pour but de tester l'adhésion de la couche mince de nos échantillons sur le substrat.

La méthode que nous avons retenue pour la détermination des contraintes critiques des couches réalisées au laboratoire sera présentée en détail suivie de la méthode permettant de déterminer le module de Young, la nanoindentation, et de quelques notes sur la caractérisation morphologique et physicochimique des échantillons. Les moyens de caractérisation électrique seront présentés par la suite.

2.3.1 Caractérisation mécanique

2.3.1.1 Nanoindentation

Les propriétés physiques des couches minces (adhérence, contraintes internes, dureté, orientation cristalline...) qui sont liées aux cinétiques de croissance, dépendent fortement de la température, de la nature et de l'énergie des particules arrivant sur le substrat [39]. Parmi ces propriétés, quelques propriétés mécaniques telles que le module de Young et la dureté, peuvent être différentes de celles du matériau massif. L'objectif de cette partie du document est la détermination de ces deux caractéristiques mécaniques des couches de cuivre que nous avons réalisée en utilisant la méthode la plus répandue parmi tant d'autres, la

nanointentation, car elle permet de caractériser directement les couches minces sans les séparer des substrats. De plus ce module de Young sera utilisé dans le logiciel de simulation COMSOL Multiphysics.

Les essais de détermination de ces propriétés ont été effectués avec un nanoindenteur que nous présenterons avant de donner le principe de la nanoindentation et les résultats des mesures réalisées.

2.3.1.1.1 Description du nanoindenteur

Le nanoindenteur utilisé, situé au Département Mesures Physiques de l'IUT de Saint Etienne, est de marque SHIMADZU. Deux vues partielles de cet appareil sont présentées dans la Figure 2-16. Les parties essentielles de cet instrument sont :

- Une table coulissante (porte échantillon) qui permet de fixer et de mettre en position l'échantillon à tester. Cette table est manipulable par trois éléments différents : un volant de manœuvre pour la montée et la descente et deux manettes pour les avances transversale et longitudinale ;
- Un système monoculaire permettant de localiser la zone à indenter. Cette localisation peut également se faire directement sur l'interface logiciel du micro-ordinateur ;
- Un système de pénétration intégré portant l'indenteur *Berkovich* ;
- Un système de contrôle : un micro-ordinateur permettant de commander, de paramétrer la machine et d'enregistrer également les résultats des tests d'indentation ;

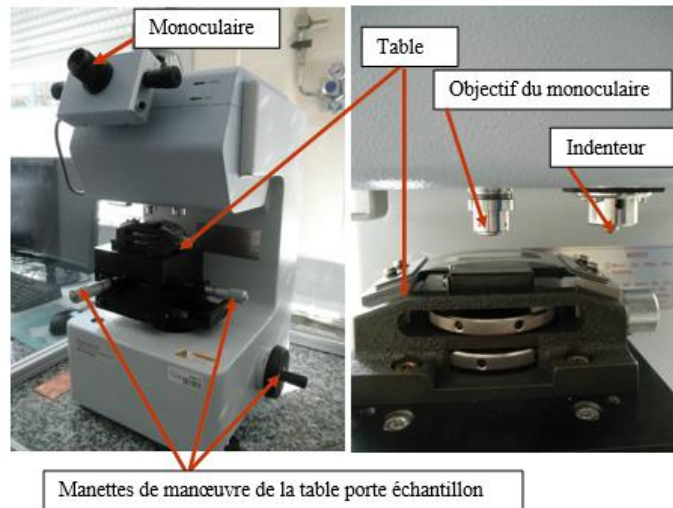


Figure 2-16: Le nanoindenteur utilisé

2.3.1.1.2 Principe de la nanoindentation

Les méthodes classiques d'indentation, Vickers, Rockwell, Knoop ..., qui ne s'appliquent qu'aux matériaux massifs permettent de déterminer seulement la dureté. Pour déterminer en plus de cette propriété le module d'Young, on a recouru à l'indentation instrumentée. Cette technique est basée sur le principe d'application d'un cycle charge-décharge dans la couche mince à caractériser ; une courbe de charge en fonction de la profondeur de pénétration de l'indenteur est relevée. A partir de cette courbe et d'autres données fournies également par l'appareil, on détermine la dureté et le module d'Young réduit de la couche mince puis l'on remonte au réel. Afin de ne pas aller au-delà d'une profondeur de l'ordre du dixième de l'épaisseur de la couche mince pour éviter l'influence du substrat, la couche mince est généralement indentée avec des charges très petites de l'ordre du milli, micro, voire même nano Newton (nN).

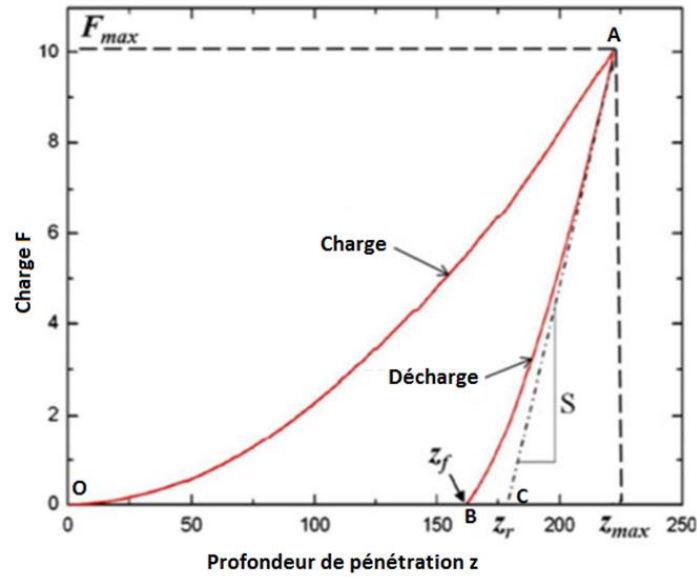


Figure 2-17 : Courbe de charge et de décharge en fonction de la profondeur de pénétration [41]

L'appareil de cette indentation instrumentée [40] ainsi utilisé est aussi appelé *dynamic ultra micro hardness tester* ou Ultra Micro Duromètre (UMD) [41]. Le principe de l'UMD repose donc sur la mesure de la profondeur de pénétration (z) de l'indenteur Berkovich dans le film (couche mince) en fonction de la force appliquée (F) durant un cycle complet d'indentation, c'est-à-dire le cycle charge-décharge. La **Figure 2-17** représente la courbe de la charge (F) en fonction de la profondeur (z) d'un cycle d'indentation par l'indenteur Berkovich.

Dans cette figure,

- O désigne le point de contact indenteur-couche mince ;
- A, le point pour lequel la profondeur maximale de pénétration (z_{max}) est atteinte à la charge maximale (F_{max}) ;
- B représente la profondeur résiduelle (z_f) (ou profondeur relaxée) atteinte après relaxation totale des contraintes ($F = 0$) ;
- OA représente la courbe de mise en charge et AB celle de la décharge ;
- AC est la tangente à la courbe de décharge au point A.

2.3.1.1.3 Calcul du module de Young et de la dureté

Le module d'Young réduit et la dureté des couches minces sont généralement calculés en utilisant la méthode d'analyse de Pharr et Oliver établie depuis 1992, adaptée aux matériaux en couche mince [42]. D'autres méthodes existent également comme celle de Yu [43] qui solutionne les problèmes liés à l'indentation élastique. Les lignes qui suivent résument les formules permettant de déterminer le module d'Young E à partir du module d'Young réduit.

La dureté désignée en général par H (*Hardness*) est définie comme étant la résistance du matériau à la pénétration d'un poinçon. Sa valeur numérique qui s'obtient généralement en faisant le rapport de la force (F) sur la surface de l'empreinte (A_c) laissée par l'indenteur (**Figure 2-18**) après la décharge, dont la formule est donnée par l'équation 2.2. Elle s'exprime $N.m^{-2}$

$$H = \frac{F}{A_c} \quad 2.2$$

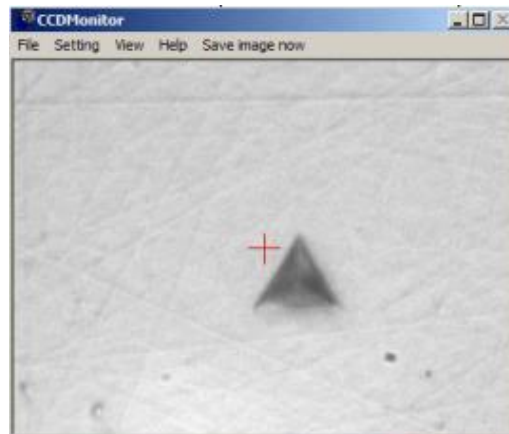


Figure 2-18 : Empreinte de l'indenteur

Après le test de l'indentation, la valeur numérique de la dureté H est directement donnée par le logiciel, ceci permettra de déterminer l'aire de l'empreinte A_c qui servira à calculer dans un premier temps le module d'Young réduit et ensuite le module d'Young de la couche mince. D'autre part, A_c peut être déterminé à partir des paramètres qui sont soit le rayon de contact de l'indenteur (a), soit la profondeur (z_c). L'équation 2.3 donne la formule de calcul de l'aire de l'empreinte de l'indenteur.

$$A_c = \pi a^2 = 23,56z_c^2 \quad 2.3$$

A partir de la relation de Sneddon [44], le module de Young apparent en indentation ou module réduit du matériau caractérisé (E_r) s'écrit par :

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad 2.4$$

Où β est un facteur correcteur qui prend en compte entre autres le caractère non axisymétrique du contact lors de l'indentation, il est égal à 1,034 pour l'indenteur Berkovich [42].

Le module de Young réduit prend en compte les paramètres mécaniques (notamment le coefficient de Poisson et le module d'Young, ν et E) de la couche mince et de l'indenteur :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad 2.5$$

Où E_i et ν_i désignent respectivement le module de Young et le coefficient de Poisson de l'indenteur, ν le coefficient de Poisson de la couche et E , le module de Young de la couche mince à déterminer.

De cette relation, on écrit l'équation permettant de calculer le module d'élasticité de la couche mince par :

$$E = (1 - \nu^2) \left[\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \right]^{-1} \quad 2.6$$

E_r est donné par la mesure, il est donc nécessaire de connaître le coefficient de Poisson du cuivre pour déterminer son module d'Young E .

2.3.1.2 Tests d'adhérence

L'adhésion des couches minces est très importante quelque soit leurs domaines d'utilisation. En microélectronique, elle garantit l'intégrité des composants et donc le bon fonctionnement des appareils. Il est bon de connaître sa valeur, sinon de l'évaluer afin de trouver les contraintes limites auxquelles les applications concernées commenceront à mal fonctionner ou tout simplement s'arrêteront de fonctionner. Dans cette sous-section, nous allons présenter quelques tests d'adhérence mise en place sur les couches minces trouvés dans la littérature. Ces tests permettent soit d'évaluer l'adhérence de la couche considérée, soit de mesurer les caractéristiques mécaniques de celle-ci. Ils sont classés en deux groupes : les tests destructifs et les tests non destructifs.

Etant donné que les tests non destructifs (les moins pratiqués en général et non disponibles au LaHC) ne font pas partie de notre étude, nous n'allons pas les détailler. Toutefois, connaître leur existence peut servir ; il s'agit de : tests par ultrasons, tests par Rayons X et les tests par Thermographie IR pour ne citer que ceux-là. Pour plus de détails Viktor HAUKE [45] relate les différentes méthodes sur cette topologie de test.

Par contre, les méthodes de caractérisation destructives, généralement les plus utilisées, sont présentées brièvement. Le point commun de ces méthodes est la mesure d'une force de rupture (interfaciale), cause de la propagation de fissures, produisant souvent une déformation irréversible très importante dans les matériaux unis. On peut citer par ces multiples méthodes les tests de clivage, de pelage, par peigne de quadrillage, de traction, de cisaillement et la nano rayure.

2.3.1.2.1 Le clivage

Le clivage consiste à introduire une force à l'interphase des deux matériaux en contact ou de les tirer de part et d'autre avec des forces de même intensité et de sens opposé. La **Figure 2-19** montre le processus de clivage. Connaissant les caractéristiques, l'énergie critique de rupture (G_c) s'obtient par :

$$G_c = \frac{12F^2 a}{Eb^2 d^2} \quad 2.7$$

Avec F l'intensité de la force appliquée la distance de fracture ; b et d respectivement largeur et épaisseur de la couche mince et E le module de Young du matériau.

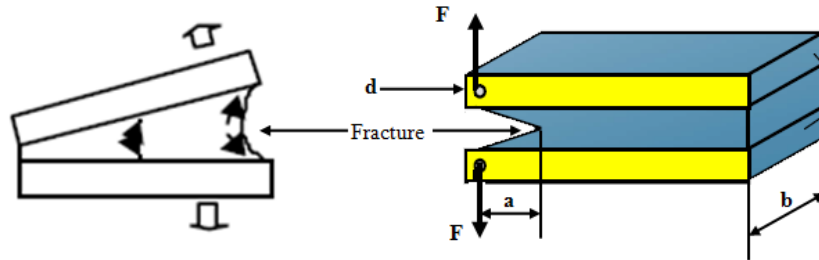


Figure 2-19 : Clivage [43]

NB : Le test de clivage ne s'applique pas aux couches minces car il exige que les deux matériaux soient rigides et aussi de même nature (module d'élasticité E identique)

2.3.1.2.2 Le pelage

Le principe du pelage est de fixer un des matériaux, le plus rigide, et d'exercer une force sur l'autre jusqu'à obtenir une fracture. L'énergie de facture est alors obtenue par :

$$G = \frac{F}{b(1 - \cos \theta)} \quad 2.8$$

Contrairement au clivage, le pelage peut être appliqué aux couches minces à condition d'utiliser une bande adhésive qui sert de renfort étant donné que l'épaisseur de la couche n'est pas assez grande pour résister à la force appliquée F . Aussi, il faut noter que le pelage est applicable aux couches minces dont on considère les contraintes intrinsèques négligeables [44]. La **Figure 2-20** montre le principe de pelage appliqué aux couches minces.

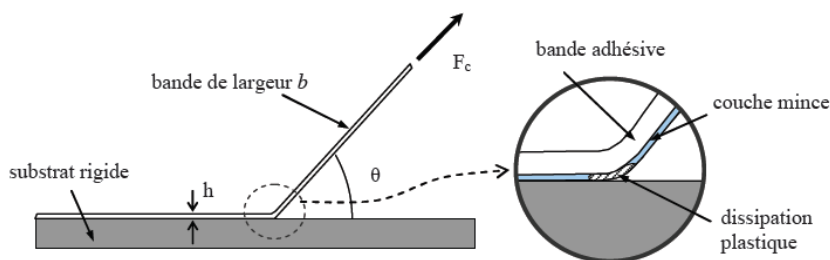


Figure 2-20: Pelage appliqué aux couches minces [44]

Etant donné que ce test s'effectue généralement à la température ambiante, il ne peut pas s'appliquer dans notre cadre d'étude car il faut trouver un ruban adhésif qui puisse tenir dans ces conditions.

2.3.1.2.3 Le peigne de quadrillage

Le test d'adhérence par peigne de quadrillage fait objet d'une étude comparative. En effet il consiste à pratiquer un quadrillage en incisant la couche mince jusqu'au substrat avec un couteau muni de lames tranchantes ; puis brosser dans une même direction diagonale par un va-et-vient cinq fois de suite et ôter les parties détachables par la bande adhésive fournie à cet effet. Le résultat obtenu est comparé aux valeurs normalisées ISO ou ASTM (*American Society for Testing and Materials*) [46]. Plus il y a de petits carreaux de film détaché, moins bonne est l'adhérence de la couche mince. Les standards ISO étant réalisés à la température ambiante, on ne peut donc pas appliquer ce test à haute température.

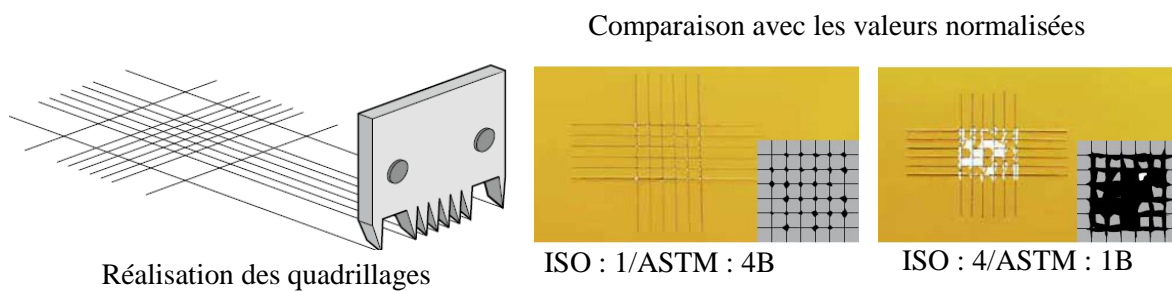


Figure 2-21 : Pratique du test de quadrillage [46]

2.3.1.2.4 La nano rayure

Appelé aussi Scratch Test, la nano rayure consiste à indenter une couche mince par une force normale à la surface de l'échantillon d'intensité micrométrique variable F_N . Un déplacement latéral de l'échantillon à la vitesse V entraîne une force tangentielle F_T qui raie la couche mince. Equipé d'un micro-ordinateur, le dispositif enregistre alors les valeurs des différents paramètres (F_N , F_T , Vitesse, profondeur d'indentation...) du test. Les étapes de la nano rayure [44] sont comme suit :

- *Profil initial* : mesure du profil de la surface à l'emplacement de la rayure

- *Rayure* : mesure de la pénétration h et de la force tangentielle F_T pendant la rayure,
- *Profil final en fond de rayure* : mesure de la pénétration résiduelle h_r après retour élastique.
- *Profil transversal* : mesure d'un ou de plusieurs profils transversaux du sillon.

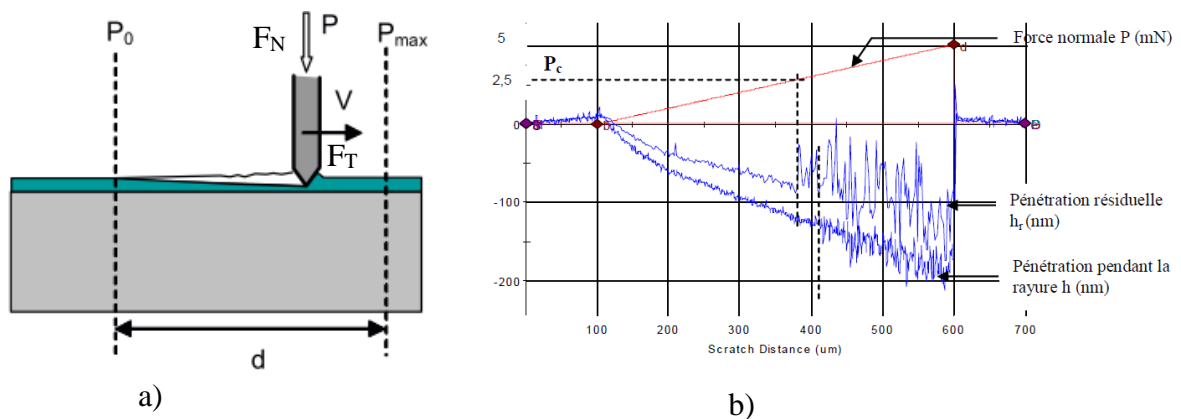


Figure 2-22 : Principe (a) et courbes (b) du scratch test ou nano rayure [44]

En examinant les courbes données (**Figure 2-22 b**)) on détermine la charge à laquelle commence le décollement. Plusieurs auteurs ont pratiqué cette technique, pour estimer l'adhérence des couches minces. C'est le cas S. ROY et *al* [47] qui ont présenté la mesure de l'adhérence par nano-rayure sur les couches minces de cuivre de $0,5\mu\text{m}$ d'épaisseur et des couches de diélectrique SiN d'épaisseur comprise entre 20 et 60 nm. Ils ont mis en évidence un écaillage des couches de SiN entre 1,5 mN et 3 mN selon l'adhérence de ces couches [47].

2.3.1.2.5 La traction et le cisaillement

Le principe des essais de traction et de cisaillement n'est pas basé sur la mesure de l'énergie interfaciale comme c'est cas des tests de pelage et de clivage mais se base plutôt sur la mesure de la contrainte de rupture de l'interface. Les contraintes en traction (σ) et en cisaillement (τ) s'obtiennent respectivement par :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad 2.9$$

F étant la force appliquée et S la section rompue

$$\tau = \frac{F}{bl} \quad 2.10$$

b et l sont les dimensions de l'échantillon selon **Figure 2-23**.

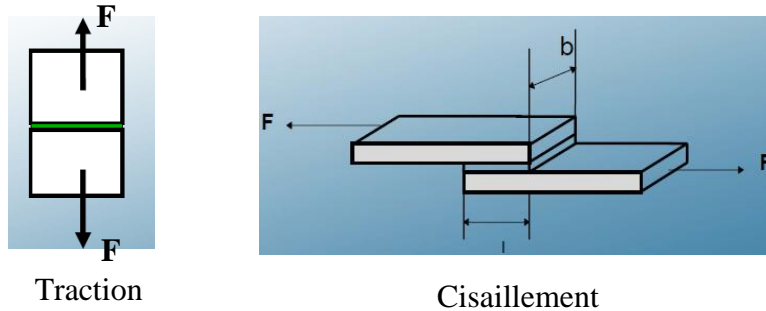


Figure 2-23 : Tests de tractions et de Cisaillement

L'avantage de la plupart des tests dont nous venons de faire un bref aperçu est qu'ils sont relativement faciles à mettre en œuvre et ne nécessitent pas de gros moyens par rapport aux tests non destructifs quoiqu'ils soient moins qualitatifs que ces derniers. Parmi toutes ces méthodes, le test de traction est le plus facile à mettre en place d'où notre choix.

Aussi, on peut adapter un test de traction en température. C'est l'objectif du paragraphe suivant qui est de réaliser un banc de test de traction en température permettant d'évaluer les contraintes critiques à haute température de nos échantillons.

2.3.1.3 Etude et développement d'un banc

L'objectif principal de ce banc est d'obtenir la contrainte critique d'un échantillon en fonction de la température. Pour cette étude, il est nécessaire d'appliquer une force F. Cette force sera appliquée sur un plot collé sur la couche mince à étudier. Un système de chauffage permettra d'avoir une température uniforme sur tout l'échantillon. Une étude permettant de choisir la forme et le matériau constituant le plot de traction a été faite [48].

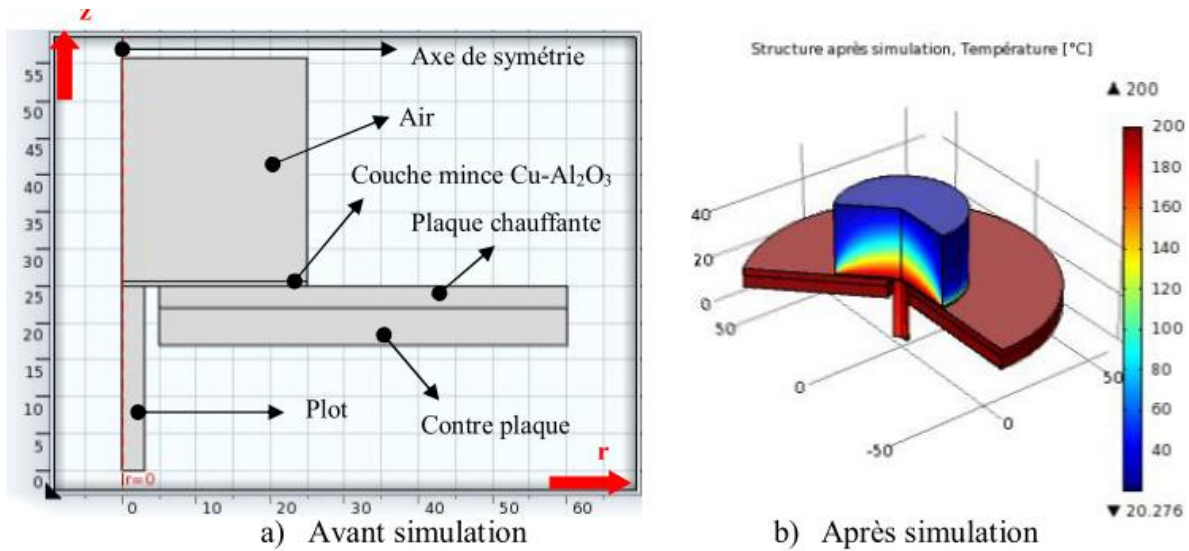


Figure 2-24 : Simulation numérique du banc à l'aide de COMSOL

Afin de connaître l'évolution et l'homogénéité de la température et de décider sur la nature et la forme du plot à utiliser pour les tests, une étude numérique de la plaque a été faite à l'aide du logiciel *COMSOL Multiphysics* [49]. Cette étude montre que l'usage d'un plot en Téflon diminue fortement la dispersion de température entre la zone de test et toute la plaque chauffante et aussi conduit moins la chaleur que le plot en acier. Mais il a été difficile de trouver une colle permettant de tenir en température sur du téflon aux températures souhaitées ; c'est pourquoi nous avons opté pour l'utilisation de plots métalliques. La colle utilisée présente une bonne adhérence entre le cuivre et le plot jusqu'à une température de 130°C. La **Figure 2-24** présente les structures et les résultats de la simulation du banc. On remarque bien que la température (200°C) est uniformément répartie sur toute la surface de la plaque ; la légende montre qu'il y a une diminution d'environ 10°C autour de l'échantillon à cause de l'échange thermique avec l'air environnant.

2.3.1.3.1 Eléments constitutifs du banc

Les éléments principaux du banc de traction réalisé sont : une plaque chauffante pour assurer la mise en température de l'échantillon, un thermocouple qui permet de mesurer directement la température en un point de la plaque, un régulateur de température permettant d'obtenir la température choisie, une contre plaque qui permet d'assurer la rigidité de l'ensemble, un support qui joue le rôle d'appui lors des tests et une source d'énergie électrique

pour l'alimentation de la plaque et du régulateur. A cette liste s'ajoute également un pyromètre qui nous permet de mesurer la température à distance, à n'importe quel point de la surface de la plaque connaissant l'émissivité de ce dernier, ceci afin de valider la température en différents points.

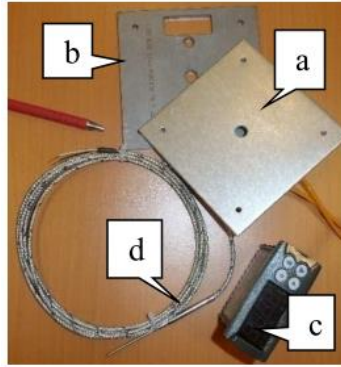


Figure 2-25 : Quelques éléments essentiels (a : plaque chauffante, b : contre plaque, c : régulateur, d : thermocouple) du banc d'essai de traction à haute température

2.3.1.3.2 Montage

Le montage de ce banc a été réalisé pendant cette thèse. Dans un premier temps, nous présentons le schéma synoptique des blocs alimentation et régulation. Ensuite seront présentés le schéma de principe de l'essai avec les différents éléments et le processus de validation du banc. Une image du banc réalisé sera présentée suivi du protocole de l'essai.

2.3.1.3.2.1 Schéma synoptique

Le fonctionnement du dispositif est comme suit : la plaque chauffante est alimentée via le régulateur, en mode tout ou rien (TOR), qui est lui-même alimenté par le secteur. La température de la plaque augmente plus ou moins vite en fonction du courant d'alimentation. Cette température est mesurée grâce à un thermocouple de type K monté sur la plaque chauffante. Le schéma synoptique du banc est donné à la **Figure 2-26**.

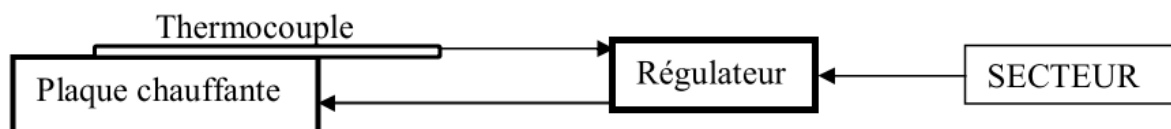


Figure 2-26: Schéma synoptique du banc

2.3.1.3.2.2 Montage des différents éléments

Le montage des différents éléments constitutifs du banc est donné à la **Figure 2-27** et le schéma de principe à la **Figure 2-28**. En plus des éléments principaux cités précédemment, un isolateur thermique (plaque en Téflon) est utilisé pour empêcher la dispersion de la température vers le bas de la plaque.

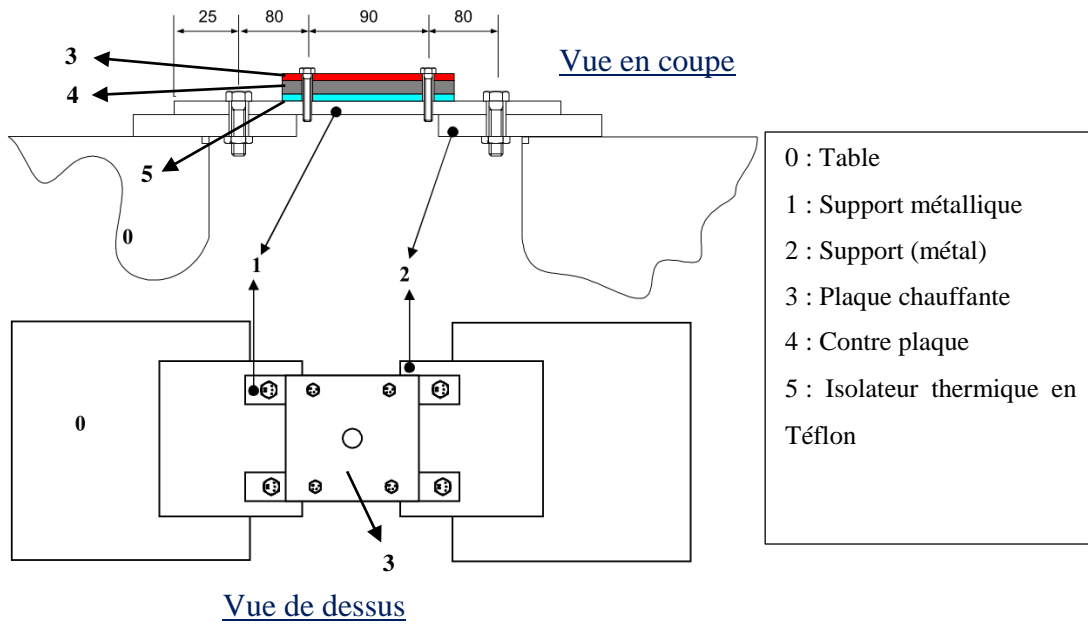


Figure 2-27 : schéma de montage du banc : vues en coupe et de dessus

L'échantillon est placé avec la couche mince de cuivre en contact avec la plaque chauffante

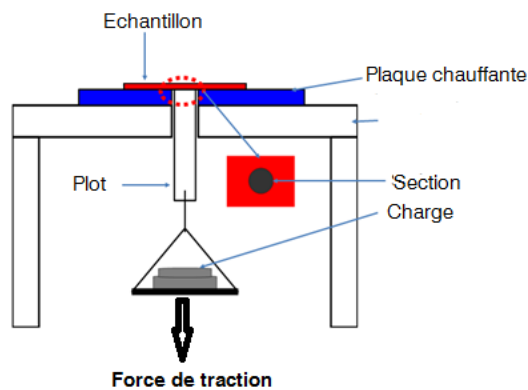


Figure 2-28 : Schéma de principe de l'essai de traction en fonction de la température

2.3.1.3.2.3 Validation du banc

Après le montage du banc, il est nécessaire de vérifier son état général de fonctionnement. Cela consiste à vérifier la répartition de la température sur toute la surface de la plaque et la concordance des mesures par pyromètre et thermocouple. Les mesures au pyromètre sont validées avec un ruban d'émissivité connue, 0,93, car nous ne connaissons pas l'émissivité de la contre plaque.

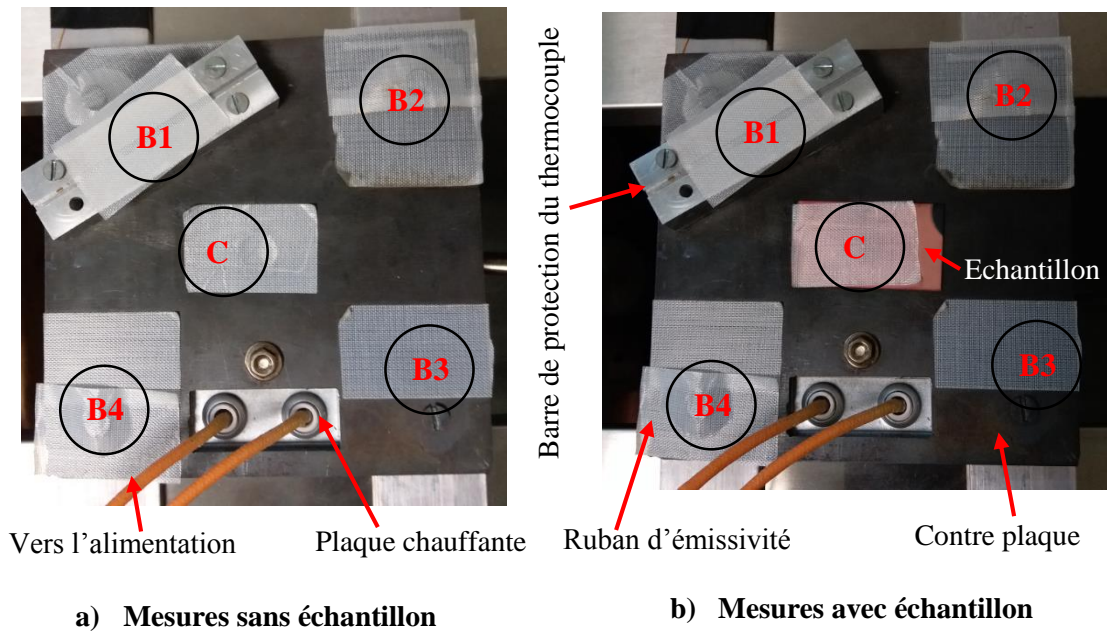


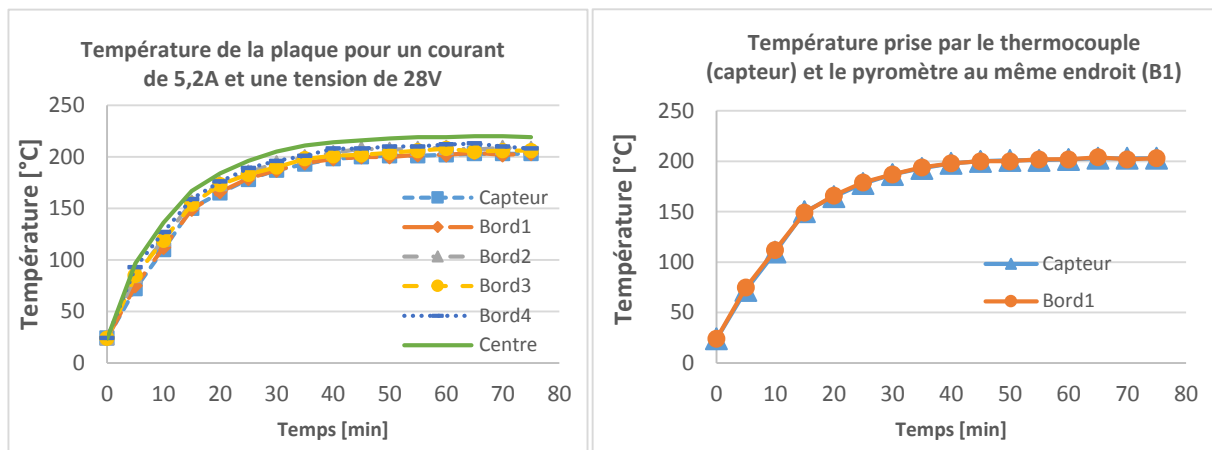
Figure 2-29 : Emplacements de mesures pour validation du banc

Cinq mesures par pyromètre ont été faites, aux quatre bords (B1, ... B4) de la plaque et en son centre (C), et une mesure par le thermocouple, placé sur l'un des bords de la plaque (B1) (**Figure 2-29**). L'une des mesures par pyromètre se fait donc à l'emplacement du thermocouple. La **Figure 2-30** montrent les résultats de ces mesures. On remarque que :

- La température est uniformément répartie sur toute la plaque. Un écart de 6°C soit un écart relatif de 3% est obtenu sur l'ensemble de la plaque chauffante (**Figure 2-30 – a**) ; cette différence peut être expliquée par la présence de la résistance chauffante de la plaque placée à proximité de cet endroit.

- Il y a une bonne concordance (écart de moins de 0,6%) des mesures obtenues par thermocouple et par pyromètre (**Figure 2-30 – b**), ce qui permet de valider nos mesures

On remarque aussi sur la **Figure 2-30** que la durée à laquelle le régime est établi (température de 200°C atteinte) est d'environ trente minutes ; ce temps de montée peut-être contrôlé par la variation de la tension d'alimentation de la plaque. Il faut noter que cette plaque chauffante fonctionne entre 20 et 48 Volts.



a) Uniformité de la température sur la plaque

b) Concordance des mesures par capteur et par pyromètre

Figure 2-30 : Concordance des mesures de la température de la plaque chauffante

2.3.1.3.2.4 Banc réalisé et protocole de l'essai

La **Figure 2-31** représente le banc étudié et réalisé durant cette thèse. Les essais de traction sous haute température et les résultats de ces essais seront présentés dans le chapitre suivant, mais nous présenterons ici les étapes à effectuer pour réaliser une mesure de la contrainte critique. On procède comme suit pour réaliser un test sur un échantillon :

- On réalise un collage du plot de traction sur la surface de la couche mince de cuivre (encadré de la **Figure 2-31**) à l'aide d'une colle liquide cyanoacrylate, *Super 5000*, puis l'ensemble est déposé sur la plaque chauffante en faisant passer le plot dans le trou de la plaque chauffante. Il faut signaler qu'il n'était pas facile de trouver une colle qui puisse tenir sous

les charges de traction jusqu'à 200°C et dont les contraintes de cisaillement soient élevées. Celle-ci permet au plot d'adhérer jusqu'à 160°C à vide et jusqu'à 130°C sous charge de traction.

- A l'extrémité de ce plot un crochet est monté par vissage. L'ensemble (tige de traction-plateau) est accroché à ce dernier via un autre crochet ;
- Lorsque la température de traction est établie, on met les masses marquées sur le plateau, d'une manière successive, jusqu'à l'arrachement de la couche de l'échantillon.
- La masse des différentes masses marquées permet la détermination de la contrainte critique. La contrainte critique σ_c est déterminée par la formule suivante :

$$\sigma_c = \frac{F}{S} = \frac{M_m \cdot g}{S} \quad 2.11$$

Avec F la force de traction (N), M_m la somme des masses marquées (kg), g , l'accélération de pesanteur (N.kg^{-1} ou m.s^{-2}) et S , la section du plot de diamètre 4 ou 8 mm. Avec ces unités, la contrainte critique trouvée est en MPa.

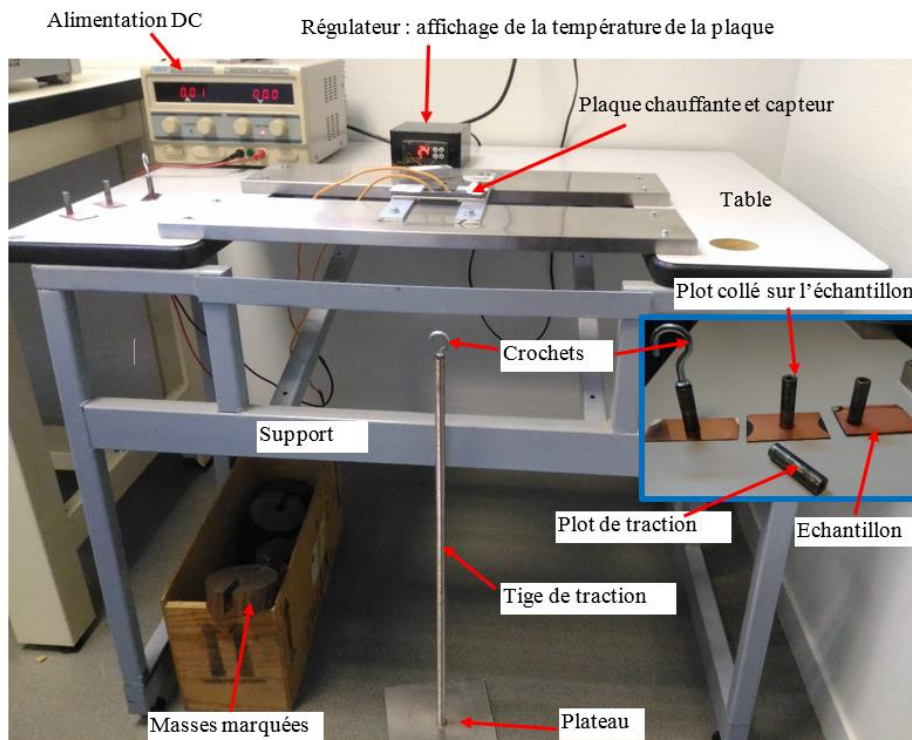


Figure 2-31 : Banc réalisé

La méthode utilisée ici est peu précisée car la force de traction n'évolue pas linéairement mais de façon brutale à cause des valeurs des masses marquées (100g, 200g, 500g, 898g et 2000g). On commence à mettre sur le plateau la plus grande masse marquée ; quand on tend vers le décollement de la couche, ce sont les petites masses qu'il faut ajouter, ainsi la force de rupture ne sera pas très éloignée de la force réelle de rupture. Il faut aussi signaler que le plot doit être collé perpendiculairement à la surface de la couche mince ; sinon la surface prise en compte sera plus élevée que la surface réellement collée et cela induira une erreur lors de la détermination de la contrainte critique.

2.3.2 Caractérisation morphologique et physicochimique

Cette partie présente les techniques morphologique et physicochimique des couches minces étudiées. Il s'agit de la caractérisation au profilomètre mécanique et celle au Microscope Electronique à Balayage (MEB). La première caractérisation permet de connaître l'épaisseur de la couche, la rugosité arithmétique moyenne de la surface des couches et le rayon de courbure des échantillons afin de remonter aux contraintes dites de Stoney. Le MEB permet de déterminer la morphologie des couches minces de cuivre et les taux d'éventuels contaminants (traces d'éléments chimiques autres que le cuivre) en utilisant la microanalyse EDS (*Energy Dispersive Spectrometry*)

2.3.2.1 Caractérisation au profilomètre mécanique

Le profilomètre mécanique permet de mesurer :

- Des hauteurs de marche (ou profils) permettant de déterminer l'épaisseur de la couche mince ;
- La rugosité des échantillons
- Les rayons de courbure permettant d'évaluer les contraintes qui résultent de leur déformation.

Le schéma de cet appareil est montré dans la **Figure 2-32**. Dans son fonctionnement, on peut distinguer les étapes suivantes :

- La descente de la pointe (avec un rayon de courbure de $2\mu\text{m}$) de l'appareil le long d'une colonne jusqu'au contact de l'échantillon à étudier ;
- Cette pointe balaye la surface de l'échantillon ;
- Cette pointe enregistre à l'aide d'un capteur inductif le profil de l'échantillon, exploité via l'ordinateur à l'aide d'un logiciel.

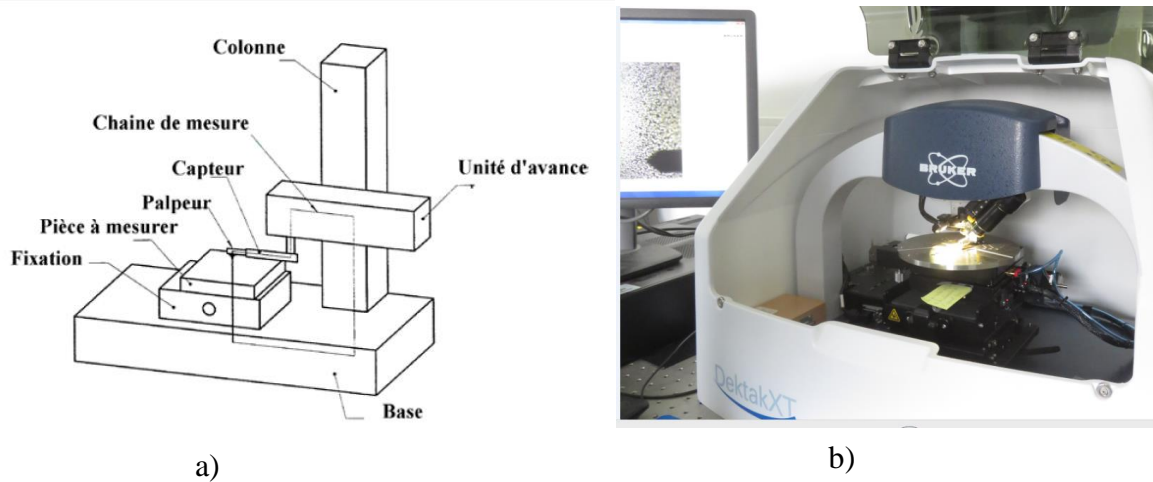


Figure 2-32 : Profilomètre mécanique : a) schéma de principe [50], b) image du profilomètre utilisé

Cet appareil dispose d'un contrôleur de la force appliquée par la pointe, pouvant être réglée (entre 1 et 15 mg). Ce contrôleur de force va être utile pour les mesures de déflexions de membranes [50] qui permettra de remonter aux valeurs dérivées.

Les mesures réalisées par cet appareil nous ont permis d'appréhender que l'épaisseur de la couche mince de cuivre des échantillons que nous avons étudiés n'est pas tout à fait uniforme sur toute la surface. Il y a en effet une différence d'environ 10% entre les bords et le centre de l'échantillon pour un échantillon rectangulaire de surface $20 \times 50 \text{ mm}^2$.

Pour les rayons de courbure, les résultats sont très différents d'un échantillon à un autre. On trouve des échantillons très plats (rayons de courbures élevés environ 141 m) ou bien courbés (faibles rayons de courbures, une dizaine de mètre) et tout dépend une fois de plus des étapes de préparation du substrat (surtout le collage, le rodage et le polissage) et de son ablocage (maintien) sur le porte substrat pendant le dépôt. Les valeurs des deux rayons de courbures nous permettent de calculer les contraintes mécaniques induites dans la couche mince par la méthode de Stoney.

La **Figure 2-33** montre des exemples d'images des mesures de la rugosité (a) et celle du rayon de courbure d'un échantillon (b). Nous voyons que l'échantillon (substrat de YIG) concerné est presque plat avec des trous de profondeur pouvant aller à une dizaine de micromètre. Le fait que ce substrat soit relativement plat entraine un rayon de courbure plus ou moins grand (autour de 141 m)

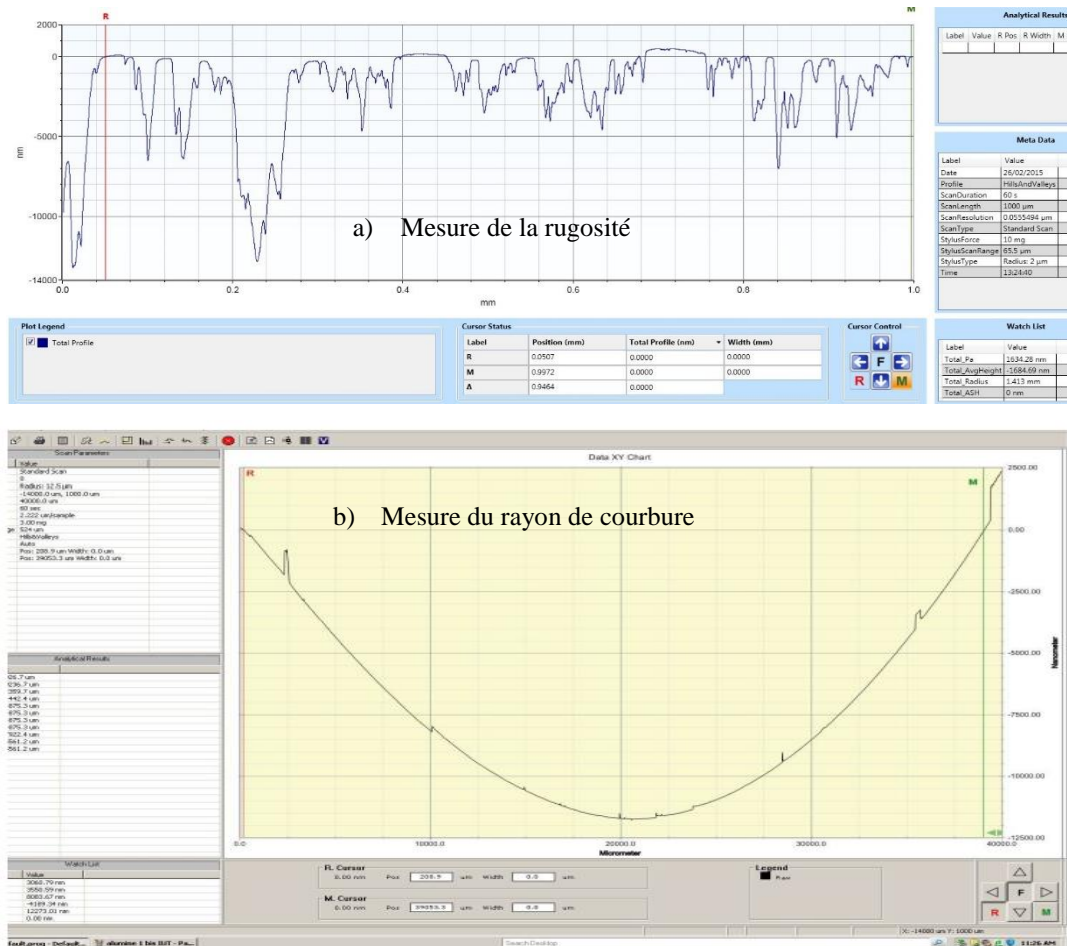


Figure 2-33 : Mesures au profilomètre

2.3.2.2 Caractérisation au MEB et Microanalyse EDS

Cette méthode de caractérisation est une technique qui permet d'analyser la morphologie des surfaces (MEB : Microscopie Electronique à Balayage) et la composition chimique de cette surface (EDS : *Energy Dispersive Spectrometry*) dans le m^em^e appareil.

2.3.2.2.1 Présentation et avantages du MEB

Cette technique est particulièrement intéressante car elle permet d'analyser et d'observer la surface d'échantillons dont la taille des grains va de quelques μm^3 à quelques mm^3 . Un autre avantage du MEB est qu'il a la particularité d'offrir une grande profondeur de champ allant jusqu'à quelques centaines de micromètres [51]. Le schéma de principe du MEB est donné à la **Figure 2-34**.

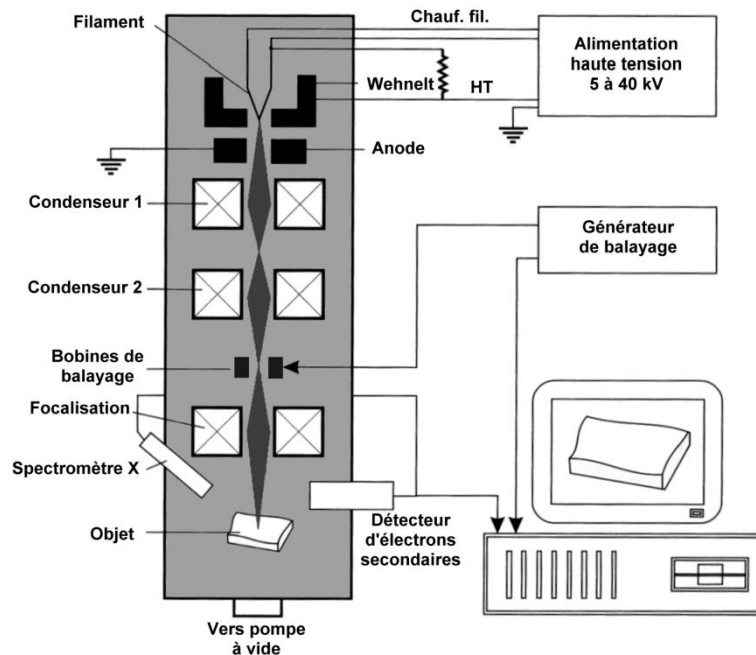


Figure 2-34 : Principe de la microscopie électronique à balayage (MEB) [51]

Son principe de fonctionnement est basé sur deux aspects :

- La production et l'émission d'électrons libres par une cathode (électrons primaires) dont la source d'alimentation peut aller de 5 à 40kV ;
- La détection des signaux (électrons secondaires et rétrodiffusés) ; ces électrons provenant de l'échantillon arrivent au scintillateur (détecteur) couplé à un photomultiplicateur. Le signal du détecteur est amplifié et sert à moduler l'intensité du faisceau d'un oscilloscope dont le balayage est synchrone avec celui du faisceau primaire. C'est l'analyse des électrons secondaire qui donne l'image de la morphologie de la couche.

2.3.2.2.2 La Microanalyse EDS

Bien qu'il existe plusieurs techniques d'analyses à l'échelle micro, nanométrique voire atomique, où chacun présente des avantages et des inconvénients, la microanalyse par rayon X (dont l'EDS) fait partie des utilisées [52]. Cette technique qui permet une analyse élémentaire, par détection des raies caractéristiques X des éléments en présence. La **Figure 2-35** montre un spectre de raies et la composition d'un de nos échantillons caractérisés. Cet échantillon est bombardé par un faisceau d'électrons à 15 kV.

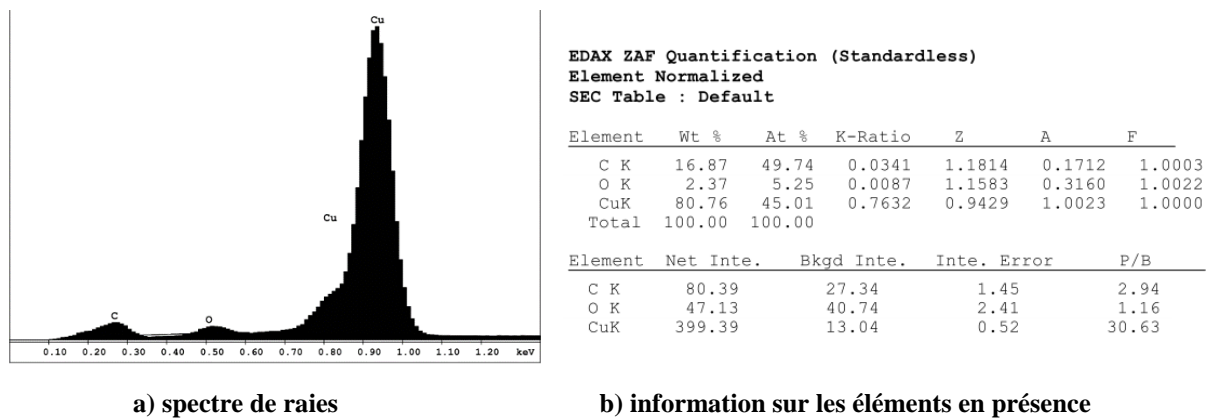


Figure 2-35 : Résultats sur un échantillon d'une microanalyse EDS

L'EDS consiste à détecter les rayons X caractéristiques produits par chaque élément après avoir bombardé un échantillon avec des électrons de haute énergie. En utilisant la *cartographie de rayons X*, des informations sur la composition élémentaire d'un échantillon peuvent alors être données [52]. Le but de l'EDS est la détermination de la composition chimique de l'échantillon caractérisé. Sa particularité est que la quantité de rayons X émis par chaque élément présent dans l'échantillon a une relation directe avec la concentration de cet élément (masse ou proportion atomique). C'est pourquoi il est possible de convertir les mesures de rayons X en un spectre de raies final et d'évaluer les concentrations des divers produits chimiques présents dans cet échantillon. Quelque soit l'échantillon, son état de surface, les conditions opératoires, ... l'instrument donnera des informations quantitatives et des résultats qualitatifs [53]. Ainsi la position des pics détermine le type d'atome présent, et l'aire des pics peut déterminer la concentration de chaque élément.

Les couches de cuivre sont étudiées par cette méthode afin de noter la présence d'oxydation en surface. Notons que cette technique est très peu précise pour les éléments légers

comme le carbone et l'oxygène. Par conséquent, les résultats présentés seront essentiellement « qualitatifs »

2.3.3 Caractérisations électriques

Deux outils basés sur la technique de la mesure sous pointes ont été utilisées pour cette caractérisation afin de déterminer la résistivité des couches de cuivre ou les valeurs des composants de type inductance (RL) en fonction de la température. Ces outils sont :

- LRCmètre Agilent 4284 A pour la caractérisation à basse fréquence (40Hz jusqu'à 1 MHz). Il nous permettra de déterminer par la méthode de mesure 4 pointes, obtenue à partir de la méthode de Van der Pauw [54], la résistivité des échantillons.
- L'impédancemètre Agilent 4294 A dont la plage de fréquence est comprise entre 40Hz et 110MHz permet de déterminer les caractéristiques électriques des composants planaires réalisés. On se placera en basse fréquence, afin de ne prendre en compte que l'effet de la température sur ces caractéristiques électriques.

On utilisera le premier appareil pour caractériser les composants à la température ambiante ; néanmoins, on mesurera à cette température plusieurs types d'échantillons – recuits, dorés, étamés –, afin de mettre l'accent sur l'influence de la température de recuit, de la passivation sur la résistivité des couches de cuivre. Par contre, le second appareil sera utilisé pour la caractérisation en température. Pour cela, on peut chauffer un chuck sur lequel on place notre échantillon. On caractérise ainsi le composant en température afin de déterminer l'influence de la température sur le fonctionnement du composant.

2.3.3.1 LCRmètre, Mesures 4 pointes

2.3.3.1.1 Présentation de l'appareil

Le LRCmètre Agilent 4284 A est constitué de trois parties à savoir :

- Une partie générateur/oscillateur qui permet d'injecter le courant dans le dispositif sous test (DST) ;
- Une partie pour le dispositif formé des câbles et pointes permettant de relier celui-ci au générateur/oscillateur pour l'excitation et mesures ;
- Une partie pont auto-équilibré qui permet d'imposer une masse virtuelle pour les mesures vectorielles de courant et tension. La masse virtuelle est créée grâce à l'amplificateur à contre-réaction (A) qui maintient le potentiel au point *low* (L) proche de zéro Volt (**Figure 2-36**). Dans cette condition on a :

$$\frac{V_1}{Z_{DST}} = \frac{V_2}{R} \quad 2.12$$

D'où l'impédance du dispositif sous test DST :

$$Z_{DST} = \frac{V_1}{V_2} \cdot R \quad 2.13$$

La **Figure 2-36** représente schématiquement le principe de fonctionnement du LCRmètre utilisé.

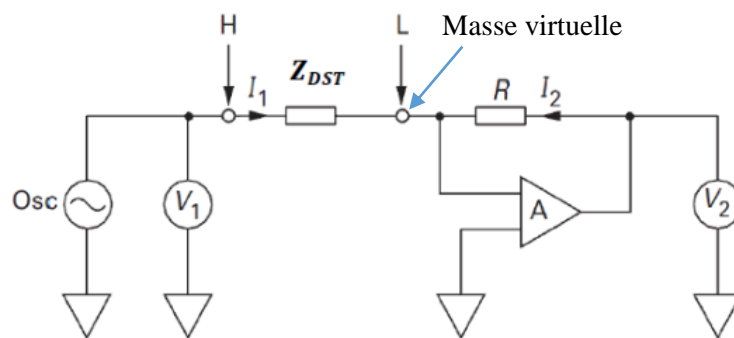


Figure 2-36 : Schéma de principe de LCRmètre utilisé

2.3.3.1.2 Méthodes 4 pointes de mesure de résistivité

Le principe de la mesure de la résistivité par la méthode 4 pointes basée sur la méthode de Van Der Pauw [54] consiste à injecter un courant dans l'échantillon à l'aide de deux pointes et de mesurer la tension avec deux autres pointes. Toutes les pointes sont alignées et séparées d'une même distance s . Le courant est envoyé via les pointes d'extrémités (**sondes 1 et 4**) alors que la tension est mesurée aux bornes des deux autres pointes (**sondes 2 et 3**) (**Figure 2-37**). Les auteurs [55] et [56] donnent les relations fondamentales entre la résistivité, ρ , le courant injecté et la tension lue pour différentes géométries. Il faut aussi noter qu'il existe la méthode 2 pointes mais celle-ci a beaucoup d'inconvénients comme l'erreur de mesure due à la résistance des câbles et des contacts ; elle n'est pas applicable aussi sur une géométrie quelconque. C'est pour pallier ces problèmes que la méthode quatre pointes est sollicitée [57]. Avant de procéder à la mesure, on effectue le calibrage, étape nécessaire pour compenser la valeur de la résistance, la capacité et l'inductance des câbles de mesure et de mesurer la valeur du dispositif sous test uniquement. Pour les mesures de résistivité, nous avons calibré essentiellement l'appareil en calibration SHORT.

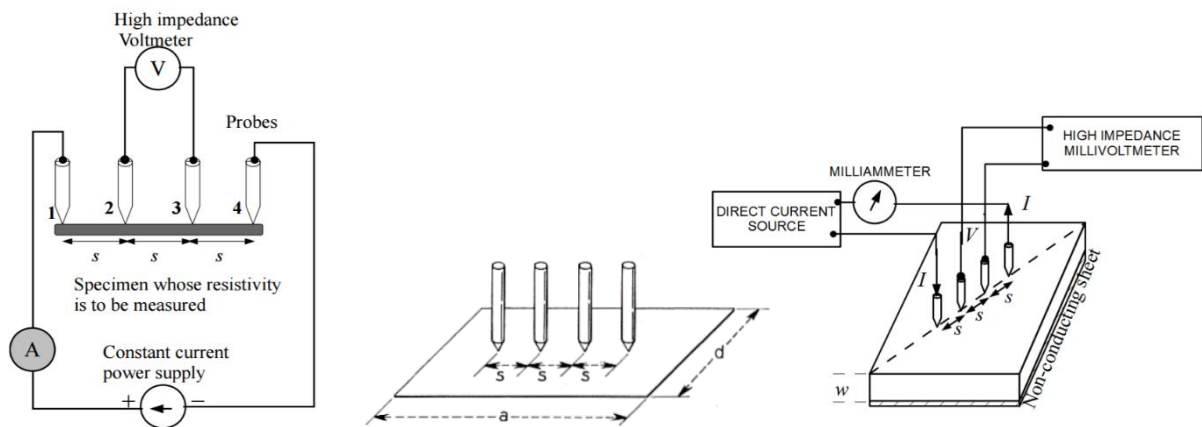


Figure 2-37 : Méthode quatre pointes de mesure de résistivité [55] [56]

Avec les valeurs du courant injecté et de la tension mesurée, on peut déterminer la résistivité du conducteur par :

$$\rho = \frac{V}{I} \cdot w \cdot C \tag{2.14}$$

Avec V la tension (V), I , le courant (A), w , l'épaisseur de l'échantillon et C le facteur correctif de forme de géométrie que l'on peut trouver dans les références [55] et [56]

Avec cette méthode on peut aussi bien caractériser des échantillons de surface rectangulaire de dimensions a et d que les échantillons de surface circulaire de diamètre d (**Figure 2-37**). L'annexe 3 donne le facteur correcteur en fonction des dimensions de l'échantillon (a , d) et la distance entre les pointes (S)

2.3.3.2 Analyseur d'impédance

Le but de l'utilisation de cet appareil est la détermination des caractéristiques électriques des composants notamment l'inductance, la résistance et la capacité en fonction de la température.

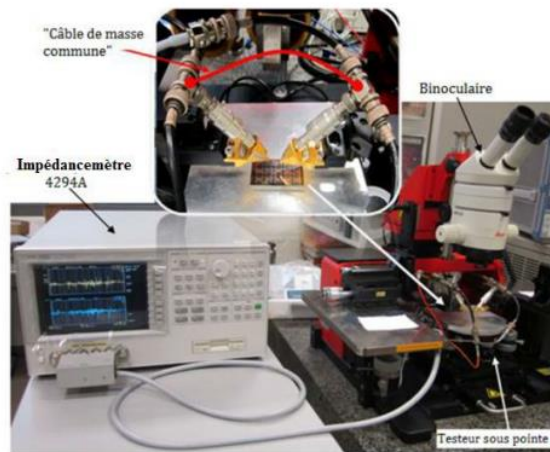


Figure 2-38 : Impédancemètre (Agilent 4294 A) utilisé

2.3.3.2.1 Description du banc de l'analyseur

Comme le LRCmètre, l'impédancemètre Agilent 4294 A représenté à la **Figure 2-38** est composé de trois parties qui sont :

- Une partie générateur ou source de signal, à fréquence variable entre 40 Hz et 110 MHz, nécessaire pour la caractérisation. La résolution maximale de ce générateur est de 1MHz alors que la tension de sortie, réglable à l'aide d'un atténuateur, varie entre 5mV et 1V ;

- Une partie constituée d'accessoires de caractérisation et du composant à caractériser DST. Pour maintenir la tension à la borne Lp nulle comme dans le cas de LRCmètre, l'impédancemètre est équipé d'un « pont auto équilibré ». Le détecteur D contrôle cette tension et à la fois l'amplitude et la phase à la sortie du modulateur. Toute cette partie est désignée par le pont auto-équilibré ;
- La partie « Détection du rapport vectoriel » permet d'obtenir l'impédance complexe du DST à partir de la tension mesurée à ses bornes et celles aux bornes de la résistance étalon série. En effet, un traitement numérique est opéré par l'appareil sur ces tensions pour obtenir le module et la phase de l'impédance du DST, et puis transformé en parties réelle et imaginaire. L'impédance du DST peut alors être déduite puisque la résistance étalon est connue.

2.3.3.2.2 Méthode mesure

La méthode de mesures adoptée est celle à 2 ports avec des pointes RF. L'impédancemètre envoie le signal sinusoïdal dans le composant par le port 1 et le retour se fait par l'autre port. Avec les grandeurs électriques relevées (courant et tension), l'impédancemètre calcule l'impédance complexe du composant à différentes fréquences. Pour prendre en compte uniquement l'influence de la température sur les caractéristiques électriques des composants, nous les caractériserons à basses fréquences. L'impédancemètre nous donne directement les valeurs des caractéristiques ; nous pourrons alors tracer leurs évolutions en fonction de la température (chauffage-refroidissement). Afin de mesurer le composant étudié, un calibrage OPEN- SHORT – LOAD est effectué.

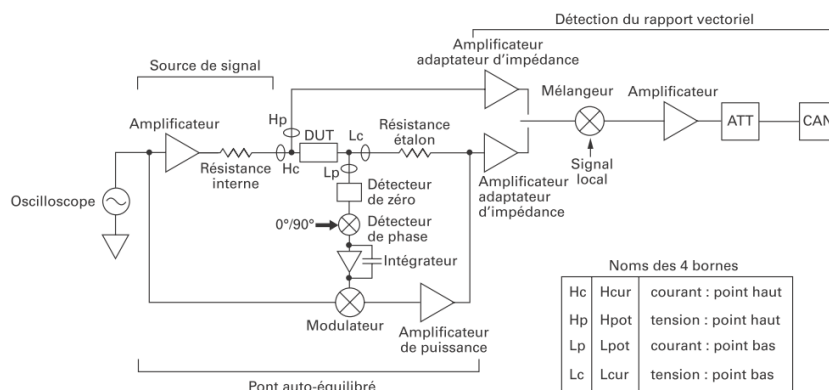


Figure 2-39 : Schéma analogique de fonctionnement de l'Agilent 4294A [58]

2.4 Conclusion

Dans ce chapitre qui a traité de l'élaboration et des techniques de caractérisation des couches minces, nous avons tout d'abord présenté les matériaux utilisés à savoir le substrat magnétique et le conducteur ; les propriétés électriques et mécaniques ont été également abordées, en prenant en compte leur évolution en fonction de la température.

Après cette présentation des matériaux utilisés, la technique d'élaboration des couches minces, la pulvérisation cathodique que nous avons utilisée pour réaliser nos échantillons a été présentée. Le principe général de l'élaboration des couches minces est présenté avant les étapes de la pulvérisation. Les différentes étapes avant le dépôt de la couche mince consistent entre autres à la préparation du substrat : renforcement par un support de verre, redimensionnement (sciage), polissage et différents nettoyages de l'échantillon.

Ensuite, des méthodes de caractérisation mécanique sont présentées parmi lesquelles nous avons opté pour celui permettant de déterminer les contraintes critiques. Cette technique permet de déterminer la contrainte à l'arrachement de la couche mince mais pas une évolution contrainte-déformation comme c'est le cas des essais de traction instrumentés conventionnels. Une étude numérique a été réalisée afin de déterminer les éléments nécessaires pour la conception du banc [49] permettant d'effectuer ces tests de traction critique en haute température. Le banc réalisé durant ce travail a dû être validé par une vérification de la répartition de la température sur toute la surface de la partie chaude du banc. La concordance de deux techniques de mesures utilisées (Thermocouple et pyromètre) pour déterminer la température ont permis de valider ce banc.

Dans le même volet des caractérisations mécaniques, des techniques de caractérisations morphologique et physicochimique sont présentées. Ces dernières permettent d'une part, de trouver la rugosité, l'épaisseur et le rayon de courbure des échantillons et d'autre part d'inspecter à l'échelle microscopique l'intégrité structurale (fissures ...), et d'analyser les éléments chimiques présents à la surface de la couche mince.

Enfin les techniques de caractérisation électrique utilisées dans cette thèse sont présentées. Il s'agit des mesures sous pointes au LCRmètre qui ont permis de déterminer la résistivité des couches minces en utilisant la méthode de la mesure quatre pointes et des mesures à l'impédancemètre, avec *Chuck* chauffant, pour la détermination des caractéristiques

électriques des composants (notamment l'inductance et la résistance) en fonction de la température. Les résultats des caractérisations électriques seront présentés dans le chapitre 4.

Références du chapitre 2

- [1] F. KHALOUCHE, Fabrication et caractérisation des micro transformateurs à couches magnétiques, Saint Etienne: Thèse, Université Jean Monnet, 2014.
- [2] M. CYROT, M. DÉCORPS, B. DIENY, O. GEOFFROY, D. GIGNOUX, C. LACROIX et J. LAFOREST, *MAGNETISME, II – Matériaux et application, Extraits*, EDP Sciences.
- [3] G. ORTIZ HERNANDEZ, Elaboration et étude des propriétés physiques de couches minces monocristallines d'alliage de Heusler à faible amortissement magnétique pour composants hyperfréquences, Toulouse: Université Toulouse 3 Paul Sabatier, 2013, pp. 15-25.
- [4] N. BEAULIEU, V. NALETOV, O. KLEIN, G. DE LOUBENS et J. BEN YOUSSEF, «Etude en fonction de l'épaisseur des propriétés dynamiques des films ultra-minces de YIG et YIG/Pt élaborés par épitaxie en phase liquide,» chez *17e colloque Louis Néel (cLN) : Couches minces et nanostructures magnétiques*, Saint-Dié-des-Vosges, 2016.
- [5] P. GROSSEAU, Synthèse et étude du grenat de fer et d'yttrium., Sainte Etienne: Thèse, Institut National Polytechnique de Grenoble et Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, 1993, pp. 3-23.
- [6] GILLES, M. A. et S. GELLER, «The crystal structure and ferrimagnetism of Yttrium-Iron Garnet, $Y_3Fe_2(FeO_4)_3$,» *Journal of Physical and Chemical Solids*, vol. 3, pp. 30-36, 1957.
- [7] E. J. J. MALLMANN, J. C. GÓES, S. D. FIGUEIRO, N. M. P. S. RICARDO, J. C. DENARDIN, A. S. B. SOMBRA, . F. J. N. MAIA, S. E. MAZZETO et P. B. A. FECHINE, «Microstructure and magneto-dielectric properties of the chitosan/gelatin-YIG biocomposites,» *eXPRESS Polymer Letters*, vol. 5, n° 112, p. 1041–1049, 2011.
- [8] L. PINIER , Nouveaux grenats ferrimagnétiques à basse température de frittage pour applications micro-ondes, thèse, Ecole Polytechnique, 2006, pp. 7-23.
- [9] T. OLIVIER , Les yig et leurs applications en hyperfréquence, Montpellier: Université de Montpellier II.
- [10] G. De LOUBENS, Spectroscopie micro-onde d'une nanostructure métallique magnétique hybride, Paris: Université Paris II, ORSAY, 2005, p. 122.
- [11] N. NASIR, N. YAHYA, M. KASHIF, H. DAUD, M. N. AKHTAR, H. M. ZAID, A. SHAFIE et L. C. TENG, *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, vol. 10, pp. 1-4.
- [12] M. N. AKHTAR, M. A. KHAR, M. AHMAD, G. MURTAZA, R. RAZA, S. F. SHAUKAT, M. H. ASIF, N. NASIR, G. ABBAS et M. S. NAZIR, « $Y_3Fe_5O_{12}$ nanoparticulate garnet ferrites : Comprehensive study on the synthesis and characterization fabricated by various routes,» *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 368, pp. 393-400, 2014.
- [13] TEMEX, «Microwave Ferrite Materials,» 2016. [En ligne]. Available: http://www.comcraft.co.jp/products/temex/data/tem01_ferrite.pdf.
- [14] V. CHARBOIS, Détection mécanique de la résonance ferromagnétique, U. P. 7. D. D. Thèse, Éd., Paris, 2003, pp. 135-145.

- [15] DELTRONIC CRYSTAL INDUSTRIES, INC., «Deltronic Crystal Products : Yttrium Garnet Iron,» 2017. [En ligne]. Available: http://deltroniccrystalindustries.com/deltronic_crystal_products/yttrium_iron_garnet.
- [16] O. KOLOKOLTSEV, C. ORDONEZ-ROMERO, N. QURESHI, R. ORTEGA-MARTINEZ et V. GRIMALSKY, «Optical characterization of thermal-stress induced by spin waves in thin-film ferrimagnetic structures,» *Solid State Communications*, vol. 142, p. 137–142, 2007.
- [17] A. SPOSITO, T. C. MAY-SMITH, G. B. G. STENNING, P. A. J. De GROOT et R. W. EASON, «Pulsed laser deposition of high-quality μm -thick YIG films on YAG,» *Optical Materials Express*, vol. 3, n° 15, pp. 624-632, 2013.
- [18] L. PINIER, Etude et mise au point de ferrites à basse température de frittage pour la réalisation de composants hyperfréquences intégrés, Thèse, Ecole Polytechnique X, 2006.
- [19] European Copper Institute, Le cuivre est ..., Bruxelles.
- [20] «PURE COPPER,» [En ligne]. Available: <http://aries.ucsd.edu/LIB/PROPS/PANOS/cu.html>. [Accès 2014].
- [21] M. DUPEUX, Aide mémoire Science des Matériaux, DUNOD, pp. 132-145; 220.
- [22] A. CHAPELLE, Elaboration et caractérisation de films minces nanocomposites obtenus par pulvérisation cathodique radiofréquence en vue de leur application dans le domaine des capteurs de CO₂, Toulouse: Université de Toulouse III, Paul SABATIER, pp. 36-40.
- [23] M. MASSENAT, Circuits en couches minces - Couches minces traditionnel, vol. E 3365, Paris: Techniques de l'Ingénieur, 2003, pp. 6-14.
- [24] Institut Européen du cuivre, membre de Copper Alliance, *Le cuivre*.
- [25] Institut Européen du cuivre, membre de Copper Alliance, «Les propriétés du cuivre,» [En ligne]. Available: <http://copperalliance.fr/le-cuivre/les-proprietes-du-cuivre>. [Accès 20 Septembre 2015].
- [26] Institut Européen de cuivre, membre de Copper Alliance, *Electrolytic Tough-Pitch Copper (Cu-ETP)*.
- [27] Institut Européen de Cuivre, membre de Copper Alliance, *Evolution des propriétés du cuivre et de ses alliages en fonction de la température*.
- [28] LTPMN (Laboratorium Technologii Przetworstaw Metalii Niezależnych), «Cu ETP,» European Copper Institute, AGH University of Science and Technology, LTPMN, 2012. [En ligne]. Available: <http://www.conductivity-app.org/alloy-sheet/33>. [Accès Mars 2017].
- [29] Copper Alliance, «Documentation technique sur le cuivre,» [En ligne]. Available: http://copperalliance.fr/docs/librariesprovider18/proprietes-du-cuivre-et-alliages/les-proprietes-du-cuivre-et-de-ses-alliages/01_cuivre.pdf?sfvrsn=2. [Accès 2014].
- [30] G. TOUSSAINT, «Module 5 : Résistivité, loi de Pouillet - Effets thermique,» [En ligne]. Available: <http://www.ecoles.cfwb.be/arjrcouvin/Cours%204ttr/Module%205.pdf>. [Accès 2017].
- [31] Y.-m. JIANG, Pulvérisation cathodique assistée par ordinateur, Paris: Université Paris 9, ORSAY, 1992, pp. 17-37.
- [32] H. J. MATHIEU, E. BERGMANN et R. GRAS, Traité des matériaux, 4. Analyses et technologie des surfaces, couche mince et tribologie, Lausanne: Presses polytechniques et universitaire romandes, 2003, pp. 237-250.

- [33] H. MOUALKIA , Elaboration et Caractérisation de Couches Minces de Sulfure de Cadmium (CdS), Constantine: UNIVERSITE MENTOURI - CONSTANTINE, 2010, pp. 4-15.
- [34] E. DEFAY, Elaboration et caractérisation de couches minces piézoélectriques de Pb(Zr,Ti)O₃ sur silicium pour applications aux microsystèmes, Lyon: INSA de Lyon, 1999, pp. 33-42.
- [35] S. LIEBUS, Couches minces ferroélectriques appliquées aux dispositifs microondes accordables en fréquence, Limoges: Thèse, Université de Limoges, 2003, pp. 35-45.
- [36] F. HADJERSI, Investigation des propriétés structurales, optiques et électriques des films ITO élaborés par pulvérisation cathodique RF; Effet du recuit, Sétif: Université Ferhat Abbas de Sétif, 2011, pp. 11-21.
- [37] D. ALLASSEM, Contribution à la réalisation d'une micro-inductance planaire, Saint Etienne: Thèse, Université Jean Monnet, 2006.
- [38] G. DIMIER, Saint Etienne: Rapport de stage, IUT, 2005.
- [39] F. PERRY, Diagnostic d'un plasma de pulvérisation cathodique magnétron: Contribution à l'étude des possibilités de control d'un procédé de dépôt d'alumine en conditions réactives, Nancy: Université de Nancy I, Henri Poincaré, 1996, pp. 30-31.
- [40] P. KEMPE, *Principes généraux en Indentation, Scatch et Tribologie*, CMS Instruments.
- [41] C. JULIA-SCHMUTZ et H. E. HINTERMANN, «Mesures de microindentation et de scratch-test sur couches minces,» *Latin American Journal of Metallurgy and Materials*, vol. 13, n° % 11-2, pp. 72-77, 1993.
- [42] W. OLIVER et G. PHARR, «Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology,» *Journal of Materials Research*, vol. 19, n° % 11, 2004.
- [43] H. LI et J. J. VLASSAK, «Determining the elastic modulus and hardness of an ultrathin film on substrate using nanoindentation,» *Journal of Materials Research*, vol. 3, n° % 124, pp. 1114-1126, 2009.
- [44] S. ROY, Mesure de l'adhérence et des propriétés mécaniques de couches minces par des essais dérivés de la nanoindentation. Application à la microélectronique et au biomédical, Paris: Ecoles des Mines, 2008, pp. 21-30; 37-42.
- [45] V. HAUKE, Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods : Evaluation - Application - Assessment, Aachen: ELSEVIER, 1997.
- [46] GmbH, BYK-Gardner, *Adhérence*, Lausitzer Strasse 8, 82538 Geretsried, Allemagne, pp. 133-136.
- [47] S. ROY, E. DARQUE-CERETTI , E. FELDER et H. MONCHOIX, «Mesure de l'adhérence de couches minces de la microélectronique par nanoindentation sur coupe et nano-rayure,» pp. 6-9.
- [48] B. DANOUMBE, Etude des contraintes en couches minces de cuivre en fonction de la température, Saint Etienne: Master, Laboratoire LT2C , 2013, pp. 20-28.
- [49] B. DANOUMBE, Etude des contraintes en couches minces de cuivre en fonction de la température, Saint Etienne: Laboratoire LT2C, Master, 2013, pp. 20-28.
- [50] M. ROUSSEL, Intégration sur silicium et caractérisation de films minces de polyuréthane nanocomposite pour le développement de micro-actionneurs MEMS électrostrictifs, Lyon: Thèse, Institut National des Sciences Appliquées (INSA), 2012, pp. 66-88.

- [51] A. BENATMANE, Développement de la microscopie interférométrique pour une meilleure analyse morphologique des couches minces et épaisses des matériaux semiconducteurs et optiques, Strasbourg: Thèse de doctorat, Université Louis Pasteur, 2002, pp. 19-22.
- [52] EDAX, AMETEK Materials Analysis Division, Energy Dispersive Spectroscopy, Chichester, 2015.
- [53] J. RUSTE, «Microscopie Icaunaise, Microanalyse X quantitative,» [En ligne]. Available: <http://micro.icaunais.free.fr/>. [Accès Decembre 2016].
- [54] J. L. v. d. PAUW, «A Method of Measurement Specific Resistivity and Hall Effect of Discs and Arbitrary Shape,» *Philips Research Reports*, vol. 13, n° 11, pp. 1-9, 1958.
- [55] L. B. VALDES, «Resistivity Measurements on Germanium for Transistors,» *Proceedings for the IRE*, pp. 420-427.
- [56] F. M. SMITS, «Measurement of sheet resistivities with the Four-Point Probe,» *The Bell System Technical Journal*, pp. 171-178, Mai 1958.
- [57] S. SINGH, «Study the temperature dependence of resistance of a semiconductor (Four probe method),» [En ligne]. Available: <http://www.sardarsinghsir.com/MSc/MSc%20pdf%20files/Four-Probe-Method.pdf>. [Accès Mai 2017].
- [58] J.-P. KERADEC, «Transformateurs HF à enroulements - Identification expérimentale,» *Technique de l'Ingénieur*, vol. D, n° 13059, 2009.

Chapitre 3 : Composants passifs planaires en multicouches

Table des matières du chapitre 3

Chapitre 3: Etudes mécaniques et morphologiques des couches minces	114
3.1 Etude des contraintes thermomécaniques.....	115
3.1.1 Présentation du logiciel et des paramètres de simulation.....	115
3.1.2 Structure étudiée.....	115
3.1.3 Paramètres de simulation.....	116
3.1.4 Calcul des contraintes thermomécaniques	117
3.1.5 Comparaison des méthodes	122
3.1.6 Résultats des simulations.....	124
3.1.7 Bilan	133
3.2 Caractérisation mécaniques et morphologiques des couches minces	135
3.2.1 Présentation des différents traitement thermiques.....	135
3.2.2 MEB et microanalyse	137
3.2.3 Détermination des contraintes critiques en température	142
3.3 Conclusion.....	148
Chapitre 3: Références.....	151

Chapitre 3: Etudes mécaniques et morphologiques des couches minces

Ce chapitre présente les travaux réalisés du point de vue mécanique, morphologique et microanalyse dans cette thèse. Ces études sont faites exclusivement sur des couches minces, aucun composant planaire n'est concerné. Pour la caractérisation mécanique, nous aborderons deux aspects dans ce chapitre : des études par simulation numérique et expérimentales.

La simulation numérique est un moyen incontournable dans presque tous les domaines de recherches scientifiques car elle permet une économie de temps et d'argent. Les étapes de réalisation de prototypes et d'essais pratiques fastidieux sont ainsi évitées. Elle permet de manipuler sans risque les structures travaillant dans les conditions où des grandeurs physiques (ou substances chimiques ...) potentiellement dangereuses telles que, la température, la pression ... puisque celles-ci sont virtuelles. Dans cette thèse, il s'agit des structures sous haute température (jusqu'à 200°C). Dans ce chapitre nous présenterons les méthodes de calcul des contraintes thermomécaniques des structures que nous avons étudiées sous hautes températures. Nous allons tout d'abord présenter, dans la partie simulation numérique, le logiciel qui nous a servi de calculateur numérique, ensuite la méthode analytique que nous comparerons à la méthode numérique et pour finir les résultats obtenus sur la structure étudiée seront donnés.

Dans la deuxième partie qui concerne l'aspect expérimental de la caractérisation mécanique, nous présenterons les résultats des travaux réalisés avec le banc expérimental réalisé à cet effet. Mais bien avant cela des caractérisations microscopiques seront réalisées au MEB équipé de l'outil d'analyses EDS. Les échantillons à analyser subiront d'abord différents recuits à différentes températures. Le but du chapitre est donc d'étudier l'influence de divers paramètres comme la rugosité, la température de fonctionnement, la température de recuit et le cyclage thermique sur les caractéristiques mécaniques en l'occurrence l'adhésion des couches minces de cuivre sur le substrat de YIG.

3.1 Etude des contraintes thermomécaniques

Dans cette partie nous présentons les deux méthodes numérique et analytique de calculs des contraintes thermomécaniques, lesquelles méthodes sont comparées avant la présentation des résultats par simulation numérique sous différentes thématiques. Nous commençons par présenter le logiciel utilisé, puis la structure étudiée et les paramètres de simulation.

3.1.1 Présentation du logiciel et des paramètres de simulation

Le logiciel utilisé pour les simulations numériques dans cette thèse se nomme *COMSOL Multiphysics* [1]. C'est un simulateur 3D utilisant la méthode des éléments finis, il permet de faire des calculs numériques dans de très nombreux domaines de la Physique d'où l'appellation de *Multiphysics*. Ces nombreux domaines sont programmés dans le logiciel sous différents Modules parmi lesquels le module de transfert de chaleur et celui de mécanique des structures. Le premier a été utilisé pour l'évaluation de l'évolution de la température et le second est utilisé pour déterminer les contraintes thermomécaniques en couches minces. On peut également coupler les deux modules.

3.1.2 Structure étudiée

Les composants réalisés au LaHC sont en général constitués de couches magnétiques de fortes épaisseurs vis-à-vis des couches conductrices. Une solution consiste à utiliser un substrat magnétique, le YIG, sur lequel la couche mince du matériau conducteur, le cuivre, sera déposé. Les dimensions qui caractérisent cette structure sont données à la **Figure 3-1** et **Figure 3-2**. Par la suite, nous étudierons cette structure dans le logiciel COMSOL.

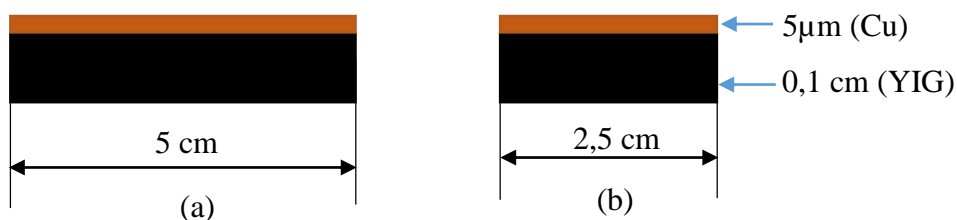


Figure 3-1 : Dimensions de la structure étudiée en coupe longitudinale (a) et latérale (b)

Après création de la géométrie de la structure, il faudra alors gérer les paramètres dont les conditions aux limites et les entrées du système afin de mettre la structure dans un environnement virtuel plus ou moins proche de la réalité.

3.1.3 Paramètres de simulation

Pour que la simulation suive son processus de calcul normalement sans interruption, il faut attribuer à la structure un matériau pour chacun de ses constituants à savoir le substrat et la couche mince. Il est nécessaire d'attribuer le domaine d'étude (appelé *Physique*), de choisir un bon maillage (taille de tétraèdre) et le type d'étude dédiée. Il faut aussi et nécessairement entrer les bons paramètres pour chaque attribution. Ainsi, dans notre cas, après la construction géométrique de la structure à étudier, il faut :

- Ajouter des matériaux, YIG et Cuivre, à la structure réalisée puis entrer leurs caractéristiques si celles-ci ne sont pas déjà disponibles dans la bibliothèque. Les caractéristiques mécaniques du cuivre sont données par défaut dans le logiciel alors que celles du YIG sont entrées manuellement ; les valeurs à entrer sont résumées dans le **Tableau 3-1**

Tableau 3-1 : Propriétés des matériaux dans la simulation [2], [COMSOL]

Caractéristique	Substrat (YIG)	Couche mince (Cu)
Module de Young [GPa]	190	120 (*)
Coefficient de Poisson [-]	0,3	0,34
Coefficient de dilatation ($\times 10^{-6}$) [$^{\circ}\text{C}$]	10	17

(*) obtenu expérimentalement par nanoindentation sur une moyenne de 5 échantillons

- Ajouter le domaine d'étude (*Physique*), la *Mécanique de structures* ; il faut alors entrer les conditions aux limites et les grandeurs physiques qui pourraient intervenir lors de la simulation ;
- Construire le maillage dans cette structure, élément nécessaire pour toute simulation qui utilise la méthode des éléments finis pour les calculs ;

- Ajouter une étude qui peut être dans le domaine temporel, stationnaire, fréquentiel, ... ;

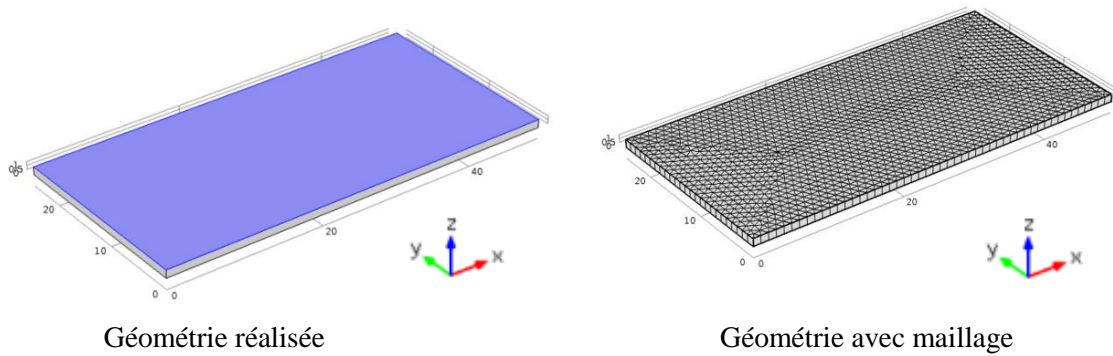


Figure 3-2 : Géométrie de la structure sous COMSOL

3.1.4 Calcul des contraintes thermomécaniques

3.1.4.1 Calcul numérique avec COMSOL multiphysics

COMSOL Multiphysics, comme tout logiciel de simulation numérique, utilise la méthode des éléments finis pour les calculs. Il utilise la formule généralisée de la loi de Hooke [3] dans ces calculs, en considérant que les matériaux (la couche mince et le substrat) sont purement élastiques pendant la sollicitation thermique. Cependant, il prend également en compte les contraintes et les déformations initiales (σ_0 et ε_0). La relation contrainte-déformation, utilisée par le simulateur pour les calculs, dans l'hypothèse de l'Elasticité linéaire (d'où la déformation linéaire, ε_{el}), s'écrit alors (équations données par le fichier model de l'application) :

$$\sigma = D\varepsilon_{el} + \sigma_0 = D(\varepsilon - \varepsilon_{th} - \varepsilon_0) + \sigma_0 \quad 3.1$$

Où la déformation due à la température, ε_{th} , s'écrit sous la forme :

$$\varepsilon_{th} = \begin{bmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ \varepsilon_z \\ \varepsilon_{xy} \\ \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{xz} \end{bmatrix}_{th} = \alpha_{vec}(T - T_{ref}) \quad 3.2$$

Dans ces deux relations, σ et ε sont respectivement la contrainte et la déformation, $\varepsilon_x, \varepsilon_y, \varepsilon_z$ sont les composantes normales du tenseur de déformation thermique et $\varepsilon_{xy}, \varepsilon_{yz}$ et ε_{xz} les composantes tangentielles ou contraintes de cisaillement, D est la matrice de rigidité ou matrice de module d'élasticité et α_{vec} , le vecteur de coefficient de dilatation thermique du matériau (il contient les composantes α_x, α_y et α_z), T et T_{ref} sont la température à laquelle la contrainte est calculée et la température de référence (température initiale).

Les contraintes dans le repère (xyz) de la **Figure 3-2**, calculées par le logiciel sont données dans la **Figure 3-3** ; dans cette figure deux graphiques sont donnés : le premier concerne les courbes des contraintes normales et le second les contraintes de cisaillement après le dépôt des couches minces. Nous remarquons que les contraintes sont uniformément réparties sur toute la structure, sauf quelques différences au niveau des bords de la structure. On peut attribuer la dispersion à quelques mm des bords de la structure à un effet de bord. On remarque aussi que l'hypothèse des contraintes planes est bien appliquée dans toute la structure en dehors des bords. Ainsi les contraintes σ_x et σ_y sont égales à 300 MPa, alors que σ_z (normale à la surface de la couche) et les contraintes de cisaillement sont proches de zéro.

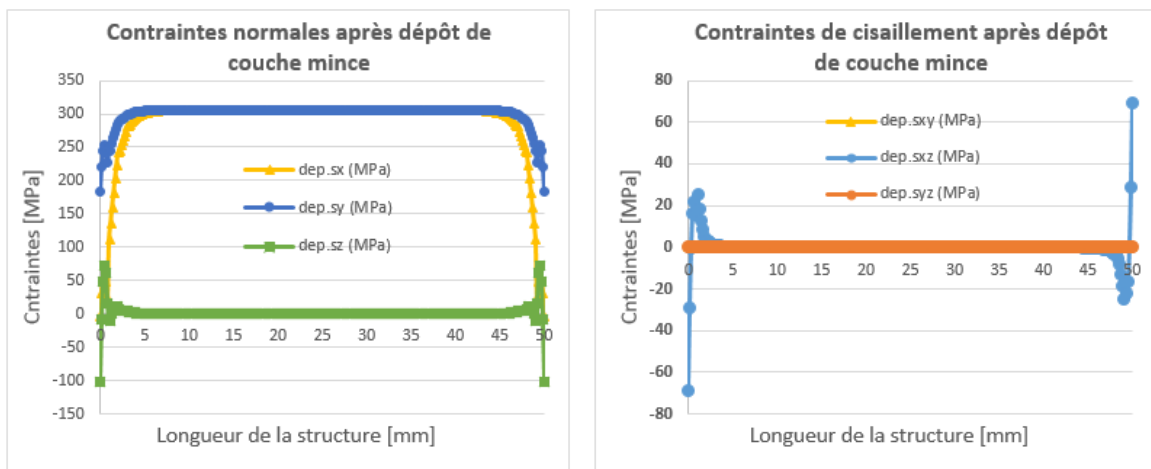


Figure 3-3 : Contraintes après le dépôt

Pour vérifier les résultats numériques, des opérations analytiques ont été effectuées en utilisant des formules mettant en équation les contraintes avec les déformations. Dans ces équations qui seront présentées dans le paragraphe suivant, étant donné que les matériaux constitutifs de notre structure sont considérés comme isotropes, (leurs propriétés restent donc invariables dans toutes les directions), nous utiliserons, pour les calculs analytiques le module

d'élasticité E au lieu de la matrice D et le coefficient de dilatation thermique α au lieu du vecteur α_{vec} .

3.1.4.2 Méthode analytique de calcul

Avant la présentation des résultats des simulations numériques, présentons d'abord les formules utilisées pour déterminer les contraintes thermiques. Il existe dans la littérature plusieurs formules dont la plupart est obtenue en utilisant la formule généralisée de la loi de Hooke dans le cas des déformations thermiques et purement élastiques [3] qui s'écrit :

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{1 + \nu} \left\{ \varepsilon_{ij} + \frac{\nu}{1 - 2\nu} \varepsilon_{kk} \delta_{ij} \right\} - \frac{E}{1 - 2\nu} \alpha \Delta T \delta_{ij} \quad 3.3$$

Avec E , ν et α les propriétés mécaniques du matériau qui sont respectivement le module d'Young, le coefficient de Poisson et le coefficient de dilatation thermique ; les ε_{ij} et ε_{kk} sont les déformations. δ_{ij} est le nombre de Kronecker ($\delta_{ij} = 1$ si $i = j$, sinon $\delta_{ij} = 0$), $i, j = 1, 2$ et 3 ou x, y et z désignant les trois directions de l'espace dans un système de coordonnées cartésiennes.

On remarque dans cette formule, en nous appuyant sur les caractéristiques mécaniques, qu'il s'agit d'un seul matériau. Or notre structure est constituée de deux matériaux différents qui doivent toujours rester solidaires même dans des environnements très contraignants pour favoriser la longévité des composants qui seront fabriqués à partir de ces structures. Il nous faut alors une formule adaptée à ces types de structures, une formule dans laquelle apparaîtraient les caractéristiques des deux matériaux constitutifs des structures.

Il existe dans la littérature plusieurs formules répondant à cette exigence. On constate que ces formules se basent à partir de l'équation 3.3. Nous citons sans être exhaustif les références [4], qui prend en compte le module d'Young de la couche mince et les deux coefficients de dilatation thermique et [5] - [6] dont les résultats tiennent compte des propriétés mécaniques des deux matériaux. L'équation 3.4 donne la formule permettant de déterminer les contraintes dans les couches minces (f pour film) sur les substrats (s) dans le cas où le rayon de courbure est négligeable [6].

$$\sigma = \frac{E_f / (1 + \nu_f)}{\left[\frac{3h E_f / (1 + \nu_f)}{t E_s / (1 + \nu_s)} - 1 \right]} (\alpha_f - \alpha_s) \Delta T \quad 3.4$$

Où E_s , ν_s , et t , sont respectivement le module d'Young, le coefficient de Poisson et l'épaisseur du substrat et E_f , ν_f et h sont ceux de la couche mince. E_f est obtenu par nanoindentation.

Dans le cas d'une courbure non négligeable de la structure substrat-couche mince, les contraintes seront fonction de cette courbure et de la déformation suivant la normale de l'interface en plus des propriétés des composants de la structure. Dans les travaux de Singh et Rosakis [6], les courbures (inférieures ou égales à $0,001 \text{ m}^{-1}$ dans tous leurs travaux) sont mesurées par la technique de diffraction aux rayons X spéciale nommée CGS (*Coherent Gradient Sensing*)

COMSOL utilise la formule de l'équation 3.3 pour la détermination des contraintes en considérant l'hypothèse des contraintes planes ($\sigma_{33} = \sigma_{23} = \sigma_{13} = 0$) [3] et aussi en assimilant la couche mince sous un état de contraintes biaxiales pures ($\sigma_{11} = \sigma_{22}$ et $\sigma_{33} = \sigma_{12} = \sigma_{23} = \sigma_{13} = 0$) [6]. Avec ces assertions, et en considérant que les déformations suivant les deux directions (x et y) sont identiques, l'équation 3.3 peut s'écrire,

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = \frac{E}{1 + \nu} \left\{ \varepsilon_{xx} + \frac{\nu}{1 - 2\nu} \varepsilon_{xx} \right\} - \frac{E}{1 - 2\nu} \alpha \Delta T \quad 3.5$$

Avec

$$\varepsilon_{xx} = \varepsilon_{yy} = \alpha \Delta T \quad 3.6$$

On trouve :

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = \frac{-2\nu\alpha E}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} \Delta T \quad 3.7$$

On peut aussi trouver les contraintes en couche mince en résolvant le système d'équations de Navier couplant le déplacement et la température (T) [2]. Cette relation s'écrit :

$$\sigma_{ij} = \left[\frac{E}{1-\nu} \varepsilon_{ij} + \left\{ \frac{\nu}{1-2\nu} (\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} + \varepsilon_{zz}) - \frac{1+\nu}{1-2\nu} \alpha \Delta T \right\} \delta_{ij} \right] \quad 3.8$$

En procédant de la même manière que précédemment et en considérant que la déformation suivant la normale à l'interface de la structure (ε_{33}) est négligeable devant les autres déformations normales (ε_{22} , ε_{11}), l'équation 3.8 devient :

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = \frac{-\nu \alpha E}{(1-\nu)(1-2\nu)} \Delta T \quad 3.9$$

Nous utiliserons les relations des équations 3.7 et 3.9 avec les caractéristiques de la couche mince lorsque l'on veut déterminer les contraintes thermiques dans celle-ci et, lorsque l'on cherche les contraintes thermiques dans le substrat, on insèrera ses propriétés et ses dimensions dans ces formules.

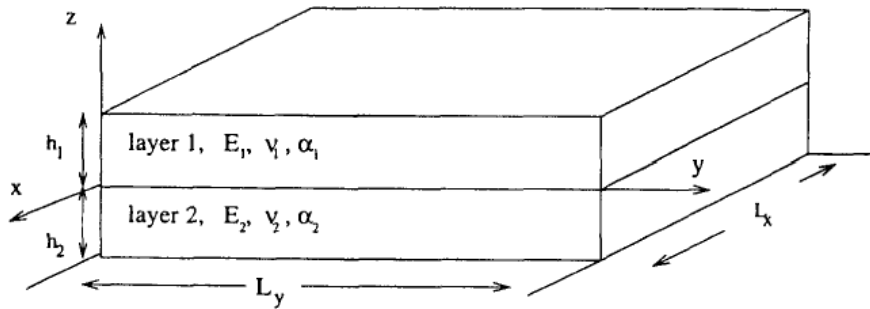


Figure 3-4 : Structure en multicouche [7]

Il existe aussi d'autres formules permettant d'obtenir les contraintes lorsqu'on connaît le rayon de courbure de la structure avant la sollicitation thermique. Dans ses travaux sur la modélisation et le design des multicouches, Suresh [7] présente des formules qui mettent en relation les caractéristiques des constituants de la structure avec le rayon de courbure et la déformation initiale pour la détermination des contraintes dans chacun des éléments de la structure en multicouche (**Figure 3-4**). Ces relations sont :

Pour la couche supérieure :

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = \frac{E_1}{1 - \nu_1} (\varepsilon_0 + kz - \alpha_1 \Delta T) \quad 3.10$$

Et pour la couche inférieure :

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = \frac{E_2}{1 - \nu_2} (\varepsilon_0 + kz - \alpha_2 \Delta T) \quad 3.11$$

Dans ces deux relations, E_i , ν_i et α_i représentent respectivement le module d'Young (MPa), le coefficient de Poisson (sans dimension) et le coefficient ($/^{\circ}\text{C}$) de dilatation thermique des matériaux constituant la structure, ΔT la variation de la température ($^{\circ}\text{C}$), k , z et ε_0 respectivement l'inverse du rayon de courbure initial ($1/\text{m}$) et la cote (m) et la déformation initiale de la structure. Ces formules permettent de connaître les contraintes thermiques dans tous les plans de la normale z de la structure.

3.1.5 Comparaison des méthodes

Après avoir présenté les deux méthodes une comparaison est nécessaire pour valider notre simulation. En effet, pour être sûr que le logiciel est bien paramétré avant les calculs, nous devons comparer les résultats obtenus aux valeurs des contraintes calculées par les formules analytiques.

Etant donné que nous travaillons sur l'adhésion des couches minces, nous allons comparer les contraintes à l'interface obtenues numériquement aux contraintes déterminées avec les formules sélectionnées dans la littérature. Cependant, ces formules sont simplifiées et afin de les adapter, les caractéristiques mécaniques (α , ν et E) de l'interface des deux matériaux, seront considérés, chacune, comme étant la moyenne de celles des deux matériaux. Ces relations sont :

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = \frac{-2\nu_m \alpha_m E_m}{(1 + \nu_m)(1 - 2\nu_m)} \Delta T \quad 3.12$$

Et

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = \frac{-\nu_m \alpha_m E_m}{(1 - \nu_m)(1 - 2\nu_m)} \Delta T \quad 3.13$$

Avec α_m , ν_m et E_m les moyennes des caractéristiques des deux matériaux

La **Figure 3-5** donne les contraintes en simulation et obtenues par calculs analytiques. Les contraintes simulées présentées dans cette figure sont des contraintes normales (σ_x_{simul} , σ_y_{simul} et σ_z_{simul}) alors que les calculs analytiques donnent les courbes σ_{calc1} et σ_{calc2} obtenues respectivement à partir des équations 3.12 et 3.13. La température de dépôt (150°C) est prise en compte dans les deux cas (simulation et calculs). Cette température est mesurée en plaçant un capteur de température dans l'enceinte, derrière le porte substrat, lors du dépôt.

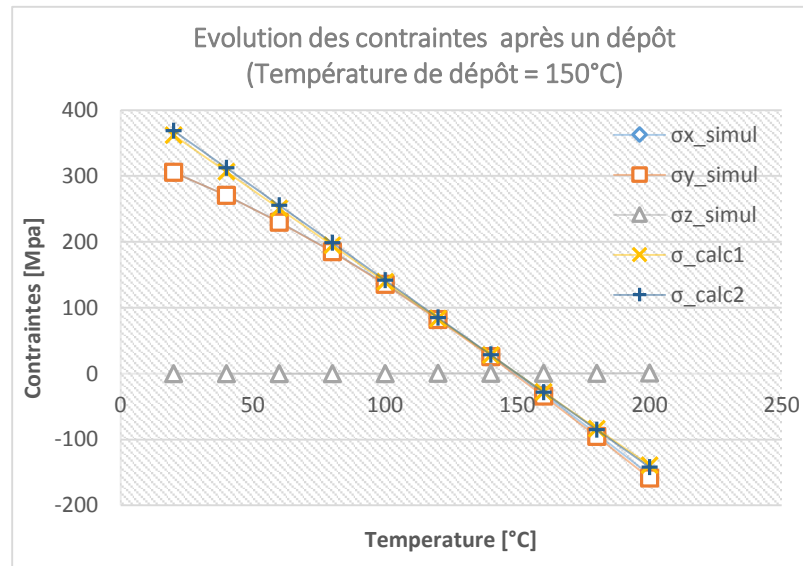


Figure 3-5 : Valeurs des contraintes, Simulations et calculs analytiques

Cette figure montre que pour des températures inférieures à la température de dépôt, nous avons des contraintes thermomécaniques en tension et au-delà cette température, les contraintes induites sont compressives. Cette figure montre également qu'il y a une double concordance : d'une part la concordance entre les valeurs calculées (équations 3.12 et 3.13 dont les courbes correspondent à σ_{calc1} et σ_{calc2}) et, d'autre part, la concordance entre les valeurs simulées et celles calculées, sauf quelques petits écarts en basses températures (jusqu'à 80°C environ). Cette petite différence pourrait être expliquée par le fait que le coefficient de dilatation

du substrat est considéré en fonction du temps sous le logiciel alors qu'il est pris fixe dans les calculs numériques.

3.1.6 Résultats des simulations

Nous présenterons dans cette partie les simulations dans lesquelles nous avons utilisés uniquement le module de mécanique des structures (*Structural mechanics module*). Cette étude numérique consiste à mettre la structure étudiée (couche mince sur le substrat) dans un environnement virtuel dont la température est celle indiquée par notre cahier de charge (200°C).

Dans cette partie, nous étudierons explicitement l'influence de la température sur les couches minces ; elle concerne soit la température de dépôt, soit la température de l'environnement de travail des composants. Les analyses porteront alors sur :

- L'influence de l'épaisseur de la couche mince mise en évidence par N. Doumit [8] ;
- L'influence de la température de dépôt ;
- L'influence des cycles recuit/refroidissement ;
- L'influence du plot de traction.

3.1.6.1 Protocole de simulation

L'épaisseur est un paramètre non négligeable dans la détermination des contraintes en couche minces. Quel que soit la nature des couches minces, les contraintes à l'interface des deux matériaux augmentent graduellement avec l'épaisseur du matériau en 2D, c'est-à-dire la couche mince ; c'est par exemple le cas des couches de peinture qui sont susceptibles de craqueler ou de décoller lorsqu'une forte épaisseur est appliquée. L'évolution des contraintes en couches minces de cuivre en fonction de son épaisseur est présentée par N. Doumit dans sa thèse [8], nous ne ferons pas cette étude.

Nous avons fait des simulations dans une configuration où seule la température est la grandeur physique qui pourrait influencer l'intégrité de la structure étudiée. Les résultats qui en découlent sont donc essentiellement en fonction de la température. C'est pour cela que les

contraintes déduites sont dites contraintes thermomécaniques ou contraintes thermiques. Nous considérerons donc deux températures : la température de dépôt, celle qui sévit dans l'enceinte lors du dépôt des couches minces et la température de fonctionnement qui évolue jusqu'à 200°C.

Dans les résultats qui suivent, nous montrerons l'influence de :

- La température de dépôt ;
- Cyclage thermique.

Nous montrerons également les effets du plot de traction sur les contraintes thermomécaniques dans la structure.

3.1.6.2 Contraintes de Von Mises dans l'interface de la structure

Dans la **Figure 3-5** sont présentées les contraintes, en un point de l'interface, suivant les axes du système de coordonnées cartésienne. Ici, nous présentons les contraintes de Von Mises qui sont par définies par l'équation 1.22 que nous réprécisons :

$$\sigma_{VM} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\sigma_{xx} - \sigma_{yy})^2 + (\sigma_{yy} - \sigma_{zz})^2 + (\sigma_{zz} - \sigma_{xx})^2 + 6(\sigma_{xy} + \sigma_{xz} + \sigma_{yz})} \quad 3.14$$

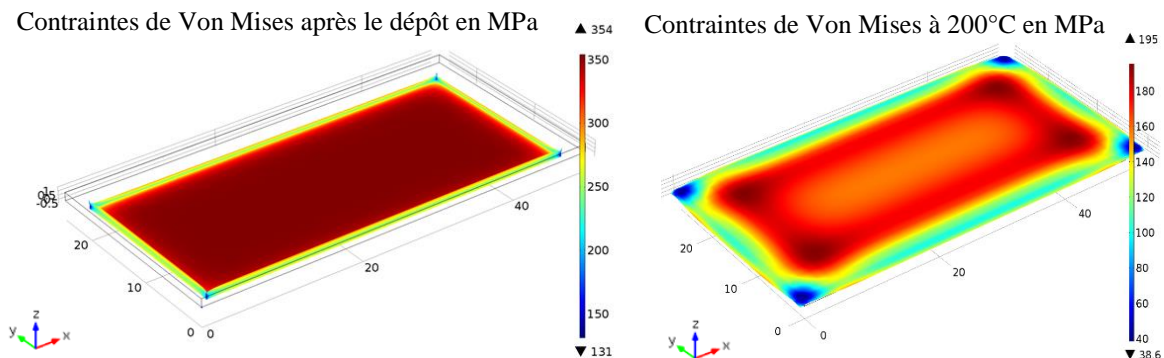


Figure 3-6 : Contraintes à l'interface après le dépôt et à 200°C

Les résultats montrent que les contraintes sont uniformément réparties sur toute la structure dans le plan considéré, à l'interface des deux matériaux, de normale l'axe z, surtout après le dépôt (**Figure 3-6**). Cependant, on observe un effet de bords à quelques millimètres

des bords. Cette différence est montrée par les courbes de la **Figure 3-7**, où les courbes ne représentent pas les contraintes sur toute l'interface mais donnent la valeur des contraintes sur une médiane longitudinale dans le plan de l'interface

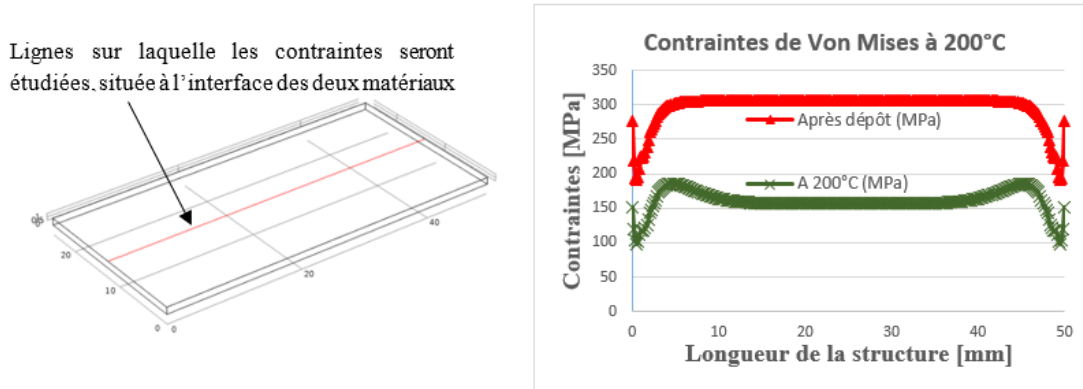


Figure 3-7 : Contraintes de Von Mises sur la médiane de l'interface

Dans cette figure, nous montrons l'uniformité des contraintes et aussi l'évolution des contraintes en fonction de la température (valeurs prises au centre de l'interface de la structure). Nous voyons que les contraintes après le dépôt, pour un point au centre de l'interface, sont nettement supérieures à celles à 200°C (de 300 MPa à 150 MPa). Nous pouvons alors dire qu'il y a une relaxation des contraintes après un premier chauffage de la structure.

3.1.6.3 Prise en compte de la température de dépôt

En pulvérisation cathodique, la température du substrat varie d'une méthode à une autre étant donné qu'il peut être chauffé, refroidi, polarisé, etc. [9]. La méthode utilisée pour nos échantillons donne une température d'environ 150°C au niveau du porte substrat.

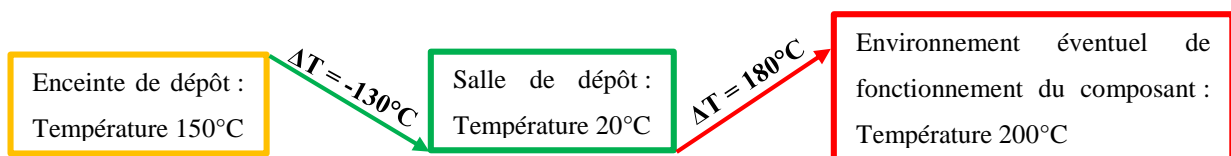


Figure 3-8 : Schéma représentatif des étapes de simulation

Pour ce faire, il faut prendre en compte cette température lors des différentes études numériques des structures. La **Figure 3-8** montre les deux étapes prises en compte dans la

simulation. En utilisant cette configuration, nous avons les valeurs des contraintes données dans la **Figure 3-5**. Lors des simulations, nous avons introduit des étapes intermédiaires afin d'obtenir les résultats à température voulue entre l'ambient et la température de 200°C.

3.1.6.3.1 Effet de la température de dépôt

L'influence de la température de dépôt sur la valeur des contraintes thermomécaniques intrinsèques à la fin du processus de réalisation des couches minces est à noter. Plus cette température est élevée, plus la valeur des contraintes thermiques après le dépôt dû à la variation de la température (dépôt – environnement de la machine de dépôt) est grande. Le signe de la valeur de cette contrainte est imposé par le signe de la différence entre les coefficients de la dilatation thermique de la couche mince et du substrat. Dans notre cas, on obtient des contraintes en tension après le dépôt. Ces contraintes bi-axiales diminueront lors du fonctionnement de la structure (ou composant), jusqu'à devenir des contraintes en compression. Cela est aussi montré par la littérature [5] [6] [10] [11].

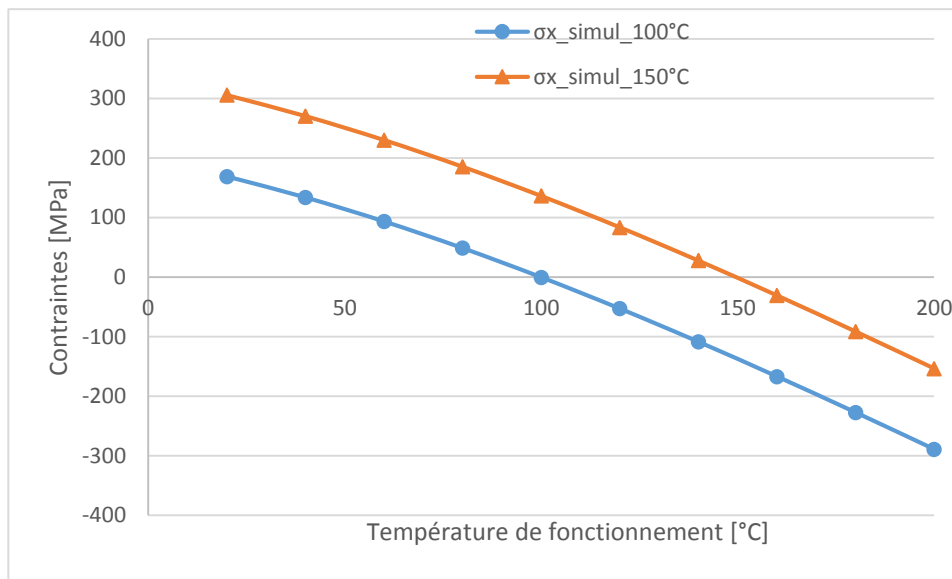


Figure 3-9 : Mise en évidence de l'effet de la température de dépôt (à 100°C et 150°C) – Simulation

Nous montrons dans la **Figure 3-9** l'intérêt d'avoir déposé à une température relativement grande. En effet, plus celle-ci est élevée, moins on aura de contraintes thermiques en fonctionnement et mieux la couche adhèrera car l'adhésion dépend fortement des contraintes. Nous observons bien dans cette figure l'effet de la température de dépôt ; un

décalage correspondant à 138 MPa en moyenne s'observe entre les courbes de dépôt à 100°C et 150°C. Si la température de dépôt n'était pas prise en compte, on aurait une courbe des contraintes thermiques qui commencerait à la température ambiante à 0 MPa ; on obtiendrait alors à 200°C des contraintes en compression d'environ 500 MPa !

Nous pouvons alors dire que la température de dépôt décale la courbe des contraintes. Si on veut que le composant ne soit pas détérioré lors du fonctionnement, il faut qu'il soit moins contraint ou libre de contraintes (autour de 0 MPa), ce qui est quasi impossible. Il faut alors que les contraintes de Von Mises soient plus petites que la limite élastique du matériau constituant ce composant.

3.1.6.4 Effet du cycle chauffage-refroidissement

Les composants microélectroniques ne fonctionnent pas uniquement à des températures constantes. Il se trouve que lors de leur fonctionnement une variation de température relativement forte peut intervenir. Cette variation de température entrainera une modification des valeurs des contraintes thermiques déjà introduites dans la structure.

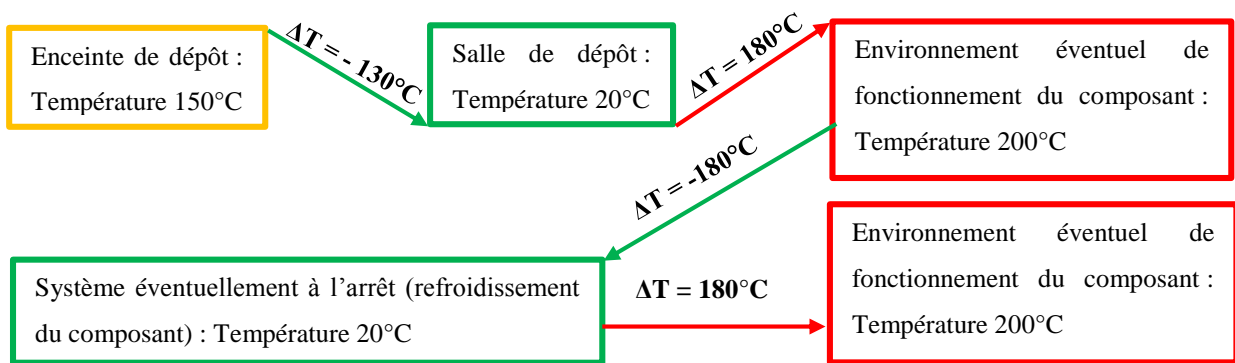


Figure 3-10 : Diagramme du cycle recuit-refroidissement en simulation

Dans le but d'étudier les phénomènes de variation de température, nous avons fait des simulations pour savoir comment se comporterait la structure après un cycle chauffage-refroidissement-chauffage pour nous permettre de suivre l'évolution des contraintes en fonction de la température au cours de ce cycle. Le schéma représentant ce cycle est donné à la **Figure 3-10**. Dans cette figure, nous n'avons que deux cycles de chauffage après le dépôt de couche

mince : salle de dépôt – Environnement éventuel de fonctionnement – Système à l'arrêt – Environnement éventuel de fonctionnement. La **Figure 3-11** représente trois cycles de chauffage (ou rec pour recuit) – refroidissement (ref) après le dépôt (dep) de couche mince.

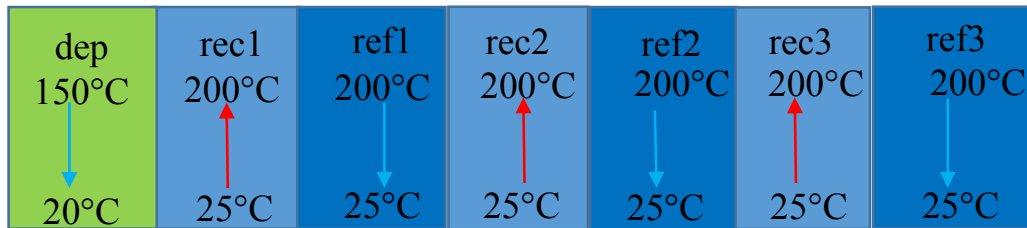


Figure 3-11 : Cycles recuit-refroidissement

Les contraintes du point de vue de Von Mises selon les cycles ci-dessus (**Figure 3-11**) simulés sont données dans la figure suivante (**Figure 3-12**)

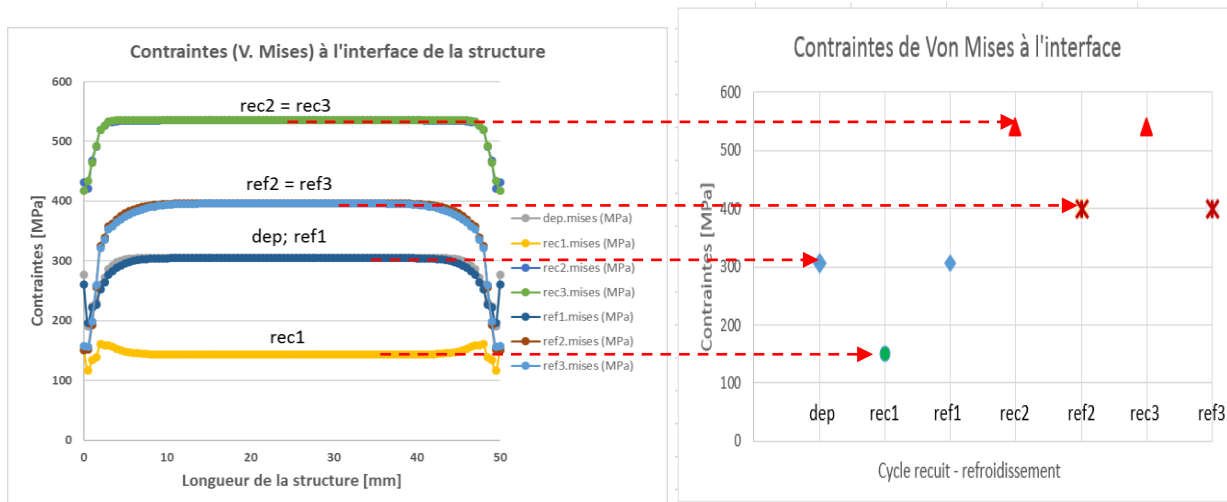


Figure 3-12 : Effet du cyclage recuit-refroidissement

Nous remarquons dans cette figure que les contraintes de Von Mises n'évoluent plus après le deuxième recuit, ce qui va dans le même sens que les études de N. Doumit [8] pour du cuivre sur alumine. Ceci peut être justifié par le fait que la variation de température ne change pas en valeur absolue (180°C) et que les coefficients d'expansion thermiques des matériaux mise en commun sont considérés comme constants. Pour rappel, les contraintes thermiques sont exclusivement fonction de la variation de température et des coefficients de dilatation thermique du substrat et de la couche mince. Ce fait justifie également le fait que les

matériaux sont considérés dans le simulateur comme étant toujours dans le domaine élastique (modèle de l'élasticité linéaire).

3.1.6.5 Effet du plot de traction

Le banc d'essai réalisé ne nous permet pas de mesurer directement les contraintes thermomécaniques en fonction de la température dans la structure, il est également impossible d'appliquer, dans la pratique, directement la force de traction sur la couche mince à étudier ; il faut alors appliquer cette force indirectement à l'aide du plot de traction. Ce plot est donc lié à la couche mince à tester par l'intermédiaire d'une colle (en très fine épaisseur) dont les caractéristiques thermiques et mécaniques ne sont pas prises en compte dans les différentes simulations. Nous verrons dans cette section l'influence de cet apport supplémentaire de constituant dans la structure étudiée.

Les caractéristiques thermiques et mécaniques qui entrent en jeu ne sont plus celles de deux matériaux mais celles de trois matériaux à savoir : le YIG (substrat magnétique), le cuivre (couche mince conductrice) et l'acier (plot de traction).

Le nouveau matériau introduit dans la structure simulée a pour caractéristiques les valeurs données dans le **Tableau 3-2**.

Tableau 3-2 : Caractéristiques principales du plot de traction

Caractéristique	Plot (Acier)
Modules d'Young [GPa]	210
Coefficient de Poisson [-]	0,3
Coefficient de dilatation ($\times 10^{-6}$) [$^{\circ}\text{C}$]	11

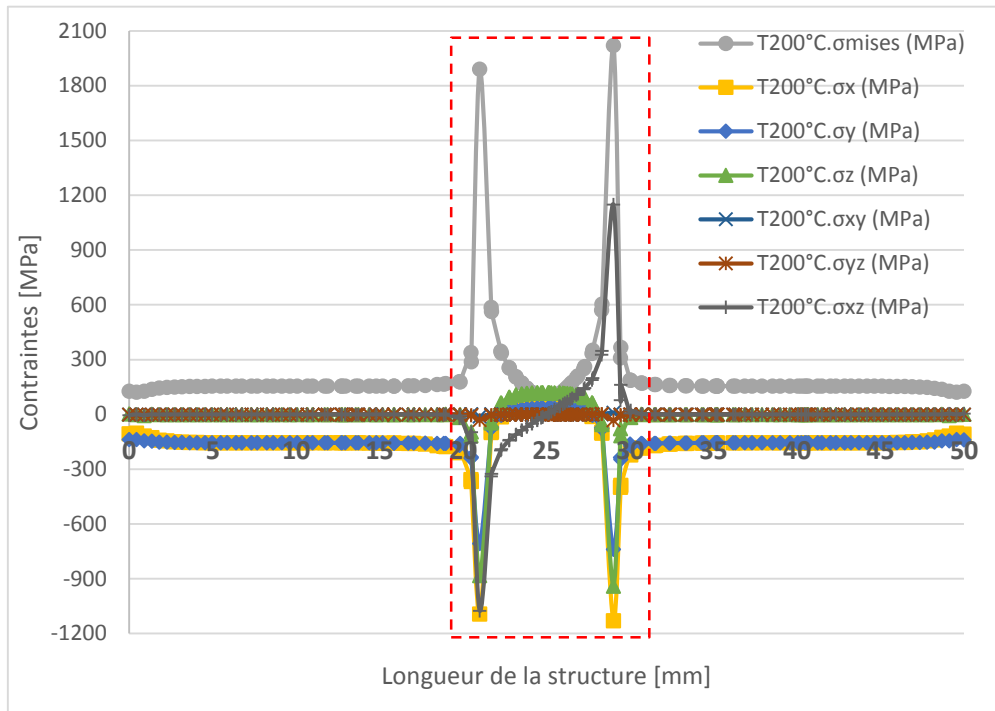


Figure 3-13 : Effet du plot sur les contraintes

Nous présentons dans la **Figure 3-13** les courbes issues des résultats de la structure simulée. Cette figure montre que le plot a une forte influence sur les contraintes dans la structure. Ce plot ne sert pas seulement d'élément de traction mais introduit également de fortes contraintes de cisaillement ($T200^{\circ}\text{C}.\sigma_{xy}$, $T200^{\circ}\text{C}.\sigma_{yz}$ et $T200^{\circ}\text{C}.\sigma_{xz}$) qui devraient être nulles selon l'hypothèse des contraintes planes. Ce sont ces contraintes de cisaillement qui ont contribué à l'augmentation des contraintes de Von Mises ($T200^{\circ}\text{C}.\sigma_{mises}$) autour de la circonférence du plot de traction (entre 21 mm et 28 mm sur la figure, le plot a un diamètre de 8 mm). A cause de l'ajout du plot dans la structure étudiée, les contraintes qui étaient uniformément réparties ne le sont plus : elles restent quasi identiques à celles de la structure sans plot partout ailleurs et augmentent brusquement autour du plot. Cette augmentation expliquerait les ruptures presque en forme de rondelle lors des essais expérimentaux pour la détermination des contraintes critiques (cf 3.2.3).

3.1.6.6 Evaluation de l'adhésion : critère de Von Mises

Nous utilisons le critère de Von Mises pour évaluer l'intégrité de la couche mince de cuivre sur le substrat de YIG. Ce critère consiste à comparer les contraintes de Von Mises à la limite élastique du matériau en question, ici la couche mince de cuivre. Cette caractéristique est très différente de celle du matériau massif. Outre la détermination du module d'Young de la couche mince, la nanoindentation permet également d'obtenir sa limite élastique. Cette caractéristique est le tiers de la dureté obtenue par la nanoindentation [10] [12] [13]. Avec les résultats de la caractérisation au nanoindenteur Shimadzu effectuée sur les structures de notre étude (5 μm (Cu)/1 mm (YIG)), nous avons déterminé la valeur correspondant à la limite élastique de la couche mince. Elle se situerait de autour de 600 MPa (750 MPa pour les couches recuites) à la température ambiante.

Cette grandeur comme toutes les caractéristiques des matériaux évolue avec la température. A cet effet, Volinsky et ses collaborateurs ont caractérisé en température les couches minces par voie électrolytique [14] et ont établi des formules permettant de connaître certaines caractéristiques dont la limite élastique de l'or et du cuivre obtenus par pulvérisation [15]. Dans la **Figure 3-14** sont présentées les évolutions des contraintes en fonction de la température ; on y trouve la courbe de la limite élastique des couches minces de cuivre de la littérature qui débute autour 800 MPa à l'ambiant et décroît avec l'évolution de la température jusqu'à atteindre un minimum d'environ 370 MPa autour de 160°C puis remonte ainsi que la courbe de l'évolution des contraintes de Von Mises après un dépôt de 150°C (VMS_150) en fonction de la température (en simulation) et les courbes de la contrainte maximale à l'extension (UTS (Cu)) et de limite élastique (σ_e (Cu)) du cuivre massif (données à titre indicatif, car nos travaux concernent les couches minces de cuivre).

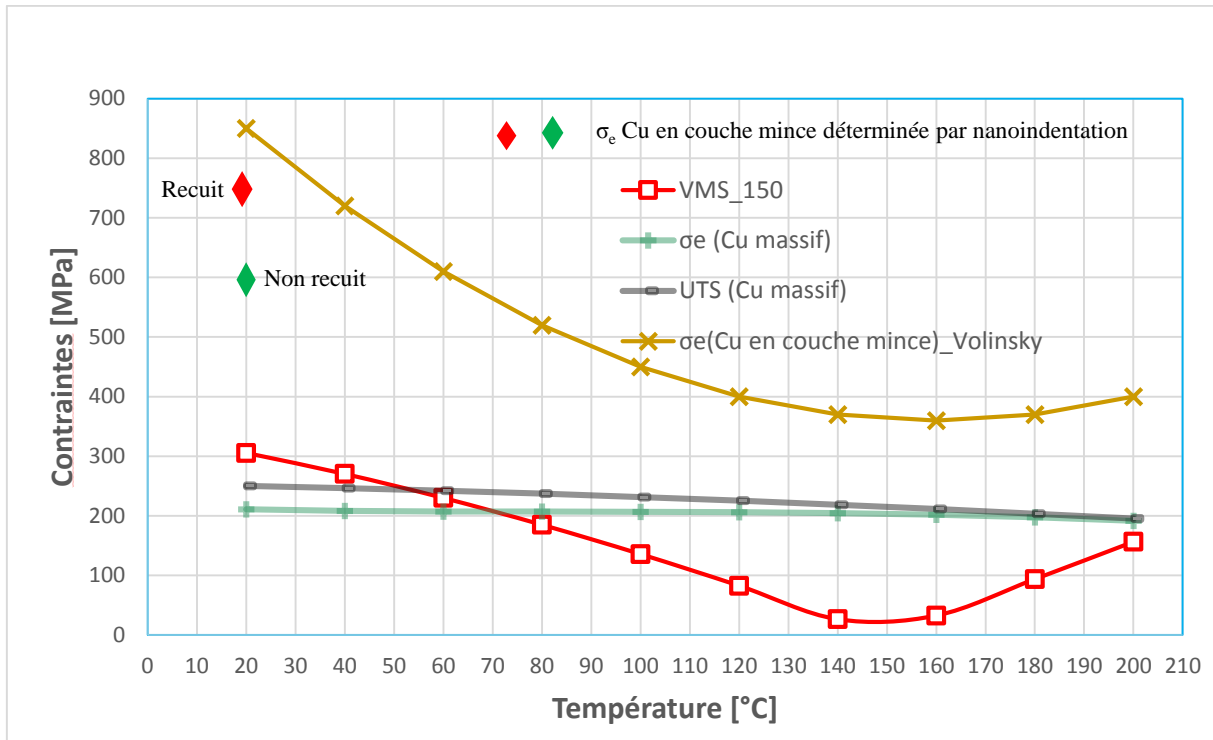


Figure 3-14 : Contrainte de Von Mises (VMS_150) comparée à la limite élastique (σ_e) et à la contrainte maximale à l'extension (UTS) du cuivre

Nous constatons que la limite élastique de la couche mince (750 MPa par nanoindentation) est bien supérieure à celle du matériau massif (environ 250 MPa) à la température ambiante mais proche de celle donnée par Volinsky [14]. En utilisant la courbe de la limite élastique des couches mince de cuivre, l'équation établit par Volinsky [14], nous voyons que les contraintes de Von Mises à 200°C après un dépôt à 150°C sont nettement inférieures à cette caractéristique (avec un écart de 450 MPa environ) (Figure 3-14). Ce qui nous amène à dire que, en simulation, l'intégrité des structures portées à cette température n'est pas affectée et donc les composants qui seront fabriqués à partir de ces structures resteront dans le domaine élastique et fonctionneront à cette température (200°C).

3.1.7 Bilan

Après différentes simulations numériques, nous pouvons conclure que :

- Les structures après le dépôt sont en tension et les contraintes thermomécaniques induites décroît avec la température jusqu'à obtenir des contraintes de compression à 200°C (**Figure 3-5** et **Figure 3-9**) ;
- Les contraintes sont uniformément réparties dans un plan de la structure, sauf présence d'effet de bord sur la structure (2 mm environ)
- Les contraintes sont stables (n'évoluent plus) après un deuxième cycle de recuit-refroidissement ;
- L'ajout du plot de traction introduit des contraintes de cisaillement très importantes conduisant à des contraintes de Von Mises maximales d'environ 2 GPa (**Figure 3-13**) alors que ces contraintes tangentielles étaient nulles (**Figure 3-3**) sans le plot selon l'hypothèse des contraintes planes ;
- Sans le plot de traction, les contraintes de Von Mises en température sont nettement inférieures à la limite élastique des couches minces des structures étudiées (**Figure 3-14**) ; ce qui se traduit par une bonne intégrité des structures étudiées dans la plage de température d'étude. La présence du plot agirait alors uniquement sur les structures lors des tests de traction pour la détermination des contraintes critiques ; en effet, la valeur de celles-ci n'est pas seulement due à la charge de traction mais c'est la contribution de cette charge et des contraintes dues à l'effet de traction, contraintes non déterminées expérimentalement dans cette thèse.

Afin de vérifier les résultats obtenus par simulation, nous avons réalisé plusieurs caractérisations mécaniques expérimentales. La première est le recuit qui consiste à porter en température dans un four les échantillons étudiés, ceci pour réaliser l'effet de cette température sur les structures ; une observation macroscopique (visuelle) dans le but d'observer les défaillances dans la couche mince sera faite. La seconde est la caractérisation au MEB permettant de faire une étude plus poussée que la vérification visuelle ; elle permet d'observer à l'échelle microscopique la microstructure dans le but de rechercher des micro cassures et, la présence d'éléments étrangers grâce à l'outil EDS. La dernière caractérisation consiste en la détermination des contraintes critiques.

3.2 Caractérisation mécaniques et morphologiques des couches minces

3.2.1 Présentation des différents traitement thermiques

Le but du recuit réalisé dans cette thèse est de solliciter thermiquement les structures étudiées. Ces sollicitations sont les contraintes thermiques intrinsèques. La technique consiste à introduire l'échantillon dans un four et porter la température dans l'enceinte à la température voulue. Trois températures différentes ont été utilisées : 100°C, 150°C et 200°C. Dans tous les cas, une rampe rapide (2°C par minute) jusqu'à la température de recuit souhaitée est programmée puis un maintien à cette température est réalisé pendant une heure. Ainsi, le temps total de chauffage (y compris le palier d'une heure) dans le four est pour :

- 100°C : 98 minutes
- 150°C : 122 minutes ;
- 200°C : 160 minutes.

Le refroidissement se fait lentement dans le four (environ -1°C toutes les trois minutes). La **Figure 3-15** représente la courbe du cycle de température pendant le recuit. Ce four possède un événement permettant le dégazage des composés gazeux qui se produiraient pendant le recuit ; en conséquence, les recuits que nous avons faits ont été réalisés toujours en présence d'air.

Le four utilisé au laboratoire est de marque *Nabertherm* dont la température maximale peut atteindre 1100°C. Il est doté d'un programmeur permettant de contrôler la rampe de montée en température.

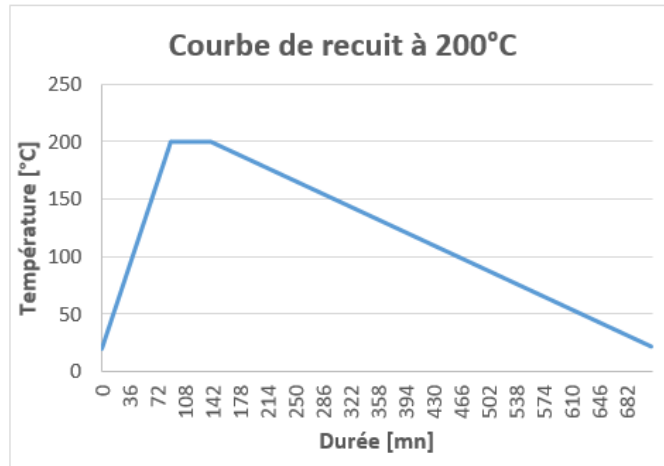


Figure 3-15 : Cycle de traitement thermique

Trois échantillons ont été recuits deux fois. Les images correspondant à ces échantillons recuits sont données dans le **Tableau 3-3**. On observe après les différents recuits le changement de couleur des couches minces. Ce changement de couleur des textures ne concerne que les échantillons recuits à 150°C (de couleur rose) et 200°C (de couleur noire) ; les échantillons recuits à 100°C gardent leur même couleur après un deuxième recuit ; cette couleur est la même de celle d'un échantillon non recuit. Par contre, aucune dégradation (craquelure ou délamination) des couches n'a été observée macroscopiquement. L'hypothèse d'une oxydation peut expliquer l'origine de ce changement de couleur. C'est pour cela qu'une analyse microscopique est nécessaire pour l'observation des effets du recuit sur la microstructure des couches minces et la détermination des éléments qui contamineraient la surface des échantillons.

Tableau 3-3 : Texture des surfaces en fonction du recuit

Température	100°C	150°C	200°C
Après un premier recuit			
Après un deuxième recuit			

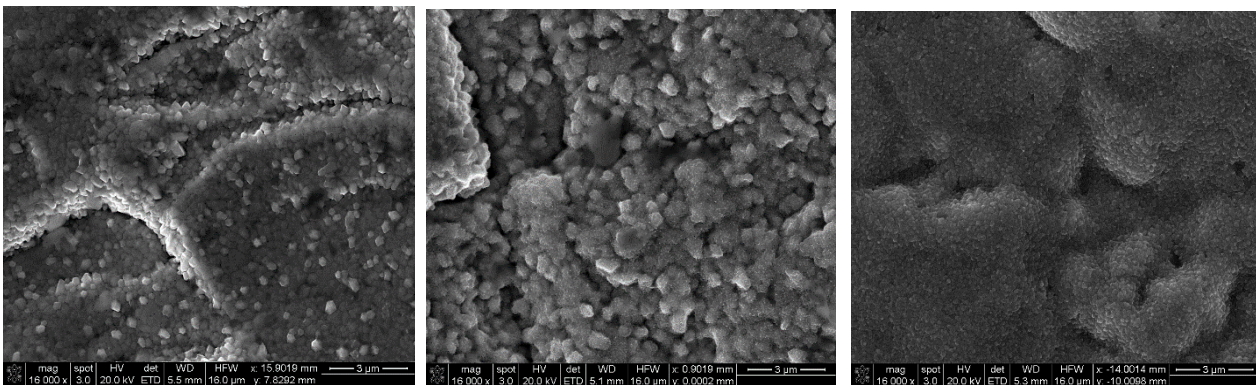
3.2.2 MEB et microanalyse

La microscopie électronique à balayage (MEB) permet d'observer à l'échelle micrométrique les échantillons étudiés. Cette analyse a deux objectifs :

- Le premier concerne la recherche d'éventuelles micro craquelures dans la couche mince ; et permet également d'observer la modification de la taille des grains ;
- Le second objectif est la recherche d'éléments sur la surface de la couche mince en utilisant l'outil EDS.

3.2.2.1 Caractérisation au MEB

Le MEB permet d'observer à l'échelle microscopique la microstructure des échantillons dans le but de déterminer la modification, taille des grains par exemple, dans cette structure. En ce qui concerne la taille des grains, on a pour les seconds recuits, des dimensions d'environ 300 nm, 500 nm et 200 nm pour les températures de recuit de 100°C, 150°C et 200°C respectivement. Aucune craquelure n'a été repérée sur tous les échantillons. Seule quelques amorces de microfissures sont observées à fort grossissement. On observe par contre une augmentation de la taille des grains par rapport aux premiers recuits.



Recuit à 100°C

Recuit à 150°C

Recuit à 200°C

Figure 3-16 : Images MEB des premiers recuits à 100°C, 150°C et 200°C

Plus la taille des grains est petite, plus les contraintes induites sont compressives [16], ce qui explique les contraintes en compression à 200°C trouvées en simulation et montrées dans la **Figure 3-5**. La valeur maximale approximative des contraintes sont déterminées par Doerner et Nix [17] en s'appuyant sur la théorie de Hoffan est donnée par la formule de l'équation 3.15.

$$\sigma_{max} = \sqrt{\frac{E(2\gamma_c - \gamma_{gb})}{a(1 - \nu)}} \quad 3.15$$

Avec γ_c et γ_{gb} , respectivement l'énergie de surface des cristallites et celle des joints de grains, a , le rayon des cristallites considérés, E et ν , respectivement le module d'Young de la couche mince et son coefficient de Poisson.

Le fait que les grains des échantillons recuits à 200°C ne soient pas clairement identifiables comme les autres peut s'expliquer par le changement radical de la couleur de base (de rose à noire). Cette nouvelle couleur peut être celle des éléments étrangers qui seraient en surface et brouilleraient l'information sur la taille des grains. Une microanalyse EDS est alors nécessaire afin de déterminer la nature de ces éléments.

3.2.2.2 Microanalyse EDS

Cette analyse révèle le nombre d'éléments majoritaires détectés. Ainsi, une analyse de spectres de raies est nécessaire. C'est l'outil EDS [18], un équipement du MEB qui permet d'effectuer cette analyse. Le principe consiste à bombarder l'échantillon sous test par un faisceau d'électrons et la réponse spectrale récupérée est analysée. La **Figure 3-17** représente le spectre de raies des échantillons en couche mince de cuivre recuit une fois à 150 °C et 200°C caractérisées par une source de faisceau électronique de 15 kV d'énergie. Les raies du cuivre se situent au niveau de 0,8 keV et 0,95 keV. Les spics liés au carbone ou oxygène sont à 0,28 keV et 0,52 keV respectivement.

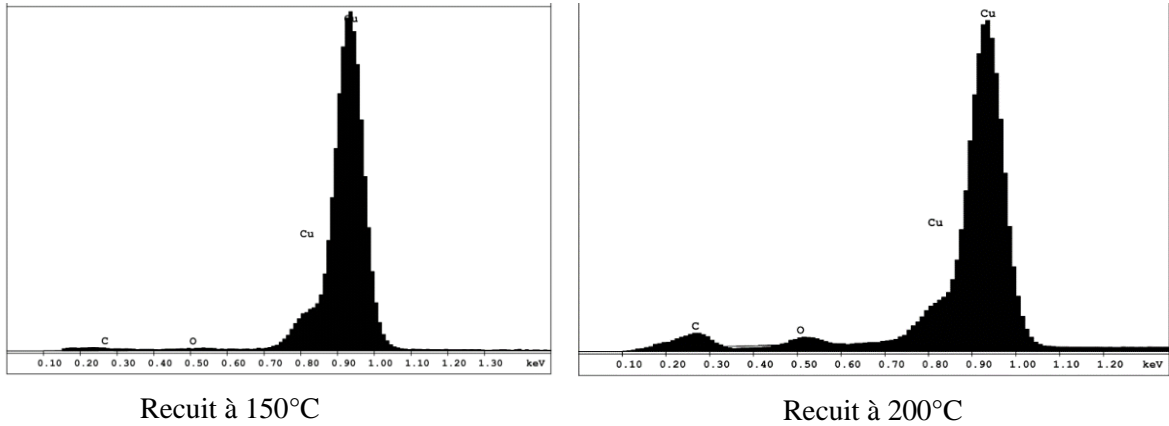


Figure 3-17 : Spectre de raies des échantillons recuit une fois à 150°C et 200°C

Nous voyons dans cette figure qu'il y a trois éléments en présence à savoir le cuivre, l'oxygène et le carbone représentés par des raies de type K. Plus l'aire du pic d'une raie est élevée, plus la proportion de l'élément détecté est importante dans la constitution de la surface caractérisée. Ici l'élément prépondérant est le cuivre, ce qui est normal puisqu'il s'agit des structures à couche mince de cuivre. L'oxygène et le carbone sont des contaminants tels que des oxydes ou des carbures dus à l'effet du traitement thermique effectué. Leurs raies sont beaucoup plus apparentes dans le spectre des échantillons recuit à 200°C que ceux recuits à 150°C, ce qui signifie que la proportion de ces éléments augmente avec la température de recuit.

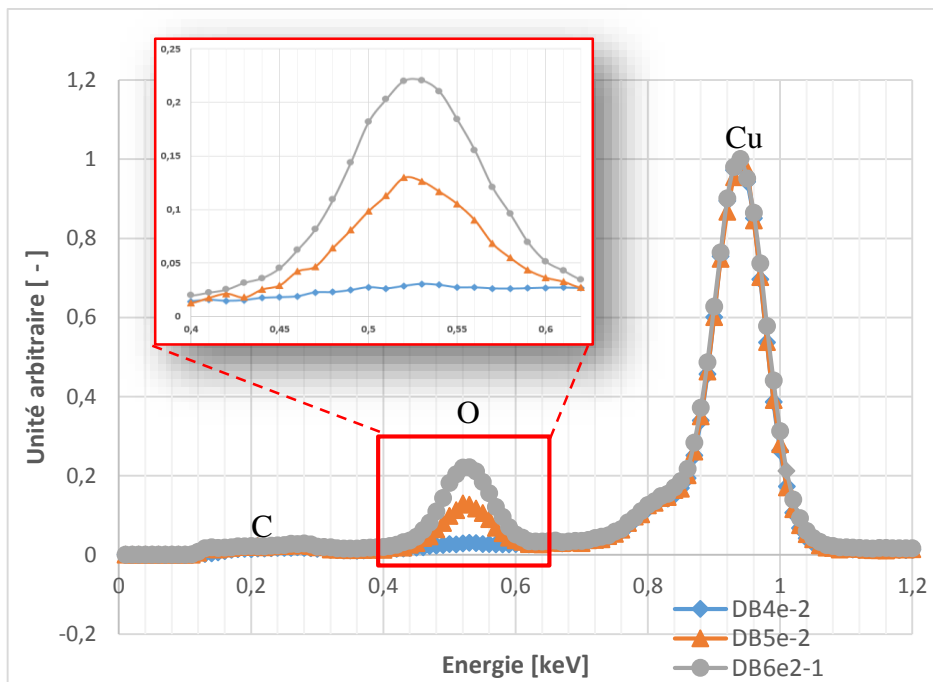


Figure 3-18 : Spectres normalisées des échantillons recuits deux fois

En représentant les spectres normalisés des trois échantillons recuit deux fois, nous mettons en exergue l'augmentation significative de l'éléments oxygène en fonction de la température de recuit. Ces spectres sont représentés dans la **Figure 3-18**. Le carbone et l'oxygène sont difficilement quantifiables à cause de leur poids massique, ce sont des éléments légers par rapport au cuivre.

En pratiquant les expérimentations permettant d'obtenir les contraintes critiques, il s'est révélé que le changement de couleur des échantillons recuits est en surface, du moins jusqu'à quelques nanomètres d'épaisseur ; la **Figure 3-19** montre que l'interface de l'échantillon recuit a la couleur du cuivre, ce qui suppose qu'il n'y a aucune contamination au niveau de l'interface.

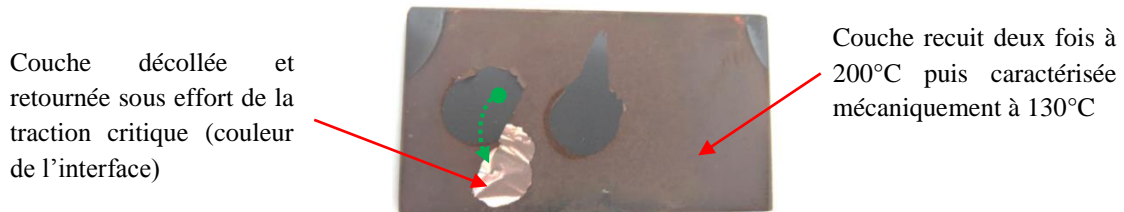


Figure 3-19 : Image de l'interface de la couche mince après deux recuits à 200°C

Il est alors possible d'estimer cette profondeur connaissant les caractéristiques atomiques de l'élément constituant la couche bombardée et l'énergie du faisceau électronique utilisé à cet effet. Plus cette énergie est élevée mieux le faisceau pénètre la couche ; c'est alors une couche légèrement en dessous de la surface qui est caractérisée et non la surface elle-même.

La **Figure 3-20** montre que pour un même échantillon, le fait de bombarder avec des faisceaux d'énergie différente, la réponse de celle-ci révèle que la proportion des éléments contaminant est largement inférieure pour les faisceaux avec une grande énergie ; ce qui prouve que la contamination se trouve en surface.

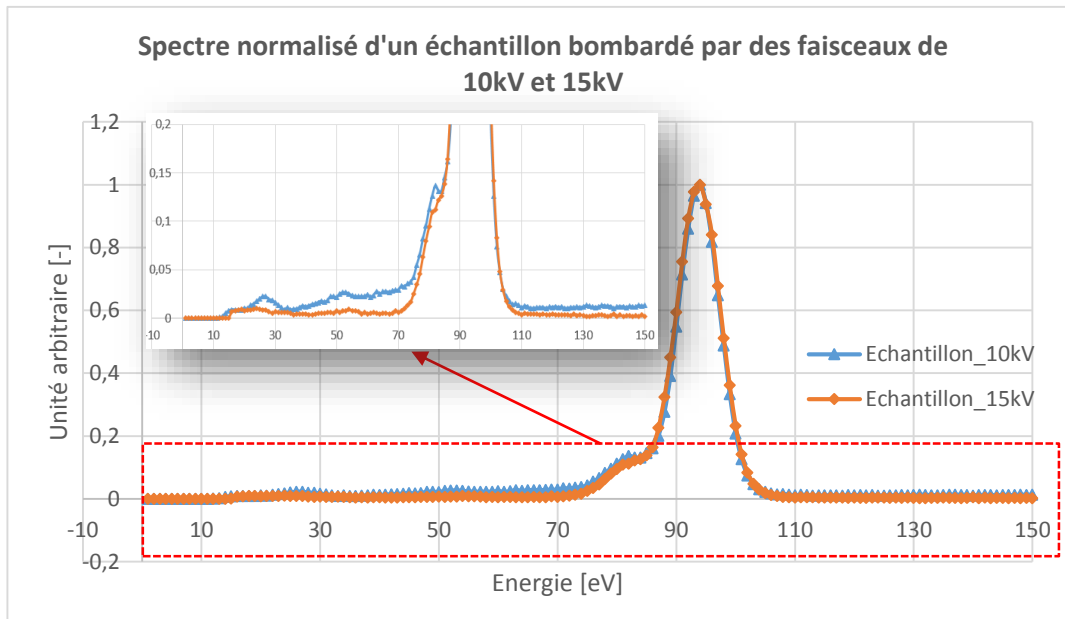


Figure 3-20 : Effet de l'énergie de faisceau électronique

Plusieurs méthodes sont utilisées pour la détermination de la profondeur de pénétration des faisceaux lors d'une analyse à l'échelle microscopique sinon nanométrique par bombardement d'électrons :

- La formule établie par K. KANAYA et S. OKAYAMA en 1972 [19]. Cette formule est fonction de l'énergie de précipitation des électrons et des propriétés atomiques du matériau caractérisé. Elle s'exprime en micromètre par :

$$R = 0,0276E_0^{1,67} \frac{A}{\rho Z^{0,89}} \quad 3.16$$

Avec ρ , A et Z respectivement la masse volumique (kg.m^{-3}), A, la masse atomique et Z, le numéro atomique du matériau. E_0 est l'énergie de précipitation en kV ;

- La formule de Castaing [20] qui est fonction, des propriétés précédentes du matériau et des propriétés atomiques et l'énergie d'accélération du faisceau, ainsi que l'énergie caractéristique, E_c , de la raie émise (pas prise en compte dans la formule précédente). Cette formule s'écrit :

$$z_m = 0,033(E_0^{1,7} - E_c^{1,7}) \frac{A}{\rho Z} \quad 3.17$$

Avec E_c , en keV, l'énergie caractéristique d'une raie, c'est-à-dire le minimum qu'il faut atteindre pour amorcer cette raie.

On remarque que la profondeur de pénétration est fortement liée à l'énergie d'accélération du faisceau électronique et de l'énergie caractéristique de la raie. Pour nos échantillons, on obtient, par la formule de Castaing, des profondeurs du simple au double (de 403 nm et 810 nm) pour les énergies de bombardement respectives de 10 kV et 15 kV, avec $E_c = 0,93$ keV. La première formule donne des valeurs de profondeur légèrement différentes car il ne prend pas en compte l'énergie caractéristique de la raie.

3.2.3 Détermination des contraintes critiques en température

Cette étude consiste à déterminer la limite d'adhésion en température des couches minces de cuivre sur le substrat de YIG. Nous présenterons les études par rapport aux zones sur les échantillons où la mesure a été réalisée (les deux bords et le centre de l'échantillon) ensuite les résultats en fonction de la nature du substrat (Alumine ou YIG) et l'état de surface (très rugueux ou non) du substrat. Nous aborderons dans un premier temps les contraintes dites de Stoney puis nous détaillerons le processus de collage du plot de traction pour ensuite présenter les résultats des contraintes critiques.

3.2.3.1 Contraintes de Stoney

Ces contraintes dépendent exclusivement, en plus des propriétés mécaniques de la couche mince, des rayons de courbures avant et après déformation de la structure. Cette déformation peut être induite soit par la température de dépôt soit par la température de recuit. Il faut alors nécessairement connaître les rayons de courbure avant et après le dépôt, il en est de même pour tous les recuits.



Figure 3-21 : Contraintes de Stoney après dépôt, après un premier et après un deuxième recuit – Moyenne sur 4 échantillons

Les différentes mesures des rayons de courbure ont été réalisées au profilomètre mécanique. Les échantillons ont été réalisés sur un substrat de YIG où une couche mince de 5 μm de cuivre a été déposée. Nous avons mesuré pour un échantillon le rayon de courbure R avant et après le dépôt ou après traitement thermique. On trouve ainsi deux rayons de courbures que nous avons utilisé dans la formule de Stoney pour la détermination des contraintes après dépôt, après le premier et le deuxième recuit. Les résultats de ces calculs sont donnés dans la **Figure 3-21**. Nous remarquons que :

- Pour chaque échantillon, il n'y a pas beaucoup d'écart entre les contraintes de Stoney ou contraintes dues à la courbure de la structure après dépôt et après traitement thermique ;
- Le premier recuit fait augmenter les contraintes de Stoney, elles diminuent ensuite légèrement après le deuxième recuit et ne varieront plus [8] ; elles ont des valeurs proches de celles des contraintes après le premier recuit, ce qui va dans le même sens que la simulation (cycle recuit-refroidissement, **Figure 3-12**). De même, les contraintes sont toujours en compression après le dépôt et vérifiées par les résultats obtenus en simulation.

A partir de ces études, nous concluons que pour avoir des couches moins contraintes, du point de vue de Stoney, il faut fixer le substrat des deux côtés sur le porte substrat avant de réaliser le vide et faire le dépôt. De cette manière, il sera peu déformé et par conséquent

il n'y aura pratiquement pas de différence entre les rayons de courbures avant et après dépôt, d'où des contraintes induites très négligeables.

3.2.3.2 Détermination de la contrainte critique

Un nettoyage préalable des deux surfaces (celle du plot et celle de la couche mince) est nécessaire afin d'enlever les impuretés défavorables à la bonne adhésion entre ces surfaces. Ce nettoyage se fait soit à l'éthanol soit à l'acétone puis à l'éthanol selon que les surfaces sont plus ou moins couvertes d'impuretés. Après cette opération, il faut déposer la quantité nécessaire de colle sur la surface du plot puis mettre les deux surfaces en contact et attendre la solidification de la colle. La colle utilisée est nommée *Super 5000®* ; c'est une colle à séchage rapide mais une durée de 45 minutes à 1 heure est souvent observée pour une bonne solidification.

Etant donné qu'il y a beaucoup d'incertitudes quant à la méthode de mesure, nous ne pouvons pas de ce fait donner avec exactitude les valeurs des contraintes trouvées. Il faut donc être méticuleux pour la manière de coller le plot et celle de poser les masses marquées lors des tests.

- La manière de coller consiste à utiliser sensiblement la même quantité de colle (ni trop importante, ni trop faible) et de poser perpendiculairement à la surface de la couche mince afin que la force de traction puisse s'appliquer sur toute la section sollicitée de la couche ;
- Pour la pose des masses marquées sur le plateau, celles-ci doivent être mises sans aucun choc afin de ne pas entraîner de variation brusque d'effort de traction et donc de contraintes brusques ;

Il faut également contrôler la variation de la température pendant les tests afin de respecter la même variation pour tous les essais.

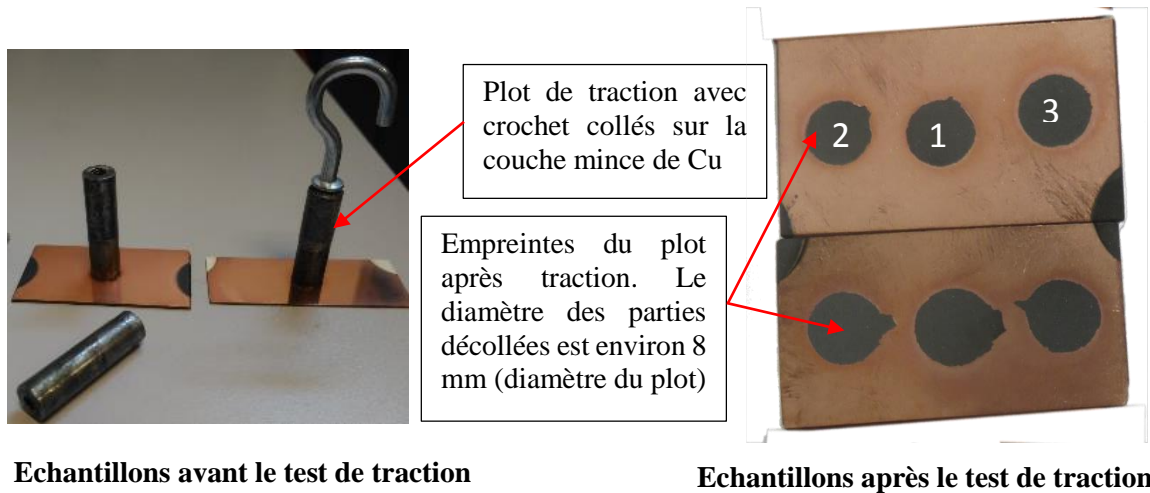


Figure 3-22 : Echantillons avant et après les tests de traction

3.2.3.2.1 Résultats des tests de traction critique.

Nous avons pratiqué les tests de traction pour la détermination des contraintes critiques en fonction de quatre paramètres à savoir l'emplacement du plot (bords et centre de l'échantillon), la température de l'environnement, la rugosité et la température de recuit.

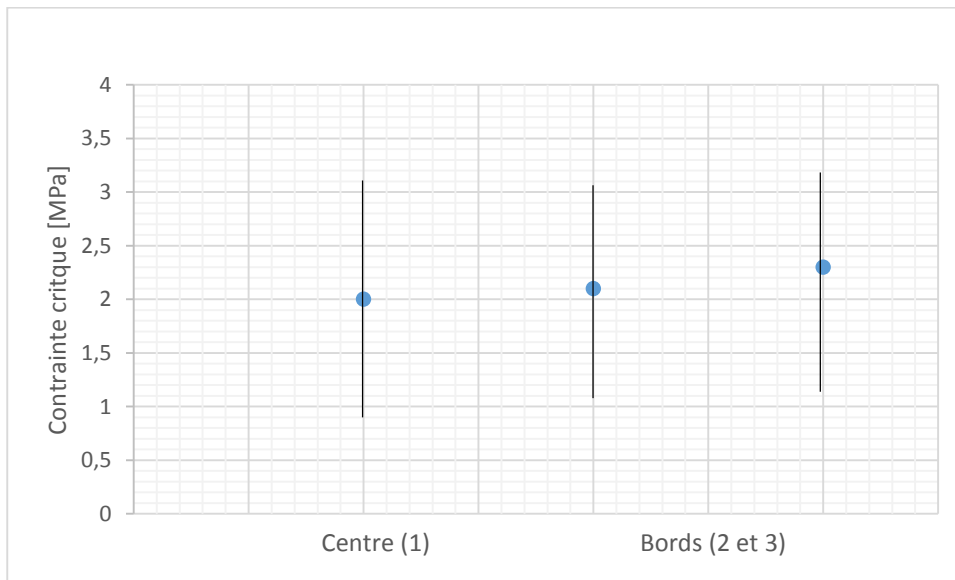


Figure 3-23 : Contraintes critiques à 100°C par rapport à la position du plot. Le point et la droite correspondent respectivement à la moyenne et à l'écart type des mesures

- Pour les contraintes par rapport à la position du plot, les essais ont été réalisés à 100°C sur des échantillons dont les substrats sont en YIG de très forte rugosité (YIG2) (plus de 500 nm en moyenne). Les résultats montrent qu'entre les bords et le centre de l'échantillon les contraintes critiques sont relativement reproductibles mais il faut réaliser plusieurs mesures pour moyennner le résultat. Globalement, la valeur moyenne des contraintes critiques de tous les échantillons élaborés dans les mêmes conditions donne 2,1 MPa (avec un écart type de 1,0 MPa). La **Figure 3-23** montrent les résultats des contraintes critiques de trois échantillons dont la rugosité du substrat (YIG2) est entre de 500 nm et 1 µm. Par la suite, ce substrat ne sera pas utilisé à cause de cette importante rugosité qui serait préjudiciable pour les composants.

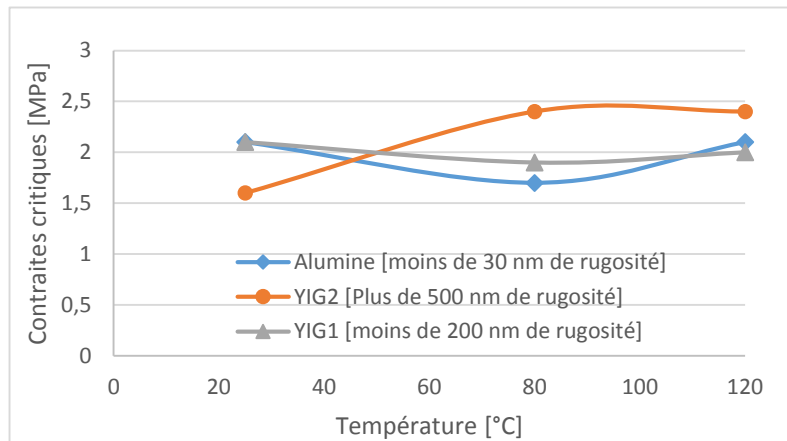


Figure 3-24 : Contraintes critiques en fonction de la température et de la rugosité pour différents substrats

- Pour les contraintes par rapport à la température et à la rugosité des substrats, nous avons utilisés des échantillons ayant pour substrat YIG1 (rugosité inférieure à 200 nm) et YIG 2 de plus de 500 nm de rugosité. Nous avons également utilisé les résultats des travaux de thèse N Doumit [8] sur les couches de cuivre sur l'alumine de rugosité inférieure à 30 nm. Les résultats des tests (**Figure 3-24**) montrent que les contraintes critiques augmentent avec la température pour les échantillons réalisés avec un substrat de forte rugosité (YIG2) alors que pour les moins rugueux, elles

restent pratiquement invariables avec la température. On peut alors conclure que plus le substrat est rugueux, mieux la couche mince adhèrera mais il ne faut pas dépasser une certaine valeur de rugosité au risque d'introduire de fortes contraintes intrinsèques.

- Pour les essais en fonction de la température de recuit, nous présentons les résultats de trois échantillons de couches de cuivre sur le substrat de YIG de rugosité inférieure à 200 nm (YIG1) ; ils sont recuits respectivement à 100°C, 150°C et 200°C. Les résultats vont dans le même sens que ceux obtenus avec les contraintes de Stoney, c'est-à-dire que les contraintes ne varient pratiquement pas avec le recuit (**Figure 3-25**). Toutefois, pour les échantillons recuits deux fois à 200°C, il y a une diminution des contraintes critiques par rapport aux autres. Ces contraintes sont autour de 1,5 MPa alors que les autres échantillons ont des contraintes critiques de l'ordre de 2 MPa de moyenne.

Recuits deux fois à 150°C :
2,1 MPa

Recuits deux fois à 100°C :
1,8 MPa

Recuits deux fois à 200°C :
1,5 MPa

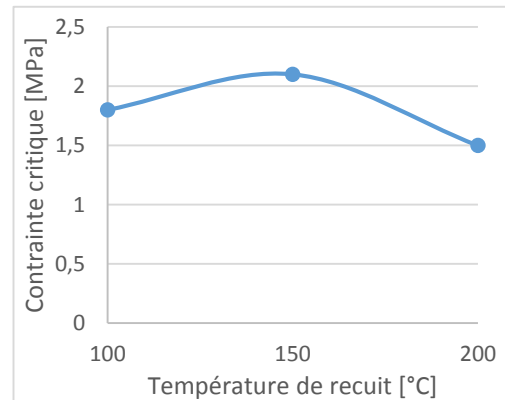


Figure 3-25 : Contraintes en fonction de la température de recuit : échantillons testés et courbe des contraintes

Les contraintes des échantillons recuits à 100°C et celles des échantillons caractérisés en température, à 100°C, sont sensiblement égales (autour de 2 MPa) ; on peut donc conclure qu'il n'y a pas de modification des propriétés si on fait un recuit et un cyclage.

3.2.3.3 Bilan

Nous avons étudié avec le banc les contraintes critiques en fonction de divers paramètres dont la rugosité, l'élévation de la température, l'emplacement (bords et centre) des essais de traction et de la température de recuit. Il s'est révélé que :

- ✓ Plus le substrat est rugueux meilleur la couche mince adhèrera mais il ne faut pas dépasser une certaine valeur de rugosité au risque d'introduire des contraintes intrinsèques très importantes ;
- ✓ Les contraintes sont uniformes sur toute la structure, elles varient très peu entre les bords et le centre de la structure. Pour une même rugosité, les contraintes critiques augmentent légèrement avec la température, cela signifie que les couches adhèrent mieux en température.
- ✓ Les contraintes critiques n'évoluent presque pas avec la température et le nombre de recuit (jusqu'à deux). Sauf pour les échantillons recuits à 200°C deux fois, la force d'adhésion diminue légèrement. Ce qui peut provenir d'une modification de la surface de la couche de cuivre (effet d'oxydation).

3.3 Conclusion

Ce chapitre a traité de la caractérisation mécanique des couches minces de cuivre sur substrat. Deux aspects ont été présentés :

Dans la première partie de ce chapitre résolue essentiellement à la simulation numérique, nous avons montré que les calculs des contraintes par la méthode numérique et par la méthode analytique corroborent : les contraintes sont réparties uniformément dans tout le plan de la structure de la normale z ; elles ne varient que suivant cette dimension et restent invariable suivant les autres dimensions (x et y), sauf effets de bords. Ces contraintes diminuent avec la température, ce qui va dans le même sens que les travaux de [21]. Elles vont de 305 MPa environ après le dépôt à -150 MPa environ à 200°C ; l'hypothèse des contraintes planes étant respectée. La simulation a aussi révélé que le recuit n'a plus d'influence sur les contraintes thermomécaniques après le deuxième recuit. Par contre, lorsque l'on rajoute le plot de traction, cela induit des contraintes de cisaillement très grande. En appliquant le critère de Von Mises, il

est montré que, sans le plot de traction, l'intégrité des structures en couche mince étudiées numériquement a été préservée. Pour vérifier cela, des expérimentations dont le recuit, la caractérisation au MEB équipé par l'outil EDS et le test de traction critique ont été réalisées.

Le recuit révèle un changement de couleur de la couche mince conductrice à partir de la température de 150°C : elle va de la couleur du cuivre à 100°C à une couleur beaucoup plus foncée (noirâtre) à 200°C. A part le changement de couleur, aucune fissure n'a été observée ; cela a également été vérifié au microscope électronique à balayage avec seulement quelques amorces de microfissures observées. D'autre part, le MEB a également mis en évidence la variation des tailles des grains qui augmentent légèrement pour les couches ayant subi un recuit à 150°C, puis diminuent pour des couches ayant subi le même traitement à 200°C. La amorces de microanalyse EDS a permis de mettre en évidence la présence d'atomes étrangers, en l'occurrence des atomes d'oxygène et de carbone sur la surface des échantillons recuits. La proportion de ces atomes par rapport à l'élément principal, le cuivre, augmente avec la température et le nombre de recuit. Cette proportion diminue lorsqu'on caractérise cette couche mince en profondeur, pour cela il faut augmenter l'énergie des faisceaux d'électrons de bombardement. On pourrait alors dire que les éléments étrangers ne sont qu'en surface de la couche conductrice mais pas en profondeur ; ce qui est justifié par la couleur de l'interface de la couche conductrice des échantillons recuits deux fois à 200°C.

Dans la même catégorie d'expérimentation, nous avons déterminé des contraintes critiques à partir de tests de traction sur le banc développé à cet effet. Les résultats montrent que les contraintes critiques augmentent avec la température pour une même rugosité, surtout les échantillons les plus rugueux ; ces contraintes augmentent aussi avec la rugosité, il faut par contre éviter d'utiliser des substrats plus rugueux (de l'ordre de micromètre) car ils sont favorables à des concentrations de contraintes. Pour les échantillons recuits, il n'y a pratiquement pas de différence sur les contraintes critiques en fonction de la température de recuit même si à la température de recuit de 200°C on a des contraintes plus petites qu'à 100°C et 150°C. Il faut toutefois signaler que la dispersion des mesures des contraintes critiques peut s'expliquer par le fait que les couches élaborées ne sont pas tout à fait identiques à cause des erreurs de diverses origines : opérateurs, process, post-traitement ... [22]. Cette opération doit être très soignée, l'opérateur intervient doublement car il faut dans un premier temps coller le plot et déposer les masses marquées dans le plateau toujours de la même manière !

Au terme de ce chapitre qui traite de la caractérisation mécanique, nous pouvons dire que les couches de cuivre sont adhérentes sur le substrat magnétique de YIG jusqu'à 200°C même si, lorsqu'il est recuit deux fois à cette température, les contraintes critiques diminuent légèrement. La microanalyse EDS a révélé une contamination des couches mais cette contamination n'a pas d'influence sur les caractéristiques mécaniques des échantillons. Il va falloir donc caractériser électriquement ces échantillons pour observer l'évolution des propriétés électriques. Cela fera l'objet du chapitre suivant.

Références du chapitre 3

- [1] «Comsol MULTIPHYSICS,» [En ligne]. Available: www.comsol.fr/products. [Accès Septembre 2016].
- [2] O. KOLOKOLTSEV, C. ORDONEZ-ROMERO, N. QURESHI, R. ORTEGA-MARTINEZ et V. GRIMALSKY, «Optical characterization of thermal-stress induced by spin waves in thin-film ferrimagnetic structures,» *Solid State Communications*, vol. 142, p. 137–142, 2007.
- [3] A. F. BOWER, *Applied mechanics of solids*, New York: CRC Press, Taylor and Francis Group, 2010, pp. 13-87.
- [4] M. R. ARDIGO, M. AHMED et A. BESNARD, «Stoney formula : Investigation of curvature measurements by optical profilometer,» *Advanced in Material research*, vol. 996, n° %1IX, pp. 361-366, 2014.
- [5] A. G. EVANS et J. W. HUTCHINSON, «Thermomechanical Integrity of thin films and multilayers,» *Acta metallurgica et materialia*, vol. 43, n° %17, pp. 2507-2530, 1995.
- [6] R. P. SINGH et A. J. ROSAKIS, «Determination of the yield properties of thin films using enhanced coherent gradient sensing,» *Experimental Mechanics*, vol. 41, n° %13, pp. 1-9, Mai 2001.
- [7] S. SURESH, «Modeling and Design of Multi-layered and Graded Materials,» *Progress in Materials Science*, vol. 42, pp. 243-251, 1997.
- [8] N. DOUMIT, *Etude de l'empilement de couches minces de cuivre sur alumine : Applications à la réalisation de Composants passifs haute température*, Saint Etienne: Thèse de Doctorat, Université Jean Monnet, Membre de l'Université de Lyon, 2015.
- [9] *Applications Couches Minces (ACM), Les dépôts par pulvérisation cathodique*, Villiers St Frédéric, pp. 6-33.
- [10] W. D. NIX, «Mechanical properties of thin films,» *Metallurgical transactions A*, vol. 20A, pp. 2217-2245, Novembre 1989.
- [11] T. HANABUSA, K. KUSAKA et O. SAKATA, «Residual stress and thermal observation in thin copper films,» *Thin solid films*, n° %1459, pp. 245-248, 2004.
- [12] D. TABOR, *The Hardness of Metals*, 1951, p. 174.
- [13] D. TABOR, *The Hardness of solids*, Cambridge: Surface Physics, Cavendish Laboratory, pp. 145-179.
- [14] A. A. VOLINSKY, J. VELLA, I. S. ADHIHETTY, V. SARIHAN, L. MERCADO, B. H. YEUNG et W. W. GERBERICH, «Microstructure and mechanical properties of electroplated Cu thin films,» *Materials Research Society Symposium*, vol. 649, 2001.
- [15] A. A. VOLINSKY, N. R. MOODY et W. W. GERBERICH, «Nanoindentation of Au and Pt/Cu thin films at elevated temperatures,» *Journal of Material Research*, vol. 19, n° %19, 2004.
- [16] R. A. POWELL et S. M. ROSSNAGEL, «PVD for microelectronics : Sputter Deposition Applied to Semiconductor Manufacturing,» *Thin Films*, vol. 26.

- [17] M. F. DOERNER et W. D. NIX, «Stresses and deformation processes in thin films on substrates,» *Critical Reviews in Solid State and Material Sciences*, vol. 14, n° 13, pp. 225-268, 1988.
- [18] EDAX, AMETEK Materials Analysis Division, Energy Dispersive Spectroscopy, Chichester, 2015.
- [19] K. KANAYA et S. OKAYAMA, «Penetration and Energy-Loss Theory of Electrons in Solid Targets,» *Journal of Physics D : Applied Physics*, vol. 5, pp. 45-46, 1972.
- [20] JEOL Serving Advanced Technology, «Energy Table for EDS Analysis,» Université de Namur, [En ligne]. Available: <https://www.unamur.be/services/microscopie/sme-documents/Energy-20table-20for-20EDS-20analysis-1.pdf>. [Accès Janvier 2017].
- [21] J. BØTTIGER, J. CHEVALLIER, P. KRINGHØJ et K. O. SCHWEITZ, «Stesses in thin film,» *Adhesion Aspects of Thin Films, Vol. 1*, pp. 1-16, 2001.
- [22] L. PEJRYD, J. WIGREN et N. HANNER, «In Thermal Spray : A United Forum for Scientific and Technological Advances,» chez *International Thermal Spray Conference* , 1997.

Chapitre 4 : Composants passifs planaires en multicouches

Table des matières du chapitre 4

Chapitre 4:Caractérisation électrique des couches minces et des composants planaires	155
4.1	Caractérisation de la résistivité des couches minces 156
4.1.1	Présentation de la méthode..... 156
4.1.2	Résistivité des couches minces..... 157
4.1.3	Influence du recuit et du substrat..... 158
4.1.4	Influence des couches de passivation 161
4.1.5	Etude de vieillissement..... 163
4.1.6	Bilan 164
4.2	Etude des composants 165
4.2.1	Présentation du banc de mesure : impédancemètre..... 165
4.2.2	Réalisation des mesures..... 166
4.2.3	Résultats et discussions..... 168
4.3	Conclusion..... 175
Chapitre 4: Références.....	176

Chapitre 4: Caractérisation électrique des couches minces et des composants planaires

Dans ce chapitre nous caractériserons électriquement les couches minces et les composants planaires, les inductances, en fonction de différents paramètres dont la température de recuit, la couche de passivation, et la température de fonctionnement jusqu'à 200°C ; nous définirons par température de fonctionnement celle de la mesure *in situ* alors que pour les recuits, les composants ont été recuits à cette température puis caractérisés à la température ambiante. Alors que le chapitre précédent vérifiait l'intégrité mécanique des structures en couche mince de cuivre sur le matériau magnétique, le YIG, l'objectif de ce présent chapitre est l'évaluation des performances électriques en fonction des paramètres sus cités. Ce travail d'évaluation de performance consiste en la mesure de la résistivité pour les couches minces et de l'inductance et de la résistance pour la partie composant.

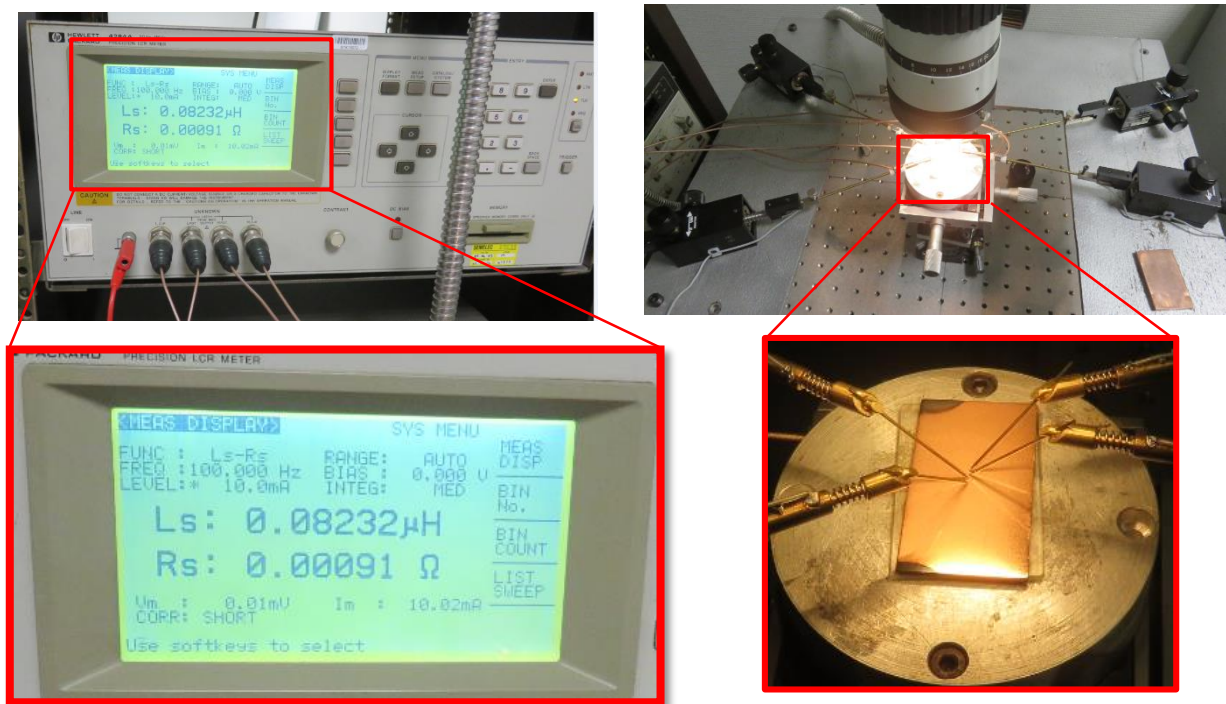
Dans un premier temps nous travaillerons sur les couches minces de cuivre sur le substrat magnétique de YIG. La méthode de caractérisation utilisée est la mesure quatre pointes au LCR-mètre afin de mesurer la résistivité des couches de cuivre. Nous présenterons le principe de la mesure après quoi seront présentés les résultats. Ces résultats seront présentés de manière à mettre en exergue l'influence du recuit (notamment sa température et le nombre de fois que la couche a été recuite) et du revêtement métallique (ou passivation), en l'occurrence la dorure et l'étamage.

Dans un second temps, nous passerons à la caractérisation des inductances planaires. Cette fois ci, en plus du recuit, nous prendrons aussi en compte l'effet de la température de fonctionnement du composant, car celui-ci sera caractérisé pendant que l'on fera évoluer sa température jusqu'à 200°C.

4.1 Caractérisation de la résistivité des couches minces

4.1.1 Présentation de la méthode

L'appareil utilisé, le LCR-mètre, mesure la résistivité des couches minces par la méthode quatre pointes décrite au chapitre 2. Les mesures sont faites après un calibrage SHORT. Pour rappel, l'appareil injecte un courant par l'intermédiaire de deux pointes et mesure la tension aux bornes des deux autres pointes (les deux pointes internes). A partir de ces grandeurs, on détermine les caractéristiques R_s et L_s du dispositif sous test. La **Figure 4-1** montre l'appareillage de mesure sous pointes utilisé. Etant donné que la résistivité est liée à la résistance R_s par l'épaisseur de la couche (cf chapitre 2), une mesure de cette épaisseur au profilomètre complète la mesure sous pointes pour obtenir la valeur de la résistivité.



(a) : LCR-mètre, valeurs d'une mesure sur une couche mince de cuivre

(b) : Station sous pointes : configuration de mesure de la résistivité d'une couche mince

Figure 4-1 : Appareil de Mesure sous pointe utilisé

4.1.2 Résistivité des couches minces

Certaines propriétés de la couche mince sont différentes comparées à celles du matériau massif. Cette différence est due à la forte réduction de son épaisseur par rapport à ses autres dimensions entraînant une influence prépondérante des effets de surface sur les propriétés physiques, alors que dans le cas du matériau massif les effets de surface sont négligés [1]. Nous avons alors comparé la résistivité des couches minces de cuivre ($\text{Cu}/\text{Al}_2\text{O}_3$) à la résistivité du cuivre massif qui est de $1,724 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot \text{m}$ [2] (**Figure 4-2**). Cette figure met bien en évidence l'influence de l'épaisseur sur la résistivité. En effet, à des faibles épaisseurs, on a une forte valeur de la résistivité ; cette valeur décroît avec l'augmentation de l'épaisseur jusqu'à une valeur à laquelle on n'a plus les effets de surface. Pour des épaisseurs de $5 \mu\text{m}$, l'épaisseur de nos échantillons, ces effets sont considérablement réduits et on a la résistivité de la couche mince qui est légèrement supérieure à celle du cuivre massif entre 5% et 10% environ. Ceci peut être dû à la faible oxydation, car aucune couche de passivation n'a été réalisée.

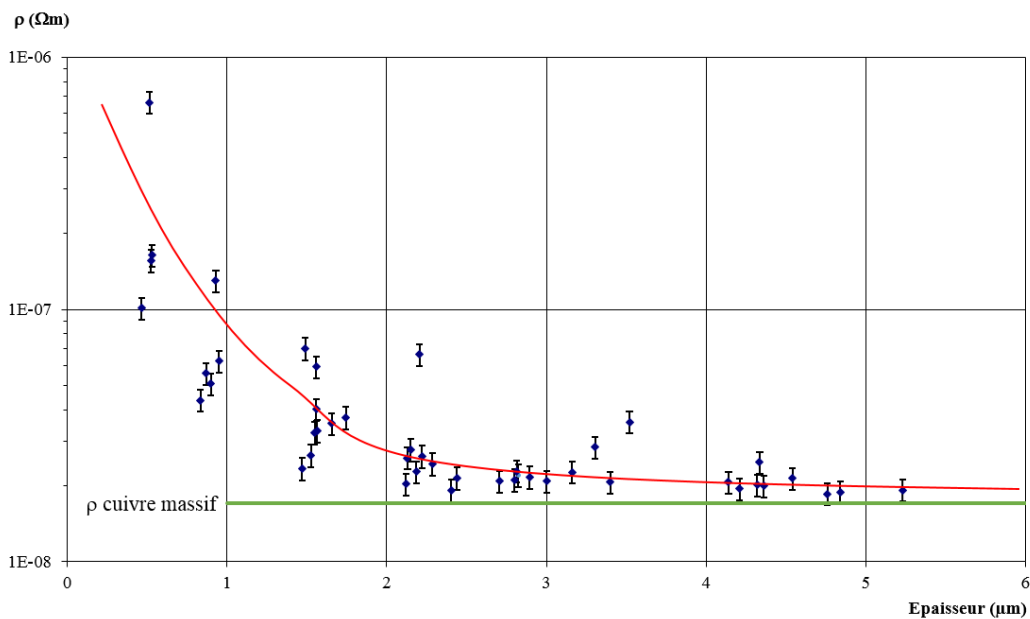


Figure 4-2 : Influence de l'épaisseur des couche minces (cuivre/Alumine) sur la résistivité

4.1.3 Influence du recuit et du substrat

Le recuit est en général opéré sur les couches minces dans le but de recristallisation d'une part et d'amélioration de certaines propriétés mécaniques d'autre part. Mais nous faisons le recuit de nos échantillons à 200°C afin d'étudier l'influence de cette température sur le composant car il est susceptible d'être soumis à cette température lors de son fonctionnement.

Les échantillons ont été recuits à différentes températures : 100°C, 150°C et 200°C. Tous les processus ont une rampe de montée de 2°C par minute et un palier de température concernée d'une heure (cf. chapitre 3).

Nous pouvons classer les échantillons recuits comme suit : des échantillons recuit une fois (Cu sur YIG), des échantillons recuit deux fois (Cu/ YIG) et des échantillons de cuivre sur alumine (Al_2O_3) dont la résistivité est mesurée après chaque recuit.

Pour les échantillons Cu/YIG, on a trois groupes qui ont subi des recuits à 100°C, à 150°C et à 200°C, alors que les échantillons Cu/ Al_2O_3 ont été recuits à 200°C uniquement. Les résultats des mesures de la résistivité de ces échantillons sont les suivants, ces résultats sont la moyenne de plusieurs mesures, cette moyenne est :

- Pour les échantillons Cu/YIG non recuits, $2 \mu\Omega.\text{cm} \pm 0,3 \mu\Omega.\text{cm}$ (plusieurs mesures donc les valeurs sont compris entre $1,7 \mu\Omega.\text{cm}$ et $2,3 \mu\Omega.\text{cm}$. Valeurs correspondant à l'encadrement des mesures et non aux incertitudes)
- Pour les échantillons Cu/YIG recuit une fois, cette valeur est entre : $2,1 \mu\Omega.\text{cm} \pm 0,2 \mu\Omega.\text{cm}$, $2,1 \mu\Omega.\text{cm} \pm 0,3 \mu\Omega.\text{cm}$ et $3,8 \mu\Omega.\text{cm} \pm 0,7 \mu\Omega.\text{cm}$, respectivement pour les recuits à 100°C, 150°C et 200°C.
- Pour les échantillons Cu/YIG recuit deux fois : $2,2 \mu\Omega.\text{cm} \pm 0,3 \mu\Omega.\text{cm}$, : $2,3 \mu\Omega.\text{cm} \pm 0,3 \mu\Omega.\text{cm}$ et $4,2 \mu\Omega.\text{cm} \pm 0,5 \mu\Omega.\text{cm}$, respectivement pour les recuits à 100°C, 150°C et 200°C.
- Pour les échantillons Cu/ Al_2O_3 : $1,8 \mu\Omega.\text{cm} \pm 0,1 \mu\Omega.\text{cm}$, $2,1 \mu\Omega.\text{cm} \pm 0,3 \mu\Omega.\text{cm}$ et $2,4 \mu\Omega.\text{cm} \pm 0,4 \mu\Omega.\text{cm}$, respectivement pour non recuits, recuits à 200°C une fois et à 200°C deux fois.

En récapitulant ces mesures, nous voyons bien une augmentation significative de la résistivité des échantillons Cu/YIG recuits à 200°C une fois et deux fois ; on remarque également qu'en fonction du nombre de recuits la résistivité augmente pour ces échantillons. Ces observations sont moins marquées pour les échantillons Cu/Al₂O₃. Afin de mettre en exergue ces évolutions de la résistivité (en fonction de la température et du nombre de recuit), nous présentons dans la **Figure 4-3** l'évolution de l'augmentation de la résistivité par rapport à sa valeur à la température ambiante en fonction de la température de recuit. On remarque une forte évolution de la résistivité des échantillons recuits à 200°C quel que soit le nombre de recuit ; aussi, pour un deuxième recuit, la résistivité augmente entre 7% et 10% par rapport à la valeur du premier recuit.

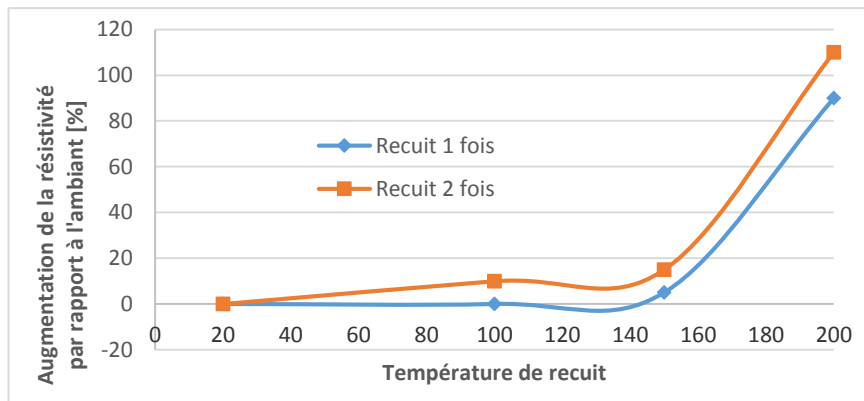


Figure 4-3 : Effet de la température de recuit sur la résistivité des couches minces

Cette figure révèle une légère augmentation de la résistivité avec la température de recuit (entre 5% et 15%) jusqu'à une température de 150°C contre une forte augmentation à la température de recuit de 200°C (entre 90% et 110%).

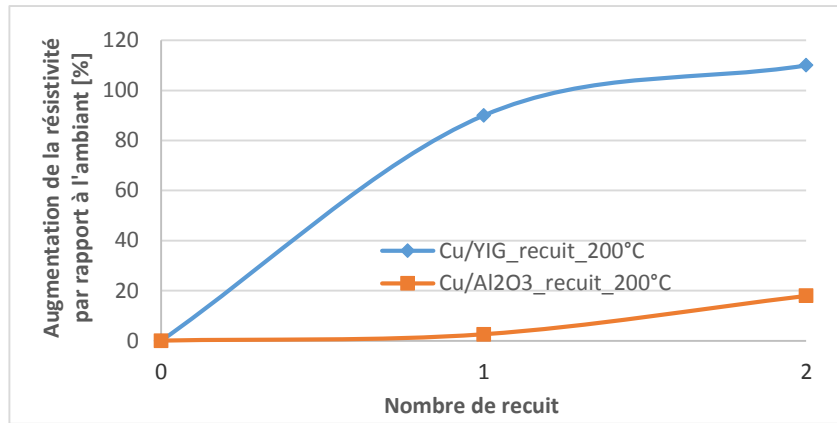


Figure 4-4 : Effet du nombre de recuit sur la résistivité des couches minces

Nous avons également fait ces études sur les échantillons Cu/Al₂O₃ que nous comparons avec les résultats des seconds recuits de la **Figure 4-3**. Il se trouve que cette augmentation avec la température de recuit de 200°C est moins importante pour ces échantillons (**Figure 4-4**). Elle est d'environ 3% pour les échantillons recuits une fois et seulement 20% environ pour ceux recuits deux fois à 200°C alors que l'augmentation de la résistivité des échantillons de cuivre/YIG allait jusqu'à 110%. Etant donné que ces deux catégories d'échantillons ont plusieurs paramètres identiques (même conditions de dépôt et donc même épaisseur, même facteur correctif pour la détermination de la résistivité) sauf une différence de rugosité des substrats (moins de 30 nm pour l'alumine et autour de 200 nm pour le YIG). La rugosité arithmétique déterminée par profilométrie mesurée du substrat de YIG égale à 200 nm sur la longueur de balayage de 1 mm occulte le fait de la présence de certains trous pouvant atteindre quelques micromètres (**Figure 4-5**).

De ce fait, on pourrait faire l'hypothèse que plus la rugosité du substrat augmente et plus la résistivité de la couche de cuivre augmenterait également.

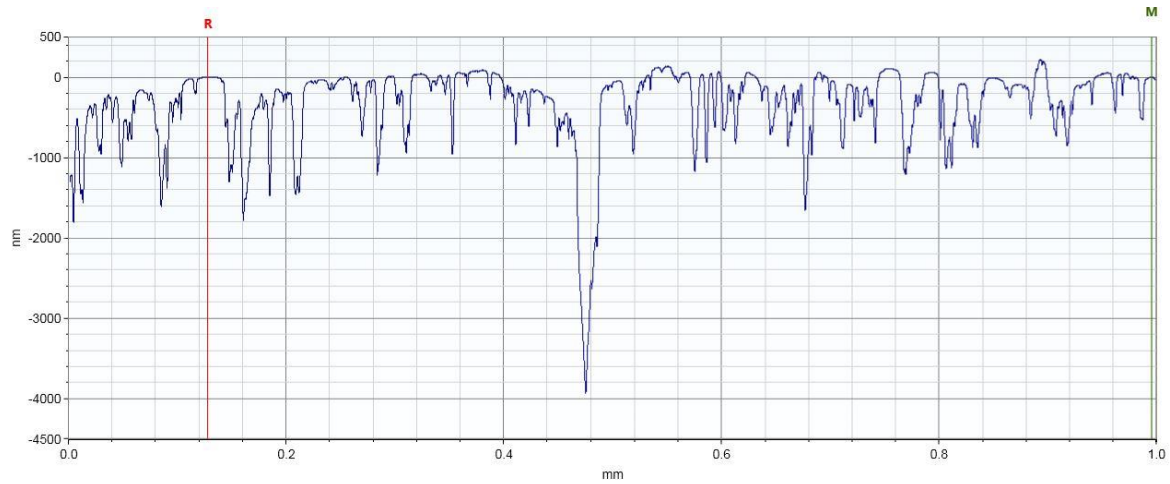


Figure 4-5 : Copie d'écran d'une mesure de rugosité d'une couche de cuivre. Valeur de rugosité arithmétique de 324 nm ; valeur maximale de creux 4 μm

D'autre part, la forte augmentation de la résistivité des échantillons recuit à 200°C peut s'expliquer par la présence d'une couche d'oxydation sur la surface conductrice des échantillons ; cette couche d'oxyde est caractérisée par la présence de l'élément oxygène, révélée par les résultats de l'analyse EDS présentée au chapitre 3. Par ailleurs, la résistivité du cuivre oxydé est bien supérieure à celle du cuivre non oxydé ou cuivre nettoyé selon les valeurs de résistance de contact [3]. Il ne faut pas non plus négliger la présence de l'amorce des microfissures observées au MEB (Cf. chapitre 3)

Pour palier ce problème d'oxydation, nous avons procédé à une autre étude, celle de l'influence de la température sur des échantillons revêtus d'une couche conductrice protégeant le cuivre, appelée couche de passivation.

4.1.4 Influence des couches de passivation

Cette étude concerne les échantillons dont la couche mince conductrice est recouverte d'un revêtement d'or ou d'étain. La dorure est réalisée par électrolyse à partir d'une solution aqueuse d'or portée à 45°C par l'appareil de galvanoplastie, Galvano Flash [4], alors que l'étamage est réalisé à partir d'une solution chimique d'étain à froid.

Les résultats des mesures de la résistivité des couches des échantillons avant et après passivation sont résumés dans le **Tableau 4-1**. Les valeurs que l'on utilisera par la suite sont des valeurs moyennes pour plusieurs mesures.

Tableau 4-1 : résistivité des échantillons en couche minces passivé

	Non passivé	Etamé	Doré
Résistivité [$\mu\Omega.cm$]	1,7 à 2,3	1,7 à 1,8	1,8 à 2

En passivant les couches de cuivre, nous constatons une diminution de la résistivité d'environ 10 % par rapport à celle de l'échantillon non passivé

Afin de montrer l'influence de la passivation sur la résistivité, nous avons recuit les échantillons ainsi passivés puis des mesures de résistivité ont été réalisées pour chaque traitement thermique. Les résultats de ces mesures ont été normalisés par rapport aux valeurs avant le traitement thermique et représentées à la **Figure 4-6**. D'après cette figure, nous montrons que le recuit n'a pratiquement pas d'influence sur la résistivité des couches sur l'échantillon doré. Il en est de même pour les échantillons étamés.

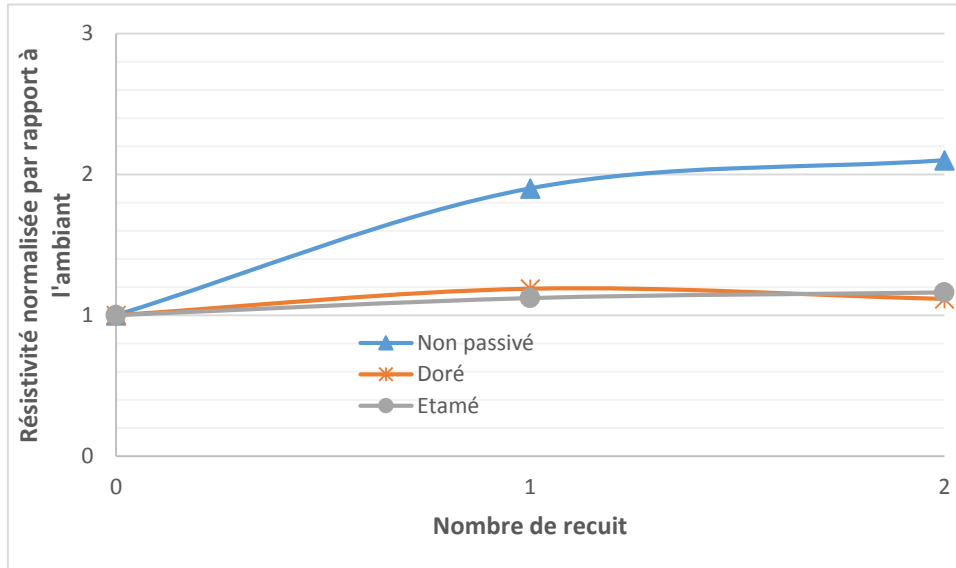


Figure 4-6 : Evolution de la résistivité des couches minces en fonction du nombre de recuit à 200°C

A la **Figure 4-6** sont présentées la résistivité normalisée des échantillons sans passivation et celle des échantillons passivés (dorés ou étamés) en fonction du nombre de recuits subis par ces échantillons ; le premier point (0) étant celui des échantillons non recuits.

Cette figure montre clairement que, après recuit, les couches de passivation présentent une augmentation de la valeur de la résistivité de moins de 20% alors que les couches non passivées ont une augmentation de 110%. La légère augmentation de la résistivité des couches passivées n'est plus due à l'oxydation car l'un des objectifs de la passivation est d'empêcher la corrosion et d'augmenter la conductivité. En effet, la couche d'étain protège contre la corrosion entre 150°C [5] et 200°C [6] De plus l'or a une forte résistance à la corrosion selon plusieurs tests de résistance à la corrosion, en atmosphère à humidité saturée et en présence du dioxyde de soufre [7]. Cette faible augmentation n'était plus liée à l'oxydation comme au paragraphe 4.1.3, l'amorce microfissures observées au MEB peuvent expliquer cette augmentation.

4.1.5 Etude de vieillissement

Une étude sur le vieillissement a également été faite et elle a montré que, pour les échantillons réalisés 8 mois auparavant la résistivité varie comme suit :

- Pour les échantillons non recuits et recuit à 100°C, elle reste invariable ;
- Pour les échantillons recuit à 150°C, on a observé une augmentation d'environ 25%
- Pour les échantillons recuits à 200°C, la résistance est tellement élevée qu'elle est non mesurable par le LCR-mètre.

En absence de produits chimiques extérieurs et tant que la température n'excède pas 200°C, l'infime couche d'oxyde cuivrique qui se serait formée croit très lentement [8] ; cela peut justifier les résultats de l'étude du vieillissement sur les couche de cuivre non recuites et recuites jusqu'à 150°C. Jusqu'à un recuit de 100°C, l'oxyde créé en surface de la couche de cuivre crée une barrière qui empêche une oxydation en profondeur. A partir de 150°C, on peut supposer que de nombreux défauts (amorces d'oxydation) sont créés qui vont augmenter au cours du temps de l'oxydation. Pour les échantillons recuits à 200°C, l'oxyde s'est

suffisamment formé et peut continuer de croître dans la couche, d'où cette forte augmentation de la résistivité.

4.1.6 Bilan

Cette étude sur les couches minces porte exclusivement sur la mesure de la résistivité. L'influence de divers paramètres dont le recuit et le revêtement sur la valeur de cette résistivité est présentée. La valeur moyenne de la résistivité des couches minces après le dépôt est comprise entre 1,8 et 2 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$. Cependant cette valeur varie plus ou moins avec les paramètres d'études. Ainsi :

- Elle ne varie pratiquement pas avec la température de recuit jusqu'à 150°C (augmentation de 5% au premier recuit et 15% au second) puis augmente énormément jusqu'à atteindre 110% pour les températures de recuit de 200°C !
- Cette augmentation est moins remarquable pour les échantillons Cu/Al₂O₃ (moins de 20%), cela est due à l'état de surface du substrat qui est meilleur que celui du YIG ;
- En procédant à une passivation, on trouve alors que la résistivité n'augmente plus considérablement avec le recuit, elle est limitée à 20% d'augmentation quelque soit la température et le nombre de recuit ; ceci montre l'intérêt de passiver notre couche conductrice de cuivre lorsque l'on veut l'utiliser sous une température de plus de 150°C.
- Pour le vieillissement, sur les échantillons non recuits et à 150°C, une faible couche d'oxyde qui s'y dépose croît difficilement ; en conséquence, une faible augmentation de la résistivité est observée pour les échantillons recuits à 150°C. Par contre, pour les échantillons recuits à 200°C, la couche d'oxyde croît fortement, la résistivité est énormément affectée : elle est très élevée ; ceci se traduit par une résistance élevée et non mesurable par le LCR-mètre.

4.2 Etude des composants

Cette partie a pour objectif d'évaluer les caractéristiques des composants microélectroniques planaires réalisés. Il s'agit des inductances planaires à une couche de matériau magnétique. Le modèle équivalent de l'inductance, aux fréquences de caractérisation, est égal à une résistance associée à une inductance en série. Deux paramètres principaux sont pris en compte dans ces études : mesures en température (chauffage – refroidissement) et mesures en fonction de la température de recuit. Nous présenterons d'abord le dispositif utilisé pour la caractérisation ensuite les composants caractérisés puis les résultats.

4.2.1 Présentation du banc de mesure : impédancemètre

Ce dispositif est constitué de l'impédancemètre Agilent 4294A fonctionnant entre 40Hz et 110MHz ; une station sous pointes dotée d'une binoculaire permettant de positionner les pointes sur les bornes des composants à caractériser. Le *chuck* de cette station peut être porté à haute température (jusqu'à 200°C) par un système de chauffage connexe. Ces éléments sont présentés dans la **Figure 4-7**.

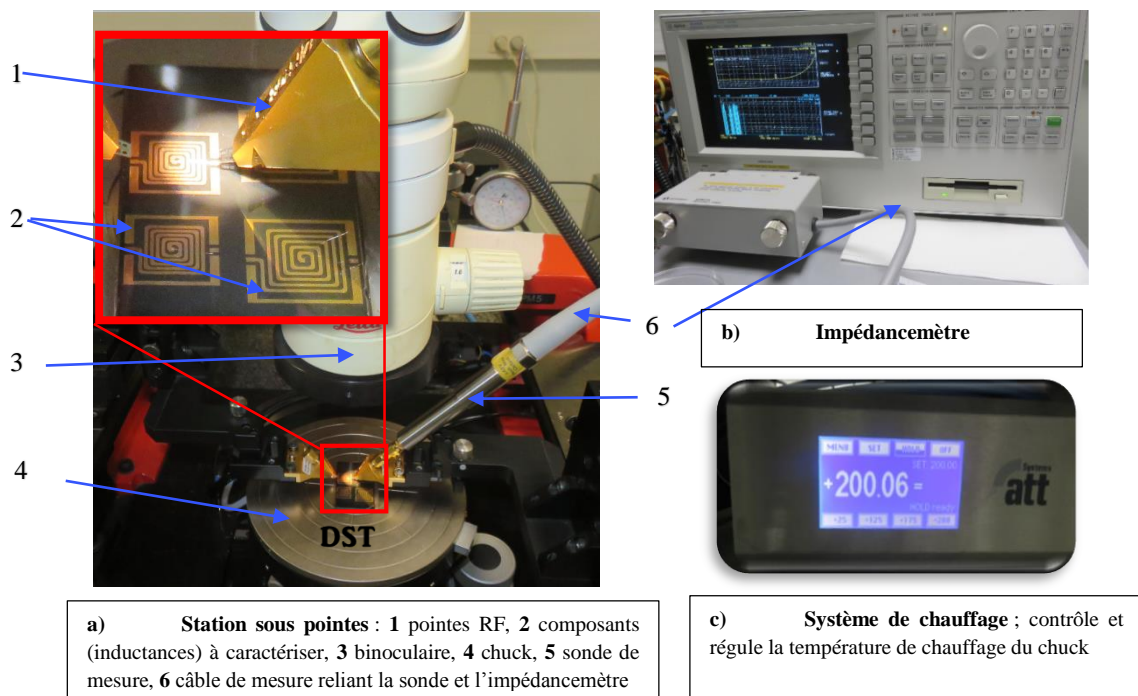


Figure 4-7 : Banc de caractérisation composants planaires à l'impédancemètre

4.2.2 Réalisation des mesures

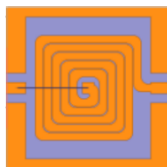
Après avoir réalisé la calibration OPEN-SHORT-LOAD au niveau des pointes RF, nous procédons aux mesures. Nous avons fait trois séries de mesures à savoir :

- Mesures des composants à la température ambiante
- Mesures des composants recuits à 150°C ou à 200°C
- Mesure des composants en température (chauffage-refroidissement), après stabilisation de la température, (le temps de mesure est d'environ une minute comprend la descente et le positionnement des pointes et l'enregistrement de la mesure).

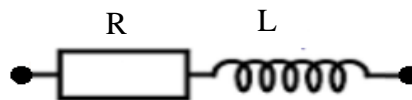
Les composants caractérisés sont des inductances réalisées au LaHC. Elles sont constituées d'une spirale de cuivre sur un substrat de YIG collé sur un support mécanique en verre. Les composants caractérisés ont différentes dimensions, pour ce qui concerne le nombre de spires, la largeur du conducteur et la distance entre les spires ; par contre l'épaisseur du conducteur a été fixée à 5 μm . Les dimensions des inductances caractérisées sont les suivantes :

- Nombres de spires : 5, 10 et 15 ;
- Largeurs de piste entre 100 μm et 400 μm
- Distance entre les spires entre 50 μm et 400 μm
- Epaisseur de cuivre : 5 μm

Le principe de mesure consiste à faire une mesure vectorielle du courant et de la tension. L'appareil calcule alors l'impédance complexe à chaque fréquence. Dans notre cas, nous modéliserons les composants par un circuit R-L série comme le montre la **Figure 4-8**.



Composant : 9cmx9cm



Modèle équivalent des composants en basses fréquences

Figure 4-8 : Composant (Inductance) et son modèle équivalent en basses fréquences

Pour ce modèle choisi, l'impédance complexe calculé par l'appareil s'écrit sous la forme :

$$\underline{Z}(\omega) = R(\omega) + j\omega \cdot L(\omega) \quad 4.1$$

L'appareil calcule les parties réelle (résistance) et imaginaire (réactance) de l'impédance caractéristique du composant (**Figure 4-9**). A partir du modèle électrique présenté précédemment, on peut déterminer les caractéristiques R et L du composant. Afin d'extraire correctement les éléments du modèle, il faut un déphasage compris entre 10° et 80° sinon l'incertitude sur l'extraction soit de R soit de L sera trop élevée.

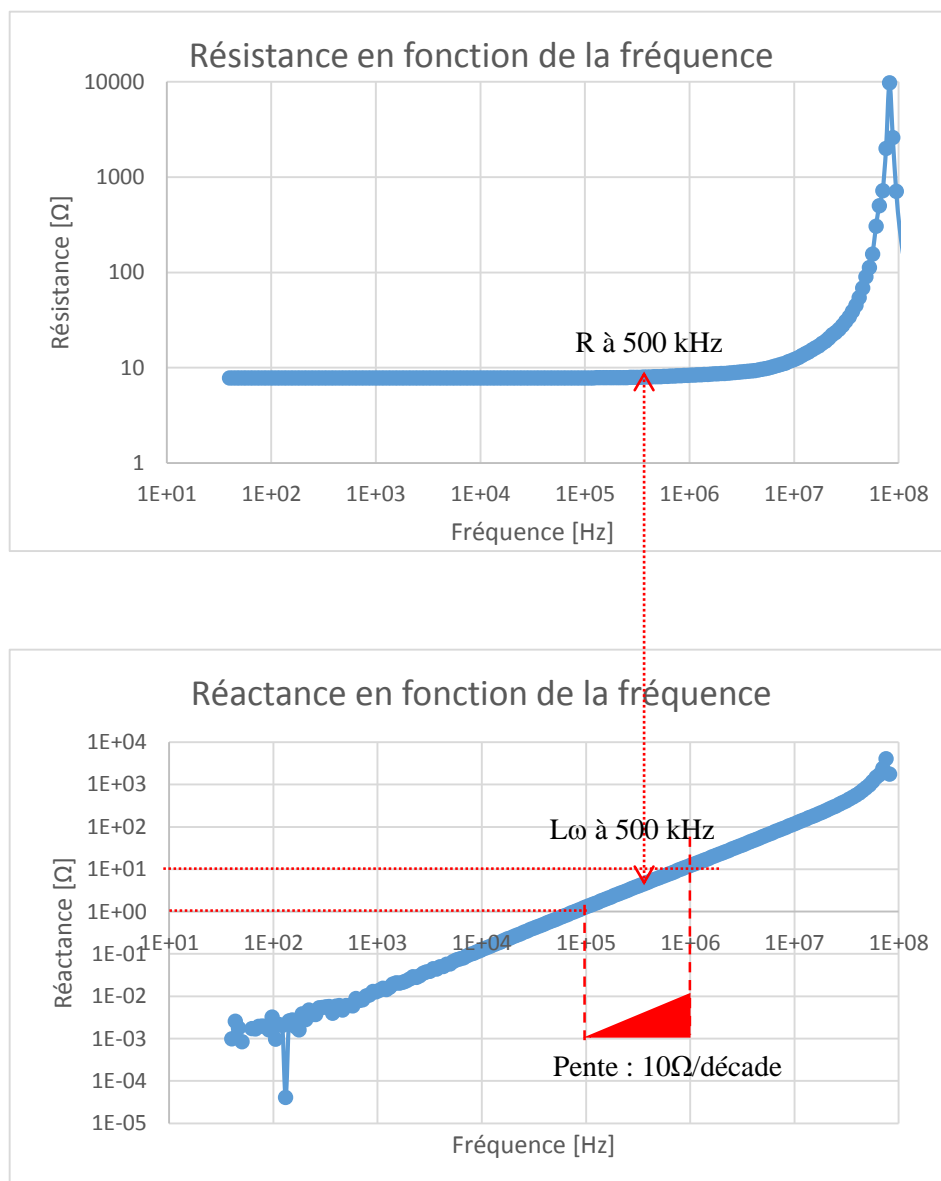


Figure 4-9 : Résistance et réactance d'une inductance 8x12 mm², 15 spires en fonction de la fréquence

A partir de cette mesure, on constate que la partie réelle égale à la résistance R est constante jusqu'à 1 MHz. Au-delà de cette fréquence, la résistance augmente ce qui se traduit par l'apparition de l'effet de peau et de proximité dans la structure [9].

Concernant la partie imaginaire, on constate que l'on a une pente de 10 Ω par décade, ce qui correspond à une pente de 20 dB par décade, ce qui correspond bien à l'extraction d'un composant inductif pur.

Pour la suite de nos travaux, nous nous placerons à une fréquence de 500 MHz, où dans cette zone, on ne voit pas apparaître l'effet de peau et de proximité dans la structure et que le déphasage introduit par la partie réelle et la partie est supérieur à 10° et inférieur à 80° .

4.2.3 Résultats et discussions

Les trois séries de mesures nous ont permis de faire deux études : une étude de l'influence de la température de recuit et une étude des composants en température. La première consiste à mesurer les caractéristiques des composants avant et après les différents recuits ; la seconde quant à elle est une caractérisation du composant dans un environnement chauffant (le chuck).

4.2.3.1 Influence du recuit sur les composants

Nous avons montré que le recuit à la température de 200°C a une influence considérable sur la résistivité des couches minces. Nous présentons maintenant l'influence de ce traitement thermique sur les caractéristiques des composants, en l'occurrence la résistance et l'inductance. Les composants caractérisés n'ont pas tous les mêmes paramètres géométriques, par conséquent ils n'ont pas des caractéristiques (R et L) identiques ; pour cela, nous normaliserons les valeurs après les recuits par rapport aux valeurs avant les recuits. Toutefois, nous présentons les résultats des mesures de ces caractéristiques pour trois composants identiques (nombre de spires, largeurs de piste et distances entre les spires) avant et après recuits à 150°C .

Nous constatons dans la **Figure 4-10** que la résistance du composant varie très peu après le recuit à 150°C alors que l'inductance ne varie pratiquement pas. Afin d'exprimer les évolutions de la résistance et de l'inductance en fonction du recuit, nous avons fait la moyenne des valeurs normalisées de toutes les mesures (avant et après recuit).

Cette figure révèle que l'inductance ne varie pas quelle que soit la température de recuit alors que la résistance augmente fortement dès que la température de recuit est supérieure à 150°C. Ces deux grandeurs sont fonction des dimensions géométrique de la piste conductrice et de la propriété magnétique, μ_r , du matériau magnétique pour la première, et de la propriété électrique, ρ , pour la seconde. Elles s'expriment par (pour un noyau magnétique en circuit fermé) :

$$L = \mu_0 \mu_r N^2 \frac{S}{l} \quad 4.2$$

$$R = \rho \frac{S}{l} \quad 4.3$$

Avec μ_0 et μ_r respectivement la perméabilité du vide et celle du matériau magnétique, N le nombre de spire, S et l respectivement la section et la longueur du conducteur et ρ la résistivité du conducteur.

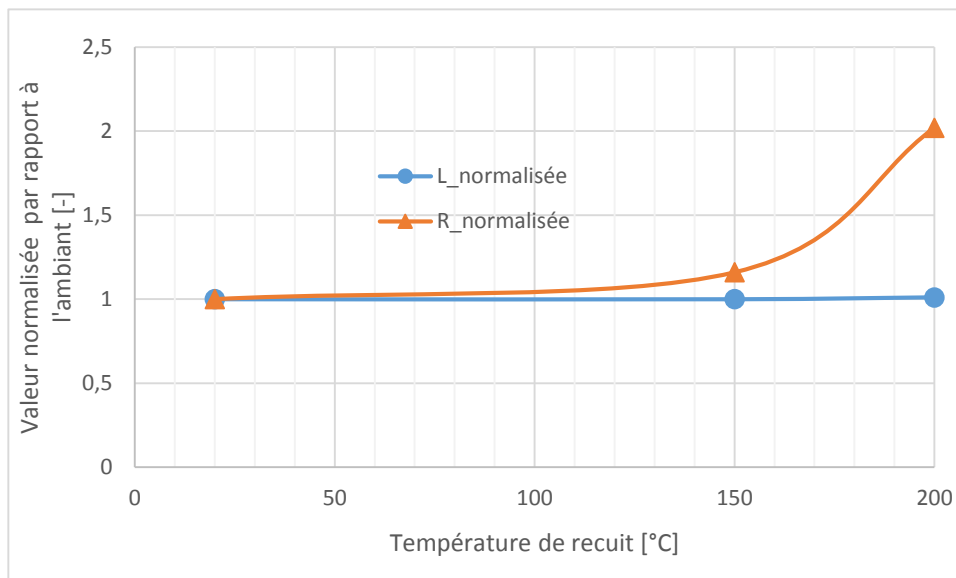


Figure 4-10 : Evolution de la Résistance et de l'Inductance en fonction de la température de recuit

Etant donné que les propriétés μ_0 et μ_r ne varient pas à ces températures de mesure, on peut dire que l'inductance L (équation 4.2) est uniquement fonction de la section (S) et de la longueur (l) de la spirale. La non variation de l'inductance comme le montre la **Figure 4-10** nous permet de conclure qu'il n'y a pas de changement de géométrie de la piste conductrice après les recuits.

La valeur de la résistivité augmente si un recuit est appliqué à 200°C. Comme nous venons de souligner que les paramètres géométriques ne variaient pas, d'après l'équation 4.3, seule la résistivité augmente donc.

L'augmentation de R qui va jusqu'à doubler celle avant le recuit à 200°C rejoint les résultats de la résistivité sur la couche conductrice où l'on avait une augmentation de la résistivité qui allait jusqu'à 110% (**Figure 4-3**) de la valeur avant le recuit. Cette augmentation a été justifiée par la présence d'éléments contaminants à la surface du cuivre révélée par l'analyse EDS (chapitre 3).

4.2.3.2 Influence du cyclage

Au cours des mesures concernant cette étude, les composants sont chauffés via un chuck. Ce système permet d'élever la température graduellement et la stabiliser à une valeur souhaitée. Ainsi, avant d'enregistrer toute mesure, la température est stabilisée à la valeur concernée pendant quelques minutes. Les résultats des mesures pendant le chauffage et refroidissement sont donnés dans la **Figure 4-11** pour l'inductance et la **Figure 4-12** pour la résistance.

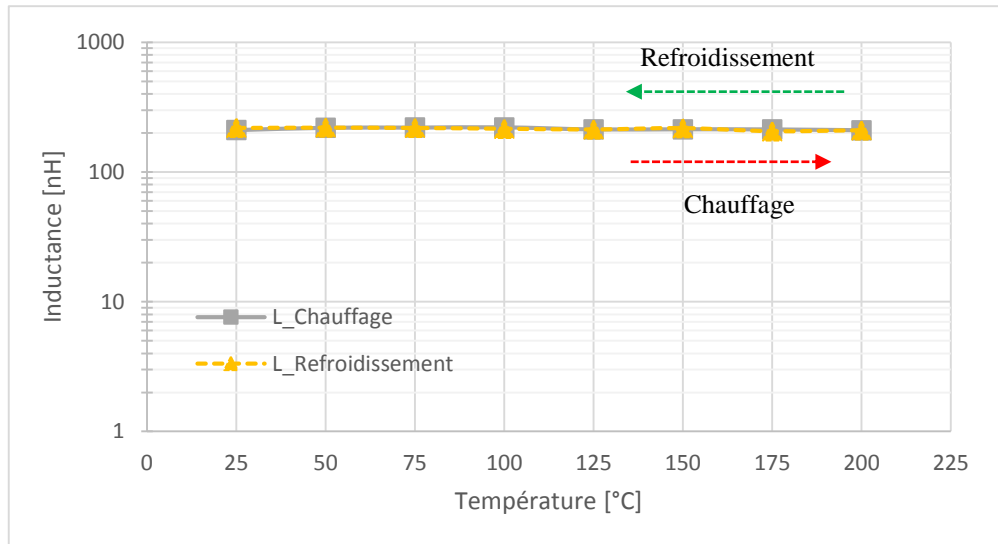


Figure 4-11 : Evolution de la caractéristique L (inductance) d'un composant avec la température

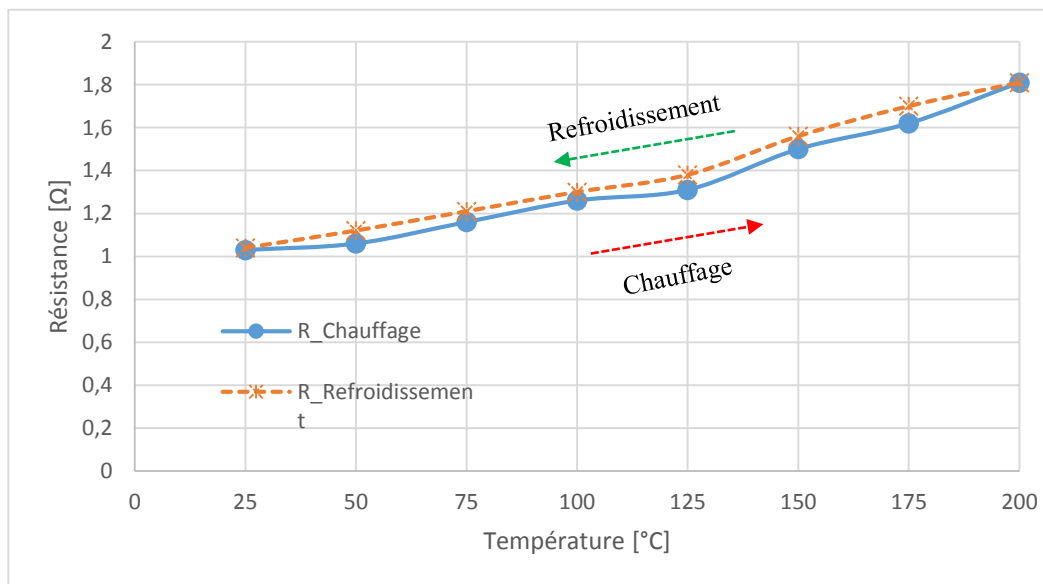


Figure 4-12 : Evolution des caractéristiques d'un composant avec la température

Les résultats donnés dans les figures ci-dessus montrent que l'inductance ne varie pas alors que, la résistance augmente quasi linéairement.

Comme la valeur de l'inductance dépend essentiellement de la géométrie de la spirale conductrice du composant, cette invariabilité en fonction de la température (entre 20 et

200°C) nous conduit à conclure que, jusqu'à 200°C, la température n'a pas d'influence sur la géométrie (du point de vue macroscopie) de la spirale.

La valeur de la résistance quant à elle augmente considérablement (environ 75% à 200°C) par rapport à l'ambient. Cette augmentation suit la loi suivante [10] :

$$R = R_{20}(1 + \alpha\Delta T) \quad 4.4$$





Avec R et R₂₀ respectivement la résistance à la température souhaitée et la résistance à 20°C, ΔT la variation de température (ΔT = T - 20°C) et α le coefficient de température.

Avec les deux mesures (R et R₂₀), on peut déterminer le coefficient de température par la relation suivante :

$$\alpha = \frac{\left[\frac{R}{R_{20}} - 1 \right]}{\Delta T} \quad 4.5$$

La valeur du coefficient de température (à ne pas confondre avec le coefficient de dilatation thermique) typique pour le cuivre Cu-a1 (Cu-ETP) déterminé à 20°C est de 0,00393/°C [10] [11], toutefois elle peut varier entre deux valeurs extrêmes qui sont 0,0031/°C et 0,0043/°C selon les nuances de cuivre [12]. En utilisant la formule de l'équation 4.5, nous avons calculé le coefficient α pour nos mesures ; cette valeur est donnée dans le **Tableau 4-2**, à toutes les températures de mesure, avec ΔT = T - 25°C.

Tableau 4-2 : valeurs mesurées de la résistance du composant et calculées du coefficient de température α

T [°C]		25	50	75	100	125	150	175	200
R [Ω]		1,03	1,06	1,16	1,26	1,31	1,50	1,62	
		1,04	1,08	1,21	1,30	1,38	1,56	1,70	1,81
α [x10 ⁻³ /°C]			1,2	2,5	3,0	2,7	3,7	3,8	4,3
			3,1	3,3	3,3	3,3	4,0	4,2	4,2

Les flèches dans ce tableau indiquent si nous sommes en cycle de chauffage (flèches rouges de sens vers la droite) ou de refroidissement (flèches vertes de sens vers la gauche). Les cases de couleur correspondent aux valeurs comprises dans l'intervalle donné par [10-12].

Les calculs du coefficient de température des échantillons mesurés donnent des valeurs qui sont bien dans la plage indiquée par la littérature (entre 3,1.10⁻³ et 4,3.10⁻³/°C)

(Figure 4-13) ; la variation du coefficient α peut être expliquée par le fait que lors de l'acquisition de la mesure, le temps de stabilisation de la température peut être insuffisant car en effet, la température doit se propager dans le substrat de verre (mauvais conducteur thermique, $\alpha_{th} = 3,2 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$, pour le pyrex [13]) et dans la couche magnétique (moyen conducteur thermique, $\alpha_{th} = 10 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) avant de se diffuser dans la couche conductrice.

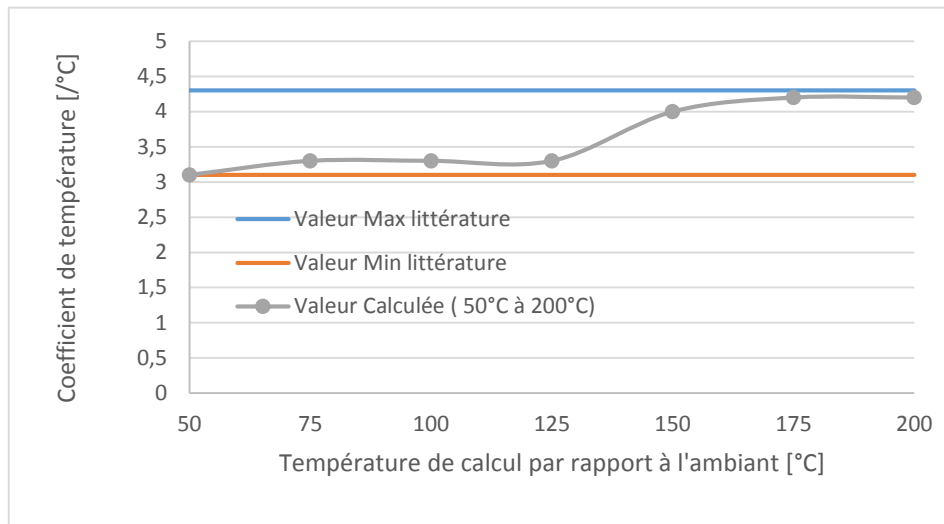


Figure 4-13 : Coefficient de température : valeurs calculées comparées à la littérature

D'autre part, on constate que l'on retrouve la valeur initiale de la résistance avant cyclage. Cela peut être expliqué par deux phénomènes :

- La structure n'a pas été modifiée, ce qui peut se traduire par le fait que les contraintes introduites par le cyclage n'entraînent pas des déformations permanentes car les valeurs de l'inductance ne varient pas. Même si nous avons remarqué par étude numérique que la couche mince de cuivre était dans le domaine élastique (petites déformations réversibles), la variation des paramètres géométriques est trop faible pour observer une variation au niveau des mesures électriques.
- Le temps de chauffage-refroidissement est moins important que pour un recuit, les transformations dans la microstructure sont moins importantes que dans le cas des composants recuits et de ce fait, il n'y a pas de formation de couche d'oxydes en surface dans ce cas de figure. Comme lors de la

montée/descente en température on retrouve la valeur de R identique, la résistivité la résistivité ne varie donc pas (pas de déformation irréversible dans le matériau), cette variation est donc liée au coefficient α . Ceci est dû à l'agitation thermique des électrons dans le matériau.

4.2.3.3 Bilan

L'étude sur les composants a permis de mettre en évidence que :

- Quelque soit l'étude (recuit ou cyclage c'est-à-dire chauffage-refroidissement), la valeur de l'inductance des composants caractérisés ne varie pas, ce qui veut dire que leur géométrie externe n'évolue pas selon cette étude.
- Pour la résistance, elle augmente surtout après le recuit à la température de 200°C ; une augmentation qui va jusqu'à 2 fois sa valeur avant le recuit, ce qui est concordant avec les mesures de la résistivité. Pour l'étude en température, la résistance augmente quasi linéairement et ne dépend que du coefficient de température du cuivre. Après refroidissement, la résistance revient à la valeur initiale, ceci traduit une non détérioration des propriétés du composant, comme le montre la **Figure 4-14** où nous observons aucune fissure ni aucun décollement de la couche conductrice constituant l'inductance pour différent traitement thermique.

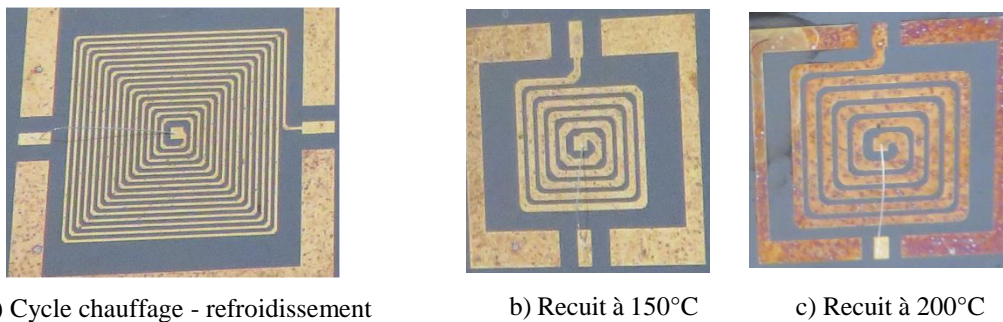


Figure 4-14 : Echantillons ayant subi un cycle chauffage refroidissement (a), un recuit à 150°C (b) et un recuit à 200°C (c)

4.3 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons fait deux études en fonction de la température : une étude sur les couches minces de cuivre pleine plaque et une étude sur les composants réalisés au LaHC, en l'occurrence des inductances planaires.

A l'issue de l'étude des couches minces, nous avons montré que la résistivité ne varie presque pas après un recuit de 150°C par contre, elle augmente énormément (jusqu'à 110%) après un recuit à 200°C et aussi si on multiplie le nombre de recuit ce qui corrobore les analyses physico-chimiques du chapitre précédent, où l'on note la présence de l'élément oxygène plus important après un recuit de 200°C par rapport à un recuit à 150°C. Mais une solution est trouvée en réalisant une couche de passivation d'or ou d'étain. En faisant cela, la résistivité évolue faiblement pour une température de recuit de 200°C et ce quelque soit le nombre de recuit (jusqu'à deux recuits).

Pour les études des composants planaires, nous avons établi que l'inductance ne varie presque pas quelque soit la température de recuit ; elle reste également constante lors du cycle chauffage – refroidissement. Par contre, la résistance évolue de la même manière que la résistivité des couches minces et ce pour les mêmes causes. Pour des composants recuits à 200°C, la résistance augmente jusqu'à 2 fois la valeur de celle des composants non recuits alors qu'elle reste invariable pour les composants recuits à 150°C.

Lors d'un cyclage en température, la résistance augmente linéairement lors du processus de chauffage, ceci uniquement dû au coefficient de température du cuivre. Lors du cycle de refroidissement, la résistance diminue linéairement et revient à sa valeur initiale. Ceci traduit que les contraintes engendrées par ce cycle sont dans le domaine élastique et qu'elles sont relaxées après le cycle.

Tous ces résultats valident que la température n'a pas d'influence sur la géométrie ni l'intégrité mécanique de nos échantillons. Elle favorise seulement la formation de couches d'éléments contaminants sur la surface conductrice qui fait augmenter la résistivité et donc la résistance, mais une solution à ce problème existe et consiste à déposer une couche de passivation d'or ou d'étain sur la couche de cuivre.

Références du chapitre 4

- [1] A. MOUSTAGHFIR, Elaboration et caractérisation de couches minces d'oxyde de zinc. Application à la protection du polycarbonate, Thèse, Université Blaise Pascal, 2004, pp. 63-67.
- [2] Institut Européen du cuivre, membre de Copper Alliance, «Les propriétés du cuivre,» [En ligne]. Available: <http://copperalliance.fr/le-cuivre/les-proprietes-du-cuivre>. [Accès le 20 Septembre 2015].
- [3] L. FECHANT, Le Contact Electrique – Phénomène Physiques et Matériaux, HERMES éd., Paris: Collection SEE, 1996, pp. 56-57.
- [4] VEYRET (Ets), «Rhodiator, Appareil Galvano Flash 10 A / 2 Cuves,» [En ligne]. Available: <http://www.veyret.fr/rhodiator-appareil-galvano-flash-10-a-2-cuves-c2x22985842>. [Accès Mars 2017].
- [5] D. CHAPMAN, «Copper In Electrical Contacts,» *Copper Development Association*, n° %1223, 2015.
- [6] CMA (Cable Manufacturing and Assembly CO. INC.), *When and Where to use tinning*.
- [7] J. SONG, L. WANG, A. ZIBART et C. KOCH, «Corrosion Protection of Electrically Conductive Surfaces,» *Metals*, n° %12, pp. 450-477, 2012.
- [8] D. CHAPMAN, «High Conductivity Copper for Electrical Engineering,» *Copper Development Association*, n° %1122, 1998.
- [9] A. A. ABDERAHIM, Etude des pertes dans les enroulements des composants passifs planaires, Saint Etienne: Thèse, Université Jean Monnet, 2016, pp. 110-117.
- [10] G. TOUSSAINT, «Module 5 : Résistivité, loi de Pouillet - Effets thermique,» [En ligne]. Available: <http://www.ecoles.cfwb.be/arjrcouvin/Cours%204ttr/Module%205.pdf>. [Accès Mai 2017].
- [11] ELEKTRISOLA, «ELEKTRISOLA Enamalled Copper Wire,» [En ligne]. Available: <http://www.elektrisola.com/fr/metaux-et-alliages/cuivre.html>. [Accès Avril 2017].
- [12] «Résistance d'un matériau conducteur en fonction de la température,» [En ligne]. Available: <http://f5zv.pagesperso-orange.fr/RADIO/RM/RM23/RM23B/RM23B26.html>. [Accès Avril 2017].
- [13] SCERAM Ceramics, «Fiche Matière Pyrex,» [En ligne]. Available: <http://www.sceram.com/upload/fiches%20mati%C3%A8res/pdf%20mati%C3%A8res/Pyrex.pdf>. [Accès Avril 2017].

Conclusion et Perspectives

Conclusion et perspectives

Le contexte de nos travaux était l'étude de l'influence de la température sur les structures en couches minces en vue de réaliser des composants magnétiques planaires. Les composants étudiés au cours de cette thèse sont des inductances planaires réalisées sur substrat de magnétique en vue d'une tenue en température pouvant atteindre 200°C. Pour cela, nous nous sommes intéressés à la caractérisation des couches minces et des composants en fonction de la température (après recuit et durant un cyclage).

Dans un premier temps, nous avons présenté les composants planaires multicouches. La structure de ceux-ci est constituée d'un empilement de couches minces de différents matériaux à savoir les matériaux magnétique, conducteur et diélectrique. Les propriétés de ces matériaux peuvent être dégradées par la température et cela affectera la fiabilité du composant. Une bibliographie sur la topologie du composant étudié – inductance planaire – et sur le transformateur a été faite. Dans un deuxième temps, nous avons présenté les matériaux constituant les composants étudiés ; il s'agit du matériau magnétique, le YIG (grenat de fer et d'yttrium), et du matériau conducteur, le cuivre. Leurs propriétés électriques magnétiques et mécaniques sont évoquées. La technique d'élaboration des couches minces étudiées, la pulvérisation cathodique, a été présentée suivie de la fabrication des inductances par les techniques classiques de la microélectronique en salle blanche et la gravure humide. Les couches minces et composants étant réalisés, nous avons présenté les différentes techniques permettant de les caractériser mécaniquement, morphologiquement, électriquement et aussi de manière physicochimique. Parmi ces techniques, nous avons la nanoindentation qui a permis de déterminer le module d'Young de la couche mince de cuivre d'une part, et la limite élastique des couches minces de cuivre d'autre part. Un banc permettant de déterminer les contraintes critiques de la couche mince de cuivre en fonction de la température a été développé. Dans les deux derniers chapitres de ce manuscrit sont présentés les travaux de caractérisations effectués sur les couches minces et les composants.

Le troisième chapitre qui est exclusivement consacré à la caractérisation mécanique morphologique et physicochimique a traité deux aspects : la simulation numérique 3D et la caractérisation mécanique. Dans un premier temps, nous avons déterminé les contraintes thermomécaniques dans la structure étudiée (5 μm de cuivre sur 1 mm de YIG) avec le solveur

3D, COMSOL. Cette étude nous a permis de déterminer les contraintes à l'interface des deux matériaux autour de 305 MPa, où les contraintes sont en tension, après le dépôt de la couche mince, et, lorsque la structure est portée à 200°C, ces contraintes décroissent jusqu'à la valeur de 150 MPa, ces contraintes sont en compression. En réalisant un cycle de chauffage-refroidissement, nous avons trouvé que les contraintes n'évoluent plus après un deuxième recuit. Nous avons aussi observé que les contraintes thermomécaniques n'ont pas d'influence sur l'adhésion de la couche mince car la limite élastique de celle-ci est largement supérieure à la valeur des contraintes du point de vue de Von Mises. Dans un second temps, des caractérisations expérimentales ont été entreprises. C'est ainsi que nous avons caractérisé les couches minces au profilomètre pour déterminer leur rugosité et mesurer le rayon de courbure permettant de calculer les contraintes du point de vue de Stoney, puis au MEB couplé à l'outil EDS afin de vérifier la morphologie de la couche mince de cuivre et de déterminer la présence d'éléments étrangers. Enfin à l'aide d'un banc de traction développé durant cette thèse, les contraintes critiques ont été déterminées. Les mesures des rayons de courbure nous ont permis de trouver que les contraintes en couche mince sont en moyenne autour de 125 MPa après le dépôt, 150 MPa après le premier recuit et 138 MPa après le deuxième recuit. La microscopie électronique a révélé une augmentation de la taille des grains avec la température de recuit sauf pour un recuit à 200°C où la taille des grains est inférieure à celles des recuits à 100°C et 150°C. Ces résultats s'expliquent par le fait que la température de 200°C correspond à la température de recristallisation du cuivre. La microanalyse EDS a mis en évidence la présence d'oxydes à la surface de la couche mince de cuivre caractérisé par un pic de l'élément oxygène dans le spectre de raies de l'échantillon. Des tests de traction ont permis de déterminer les contraintes critiques en température et en fonction de la température de recuit ; ces tests ont montré que, à la température ambiante, l'adhérence des couches minces de cuivre augmente avec la rugosité, mais lorsque la température augmente, cette adhérence diminue avec l'augmentation de la rugosité. Pour les échantillons recuits, nous avons trouvé que la couche mince recuite à 100°C ou 150°C adhère mieux sur le substrat de YIG que la couche mince recuite à 200°C.

Le quatrième et dernier chapitre de ce manuscrit, concernait la caractérisation électrique des couches minces et des composants planaires. Deux bancs de caractérisation ont permis d'étudier l'évolution des propriétés de la couche mince, à savoir sa résistivité, et les caractéristiques du composant, qui sont la résistance et l'inductance. Les études réalisées avec le LCR-mètre ont mis en évidence une augmentation de la résistivité avec la température de

recuit, à partir de la température de 150°C ; cette augmentation va jusqu'à doubler la valeur de l'échantillon non recuit, ce qui est due à la présence d'une couche d'oxydation sur la surface de la couche recuite. Cette étude a aussi montré que la résistivité de la couche mince sur un substrat moins rugueux (Alumine) n'augmente pas jusqu'à 110% mais seulement d'environ 20%. Une solution à ce problème a été trouvée ; cela consiste à passiver la couche avant les différents traitements thermiques. Cette passivation permet donc d'inhiber ou d'atténuer la formation ou la progression de l'oxydation. Ainsi, pour une couche passivée, l'augmentation de la résistive serait de moins de 20% seulement après traitement thermiques. Pour des couches minces ayant été réalisés depuis 8 mois et non passivées, la résistivité ne varie pratiquement pas pour les échantillons non recuits et recuits à 100°C par rapport aux mesures avant entreposage, alors qu'elle augmente de 25% pour les recuits à 150°C et une très forte augmentation pour le recuit à 200°C a été observée. La caractérisation des composants a été réalisée avec l'impédancemètre Agilent 4294A ; les mesures ont montré une augmentation de la résistance du composant avec le recuit dans le même ordre de grandeur que l'augmentation de la résistivité des couches minces. Cette augmentation, pour un recuit de 200°C, est environ 2 fois la valeur de la résistance du composant non recuit. Pour les études en température, la résistance augmente avec la température suivant la loi de résistance et elle retrouve sa valeur initiale lorsque la température revient à l'ambient. L'inductance ne varie pas ni après un recuit ni lors d'un fonctionnement « en température », ce qui témoigne de la non déformation de la structure géométrique du composant.

Toutes ces études ont montré que pour une température allant jusqu'à 200°C, celle-ci n'a pas d'influence ni sur l'adhésion de la couche mince de cuivre sur le substrat de YIG ou d'alumine, ni sur les caractéristiques électriques de l'inductance planaire. En effet, l'augmentation de la résistance avec la température est due uniquement au coefficient de température α .

Les études en simulation numérique durant cette thèse ont été faites en considérant que les constantes de la structure (substrat – couche mince) restent dans le domaine élastique. Or au-delà d'une certaine contrainte, même si le matériau reste toujours élastique après suppression de la sollicitation, ses propriétés varient légèrement. Une des perspectives à ce travail consiste à faire des études non plus en considérant les matériaux dans le domaine

élastique mais dans le domaine élasto-plastique et par conséquent d'utiliser un modèle mécaniquement non linéaire.

Pour compléter l'étude matériau de la couche conductrice, une solution serait d'étudier les contraintes en utilisant des méthodes non destructives. Par exemple pour les échantillons recuits on pourrait utiliser la diffraction des rayons X, une des nombreuses méthodes non destructives pour la détermination des contraintes résiduelles [1]. Concernant l'étude en température, on pourra utiliser un profilomètre couplé à un chuck chauffant où l'on pourra déterminer les contraintes en réalisant des cycles chauffage-refroidissement.

Concernant le composant, on pourra s'intéresser à développer un modèle électrique du composant en fonction de la température pour aller par la suite le caractériser dans son environnement de travail. On s'intéressera aux composants constitués d'un empilement de plus de deux couches minces de matériaux, par exemple le transformateur planaire réalisé au laboratoire et présenté dans la thèse de A. T. MAHAMAT [2].

Une forte puissance (fort courant, de l'ordre d'un Ampère) injectée à un composant entrainera une augmentation des pertes par effet joule et donc une élévation de la température dans la structure de ce composant. Il serait alors judicieux d'étudier l'influence de cette température sur l'intégrité du composant et sur ses caractéristiques électriques.

On pourra également étudier l'influence du nombre de cycle « chauffage – refroidissement » sur les propriétés du matériau magnétique (YIG) puisque sa température de Curie n'est pas très grande (280°C) devant la température d'étude.

Références de la conclusion

- [1] V. HAUK, Éd., *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods*, ELSEVIER, 1997.
- [2] A. T. MAHAMAT, Conception, Réalisation et Caractérisation d'un Transformateur de Commande, Saint Etienne: Thèse, Université Jean Monnet, 2017.

Annexes

Annexes

Annexe 1 : Structure cristallographique des matériaux utilisés

Les deux constituants de la structure étudiée dans ce document sont des matériaux qui cristallisent dans un réseau cubique à face centré (CFC)

A1-1 Structure cristallographique du substrat, YIG

Le YIG possède une structure cubique à face centrée et son groupe de recouvrement est le groupe Ia3d [1] [2], [3]. La maille élémentaire contient huit éléments de formule $Y_3Fe_5O_{12}$ [4], ou quatre groupements $5Fe_2O_3$, $3Y_2O_3$, soient 160 ions et son paramètre est $a = 1.23774$ nm [1].

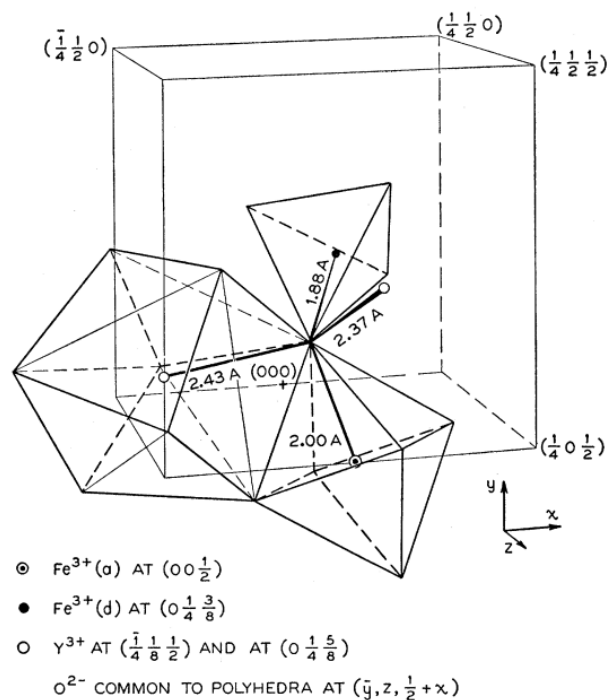


Figure A-1: Structure cristallographique du YIG [7]

Cette maille comporte alors quatre-vingt et seize atomes d'hydrogène dont les ions O^{2-} répartis dans les positions générales données par [1], laissent des espaces interstitiels

appelés sites de trois types : 16 sites *a* en coordination octaédrique avec 6 atomes d'oxygène ; 24 sites *d* en coordination tétraédrique (4 voisins O^{2-}), et 24 sites *c* en coordination dodécaédrique (8 voisins O^{2-}). Les ions Y^{3+} et Fe^{3+} quant à eux occupent les sites ainsi laissés par les O^{2-} : les 16 sites *a* sont occupés par les ions Fe^{3+} , les 24 sites *c* par Y^{3+} et les 24 sites *d* par Fe^{3+} [5], [6], [7].

A1-2 : Structure cristallographique du cuivre

Le cuivre cristallise dans une structure cubique à faces centrées au regroupement d'espace $Fm\bar{3}m$ [8] [9] dont le paramètre de la maille élémentaire est $a = 0,362$ nm [10]. La Figure 2-2 montre la maille élémentaire de la structure cristallographique du cuivre.

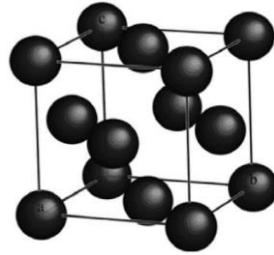


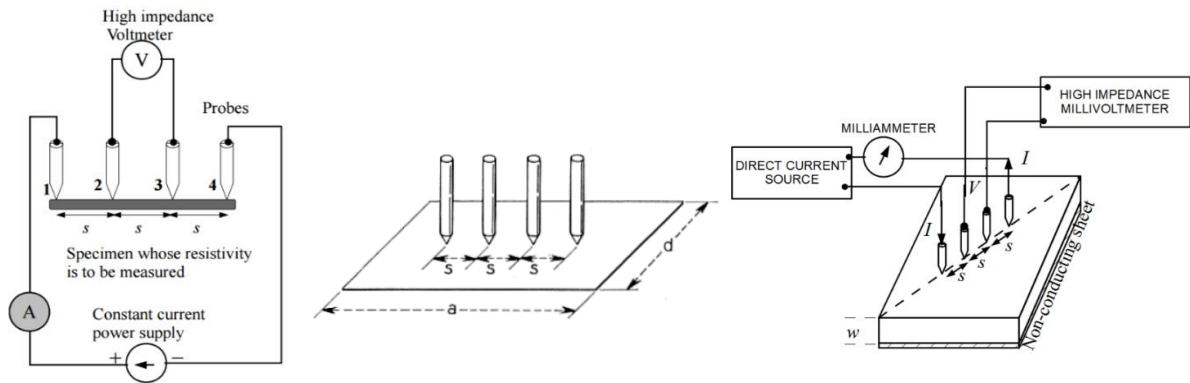
Figure 0-2 : Représentation schématique de la structure cristallographique du cuivre

Annexe 2 : Processus de collage entre le substrat de YIG et la lame de verre

Lorsque le substrat à une épaisseur qui favorise sa fragilité, il lui faut un support mécanique afin d'empêcher qu'il se casse lors des opérations de sciage, de rodage et de polissage. C'est une lame de verre polie qui est utilisée à cet effet. Le substrat de YIG et la lame de verre avant d'être collés doivent subir un nettoyage décrit à la page 73 ; le temps de nettoyage puis être moins long que celui de la page 73. Deux types de colles sont utilisés : la colle Geofix (deux composants : une résine et un durcisseur), lorsqu'on veut unir les deux matériaux d'une manière permanente et la colle Baume de Canada, lorsqu'une séparation des matériaux liés est prévue.

- ✓ Pour le collage à la colle *Geofix*, il faut étaler une très faible épaisseur (de l'ordre du millimètre d'un mélange en proportion de 1 : 2 (durcisseur et résine respectivement) entre le substrat de YIG et le support mécanique de verre ; on préchauffe l'ensemble pendant 10 minutes sur une plaque chauffante à 80°C puis on met une masse (pour éviter la formation de bulles entre le substrat et son support) sur l'échantillon et le chauffage dure deux heures pour un collage complet. Ce collage peut durer 24 heures à la température ambiante.
- ✓ Pour le collage au *Baume du Canada*, la lame de verre est préchauffée à 80°C pendant 2 à 3 minutes reçoit une couche de colle ; le préchauffage continue quelques instants afin de rendre la couche de colle un peu visqueuse (évaporation partielle du xylène du Baume). Après cela, le substrat est apposé sur le verre et l'ensemble est retiré de la plaque chauffante ; le processus dure 24 heures à la température ambiante pour un collage complet.

Annexe 3 : Mesures sous pointes



Configuration de la méthode quatre pointes [11] [12]

Par cette méthode, connaissant l'intensité I du courant injecté (indiquée par l'ampèremètre A dans la figure ci-dessus), la valeur de la tension V (mesurée par le voltmètre V) et l'épaisseur de la couche conductrice, l'on peut déterminer sa résistivité par la formule suivante :

$$\rho = \frac{V}{I} \cdot w \cdot C$$

Avec C un facteur correctif qui dépend des dimensions de la structure caractérisée et de la distance entre les pointes de mesure. Les valeurs de C sont dans le tableau ci-dessus.

Tableau 1-Annexe3 : Facteur correcteur C [12]

d/S	Diamètre d/s	a/d = 1	a/d = 2	a/d = 3	a/d ≥ 4
1,0				0,9988	0,9994
1,25				1,2467	1,2248
1,5			1,4788	1,4893	1,4893
1,75			1,7196	1,7238	1,7238
2,0			1,9454	1,9475	1,9475
2,5			2,3532	2,3541	2,3541
3,0	2,2662	2,4575	2,7000	2,7005	2,7005
4,0	2,9289	3,1137	3,2246	3,2248	3,2248
5,0	3,3625	3,5098	3,5749	3,5750	3,5750
7,5	3,9273	4,0095	4,0361	4,0362	4,0362
10,0	4,1716	4,2209	4,2357	4,2357	4,2357
15,0	4,3646	4,3882	4,3947	4,3947	4,3947
20,0	4,4364	4,4516	4,4553	4,4553	4,4553
40,0	4,5076	4,5120	4,5129	4,5129	4,5129
∞	4,5324	4,5324	4,5324	4,5325	4,5324

Références des annexes

- [1] P. GROSSEAU, Synthèse et étude du grenat de fer et d'yttrium., Sainte Etienne, 1993, pp. 3-23.
- [2] M. CYROT, M. DÉCORPS, B. DIENY, O. GEOFFROY, D. GIGNOUX, C. LACROIX et J. LAFOREST, *MAGNETISME, II – Matériaux et application, Extraits*, EDP Sciences.
- [3] GILLEO , M. A. et S. GELLER, «The crystal structure and ferrimagnetism of Yttrium-Iron Garnet, $Y_3Fe_2(FeO_4)_3$,» *Journal of Physical and Chemical Solids*, vol. 3, pp. 30-36, 1957.
- [4] V. CHARBOIS, Détection mécanique de la résonance magnétique, D. D. Université Paris 7, Éd., Paris, 2003, pp. 135-145.
- [5] T. OLIVIER , Les yig et leurs applications en hyperfréquence, Montpellier: Université de Montpellier II.
- [6] M. GERL et J.-P. ISSI, Traité des matériaux 8, Physique des matériaux, Lausanne: Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 1997, p. 553.
- [7] M. A. GILLEO et S. GELLER, «Magnetic and Crystallographic Properties of Substituted Yttrium-Iron Garnet, $3Y_2O_3 \cdot xM_2O_3 \cdot (5-x)Fe_2O_3$,» *Physical Review*, vol. 110, n° 11, pp. 73-78, 1958.
- [8] A. CHAPELLE, Elaboration et caractérisation de films minces nanocomposites obtenus par pulvérisation cathodique radiofréquence en vue de leur application dans le domaine des capteurs de CO₂, Toulouse: Université de Toulouse III, Paul SABATIER, pp. 36-40.
- [9] S. RAVY, Structure de la matière condensée, Paris: Cours de Master M2, Université Paris Sud, 2012, pp. 64-65.
- [10] B. FRERE et D. TERWAGNE, «Rapport de Cristallographie, Etude de diffraction à l'aide du logiciel CrystalDiffract,» Université de Liège, Liège, 2003-2004.
- [11] L. B. VALDES, «Resistivity Measurements on Germanium for Transistors,» *Proceedings for the IRE*, pp. 420-427.
- [12] F. M. SMITS, «Measurement of sheet resistivities with the Four-Point Probe,» *The Bell System Technical Journal*, pp. 171-178, Mai 1958.

Valorisation de la recherche

Conférences Internationales avec comité de lecture

Stresses evolution at high temperature (200°C) in copper/alumina (Cu/Al₂O₃) stack

N. Doumit, **B. Danoumbé**, S. Capraro, J.P. Chatelon, M.F. Blanc-Mignon, G. Kermouche, J.J. Rousseau
Design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS, DTIP, Bordeaux, 29 mai –1 juin 2017

Optimization of integrated magnetic planar transformer

A. T. Mahamat, **B. Danoumbé**, M. Youssouf, J. P. Chatelon, S. Capraro, J. J. Rousseau
European Power Electronics 2016 ECCE Europ, Karlsruhe, Germany

Stresses evolution at high temperature (200°C) on the interface of thin films in magnetic components (Poster)

N.Doumit, **B. Danoumbé**, S. Capraro, J-P.Chatelon, C.Nader, R.Habchi, A. Piot and JJ.Rousseau
Joint European Magnetic Symposium, JEMS, Rhodes, 25-30 août 2013

Revue internationale avec comité de lecture

Temperature impact on inductance and resistance values of a coreless inductor (Cu/Al₂O₃)

N. Doumit, **B. Danoumbé**, S. Capraro, J.P. Chatelon, M.F. Blanc-Mignon, J.J. Rousseau
Microelectronics Reliability, vol.72, pp.30-33, may 2017

Stresses evolution at high temperature (200°C) on the interface of thin films in magnetic components

N.Doumit, **B. Danoumbé**, S. Capraro, J-P.Chatelon, C.Nader, R.Habchi, A. Piot and JJ.Rousseau
EPJ Web of Conferences, 75, 06013 (2014)