HAL
open science

Étude et amélioration des performances de dispositifs hyperfréquences accordables à base de films minces ferroélectriques KTN et diélectriques BZN

Yonathan Corredores

To cite this version:

Yonathan Corredores. Étude et amélioration des performances de dispositifs hyperfréquences accordables à base de films minces ferroélectriques KTN et diélectriques BZN. Sciences de l'ingénieur [physics]. UNIVERSITÉ DE RENNES 1, 2012. Français. NNT : . tel-02498311

HAL Id: tel-02498311

https://theses.hal.science/tel-02498311v1

Submitted on 4 Mar 2020

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 : **ANNÉE 2012**

THÈSE / UNIVERSITÉ DE RENNES 1
sous le sceau de l'Université Européenne de Bretagne

pour le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE RENNES 1

Mention : Traitement du Signal et Télécommunications

Ecole doctorale MATISSE

présentée par

Yonathan CORREDORES

préparée à l'unité de recherche UMR - CNRS 6164, IETR
Institut d'Électronique et de Télécommunications de Rennes
IUT de St-Brieuc, Département Science et Génie des Matériaux

Etude et amélioration des performances de dispositifs hyperfréquences accordables à base de films minces ferroélectriques KTN et diélectriques BZN

Thèse soutenue à Saint Brieuc le 04 décembre 2012

devant le jury composé de :

Gérard TANNE
Professeur, Lab-STICC Brest / *président*

Valérie MADRANGEAS
Professeur, XLIM Limoges / *rapporteur*

Valérie VIGNERAS
Professeur, IMS Bordeaux / *rapporteur*

Jean-Pierre GANNE
Ingénieur, Thales TRT Palaiseau / *examinateur*

Maryline GUILLOUX-VIRY
Professeur, ISCR Rennes / *examinateur*

Ratiba BENZERGA
Maître de Conférences, IETR St-Brieuc / *co-encadrante de thèse*

Xavier CASTEL
Maître de Conférences, IETR St-Brieuc / *co-directeur de thèse*

Ronan SAULEAU
Professeur, IETR Rennes / *directeur de thèse*

N° d'ordre : **ANNÉE 2012**

THÈSE / UNIVERSITÉ DE RENNES 1
sous le sceau de l'Université Européenne de Bretagne

pour le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE RENNES 1

Mention : Traitement du Signal et Télécommunications

Ecole doctorale MATISSE

présentée par

Yonathan CORREDORES

préparée à l'unité de recherche UMR - CNRS 6164, IETR
Institut d'Électronique et de Télécommunications de Rennes
IUT de St-Brieuc, Département Science et Génie des Matériaux

Etude et amélioration des performances de dispositifs hyperfréquences accordables à base de films minces ferroélectriques KTN et diélectriques BZN

Thèse soutenue à Saint Brieuc le 04 décembre 2012

devant le jury composé de :

Gérard TANNE
Professeur, Lab-STICC Brest / *président*

Valérie MADRANGEAS
Professeur, XLIM Limoges / *rapporteur*

Valérie VIGNERAS
Professeur, IMS Bordeaux / *rapporteur*

Jean-Pierre GANNE
Ingénieur, Thales TRT Palaiseau / *examinateur*

Maryline GUILLOUX-VIRY
Professeur, ISCR Rennes / *examinateur*

Ratiba BENZERGA
Maître de Conférences, IETR St-Brieuc / *co-encadrante de thèse*

Xavier CASTEL
Maître de Conférences, IETR St-Brieuc / *co-directeur de thèse*

Ronan SAULEAU
Professeur, IETR Rennes / *directeur de thèse*

A ma famille

A mes amis

Remerciements

Ces travaux de recherche ont été réalisés au sein de l'Institut d'Electronique et des Télécommunications de Rennes (IETR, UMR-CNRS 6164 / Université de Rennes 1) dans l'antenne délocalisée située au département 'Science et Génie des Matériaux' de l'IUT de Saint-Brieuc. Ils ont bénéficié du soutien financier de la région Bretagne dans le cadre du projet PRIR DISCOTEC. Je tiens à remercier les directeurs successifs de l'IETR : Monsieur le Professeur Daniel Thouroude, puis Monsieur le Professeur Eric Pottier, ainsi que le directeur de l'IUT de Saint-Brieuc, Monsieur Jacques Berthoux, pour m'avoir accueilli et permis la réalisation de mes travaux de recherche.

Je remercie Madame Valérie Vigneras, Professeur à l'IMS, Université de Bordeaux, et Madame Valérie Madrangeas, Professeur au XLIM, Université de Limoges, pour l'honneur qu'elles m'ont fait en acceptant de rapporter mes travaux ; ainsi que Monsieur Gérard Tanné, Professeur au Lab-STICC, Université de Bretagne Occidentale, qui a présidé mon jury de thèse et a participé aux mesures hyperfréquences réalisées dans son laboratoire. Je tiens à remercier chaleureusement Madame Maryline Guilloux-Viry, Professeur à l'ISCR, Université de Rennes 1, qui a examiné avec attention mon mémoire de thèse, mais également pour les nombreux échanges scientifiques tout au long de notre étroite collaboration. Sincères remerciements également à Monsieur Jean-Pierre Ganne de Thalès TRT qui a examiné avec soin et pertinence mon travail.

J'adresse mes plus vifs remerciements à mon directeur de thèse, Monsieur le Professeur Ronan Sauleau. Sa disponibilité, sa réactivité et son expérience ont participé au succès de ces travaux. J'adresse toute ma gratitude à mon co-directeur de thèse, Monsieur Xavier Castel et à ma co-encadrante, Mademoiselle Ratiba Benzerga, qui par leur compétence en science des matériaux, leur investissement, leurs conseils et leur soutien, ont permis l'obtention de ces résultats. J'ai beaucoup apprécié la sympathie et la grande humanité dont ils ont fait preuve à mon égard.

Je souhaite vivement remercier les collaborateurs brestois du Lab-STICC : Paul, Noham, Ali et Lingyan avec lesquels j'ai réalisé de nombreuses mesures en hyperfréquences. Je tiens aussi à remercier très chaleureusement les chimistes : Arnaud, Stéphanie et les deux

Valérie de l'ISCR pour les nombreuses couches minces de qualité synthétisées et les caractérisations physico-chimiques associées. Merci encore à ces deux équipes pour l'ensemble des apports scientifiques à mes travaux et aussi pour le coté très amical de nos relations.

Je tiens également à remercier les membres du département 'Science et Génie des Matériaux' de l'IUT de Saint Brieuc : Laurent, Claire, Nicolas, Tual, Loïc, Stéphane, Jean-Pierre, Ronan et Yvonne pour leur accueil et toute la sympathie qu'ils m'ont témoignée durant ces trois années de thèse. Je remercie le "mec" Quentin et les autres doctorants (déjà docteurs) : Ahmed, Yu et Hung, ainsi que mes amis étudiants : Fernando, Oussama et Lamine pour les échanges scientifiques et humains durant ces 3 années de thèse.

Je remercie très sincèrement l'équipe de Robien : Gauthier, Jean-Charles, Céline, Antony, Mika, Maiwen, Chloé, Benoit, Clément, Brieg, Claire, Guillaume, Herve, J-MaMa, Mona, Jonathan, Antoine, Magalie et spécialement Célia, pour leur amitié et surtout pour les nombreux apéros partagés.

Finalmente, quisiera expresar mi más profundo y sincero agradecimiento a mi mamá Magolita y a mis hermanos, los chinos Carlos, Cesar, Javier y la china Lindy por el apoyo incondicional para lograr este objetivo. También agradezco a mi esposa Laura y mi hija Ana Sofía por el respaldo, la paciencia y la espera; quisiera hacer extensiva mi gratitud a mi doblemente cuñada Liliana, con quien hemos pasado excelentes vacaciones estos últimos años.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE 1

Chapitre I :
DISPOSITIFS HYPERFREQUENCES RECONFIGURABLES : ETAT DE L'ART 5

I.1 Introduction 5
I.2 Etat de l'art des dispositifs reconfigurables 5
I.2.1 Solution basée sur des composants électroniques 5
I.2.2 Solution basée sur des matériaux agiles 8
I.3 Matériaux ferroélectriques 10
I.3.1 Polarisation spontanée 11
I.3.2 Polarisation externe 14
I.3.3 Utilisation des matériaux ferroélectriques en électronique 15
I.3.4 Application des matériaux ferroélectriques aux dispositifs reconfigurables 16
I.3.5 La famille $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ (BST) 19
I.4 Les matériaux utilisés dans ce manuscrit 20
I.4.1 La famille $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) 20
I.4.2 La famille $Bi_{1,5-x}Zn_{1-y}Nb_{1,5}O_{7-\delta}$ (BZN) 23
I.5 Dépôt des matériaux en couches minces 24
Conclusion 27
Références bibliographiques 28

Chapitre II :
ÉTUDES NUMÉRIQUES DE DISPOSITIFS ACCORDABLES EN STRUCTURE COPLANAIRE 33

II.1 Introduction 33
II.2 Les simulations numériques : outils et paramétrage 36

II.2.1 Paramètres de simulation 36
II.2.2 Limites du logiciel 39
II.2.3 L'outil numérique de post-traitement "*de-embedding*" 43
II.2.4 Résultats selon la géométrie 44
II.3 Les méthodes analytiques 46
II.3.1 Constante de propagation 46
II.3.2 Permittivité et tangente de pertes effectives 49
II.3.3 Transformation conforme des hétérostructures en technologie coplanaire 50
II.3.4 Validation des méthodes analytiques 53
II.4 Résultats de simulations 60
II.4.1 Lignes de transmission 61
II.4.2 Résonateurs à stub 65
Conclusion 71
Références bibliographiques 72

Chapitre III :

ETUDES EXPERIMENTALES DES PERFORMANCES DES DISPOSITIFS ACCORDABLES 75

III.1 Introduction 75
III.2 Réalisation des dispositifs et systèmes de mesures hyperfréquences 75
III.2.1 Dépôt de couches minces de $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ par Ablation Laser Pulsé 75
III.2.2 Métallisation des films de KTN par Pulvérisation Cathodique RF 79
III.2.3 Photolithographie et gravure humide 83
III.2.4 Mesures hyperfréquences 90
III.3 Caractérisation hyperfréquence des lignes de transmission 92
III.3.1 Résultats des mesures 93
III.3.2 Post-traitement des résultats 99
III.3.2.1 Permittivité effective et tangente des pertes effectives des hétérostructures KTN/Saphir R 99
III.3.2.2 Permittivité relative et tangente de pertes des films de KTN déposés sur saphir R 105
III.4 Caractérisation hyperfréquence des résonateurs à stub 110

III.5 Rétrosimulations des mesures **117**
III.5.1 Résultats de rétrosimulation 117
III.5.2 Possible origine de l'écart entre mesures et rétrosimulations 119
Conclusion **123**
Références Bibliographiques **125**

Chapitre IV :
AMELIORATION DES PERFORMANCES DES DISPOSITIFS ACCORDABLES **129**

IV.1 Introduction **129**
IV.2 Bicouches de KTN et BZN **130**
IV.2.1 Etude des films de BZN 130
IV.2.2 Etude des hétérostructures bicouches KTN et BZN 137
IV.2.2.1 Simulations numériques de l'hétérostructure BZN/KTN/Saphir 138
IV.2.2.2 Simulations numériques de l'hétérostructure KTN/BZN/Saphir 140
IV.2.2.3 Influence de l'épaisseur du film de BZN dans les hétérostructures BZN/KTN/Saphir et KTN/BZN/Saphir 142
IV.2.3 Mesures expérimentales BZN/KTN/Saphir R 144
IV.3 Utilisation des couches tampon de $KNbO_3$ **152**
IV.4 Localisation de la couche mince ferroélectrique dans le dispositif hyperfréquence **159**
IV.4.1 Simulations numériques 159
IV.4.2 Réalisation des dispositifs 162
IV.4.2.1 Principe de la microgravure par ablation laser 162
IV.4.2.2 Etapes de fabrication 163
IV.4.3 Mesures hyperfréquences 165
Conclusion **170**
Références Bibliographiques **173**

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES **175**

BIBLIOGRAPHIE DE L'AUTEUR **181**

ANNEXE I..... 185

ANNEXE II 187

ANNEXE III..... 191

INTRODUCTION GENERALE

De nos jours, les télécommunications font partie intégrante de notre société. Bien que nous soyons arrivés à un niveau de développement très élevé, la science des télécommunications reste récente dans l'histoire de l'humanité. Ce progrès n'a pu être réalisé qu'à partir des grandes découvertes suivantes. La première a été réalisée en 1860, lorsque James Clerk Maxwell a établi les quatre équations qui portent aujourd'hui son nom (publiées en 1873 dans son *Traité sur l'Electricité et le Magnétisme* [1]) et qui décrivaient mathématiquement les relations en régime variable entre champ électrique et champ magnétique. Une trentaine d'années plus tard, en 1888, Heinrich Hertz a généré et détecté expérimentalement des ondes électromagnétiques dans le domaine des microondes, domaine au cœur des fréquences des télécommunications. Deux ans plus tard (1890), Guglielmo Marconi réalise la première liaison radio entre deux points en espace libre. Quelques années encore plus tard (1897), John William Strutt démontre de manière théorique la propagation des ondes électromagnétiques dans les guides d'ondes. Enfin, au début du XXe siècle, Arthur Kennelly et Oliver Heaviside ont mis en évidence les propriétés de réflexion des ondes électromagnétiques dans la couche ionosphérique.

Rapidement, ces différentes découvertes ont trouvé des applications dans la vie quotidienne. Pour exemple, à la fin du XIXème siècle, les rues de New-York étaient envahies par les fils téléphoniques. En 1920, en France, la première émission radiodiffusée a été réalisée depuis la tour Eiffel. Plus tard, dans les années 1950, le domaine des télécommunications a subi une nouvelle accélération de son essor, grâce à l'invention du transistor. Plus récemment, dans les années 1990, l'apport de la microélectronique (miniaturisation, faible consommation d'énergie, modulation, codage, etc.…) a participé au développement exponentiel des télécommunications sans fil. De ce fait, depuis vingt ans, les terminaux offrent de plus en plus de services, tout en réduisant leur dimension et par conséquent, leur encombrement.

Cette révolution technologique a provoqué l'apparition de nouveaux services. Un exemple étayant ce constat concerne les *smartphones* de dernière génération. Ils sont tous dotés de services tels que : LTE [1,8 GHz] (OFDM, MIMO), UMTS [0,85 GHz - 2,1 GHz] (CDMA), GSM [0,9 GHz - 1,8 GHz] (TDMA, FDMA, GPRS, EDGE), NFC [13,56 MHz], Bluetooth [2,4 GHz - 2,5 GHz], WiFi [2,4 GHz - 5 GHz], GPS [1,2276 GHz - 1,5754 GHz], associés à des capteurs de mouvement, capteurs optiques, et autres. Ce sont ces différentes possibilités accessibles par les terminaux ainsi que la cohabitation des différents standards qui augmentent de manière considérable le nombre de composants à utiliser. Même si de nos jours

la loi de Moore [2] reste toujours valable (densité en transistors qui double tous les 18 mois), le challenge des chercheurs et ingénieurs est d'assurer l'accessibilité aux services offerts (de plus en plus nombreux) tout en réduisant l'encombrement des supports numériques utilisés par le grand public.

Les solutions actuelles sont basées sur l'utilisation de la technologie des semi-conducteurs MMIC (*Microwave Monolithic Integrated Circuit*). Cependant, un grand intérêt est porté dans le développement des dispositifs hyperfréquences reconfigurables. En effet, la multiplication des normes et des spécifications à assurer par les composants aux extrémités des chaînes émission / réception a démontré l'intérêt des filtres, résonateurs et antennes agiles de par leur versatilité et leur faible encombrement. C'est pourquoi, nos travaux se sont centrés sur la conception, la fabrication et la caractérisation de dispositifs accordables pour des applications en télécommunications. Plus précisément, ces travaux concernent des dispositifs hyperfréquences basés sur le matériau ferroélectrique $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) déposé en couche mince ; matériau considéré comme une solution alternative prometteuse au matériau bien connu $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ (BST).

Ces travaux de recherche ont donc été réalisés dans les équipes "Matériaux Fonctionnels" et "Systèmes Rayonnants Complexes" de l'Institut d'Electronique et de Télécommunications de Rennes (IETR – UMR CNRS 6164) de l'université de Rennes 1, en étroite collaboration avec l'équipe "Chimie du Solide et Matériaux" (CSM) de l'Institut des Sciences Chimiques de Rennes (ISCR – UMR CNRS 6226) de l'université de Rennes 1 et avec l'équipe "Ingénierie des Dispositifs Hyperfréquences" (IDH) du Laboratoire en Sciences et Technologie de l'Information de la Communication et de la Connaissance (Lab-STICC – UMR CNRS 6285) de l'université de Bretagne Occidentale. Cette collaboration a été soutenue financièrement par le Programme de Recherche d'Intérêt Régional (PRIR Bretagne) s'intitulant "DISpositifs hyperfréquences acCOrdables faibles pertes pour les applications en TEleCommunications" (DISCOTEC).

Ce manuscrit a été divisé en quatre parties. Le premier chapitre présente un état de l'art des dispositifs reconfigurables. Deux principales solutions sont utilisées pour la fabrication de tels dispositifs : celle à base de composants électroniques (MEMS, diodes, transistors, etc.…) et celle à base de matériaux agiles (à commande magnétique et/ou à commande électrique). Nos avons utilisé la deuxième solution : les matériaux à commande

électrique, et plus précisément les matériaux ferroélectriques. Une présentation de leurs principales caractéristiques, structures et propriétés, ainsi que leur utilisation en électronique a été réalisée. Les matériaux spécifiquement développés dans ce manuscrit ($KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) et $Bi_{1,5-x}Zn_{1-y}Nb_{1,5}O_{7-\delta}$ (BZN)) sont présentés en détail, ainsi que leur élaboration en couches minces.

Le deuxième chapitre est consacré aux études numériques. Dans un premier temps, les structures développées et le logiciel électromagnétique utilisé pour les simulations numériques sont présentés. Puis, les caractéristiques de ce logiciel, son paramétrage, la précision et la validité des résultats ainsi que ses limitations sont détaillés. Les méthodes analytiques décrivant la propagation des ondes électromagnétiques dans nos structures sont introduites. Finalement, l'étude numérique intégrant le matériau ferroélectrique KTN en couche mince dans les structures étudiées et les résultats associés sont présentés.

Dans le troisième chapitre, est décrite la fabrication des dispositifs hyperfréquences accordables : du dépôt du matériau ferroélectrique en couche mince, à la réalisation des dispositifs sur ces films et à leur caractérisation en hyperfréquences. L'extraction des caractéristiques effectives des dispositifs et l'extraction des constantes diélectriques intrinsèques du matériau ferroélectrique sont réalisées. Enfin, des rétrosimulations sont engagées afin de valider par post-traitement les constantes diélectriques ainsi extraites.

Le quatrième chapitre concerne l'optimisation des performances des dispositifs hyperfréquences accordables réalisés. Dans un premier temps, le matériau diélectrique BZN est caractérisé, puis intégré avec le matériau ferroélectrique KTN dans une structure multicouche avec pour objectif l'amélioration des performances des dispositifs. Nous montrerons aussi l'effet de l'insertion des couches tampon de $KNbO_3$ dans ces structures. Au final, une solution innovante développée pour réduire les pertes globales des dispositifs par localisation du matériau ferroélectrique est présentée.

[1] **J. C. Maxwell**, *Traité d'Electricité et de Magnétisme*, Gauthier-Villars, Tome I (1885) et Tome II (1887)

[2] **G. Moore**, *Cramming More Components onto Integrated Circuits*, *Electronics*, vol. 38, No. 8, **Avr. 1965**

CHAPITRE I

DISPOSITIFS HYPERFREQUENCES RECONFIGURABLES : ETAT DE L'ART

I.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous présenterons un état de l'art associé aux dispositifs reconfigurables, leurs avantages et inconvénients respectifs, une description générale des techniques de fabrication utilisées et leur positionnement par rapport aux exigences actuelles. Puis, nous nous concentrerons sur les matériaux ferroélectriques, leurs caractéristiques physiques et leurs applications en électronique. Ensuite, le matériau $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ (BST), largement employé dans la fabrication de dispositifs reconfigurables sera présenté, ainsi que les résultats associés en hyperfréquences. Dans la dernière partie du chapitre, les caractéristiques des matériaux sélectionnés $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) et $Bi_{1,5-x}Zn_{1-y}Nb_{1,5}O_{7-\delta}$ (BZN) pour la réalisation de ces travaux de recherche seront décrites. Enfin, nous présenterons l'intérêt de développer des dispositifs hyperfréquences planaires et par conséquent le dépôt des matériaux en couches minces.

I.2 Etat de l'art des dispositifs reconfigurables

De par le grand nombre d'applications nécessitant l'emploi de dispositifs reconfigurables, plusieurs solutions ont été développées ces dernières années. Nous avons classé ces solutions en deux groupes. Elles sont présentées ci-après.

I.2.1 Solution basée sur des composants électroniques

La reconfigurabilité des dispositifs est obtenue via l'emploi de composants bien connus en électronique : les diodes varactors, les diodes *Schottky*, les diodes PIN (*Positive Intrinsic Negative*), les transistors FET (*Field Effect Transistor*), MEMS (*Micro Electro Mechanical System*) et NEMS (*Nano Electro Mechanical System*).

- *Diodes varactors et Schottky* : ce sont des diodes à base de matériaux semiconducteurs (classiquement, le silicium "Si" ou plus récemment l'arséniure de gallium "AsGa"). Elles se caractérisent par une jonction entre un semiconducteur dopé P et un autre dopé N. Quand elles sont polarisées en inverse, la région de l'hétérojonction se dépeuple et crée une capacité diélectrique qui augmente en dimension, induisant une diminution de sa

valeur lorsque la tension appliquée croît (**Figure I.1a**). Comme avantages, ces diodes présentent une faible tension de commande, un faible temps de réponse, un faible coût de production et des dimensions très réduites. Comme inconvénients, elles présentent des pertes d'insertion importantes et de faibles puissances de travail. Les valeurs assignées à ces différents critères sont regroupées dans le **Tableau I.1**. Ces diodes ont déjà été utilisées dans la fabrication d'une antenne "*reflectarray*" reconfigurable [1] et d'un filtre passe bande [2].

- *Diodes PIN (Positive Intrinsic Negative)* : comme les diodes varactors, elles sont fabriquées à partir de matériaux semiconducteurs (Si ou InGaAs). Elles présentent une partie dopé P, une partie intrinsèque I et une partie dopé N (d'où sa dénomination, **Figure I.1b**). Elles peuvent se comporter comme un interrupteur, en polarisation directe (*on*) et en polarisation inverse (*off*), ou comme un atténuateur en polarisation directe (l'intensité en courant étant proportionnelle à la tension appliquée). Elles présentent comme avantages : une faible tension de commande, des dimensions très réduites et un faible coût de fabrication. Comme les diodes varactors, elles souffrent de pertes d'insertion considérables et d'une faible tenue en puissance (**Tableau I.1**). Une antenne reconfigurable (USPCS - WiMAX) pour communications mobiles, basée sur cette technologie a été présentée [3].

- *Transistors FET (Field Effect Transistor)* : ces composants sont aussi basés sur de matériaux semiconducteurs. Ils sont fabriqués usuellement à partir de silicium, et depuis quelques années à partir d'arséniure de gallium (AsGa) et de phosphure d'indium (InP) (**Figure I.1c**). Très utilisé en électronique, il est possible de contrôler l'intensité en courant circulant de la source vers le drain grâce à la tension appliquée sur la grille. Ils peuvent être utilisés comme interrupteur (*on/off*). Leurs avantages sont : une faible tension de commande, une vitesse de commutation assez élevée et un faible coût de production. Néanmoins, ils présentent de fortes pertes d'insertion (**Tableau I.1**). Par exemple, un mixeur reconfigurable [4] et une antenne monopole microruban [5] basés sur l'utilisation de transistors FET ont déjà été fabriqués et caractérisés.

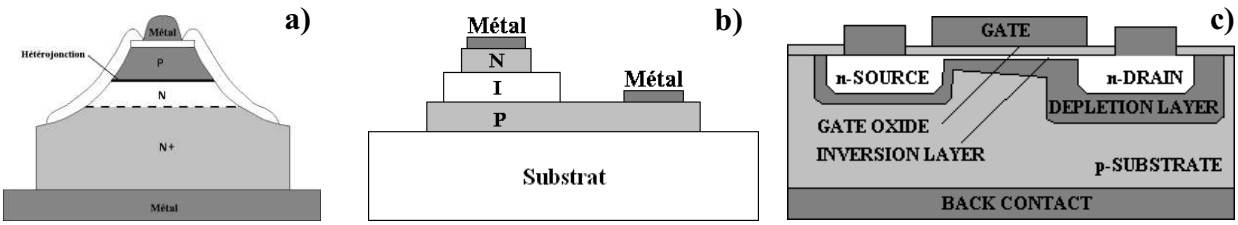


Figure I.1. Schéma (a) d'une diode varactor ; (b) d'une diode PIN ; (c) d'un transistor FET

- *MEMS (Micro-Electro-Mechanical System)* : ce sont des composants associant des commandes mécaniques et électriques. Ils ont été mis au point dans les années 70 [6] pour des applications de type accéléromètre, gyroscope, capteur de pression, capteur de température, biocapteur, … Par application d'une tension, une réponse mécanique est provoquée afin d'obtenir un circuit ouvert ou un circuit fermé. Deux types sont principalement utilisés dans la fabrication des dispositifs reconfigurables : les types "cantilever" et "pont" (**Figure I.2**). Ils sont bien sûr utilisés comme interrupteur (*on/off*), mais aussi en tant que condensateur à capacité variable (la distance entre les électrodes dépendent de la tension appliquée). Notons qu'un film diélectrique de forte permittivité relative peut être déposé à la surface de l'une des deux électrodes afin d'augmenter la valeur de la capacité. Ils présentent une excellente linéarité, de faibles pertes d'insertion, de faibles tensions de commande et des facteurs de qualité très élevés (**Tableaux I.1**). Cependant, des vitesses de commutation moyennes, de faibles puissances de travail et des coûts de fabrication élevés freinent leur développement. Ces composants sont à la base de nombreux dispositifs hyperfréquences reconfigurables : coupleurs [7], amplificateurs de puissance [8] et filtres [9].

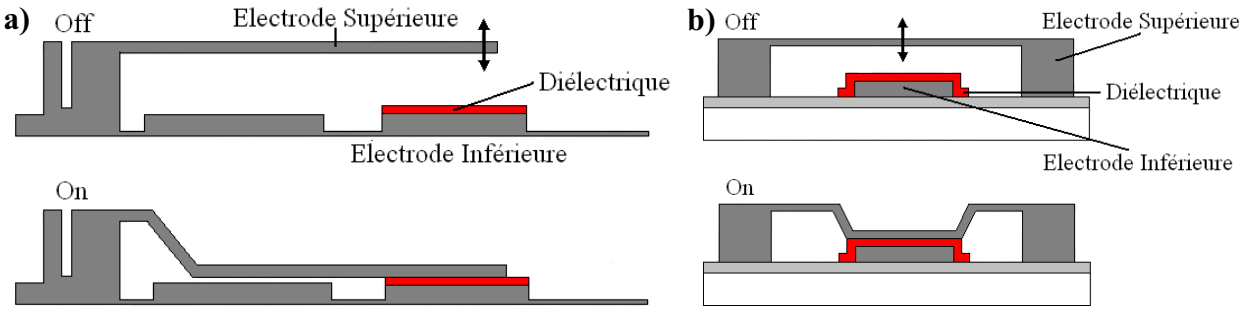


Figure I.2. Schéma d'un *Micro-Electro-Mechanical System* (a) de type "cantilever" ; (b) de type "pont"

- *NEMS (Nano-Electro-Mechanical System)* : ce sont des composants relativement récents. Leur principe de fonctionnement est identique à celui des MEMS ; la différence se situe au niveau de la précision de fabrication (à l'échelle nanométrique). Ce dimensionnement prédispose ces composants à des temps de commutation semblables à ceux atteints avec les semiconducteurs. De plus, avec le développement de la nanotechnologie, les dimensions limites sont repoussées, avec l'obtention de facteurs de qualité extrêmement élevés (**Tableau I.1**). A partir de cette technologie, une antenne reconfigurable PIFA (*Planar Inverted-F Antenna*) à 5-bandes à été fabriquée [10].

I.2.2 Solution basée sur des matériaux agiles

Bien que les matériaux développés soient connus depuis un certain temps, leur utilisation dans la fabrication des dispositifs électroniques reconfigurables est relativement récente. Les deux utilisations les plus importantes concernent : les matériaux à commande magnétique et les matériaux à commande électrique (cristaux liquides, matériaux ferroélectriques, matériaux relaxeurs).

- *Matériaux à commande magnétique* : ces matériaux présentent une variation de leur perméabilité relative complexe (μ_r^*) sous l'action d'un champ magnétique externe. Trois familles principales sont utilisées dans l'élaboration des dispositifs reconfigurables en hyperfréquences : les grenats (bande 1 GHz - 10 GHz, faible aimantation à saturation et faibles pertes), les spinelles (bande 3 GHz - 30 GHz, valeur d'aimantation à saturation importante et faibles pertes) et les ferrites hexagonales ou hexaferrites, (jusqu'à 100 GHz, aimantation permanente et pertes conséquentes). Ces matériaux présentent plusieurs avantages : une agilité importante et de faibles pertes (**Tableau I.1**). Malheureusement, ils nécessitent une commande magnétique d'encombrement important (bobines), ce qui pénalise leur intégration. De nombreux dispositifs reconfigurables ont été fabriqués à partir de ces matériaux [11, 12, 13].

- *Matériaux à commande électrique* : de manière similaire aux matériaux à commande magnétique, ils présentent une variation de leur permittivité relative complexe (ε_r*) sous l'action d'un champ électrique. Il existe trois familles de matériaux à commande électrique :

✓ Les cristaux liquides : ils sont utilisés dans leur phase nématique (alignement spontané des molécules) pour les applications en hyperfréquences. Les molécules constituant le cristal peuvent être orientées sous l'influence d'un champ électrique et ainsi modifier la permittivité relative (ε_r) du cristal. Ils ont montré de très bonnes agilités. Cependant, ils présentent de fortes pertes, des températures de fonctionnement limitées et surtout, une vitesse de commutation très lente (**Tableau I.1**). W. Hu *et al.* présentent les performances d'une antenne "*reflectarray*" reconfigurable, à base de cristaux liquides [14].

✓ Les matériaux ferroélectriques : ils présentent un intérêt majeur en raison de la variation de leur permittivité relative (ε_r) sous l'action d'un champ de commande électrique

externe. De plus, leur intégration en couches minces est en parfaite adéquation avec les contraintes de miniaturisation des dispositifs, avec une commande électrique facilement accessible (contrairement à la commande magnétique). Ils présentent une bonne tenue en puissance, de fortes valeurs de permittivité diélectrique et des temps de réponse très rapides (**Tableaux I.1**). Toutefois, ces matériaux présentent des pertes intrinsèques non négligeables (10^{-3} à 10 GHz [15]). Des résonateurs ont été fabriqués à partir du matériau $Ba_{0,6}Sr_{0,4}TiO_3$ et ils présentent une reconfigurabilité en fréquence intéressante autour de 3 GHz (12,6% sous 140 kV/cm) [16]. O. G. Vendik présente un déphaseur reconfigurable basé sur l'utilisation de capacités ferroélectriques [17].

✓ Les matériaux diélectriques relaxeurs : les caractéristiques diélectriques de ces matériaux varient en fonction de la fréquence de sollicitation. Ils présentent des valeurs de permittivité relative importante (~ 100 à 12,5 GHz), une variation conséquente de cette dernière sous l'action d'un champ électrique externe et des pertes diélectriques non négligeables (~ 0,007 à 12,5 GHz) [18]. Malheureusement, les champs électriques de commande restent très élevés (supérieurs à 1 MV/cm [19]). Dans la littérature, ces matériaux sont principalement utilisés dans la fabrication des déphaseurs et de condensateurs interdigités [20, 21].

Tableau I.1

Comparaison de différentes solutions pour dispositifs reconfigurables

	Composants électroniques					Matériaux		
							Electrique	
	Varactors	PIN	FET	MEMS	NEMS	Magnétique	Cristaux liquides	Ferroélec-triques
Agilité	Elevée	Elevée	Elevée	Elevée	Elevée	Elevée	Elevée	Elevée
Pertes d'insertion (dB)	3	1-2	1-2	0,5	< 0,1	--	--	--
Temps de réponse (s)	10^{-6}	10^{-6}	10^{-9}	10^{-5}	10^{-9}	10^{-10}	10^{-3}	10^{-10}
Puissance (Watt)	10^{-3}	10^{-3}	10^{-5}	10^{-5}	10^{-6}	10^{-3} - 10^{0}	Faible	Faible
Intégration	Elevée	Elevée	Elevée	Elevée	Elevée	Faible	Modérée	Elevée
Coût	Faible	Faible	Faible	Elevé	Elevé	Modéré	Modéré	Modéré
Commande	< 10 V	< 10 V	< 5 V	< 50 V	< 5 V	10^{3} G	40 V	10^{2} kV/cm
Facteur Q	< 30	< 50	< 100	100-500	10^{5}	3000	20	100

I.3 Matériaux ferroélectriques

La découverte de ces matériaux a débuté par les travaux sur la piézoélectricité des sels de Seignette ($NaKC_4H_4O_6$, $(H_2O)_4$) par les frères Curie en 1880. Mais en 1920, J. Valasek présente une étude du phénomène de ferroélectricité (existence d'une polarisation au sein du matériau en l'absence de tout champ électrique) sur ces mêmes sels [22]. Ensuite, en 1935, H. Mueller introduit le terme de "ferroélectricité" lors d'une autre étude sur les sels de Seignette. Le préfixe "ferro" a été emprunté par analogie au ferromagnétisme.

Les matériaux ferroélectriques présentent des propriétés structurales spécifiques. Des 32 classes cristallines répertoriées, ces matériaux appartiennent à la famille "piézoélectrique", dont la caractéristique est de pouvoir se polariser sous l'action d'une contrainte mécanique et inversement (**Figure I.3**). Au sein de cette famille, ils émargent dans le groupe "pyroélectriques", présentant une polarisation spontanée en fonction de la température. Enfin, l'ensemble appartient aux 21 familles non-centrosymétriques, pour lesquelles les centres de gravité respectifs des charges positives et négatives ne se superposent pas.

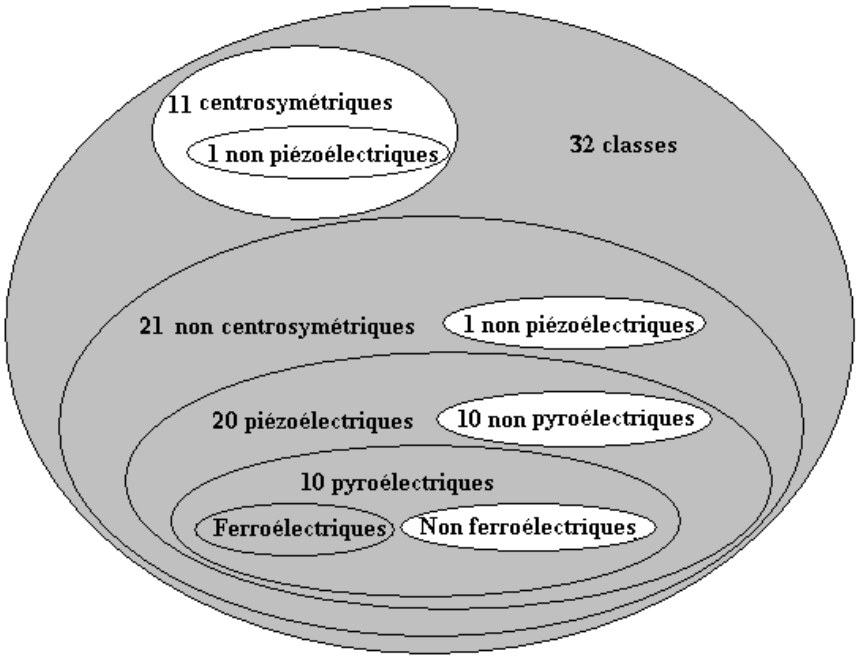


Figure I.3. Les différentes classes cristallines

Il a fallu attendre le début des années 1950 et la découverte d'oxydes ferroélectriques simples à structure perovskite (**Figure I.4**) pour pouvoir progresser dans la compréhension des propriétés de ces matériaux. La structure perovskite est une grande famille de formule générale

ABO_3, où A et B sont des cations. Ce nom a d'abord désigné le titanate de calcium de formule $CaTiO_3$, avant d'être étendu à l'ensemble des oxydes présentant la même structure.

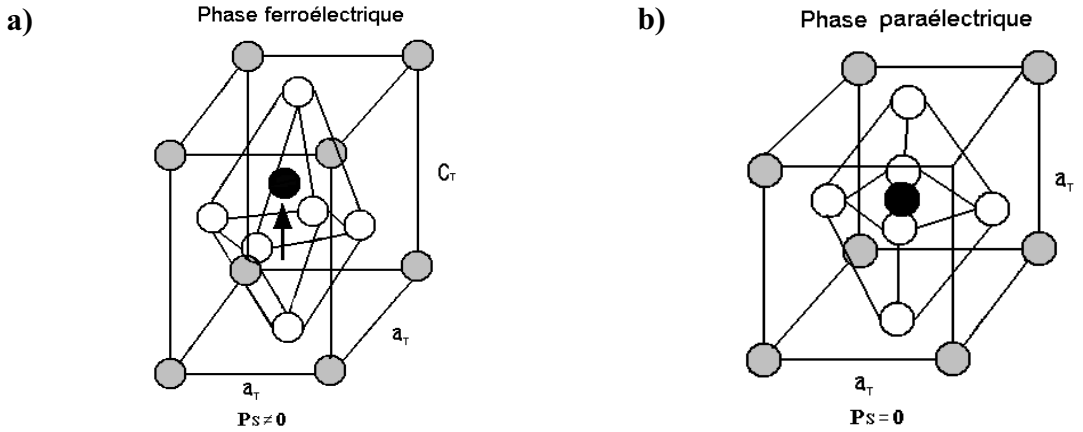


Figure I.4. Structure perovskite de type ABO_3 (a) en phase tétragonale (état ferroélectrique) ; (b) en phase cubique (état paraélectrique)

I.3.1 Polarisation spontanée

Les ferroélectriques appartiennent à une catégorie spécifique de matériaux diélectriques. Ils présentent une polarisation spontanée sans application d'un champ électrique externe et ce, en dessous d'une température critique appelée Température de Curie (T_c). La phase ferroélectrique est reconnue par l'apparition d'un cycle d'hystérésis de sa polarisation en fonction du champ électrique appliqué (**Figure I.5a**). Au-delà de T_c, le matériau se trouve dans sa phase paraélectrique. Il ne présente donc plus de polarisation spontanée, ni de cycle d'hystérésis (**Figure I.5b**). Cette transition "état ferroélectrique → état paraélectrique" à la température T_c s'accompagne d'une transition structurale avec une augmentation de la symétrie dans l'état paraélectrique.

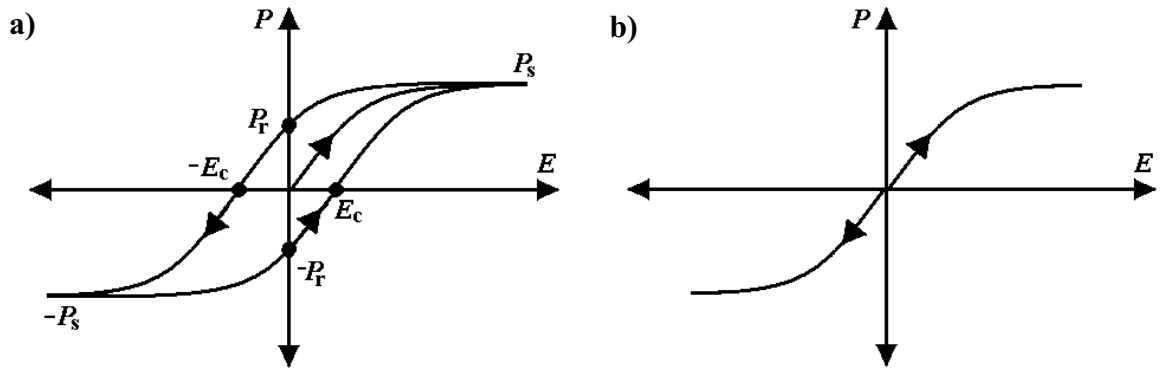


Figure I.5. Evolution de la polarisation d'un matériau ferroélectrique en fonction du champ électrique appliqué (a) dans sa phase ferroélectrique ; (b) dans sa phase paraélectrique. Avec P_s : polarisation à saturation ; P_r : polarisation rémanente ; E_c : champ coercitif

La transition "état ferroélectrique → état paraélectrique" peut aussi être mise en évidence par des mesures capacitives en fonction de la tension appliquée C(V) d'une hétérostructure MIM (Métal-Isolant-Métal) où le matériau isolant serait ferroélectrique. A T < T_c, le cycle C(V) présente une forme d'ailes de papillon, caractéristique d'une évolution non linéaire de la permittivité relative du matériau ferroélectrique. A T > T_c, la linéarité est retrouvée et la courbe C(V) est parfaitement réversible (**Figure I.6**).

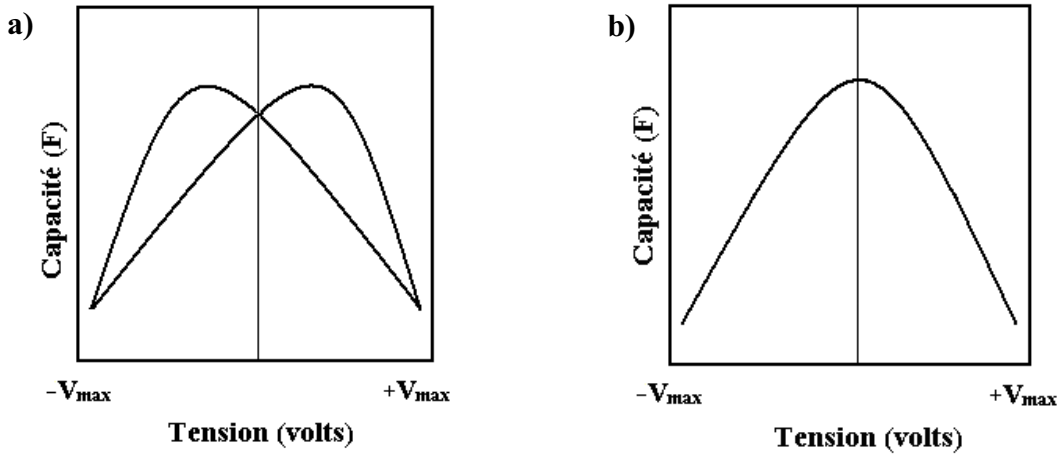


Figure I.6. Evolution de la capacité d'une structure MIM dans (a) l'état ferroélectrique T < T_c et (b) l'état paraélectrique T > T_c

La transition de phase de l'état paraélectrique vers l'état ferroélectrique est provoquée par deux phénomènes principaux :

- Les mécanismes d'instabilité structurale (transition displacive) : la maille élémentaire ne présente pas de moment dipolaire dans l'état paraélectrique. Par contre, en-deçà de T_c, c'est-à-dire, dans l'état ferroélectrique, les cations et les anions s'éloignent de leur position d'équilibre suite à la transition structurale. Il y a création de moments dipolaires et d'une polarisation macroscopique.

- La transition ordre-désordre : dans la phase paraélectrique, des moments dipolaires sont présents mais orientés tels que leur somme s'annule. Au niveau macroscopique, la polarisation reste donc nulle. Dans la phase ferroélectrique, suite à la transition structurale, les moments dipolaires s'orientent dans une direction préférentielle et une polarisation macroscopique non nulle apparaît.

La transition de phase "ferroélectrique → paraélectrique" s'accompagne d'une augmentation de la permittivité relative, cette dernière étant maximale à T_c (**Figure I.7**). Pour ces matériaux, dans la phase paraélectrique, l'évolution de la permittivité relative suit une loi de type Curie-Weiss (**Equation I.1**).

$$\varepsilon_r = \frac{C}{T - T_0} \quad \text{pour } T > T_c \qquad \text{(I.1)}$$

avec C et T_0, la constante et la température de Curie-Weiss, respectivement.

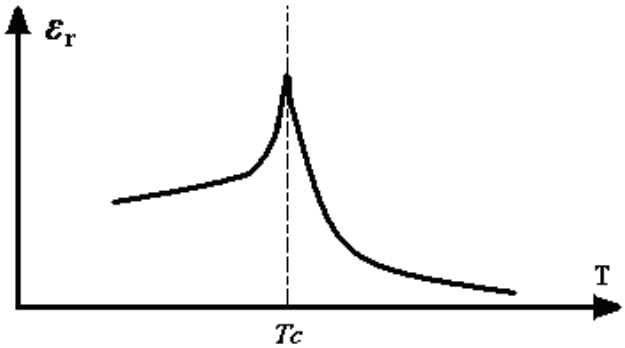


Figure I.7. Evolution schématique de la permittivité relative d'un matériau ferroélectrique en fonction de la température

Lorsque les matériaux ferroélectriques présentent une transition de phase de 1er ordre, l'inverse de la permittivité relative présente une discontinuité à la température T_c, supérieure à la température de Curie-Weiss T_0. Dans ce type de matériau, les deux phases paraélectrique et ferroélectrique peuvent coexister à une même température (T_c) (**Figure I.8a**). Si le matériau ferroélectrique présente une transition de phase de 2ème ordre, l'inverse de la permittivité relative présente un minimum à la température T_c et cette température est alors égale à T_0 (**Figure I.8b**).

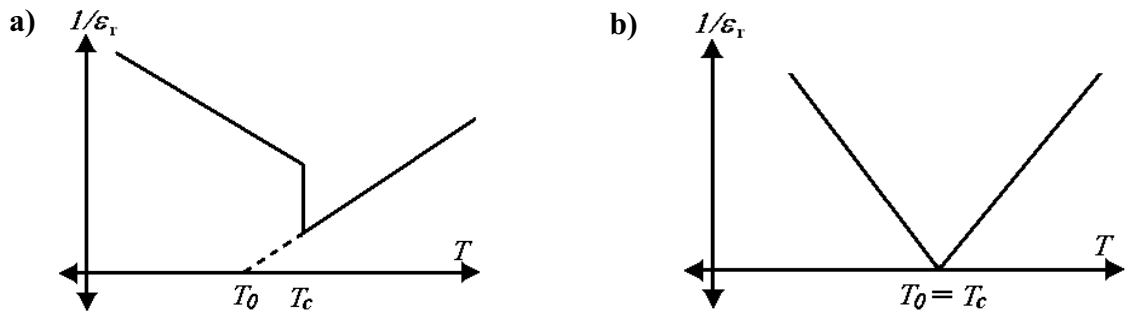


Figure I.8. Evolution de l'inverse de la permittivité relative d'un matériau ferroélectrique en fonction de la température dans le cas : (a) d'une transition de 1er ordre ; (b) d'une transition de 2ème ordre

I.3.2 Polarisation externe

Sous champ électrique externe, les charges positives et négatives d'un matériau diélectrique se déplacent en sens opposé et forment des moments dipolaires. Le matériau est ainsi polarisé. Cependant en régime alternatif, la fréquence du champ électrique appliqué crée différents phénomènes qui s'ajoutent : (i) la polarisation électronique due à la déformation des nuages électroniques des atomes constitutifs du matériau (**Figure I.9a**) ; (ii) la polarisation ionique, liée à l'alignement des ions (**Figure I.9b**) ; (iii) la polarisation dipolaire, liée à l'alignement des molécules polaires (**Figure I.9c**) ; et (iv) la polarisation interfaciale due à l'accumulation des charges aux interfaces de différents natures (**Figure I.9d**).

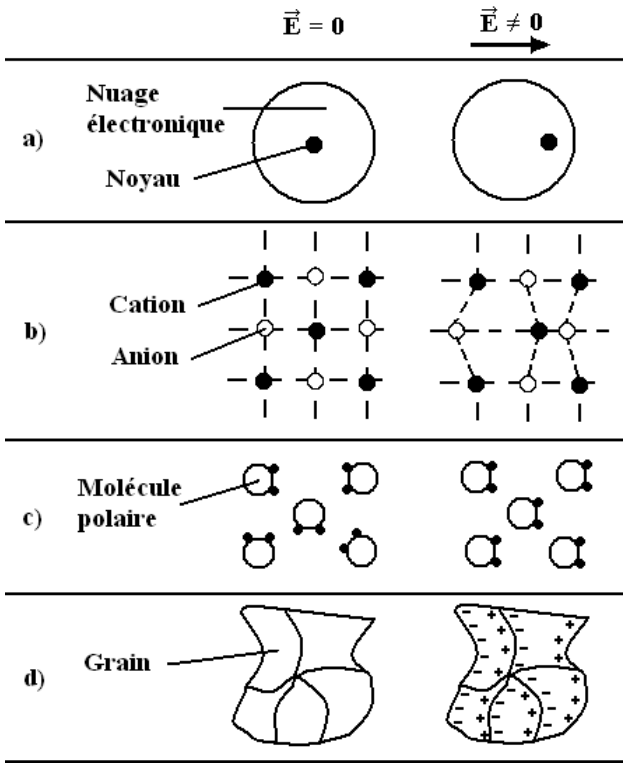


Figure I.9. Représentation schématique des différents types de polarisation : (a) électronique ; (b) ionique ; (c) dipolaire ; (d) interfaciale [23]

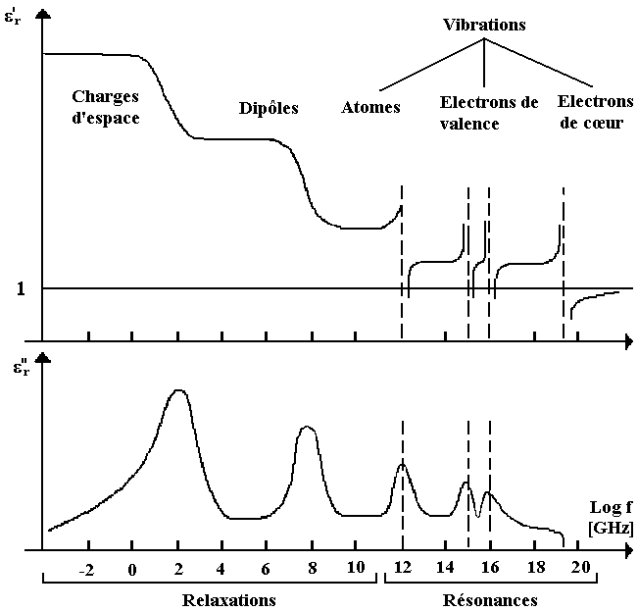


Figure I.10. Evolution de la permittivité complexe ε^* d'un matériau diélectrique ($\varepsilon^* = \varepsilon_r' + j\varepsilon_r''$) en fonction de la fréquence du champ électrique appliqué [23]

Ces quatre types de polarisation agissent à différents niveaux d'espace et de temps (ou fréquence). La permittivité relative du matériau diélectrique est donc le résultat de la superposition de ces différents états de polarisation, son évolution en fonction de la fréquence du champ électrique externe appliqué est représentée **Figure I.10**. Ainsi, la fréquence de relaxation sera d'autant plus élevée que l'inertie des moments dipolaires associés sera faible.

La polarisation de type électronique est par conséquent la dernière à exister aux fréquences extrêmes ($f > 10^{16}$ GHz).

I.3.3 Utilisation des matériaux ferroélectriques en électronique

Aujourd'hui, les matériaux ferroélectriques sont largement répandus en microélectronique et plusieurs applications sont exploitées :

- Les mémoires sont l'une des applications les plus importantes [24-26]. Grâce à leur forte permittivité relative, les matériaux ferroélectriques sont de très bons candidats pour la fabrication des condensateurs de mémoires DRAM (*Dynamic Random Access Memory*). Les mémoires FeRAM (*Ferroelectric Random Access Memory*) sont, quant à elles, fabriquées avec des matériaux dans l'état de polarisation rémanente ($+P_r$ et $-P_r$, **Figure I.5a**) associée au codage binaire 0 et 1. Ces valeurs de polarisation sont aisément commutables sous l'action d'un champ électrique externe. Grâce à cette polarisation rémanente, on peut donc s'affranchir des problèmes de rafraîchissement des mémoires volatiles. Aussi, une évolution importante a eu lieu ces dernières années par la fabrication de ces mémoires. En 2004, Samsung a fabriqué à partir de titano-zirconate de plomb (PZT) la première mémoire ferroélectrique industrielle (4 Mbit) [27]. Cependant, deux critères doivent encore être optimisés : la réduction des coûts de fabrication et l'amélioration de leur fiabilité.

- De nos jours, les condensateurs sont difficilement intégrables dans les circuits intégrés (*ICs*) en raison d'une occupation en surface trop importante. La forte permittivité relative des matériaux ferroélectriques peut aider à la réduction de leurs dimensions et les rendre ainsi plus facilement intégrables. Cependant, l'incompatibilité entre la technologie "silicium" et les matériaux ferroélectriques a pénalisé leur développement. Toutefois, depuis une dizaine d'années des avancées importantes ont été réalisées (amélioration de l'interface ferroélectrique/silicium et conservation des performances des *ICs* après intégration du matériau ferroélectrique) [28, 29].

- Plusieurs autres types d'applications existent : les condensateurs céramiques multicouches, les dispositifs piézoélectriques, les capteurs pyroélectriques, les dispositifs pour

applications électro-optiques, mais elles restent en dehors des préoccupations des travaux de recherche présentés dans ce manuscrit. C'est pourquoi nous ne les traiterons pas.

I.3.4 Application des matériaux ferroélectriques aux dispositifs reconfigurables

Le cœur de ce manuscrit concerne l'utilisation des matériaux ferroélectriques dans des dispositifs agiles en fréquence. La bibliographie nous fournit des nombreux exemples d'éléments reconfigurables tels que les oscillateurs, filtres, résonateurs, déphaseurs, antennes...

Oscillateurs (*Voltage Controlled Oscillators* (VCO)) : éléments qui via une tension d'entrée, contrôlent linéairement la fréquence d'un signal en sortie. Ils sont utilisés en électronique analogique comme synthétiseur de fréquence, circuit de récupération d'horloge ou comme boucle à verrouillage de phase. Des oscillateurs reconfigurables à relativement basse fréquence ont été fabriqués. Pour exemple, une variation en fréquence de 205 MHz à 216,3 MHz sous une tension de commande de 4,5 V a été reportée avec un bruit de phase de -90 dBc/Hz à 100 kHz (**Figure I.11a**) [30]. A fréquences plus élevées, une variation de 1,625 GHz à 1,675 GHz sous une tension de commande de 100 V a été mesurée avec un bruit de phase de -81,4 dBc/Hz à 100 kHz (**Figure I.11b**) [31].

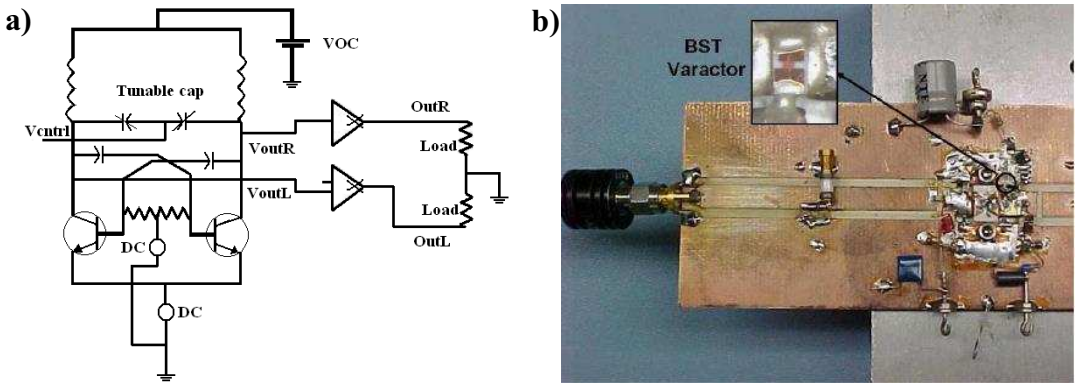


Figure I.11. (a) Schéma d'un oscillateur reconfigurable dans la bande de 200 MHz, réalisé par [30] ; (b) oscillateur reconfigurable dans la gamme du GHz, fabriqué par [31]

Résonateurs : éléments utilisés pour rejeter une fréquence, mais aussi pour fabriquer des filtres. La longueur électrique du doigt (**Figure I.12a**) contrôle la fréquence de rejection. L'agilité en fréquence de ces éléments est donc obtenue en faisant varier la valeur de la longueur électrique. De nombreux exemples de résonateurs reconfigurables ont été publiés. Deux ont particulièrement attiré notre attention. Ce sont : (i) le résonateur DBR (*Dual*

Behavior Resonator) (**Figure I.12a**) imprimé sur un film ferroélectrique de KTN. Il présente une variation en fréquence de résonance allant de 6,2 GHz à 7,6 GHz sous un champ de commande égal à 80 kV/cm [32]; (ii) le résonateur coplanaire (**Figure I.12b**), chargé par un monocristal de $SrTiO_3$, présente une variation maximale en fréquence de 8,90 GHz à 9,97 GHz sous une tension de 200 V [33].

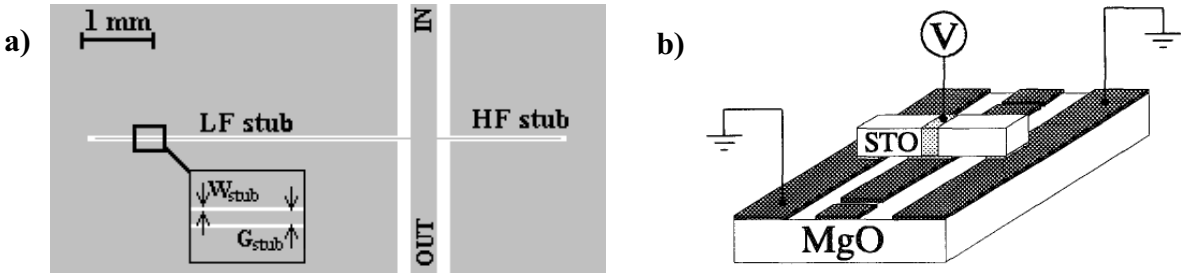


Figure I.12. Exemples de résonateurs reconfigurables à structure coplanaire : (a) imprimé sur un film de KTN [32] ; (b) fabriqué avec un monocristal de $SrTiO_3$ [33]

Filtres passe-bande : ces composants sont essentiels en électronique afin de sélectionner la bande de fréquence d'un signal. Ils sont très souvent fabriqués à partir de résonateurs couplés, chacun possédant des fréquences de résonance spécifiques. Ces dernières années, l'agilité en fréquence est réalisée en intégrant des condensateurs ferroélectriques localisés ou à l'aide d'un film mince ferroélectrique déposé sous le résonateur. Les filtres reconfigurables ont montré de plus en plus d'intérêts, principalement pour les systèmes de communication sans fil. Pour exemple : une variation en fréquence de 380 MHz à 420 MHz a été mesurée avec un filtre reconfigurable intégrant des condensateurs ferroélectriques en BST sous une tension de commande de 300 V [34] (**Figure I.13a**). Un filtre fabriqué à partir de résonateurs en anneau (*split-ring*) imprimés sur un film de BST présente une variation de sa fréquence centrale entre 2,95 GHz et 3,57 GHz sous une tension de commande de 100 V [35] (**Figure I.13b**). Un autre filtre, réalisé en utilisant des condensateurs ferroélectriques (BST), montre une variation de sa fréquence centrale de 48,1 GHz à 52,1 GHz sous une tension de commande inférieure à 30 V [36] (**Figure I.13c**).

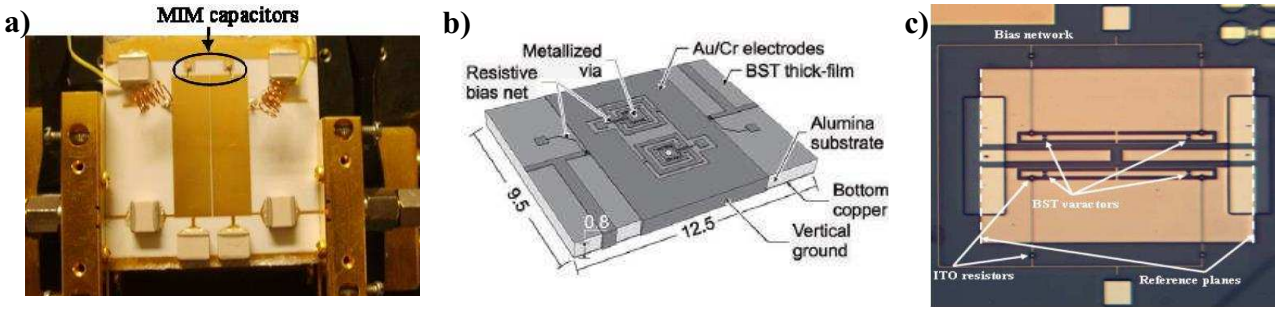


Figure I.13. Exemples de filtres reconfigurables à base de : (a) condensateurs ferroélectriques (~ 400 MHz) [34] ; (b) résonateurs en anneau (~ 3 GHz) [35] ; condensateurs ferroélectriques (~ 50 GHz) [36]

Déphaseurs : éléments permettant de contrôler la phase d'un signal. Il existe trois types principaux basés sur l'utilisation de lignes à retard, de dispositifs en réflexion et de lignes chargées périodiquement. Leur application principale se trouve dans la fabrication de réseaux d'antennes. L'intégration de matériaux ferroélectriques dans ces éléments permet non seulement le contrôle du déphasage via une tension de commande externe, mais aussi une miniaturisation du composant. Pour exemple : un déphaseur utilisant un film ferroélectrique de BST présente une variation de phase égale à 262º à 18 GHz sous une tension de commande de 32 V [37] (**Figure I.14a**). De manière similaire, une ligne de transmission artificielle (structure simulant les caractéristiques électriques d'une ligne de transmission) imprimée sur un film de BST est utilisée comme déphaseur. Elle permet d'obtenir un déphasage de 342º sous une tension de 500 V [38] (**Figure I.14b**).

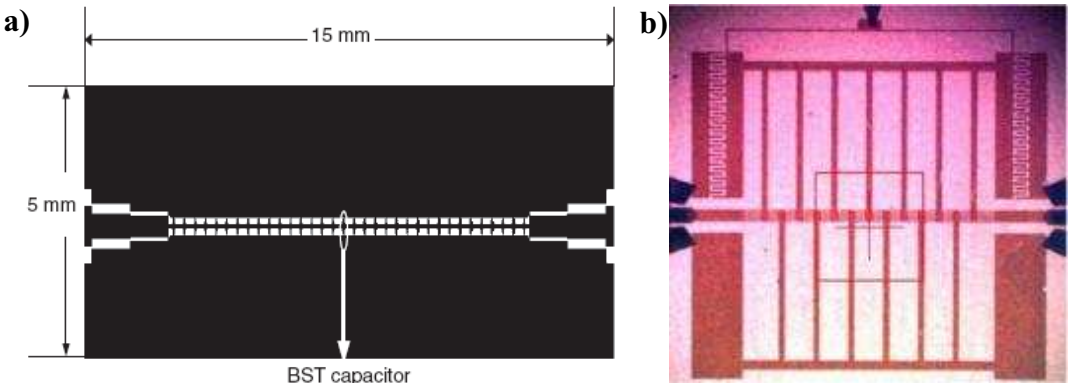


Figure I.14. Exemples de déphaseurs reconfigurables : (a) ligne de transmission chargée par des condensateurs BST [37] ; (b) ligne de transmission artificielle imprimée sur un film de BST [38]

Antennes : éléments transmettant ou rayonnant une onde électromagnétique. Elles sont utilisées comme élément principal dans les *front-end* des systèmes de communication sans fil. Selon l'application visée, les antennes reconfigurables peuvent être utilisées de façon unitaire ou en réseau. Pour exemple, une antenne unitaire en structure CPW (*Coplanar Waveguide*) (**Figure I.15a**) a été développée pour les communications de type (UMTS, WLAN....) [39]. Elle a été imprimée sur un film de matériau ferroélectrique BST en associant des varicaps ferroélectriques. Sous une tension de commande égale à 7 V, une variation de la fréquence de travail de 5,3 GHz à 5,8 GHz a été mesurée. Un réseau d'antennes microruban (**Figure I.15b**) a été imprimé toujours sur un film de BST. Sous une tension de 180 V, ce réseau présente un dépointage de ± 50º de son diagramme de rayonnement [40].

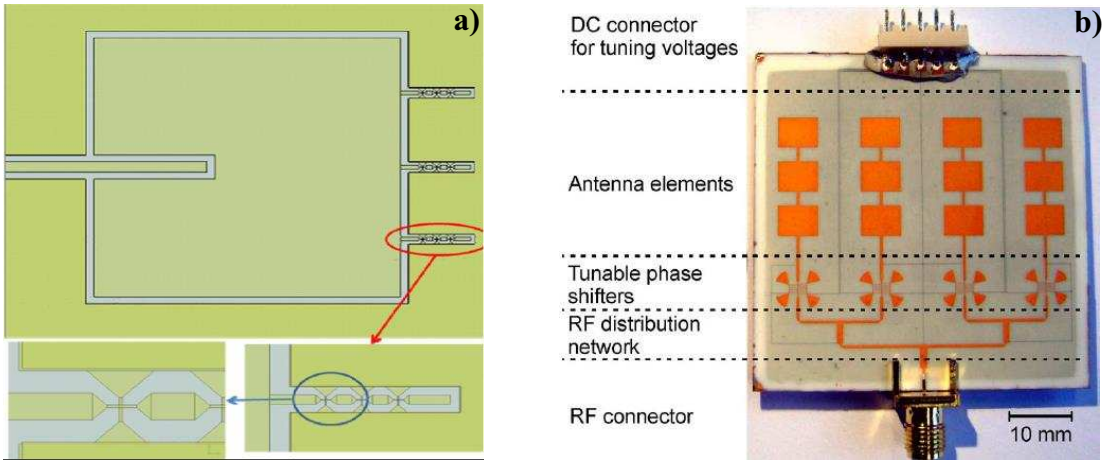


Figure I.15. Exemples d'antennes reconfigurables : (a) imprimée sur un film de BST et associée à des varicaps ferroélectriques [39] ; (b) à base de déphaseurs en BST [40]

I.3.5 La famille $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ (BST)

Le titanate de baryum-strontium (BST) (**Figure I.16**), est le matériau ferroélectrique le plus utilisé dans le domaine des hyperfréquences. Ses caractéristiques diélectriques ainsi que sa compatibilité potentielle avec la technologie des circuits intégrés monolithiques MMIC (*Monolithic Microwave Integrated Circuit*) en font un matériau de choix dans la fabrication de dispositifs reconfigurables.

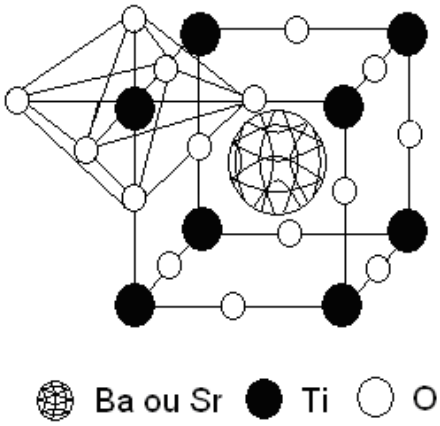


Figure I.16. Représentation de la maille élémentaire du matériau BST

Un des intérêts de ce matériau est l'ajustement de sa température de Curie selon la proportion relative de Baryum et de Strontium. Lorsque x = 0, le matériau est dans l'état ferroélectrique à température ambiante (matériau $BaTiO_3$, $T_c \sim 400$ K). Lorsque x = 1 ($SrTiO_3$), le matériau est dans l'état paraélectrique, toujours à température ambiante. Lorsque

x = 0,6, le matériau BST est toujours dans l'état paraélectrique à température ambiante, mais très proche de la transition de paraélectrique/ferroélectrique (T_c = 270 K). Ce matériau présente des caractéristiques diélectriques intéressantes en bande *X* (entre 8 GHz et 12 GHz) avec des valeurs de permittivité relative $\varepsilon_r \approx 500$ et des valeurs de tangente de pertes $tan\delta_r \approx 0{,}05$ [41,42]. Toutefois, l'amélioration des techniques de fabrication et l'ajout de dopants permettent une réduction significative des pertes ($tan\delta_r$ évolue de 0,013 à 0,007 après dopage par MgO [43]).

Dans le **Tableau I.2** sont regroupées les principales caractéristiques de quelques dispositifs agiles en fréquence basés sur l'utilisation du matériau BST.

Tableau I.2

Dispositifs agiles en fréquence à base de BST

	Fréquence (GHz)	Agilité (%)	E_{bias} (kV/cm)	Pertes d'insertion (dB)
Filtre passe-bande [44]	~ 0,2	57	200	3,0
Filtre passe-bande [45]	~ 2,5	16	400	3,3
Filtre passe-bande [46]	~ 13	20	100	3,3
Condensateur interdigité [47]	~ 25	20	60	--

I.4 Les matériaux utilisés dans ce manuscrit

I.4.1 La famille $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN)

Le tantalate niobiate de potassium (KTN) est aussi un matériau à structure perovskite (**Figure I.17**). Sa température de Curie peut être ajustée par la composition de la solution solide $KTaO_3$ - $KNbO_3$. Elle varie linéairement selon la formule suivante, établie avec le matériau massif [48] :

$$T_c[K] = 676x + 32 \quad (x > 5\%) \qquad \text{(I.2)}$$

À température ambiante, lorsque x = 0, le matériau est dans un état paraélectrique ($KTaO_3$ de structure cubique avec a = 3,989 Å et T_c = 13 K [48]). Lorsque x = 1, il est dans un état ferroélectrique ($KNbO_3$ de structure orthorhombique avec a = 5,695 Å, b = 5,721 Å et

c = 3,974 Å, T_c = 701 K). Le **Tableau I.3** présente l'évolution de la température de Curie du matériau massif pour quelques compositions du matériau KTN.

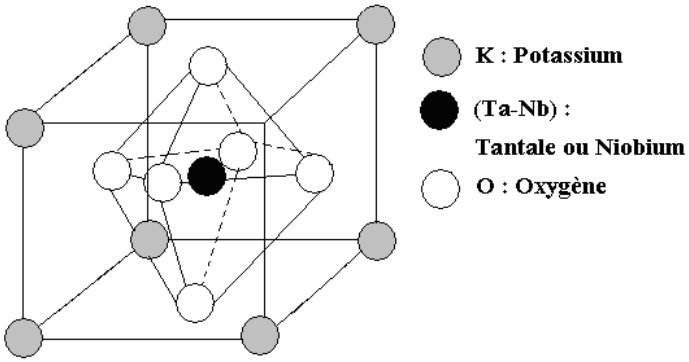


Figure I.17. Représentation de la maille élémentaire du matériau KTN

Tableau I.3

Évolution de la température de Curie de quelques compositions du matériau KTN en massif

Composition KTN	$KNbO_3$	$KTa_{0,4}Nb_{0,6}O_3$	$KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$	$KTa_{0,6}Nb_{0,4}O_3$	$KTaO_3$
T_c en K (ºC)	701 (428)	438 (165)	370 (97)	302 (29)	13 (-260)

Entre les structures cubique (paraélectrique) et rhomboédrique (ferroélectrique), le matériau KTN présente des structures intermédiaires. Elles sont successivement quadratique et orthorhombique, lorsque la proportion en niobium augmente. La **Figure I.18** présente le diagramme de phase du matériau $KTa_yNb_{1-y}O_3$, diagramme qui a été élaboré tout d'abord par S. Triebwasser [48], puis complété par D. Rytz et H. J. Scheel [49].

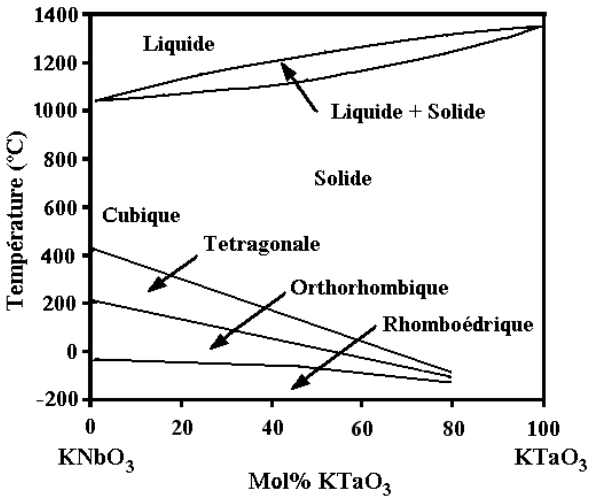


Figure I.18. Diagramme de phase du matériau $KTa_yNb_{1-y}O_3$ en fonction de la proportion de Ta [48, 49]

La famille KTN présente une riche variété de propriétés physiques. Le matériau est ainsi utilisé dans des détecteurs pyroélectriques [50] grâce à son large effet électro-optique (effet Pockels) et en optique non linéaire (effet Kerr) [51, 52]. Ce matériau présente aussi de très bonnes propriétés de couplage piézoélectrique, ce qui en fait un matériau de choix pour le remplacement du matériau $PbZn_xTi_{1-x}O_3$, matériau étant interdit d'utilisation au niveau Européen depuis le 1er juillet 2006 en raison de la toxicité du plomb.

Des travaux récents ont montré les fortes potentialités du matériau KTN en hyperfréquences. Il présente une permittivité relative plus importante que celle du BST en bande *X* (ε_r = 700 - 850) [32,53], ce qui laisse augurer une miniaturisation poussée des dispositifs élaborés [53, 54]. Malheureusement, le matériau KTN souffre aussi de pertes intrinsèques non négligeables ($tan\delta_r$ = 0,15 - 0,30 toujours en bande *X* [32, 53]).

La composition utilisée lors de ces travaux a été fixée à x = 0,5 soit une température de Curie égale à 370 K (sur matériau massif). Par conséquent, le matériau $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ est censé se trouver dans l'état ferroélectrique (structure orthorhombique) à température ambiante. Cette composition permet aussi d'obtenir une agilité maximale de la permittivité relative [55], et par conséquent une agilité maximale des dispositifs élaborés à partir de ce matériau sera attendue. De plus, nous visons des applications travaillant à des fréquences supérieures ou égales à 10 GHz. Et il a été démontré qu'à partir de 10 GHz, le mouvement des parois de domaines est gelé et qu'il n'a peu ou plus d'effet piézoélectrique [56]. Par conséquent, les pertes hyperfréquences associées à ces deux phénomènes n'existent plus. Qui plus est, travailler à des fréquences au moins égales à 10 GHz permet de rendre le matériau ferroélectrique compétitif par rapport aux solutions basées sur l'utilisation des composants électroniques. Pour exemple, le facteur de qualité *Q* d'une diode varactor varie en 1/*f* (avec *f*, la fréquence de travail), alors que celui d'une varactor à matériau ferroélectrique ne varie pas avec la fréquence, voire même augmente à plus haute fréquence [57]. Enfin, notons aussi que la grande majorité des applications basées sur les matériaux ferroélectriques utilise ces derniers dans l'état paraélectrique. Cependant, la présence de contraintes à l'interface film/substrat provoque une polarisation induite du matériau déposé. On peut donc se poser la question de l'existence d'un réel état paraélectrique [58-60].

En revanche, les pertes diélectriques intrinsèques du matériau ferroélectrique KTN limiteront dans l'absolu les performances des dispositifs hyperfréquences. Deux principales

solutions ont été évaluées afin de limiter ces pertes. La première, le dopage par MgO, a permis de réduire la valeur de la tangente de pertes à $tan\delta_r = 0{,}079$ à 12,5 GHz [61]. La deuxième préconise l'utilisation de couche tampon de $KNbO_3$ afin d'améliorer la qualité cristalline du film de KTN et par conséquent, limiter les pertes ($tan\delta_r = 0{,}042$ à 12,25 GHz [62]). A nous aussi de proposer des solutions originales afin de limiter ses pertes (elles seront développées dans le **Chapitre IV** de ce manuscrit).

I.4.2 La famille $Bi_{1,5-x}Zn_{1-y}Nb_{1,5}O_{7-\delta}$ (BZN)

L'oxyde BZN est un diélectrique de structure pyrochlore et de formule générale $A_2B_2O_6O'$ ou A et B sont de cations et O' les atomes d'oxygène autour du bismuth. Dans ces travaux, nous nous sommes concentrés sur le matériau $[Bi_{1,5}Zn_{0,5}][Zn_{0,5}Nb_{1,5}]O_7$ (BZN) à symétrie cubique (a = 10,556 Å), car cette symétrie présente les caractéristiques diélectriques les plus intéressantes. Sur matériau massif, les études ont mis en évidence des permittivités élevées (150-180), des pertes diélectriques très faibles (< 0,0004) et des phénomènes de relaxations importantes à basse température (~150 K) [63]. La maille élémentaire de BZN est présentée **Figure I.19** [64].

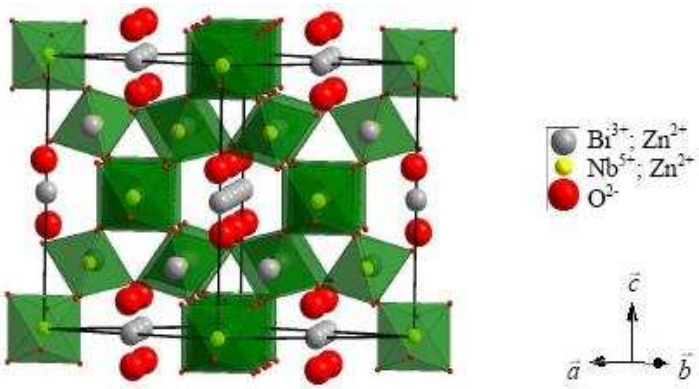


Figure I.19. Représentation de la maille élémentaire du matériau $[Bi_{1,5}Zn_{0,5}][Zn_{0,5}Nb_{1,5}]O_7$ [64]

Les matériaux diélectriques relaxeurs se différencient des matériaux ferroélectriques traditionnels, car la température associée au maximum de la permittivité relative (qui n'est plus la température de Curie) varie avec la fréquence de travail (**Figure I.20**). De plus, les diélectriques relaxeurs ne présentent pas de cycle d'hystérésis, comme observé avec les matériaux ferroélectriques.

Le matériau BZN déposé en couches minces présente aussi des caractéristiques diélectriques intéressantes : une forte permittivité relative (ε_r = 150) [65] et de très faibles pertes diélectriques ($tan\delta_r$ < 0,0005) dans la gamme des MHz [66]. Les applications de ce matériau sont nombreuses. Il est utilisé dans la fabrication des condensateurs MIM, de par sa valeur élevée de permittivité relative et à sa relative basse température de synthèse (300 °C) [67]. Il est aussi utilisé dans la fabrication des déphaseurs en raison de sa faible tangente de pertes, même aux très hautes fréquences (pertes d'insertion = 3,5 dB à 15 GHz) [68]. Enfin, la fabrication des OTFT (*Organic Thin Films Transistors*) l'emploie en raison de sa facile intégration et de sa valeur de permittivité relative (ε_r = 50) [69].

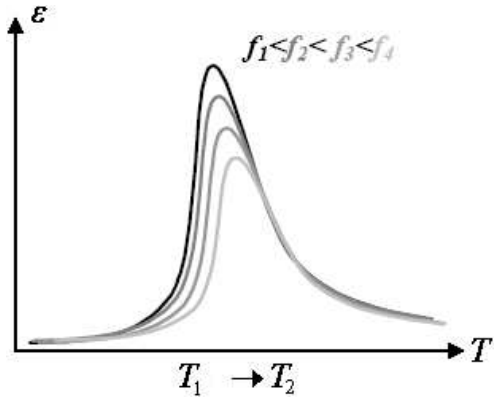


Figure I.20. Evolution de la permittivité relative d'un matériau diélectrique relaxeur en fonction de sa température et de sa fréquence de travail

I.5 Dépôt de matériaux en couches minces

L'intérêt du grand public pour les terminaux mobiles (smartphones, tablettes,…) motive les fabricants à une intégration et à une miniaturisation de plus en plus poussées des composants utilisés. Les matériaux agiles déposés en couches minces sont une solution permettant de répondre à cette problématique.

Le terme couche mince, décrit un matériau solide doté d'une épaisseur comprise entre quelques nanomètres (~ 10 nm) et quelques micromètres. Vu ces dimensions particulières, le matériau nécessite un support sur lequel il sera déposé. Ce dernier est appelé substrat. De plus, cette quasi-bidimensionnalité entraîne une modification de la majorité des propriétés physiques du matériau. Ainsi, les caractéristiques du matériau déposé sous forme de couche mince ont souvent évolué par rapport à celles du matériau sous forme massif.

Notamment, les effets de surface et/ou interface (couche/électrode - couche/substrat) influencent grandement les caractéristiques du film étudié. Effectivement, de nouveaux comportements sont observés :

- Une plus faible tension est souvent requise pour la commande électrique du matériau déposé [15], ce qui entre en adéquation avec les tensions standard utilisées en électronique (quelques volts).

- La valeur de la permittivité relative du matériau en couche mince est généralement plus faible que celle du même matériau sous forme massif. Cette réduction peut être imputée à des dimensions de grains plus faibles pour les couches minces (50 à 200 nm) par rapport aux céramiques [70], à des contraintes mécaniques induites par le substrat [71], à des inhomogénéités de composition [72] ou encore à la formation de couches passives dotées d'une faible permittivité relative [73].

- Les pertes diélectriques sont souvent supérieures à celles du matériau à l'état massif [74]. Elles peuvent être d'origine extrinsèque, prépondérantes aux basses fréquences (effets d'interface, défauts dans la couche (impuretés, lacunes)) [75], ou d'origine intrinsèque, prépondérantes aux hautes fréquences (lié au couplage des ondes électromagnétiques avec les vibrations du réseau) [65].

- Un décalage de la température de Curie est souvent observé dans les couches minces. Cet effet est accompagné d'un élargissement du pic de permittivité relative lors de la transition ferroélectrique/paraélectrique [76].

- Le substrat influence d'une façon conséquente la structure cristallographique de la couche mince. Il conditionne l'orientation cristallographique de la couche mince suivant son axe de croissance et impacter ainsi ses caractéristiques diélectriques. Le film mince peut ainsi être classé dans trois groupes : (i) polycristallin, il ne présente aucune orientation privilégiée (**Figure I.21a**) ; (ii) texturé, il présente une croissance privilégiée perpendiculairement à la surface du substrat (**Figure I.21b**). Cependant, dans le plan du substrat l'orientation reste aléatoire ; (iii) épitaxié, les trois axes cristallographiques de la couche mince sont parallèles à ceux du substrat monocristallin (**Figure I.21c**). De plus, pour

nos applications en électronique, les substrats doivent présenter de faibles pertes diélectriques. Des substrats tels que Al_2O_3, MgO ou $LaAlO_3$ sont souvent utilisés.

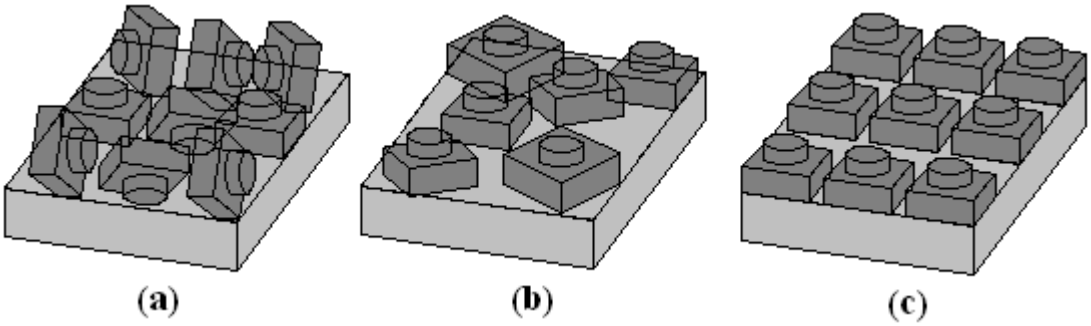


Figure I.21. Schéma de différentes structures cristallographiques de couches minces ; (a) état polycristallin ; (b) état texturé ; (c) état épitaxié

Conclusion

Un état de l'art des dispositifs reconfigurables a été présenté. Deux principaux moyens permettent d'assurer cette reconfigurabilité. Une première solution est basée sur l'emploi de composants électroniques comme les diodes, les transistors et les MEMS. La deuxième solution préconise l'intégration de matériaux agiles, matériaux pouvant répondre à une commande magnétique ou bien, nous concernant, à une commande électrique. Les avantages et les inconvénients relatifs aux différentes solutions ont été présentés et discutés.

Puis, nous avons décrit de manière plus précise les caractéristiques structurales, physico-chimiques et diélectriques de matériaux ferroélectriques et diélectriques développés dans ce mémoire. Les applications en électroniques et microélectronique (mémoires DRAM et FeRAM, condensateurs, oscillateurs, résonateurs, …) intégrant ces matériaux ont été présentées. La grande majorité des dispositifs hyperfréquences reconfigurables est basée sur l'utilisation du matériau ferroélectrique $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ (BST). Nous avons décidé de développer des dispositifs agiles en fréquence à partir du matériau $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) déposé en couche mince. En effet, ce dernier présente une valeur de permittivité relative plus importante que celle de BST, le prédisposant à une agilité en fréquence semble-t-il intéressante. Les pertes non négligeables en hyperfréquences limiteront dans l'absolu les performances des futurs dispositifs. Différentes solutions permettent de réduire ses pertes : le dopage, l'utilisation de couche tampon ou de couche à faibles pertes diélectriques, à partir du matériau $[Bi_{1,5}Zn_{0,5}][Zn_{0,5}Nb_{1,5}]O_7$ par exemple. Au final, le dépôt de ces matériaux en couches minces et leur optimisation est une étape indispensable à leur future intégration dans des dispositifs hyperfréquences planaires accordables.

Références Bibliographiques

[1] **F. Venneri, S. Costanzo, G. Di Massa, A. Borgia, P. Corsonello, and M. Salzano**, *Design of a Reconfigurable Reflectarray Based on a Varactor Tuned Element*, 6th Eur. Conf. Antennas Propag. (EuCAP), pp. 2628-2631, **Mars 2012**

[2] **Y. Tawk, J. Costantine, and C. G. Christodoulou**, *A Varactor-Based Reconfigurable Filtenna*, IEEE Antennas Wirel. Propag. Lett., vol. 11, pp. 716-719, **Mars 2012**

[3] **J.-H. Lim, G.-T. Back, Y.-I. Ko, C.-W. Song, and T.-Y. Yun**, *A Reconfigurable PIFA Using a Switchable PIN-Diode and a Fine-Tuning Varactor for USPCS/WCDMA/m-WiMAX/WLAN*, IEEE Trans. Antennas Propag., vol. 58, no. 7, pp. 2404-2411, **Juil. 2010**

[4] **U. L. Rohde, and A. K. Poddar**, *Reconfigurable and Cost-Effective FET Mixer,* IEEE 10th Annu. Wirel. Microw. Tech. Conf. (WAMICON), pp. 1-7, **Avr. 2009**

[5] **T. Aboufoul, A. Alomainy, and C. Parini**, *Reconfiguring UWB Monopole Antenna for Cognitive Radio Applications Using GaAs FET Switches*, IEEE Antennas Wirel. Propag. Lett., vol. 11, pp. 392-394, **Juil. 2012**

[6] **Y. Huang, A. S. Vasan, R. Doraiswami, M. Osterman, and M. Pecht,** *MEMS Reliability Review*, IEEE Trans. Device Mater. Reliab., vol. 12, no. 2, pp. 482-493**, Juin 2012**

[7] **U. Shah, M. Sterner, and J. Oberhammer**, *Compact MEMS Reconfigurable Ultra-Wideband 10-18 GHz Directional Couplers*, IEEE 25th Int. Conf. Micro Electro Mechani. Syst. (MEMS), pp. 684-687, **Mars 2012**

[8] **L. Larcher, R. Brama, M. Ganzerli, J. Iannacci, B. Margesin, M. Bedani, and A. Gnudi**, *A MEMS Reconfigurable Quad-Band Class-E Power Amplifier for GSM Standard*, IEEE 22th Int. Conf. Micro Electro Mechani. Syst. (MEMS), pp. 864-867, **Jan. 2009**

[9] **L. Pelliccia, S. Bastioli, F. Casini, and R. Sorrentino**, *High-Q MEMS-Reconfigurable Waveguide Filters*, Proc. 40th Eur. Microw. Conf. (EuMC), pp. 1126-1129, **Sept. 2010**

[10] **B. A. Cetiner, and N. Biyikli**, *Penta-Band Planar Inverted F-Antenna (PIFA) Integrated by RF-NEMS Switches*, 17th Bienn. Univ./Gov./Ind. Micro/Nano Sympos. (UGIM), pp. 116-119, **Juil. 2008**

[11] **J. D. Adam, L. E. Davis, G. F. Dionne, E. F. Schloemann, and S. N. Stitzer**, *Ferrite Devices and Materials*, IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 50, no. 3, pp. 721-737, **Mars 2002**

[12] **L. Zhu, V. Devabhaktuni, and M. Almalkawi**, *Magnetically Tunable Substrate Integrated Waveguide Bandpass Filters Employing Ferrites*, 36th Int. Conf. Infrared, Millim. Terahertz Waves (IRMMW-THz), pp. 1-2, **Oct. 2011**

[13] **A. Shamim, J. Bray, L. Roy, N. Hojjat, R. A. Elasoued, and D. Baillargeat**, *Microwave and Magnetostatic Characterization of Ferrite LTCC for Tunable and Reconfigurable SiP Applications*, IEEE/MTT-S Int. Microw. Sympos., pp. 691-694, **Juin 2007**

[14] **W. Hu, M. Y. Ismail, R. Cahill, J. A. Encinar, V. F. Fusco, H. S. Gamble, R. Dickie, D. Linton, N. Grant, and S. P. Rea**, *Electronically Reconfigurable Monopulse Reflectarray Antenna With Liquid Crystal Substrate*, 2nd Eur. Conf. Antennas Propag. (EuCAP), pp. 1-6, **Nov. 2007**

[15] **N. Setter, D. Damjanovic, L. Eng, G. Fox, S. Gevorgian, S. Hong, A. Kingon, H. Kohlstedt, N. Y. Park, G. B. Stephenson, I. Stolitchnov, A. K. Taganstev, D. V. Taylor, T. Yamada, and S. Streiffer,** *Ferroelectric Thin Films: Review of Materials, Properties, and Applications*, J. Appl. Phys., vol. 100, no. 5, pp. 051606–1-46, **Sept. 2006**

[16] **M. Gil, C. Damm, M. Sazegar, M. Maasch, A. Giere, M. Schußler, F. Aznar, A. Vélez, J. Bonache, R. Jakoby, and F. Martín**, *Tunable Sub-Wavelength Resonators Based on Barium-Strontium-Titanate Thick-Film Technology*, IET Microw. Antennas Propag., vol. 5, no. 3, pp. 316-323, **Fév. 2010**

[17] **O. G. Vendik**, *Insertion Loss in Reflection-Type Microwave Phase Shifter Based on Ferroelectric Tunable Capacitor*, IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 55, no. 2, pp. 425-429, **Fév. 2007**

[18] **J. C. Nino, M. T. Lanagan, and C. A. Randall**, *Dielectric Relaxation in Bi_2O_3-ZnO-Nb_2O_5 Cubic Pyrochlore*, J. Appl. Phys., vol. 89, no. 8, pp. 4512-4516, **Jan. 2001**

[19] **A.-K. Tagantsev, J. Lu, and S. Stemmer**, *Temperature Dependence of the Dielectric Tunability of Pyrochlore Bismuth Zinc Niobate Thin Films*, Appl. Phys. Lett., vol. 86, no. 3, pp. 032901–1-3, **Jan. 2005**

[20] **J. Park, J. W. Lu, D. S. Boesch, S. Stemmer, and R. A. York**, *Distributed Phase Shifter with Pyrochlore Bismuth Zinc Niobate Thin Films*, IEEE Microw. Wirel. Compon. Lett., vol. 16, no. 5, pp. 264-266, **Mai 2006**

[21] **Y. C. Lee, Y. P. Hong, D. M. Kim, and K. H. Ko**, *Very High Tunable Inter-Digital Capacitor Using Bismuth Zinc Niobate Thin-Film Dielectrics for Microwave Applications*, Electron. Lett., vol. 42, no. 15, pp. 851-853, **Juil. 2006**

[22] **J. Vasalek**, *Piezoelectric and Allied Phenomena in Rochelle Salt*, Phys. Rev., vol. 15, no. 4, pp. 537-538, **Avr. 1920**

[23] **C. Elissalde and J. Ravez,** *Ferroelectric Ceramics: Defects and Dielectric Relaxations*, J. Mater. Chem., vol. 11, pp. 1957-1967, **Avr. 2001**

[24] **D. Xie, Y. Zang, Y. Luo, T. Ren, and L. Liu**, *Fabrication and Properties of* $Pt/Bi_{3.15}Nd_{0.85}Ti_3O_{12}/HfO_2/Si$ *Structure for Ferroelectric DRAM (FEDRAM) FET*, IEEE Electron Device Lett., vol. 30, no. 5, pp. 463-465, **Mai 2009**

[25] **R. Moazzami, C. Hu, and W. H. Shepherd**, *A Ferroelectric DRAM Cell for High-Density NVRAM's*, IEEE Electron Device Lett., vol. 11, no. 10, pp. 454-456, **Oct. 1990**

[26] **C. Sudhamat, R. Khamankar, J. Kim, B. Jiang, J. C. Lee, P. D. Maniar, R. Moazzami, R. E. Jones Jr., and C. J. Mogab**, *Novel Methods for the Reliability Testing of Ferroelectric DRAM Storage Capacitors*, IEEE Int. Reliab. Phys. Sympos., 32nd Annu. Proc., pp. 238-242, **Avr. 1994**

[27] **D. J. Jung, F. D. Morrison, M. Dawber, H. H. Kim, K. Kim, and J. F. Scott**, *Effect of Microgeometry on Switching and Transport in Lead Zirconate Titanate Capacitors: Implications for Etching of Nano-Ferroelectrics*, J. Appl. Phys. vol. 95, no. 9, pp. 4968-4975, **Fév. 2004**

[28] **M. Y. Gureev, A. K. Tagantsev, and N. Setter**, *Improved Screening Ability of Ferroelectric-Semiconductor Interface*, IEEE Trans. Ultrason., Ferroelectr. Freq. Control, vol. 58, no. 9, pp. 1959-1961, **Sep. 2011**

[29] **M. P. Warusawithana, C. Cen, C. R. Sleasman, J. C. Woicik, Y. Li, L. F. Kourkoutis, J. A. Klug, H. Li, P. Ryan, L. P. Wang, M. Bedzyk, D. A. Muller, L. Q. Chen, J. Levy, and D. G. Schlom**, *A Ferroelectric Oxide Made Directly on Silicon*, Science, vol. 324, pp. 367-370, **Avr. 2009**

[30] **A. Jamil, T. S. Kalkur, and N. Cramer,** *Tunable Ferroelectric Capacitor-Based Voltage-Controlled Oscillator*, IEEE Trans. Ultrason., Ferroelectr. Freq. Control, vol. 54, no. 2, pp. 222-226, **Fév. 2007**

[31] **A. Victor, J. Nath, D. Ghosh, S. Aygun, W. Nagy, J.-P. Maria, A. I. Kingon, and M. B. Steer,** *Voltage Controlled GaN-on-Si HFET Power Oscillator Using Thin-Film Ferroelectric Varactor Tuning*, Proc. 36th Eur. Microw. Conf., pp. 87-90, **Sept. 2006**

[32] **V. Laur, A. Moussavou, G. Tanne, P. Laurent, V. Bouquet, S. Deputier, and M. Guilloux-Viry, F. Huret,** *Tunable DBR Resonators Using KTN Ferroelectric Thin-Films*, IEEE/MTT-S Int. Microw. Sympos., pp. 2059-2062, **Juin 2007**

[33] **I. Wooldridge, C. W. Turner, and P. A. Warburton,** *Electrical Tuning of Passive HTS Microwave Devices using Single Crystal Strontium Titanate*, IEEE Trans. Appl. Supercond., vol. 9, no. 2, pp. 3220-3223, **Juin 1999**

[34] **F. A. Houndonougbo, R. Costes, J. Fan, A. Crunteanu, V. Madrangeas, D. Cros, M. Pate, J. P. Ganne, and P. Monteil,** *A 380 - 420 MHz Two-Pole Tunable Filter Using New Ferroelectric Composite Capacitors*, Proc. 40th Eur. Microw. Conf., pp. 1134-1137, **Sept. 2010**

[35] **Y. Zheng, M. Sazegar, H. Maune, X. Zhou, J. R. Binder, and R. Jakoby,** *Compact Substrate Integrated Waveguide Tunable Filter Based on Ferroelectric Ceramics*, IEEE Microw. Wireless Compon. Lett., vol. 21, no. 9, pp. 477-479, **Sept. 2011**

[36] **H. Jiang, B. Lacroix, K. Choi, Y. Wang, A. T. Hunt, and J. Papapolymeroum,** *Ka and U-Band Tunable Bandpass Filters Using Ferroelectric Capacitors*, IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 59, no. 12, pp. 3068-3075, **Déc. 2011**

[37] **W. He, C. Yang, H. Chenm, and J. Zhang,** *Effects of Fringing Capacitor on Ferroelectric Phase Shifter*, Electron. Lett., vol. 46, no. 6, pp. 426-428, **Mars 2010**

[38] **M. Sazegar, Y. Zheng, H. Maune, X. Zhou, C. Damm, and R. Jakoby,** *Compact Artificial Line Phase Shifter on Ferroelectric Thick-Film Ceramics*, IEEE MTT-S Int. Microw. Sympos. Dig. (MTT), pp. 860-863, **Mai 2010**

[39] **H. Jiang, M. Patterson, D. Brown, C. Zhang, K. C. Pan, G. Subramanyam, D. Kuhl, K. Leedy, and C. Cerny,** *Miniaturized and Reconfigurable CPW Square-Ring Slot Antenna Loaded With Ferroelectric BST Thin Film Varactors*, IEEE Trans. Antennas Propag., vol. 60, no. 7, pp. 3111-3119, **Juil. 2012**

[40] **M. Sazegar, Y. Zheng, H. Maune, C. Damm, X. Zhou, J. Binder, and R. Jakob,** *Low-Cost Phased-Array Antenna Using Compact Tunable Phase Shifters Based on Ferroelectric Ceramics*, IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 59, no. 5, pp. 1265-1273, **Mai 2011**

[41] **M. Ouaddari, S. Delprat, F. Vidal, M. Chaker, and K. Wu**, *Microwave Characterization of Ferroelectric Thin-Film Materials*, IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 53, no. 4, pp. 1390-1397, **Avr. 2005**

[42] **B. Ouagague, H. B. El-Shaarawy, S. Pacchini, S. Payan, A. Rousseau, M. Maglione, and R. Plana**, *BST Tunability Study at DC and Microwave Frequencies by Using IDC and MIM Capacitors*, in Proc. Asia-Pacific Microw. Conf., Yokohama, Japan, pp. 1837-1840, **Déc. 2010**

[43] **M. W. Cole, P. C. Joshi, M. H. Ervin, M. C. Wood, and R. L. Pfeffer**, *The Influence of Mg Doping on the Materials Properties of $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ Thin Films for Tunable Device Applications*, Thin Solid Films, vol. 374, no. 1, pp. 34-41, **Oct. 2000**

[44] **A. Tombak, J. -P. Maria, F. T. Ayguavives, Z. Jin, G. T. Stauf, A. I. Kingon, and A. Mortazawi**, *Voltage-Controlled RF Filters Employing Thin-Film Barium–Strontium–Titanate Tunable Capacitors*, IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 51, no. 2, pp. 462-467, **Fév. 2003**

[45] **J. Nath, D. Ghosh, J.-P. Maria, A. I. Kingon, W. Fathelbab, P. D. Franzon, and M. B. Steer**, *An Electronically Tunable Microstrip Bandpass Filter Using Thin-Film Barium–Strontium–Titanate (BST) Varactors*, IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 53, no. 9, pp. 2707-2712, **Sept. 2005**

[46] **J. Papapolymerou, C. Lugo, Z. Zhao, X. Wang, and A. Hunt**, *A Miniature Low-Loss Slow-Wave Tunable Ferroelectric Bandpass Filter From 11-14 GHz*, in IEEE MTT-S Int. Microw. Sympos. Dig., pp. 556-559, **Juin 2006**

[47] **M. Al Ahmad, N. Rolland, and P.-A. Rolland**, *Tunable BST Capacitor Loss Compensation Using Active Circuit*, IEEE Microw. Wirel. Compon. Lett., vol. 16, no. 10, pp. 549-551, **Oct. 2006**

[48] **S. Triebwasser**, *Study of Ferroelectric Transitions of Solid-Solution Single Crystals of $KNbO_3$-$KTaO_3$*, Phys. Rev., vol. 114, no. 1, pp. 63-70, **Avr. 1959**

[49] **D. Rytz, and H. J. Scheel**, *Crystal Growth of $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ ($0<x<0.04$) Solid Solutions by a Slow-Cooling Method*, J. Cryst. Growth, vol. 59, no. 3, pp. 468-484, **Oct. 1982**

[50] **H. Pierhöfer, Z. Sitar, T. Dietrich, F. Gitsman, and P. Günter**, *Fabrication and Pyroelectric Response of a Hybrid Pyroelectric Detector Based on Epitaxial $K_{0.9}Na_{0.1}Ta_{0.6}Nb_{0.4}O_3$ Thin Films*, Microelectron. Eng., vol. 29, no. 1-4, pp. 89-92, **Déc. 1995**

[51] **J. E. Geusic, S. K. Kurtz, L. G. Van Uitert, and S. H. Wemple**, *Electro-Optic Properties of Some ABO_3 Perovskite in the Paraelectric Phase*, Appl. Phys. Lett., vol. 4, no. 8, pp. 141-143, **Mars 1964**

[52] **F. S. Chen, J. E. Geusic, S. K. Kurtz, J. G. Skinner, and S. H. Wemple**, *Light Modulation and Beam Deflection with Potassium Tantalate-Niobate Crystals*, J. Appl. Phys., vol 37, no. 1, pp. 388-398, **Janv. 1966**

[53] **Q. Simon, Y. Corredores, X. Castel, R. Benzerga, R. Sauleau, K. Mahdjoubi, A. Le Febvrier, S. Deputier, M. Guilloux-Viry, L. Zhang, P. Laurent, and G. Tanné**, *Highly Tunable Microwave Stub Resonator on Ferroelectric $KTa_{0.5}Nb_{0.5}O_3$ Thin Film*, Appl. Phys. Lett., vol. 99, no. 9, pp. 092904-1, **Août 2011**

[54] **J. Venkatesh, V. Sherman, and N. Setter**, *Synthesis and Dielectric Characterization of Potassium Niobiate Tantalate Ceramics*, J. Am. Ceram. Soc., vol. 88, no. 12, pp. 3397-3404, **Déc. 2005**

[55] **A. Perrin, A. Rousseaua, D. Fasquelle, V. Laur, V. Bouquet, S. Deputier, P. Laurent, G. Tanne, F. Huret, J. C. Carru and M. Guilloux-Viry**, *Epitaxially Grown Ferroelectric Thin Films for Agile Devices*, Phase Transit., vol. 81, no. 7-8, pp. 643-665, **Août 2008**

[56] **S. Gevorgian and E. L. Kollberg**, *Do We Really Need Ferroelectrics in Paraelectric State Only in Electrically Controlled Microwave Devices?*, IEEE Trans. Microw. Theory Techn., vol. 49, no. 11, pp. 2117-2124, **Nov. 2001**

[57] **S. Abadei, S. Gevorgian, C.-R. Cho, A. Grishin, J. Andreasson, and T. Lindbäck**, *DC Field Dependent Properties of $Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ / SiO_2 / Si Structures at Millimeter-Wave Frequencies*, Appl. Phys. Lett., vol. 78, no. 13, pp. 1900-1902, **Mars 2001**

[58] **N. A. Pertsev, A. K. Tagantsev, and N. Setter**, *Phase Transitions and Strain Induced Ferroelectricity in $SrTiO_3$ Epitaxial Films*, Phys. Rev. B, vol. 61, no. 2, pp. R825-R829, **Jan. 2000**

[59] **S. Gevorgian, P. K. Petrov, S. Abadei, and Z. Ivanov**, *Strain Induced Ferroelectricity in Epitaxial $SrTiO_3$ Films*, Integrated Ferroelect., vol. 33, no. 1-4, pp. 311-321, **Août 2001**

[60] **T. Schimitsu**, *The Effect of Strain on the Permittivity of $SrTiO_3$ from First-Principle Study*, Solid State Commun., vol. 102, no. 7, pp. 523-527, **Mai 1997**

[61] **Q. Simon, V. Bouquet, W. Peng, J.-M. Le Floch, F. Houdonougbo, S. Députier, S. Weber, A. Dauscher, V. Madrangeas, D. Cros, and M. Guilloux-Viry**, *Reduction of Microwave Dielectric Losses in $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ Thin Films by MgO-Doping*, Thin Solid Films, vol. 517, no. 20, pp. 5940-5942, **Août 2009**

[62] **J. -M. Le Floch, F. Houndonougbo, V. Madrangeas, D. Cros, M. Guilloux-Viry, and W. Peng**, *Thin Film Materials Characterization Using TE Modes Cavity*, J. Electromagn. Waves Appl., vol. 23, no. 4, pp. 549-559, **Fév. 2009**

[63] **J. C. Nino, M. T. Lanagan, and C. A. Randall**, *Dielectric Relaxation in Bi_2O_3-ZnO-Nb_2O_5 Cubic Pyrochlore*, J. Appl. Phys., vol. 89, no. 8, pp. 4512-4516, **Avr. 2001**

[64] **A. Le Febvrier**, *Couches Minces et Multicouches d'Oxydes Ferroélectrique (KTN) et Diélectrique (BZN) pour Applications en Hyperfréquences*, Thèse de l'Université de Rennes 1, **15 Oct. 2012**

[65] **W. Ren, S. T. McKinstry, C. A. Randall, and T. R. Shrout**, *Bismuth Zinc Niobate Pyrochlore Dielectric Thin Films for Capacitive Applications*, J. Appl. Phys., vol. 89, no. 1, pp. 767-774, **Janv. 2001**

[66] **J. Lu, and S. Stemmer**, *Low-Loss, Tunable Bismuth Zinc Niobate Flms Deposited by RF Magnetron Sputtering*, Appl. Phys. Lett. vol. 83, no. 12, pp. 2411-2413, **Sept. 2003**

[67] **K.-H. Cho, M.-G. Kang, C.-Y. Kang, S.-J. Yoon, and Y. P. Lee**, *Titanium-Substituted $Bi_{1.5}Zn_{1.0}Nb_{1.5}O_7$ for High-Density and Low-Temperature-Coefficient-of-Capacitance MIM Capacitor by Low-Temperature Process (300 ºC)*, IEEE Electron Device Lett., vol. 31, no. 5, pp. 473-475, **Mai 2010**

[68] **J. Park, J. W. Lu, D. S. Boesch, S. Stemmer, and R. A. York,** *Distributed Phase Shifter with Pyrochlore Bismuth Zinc Niobate Thin Films*, IEEE Microw. Wireless Compon. Lett., vol. 16, no. 5, pp. 264-266, **Mai 2006**

[69] **Y. Choi, I.-D. Kim, H. L. Tuller, and A. I. Akinwande**, *Low-Voltage Organic Transistors and Depletion-Load Inverters With High-K Pyrochlore BZN Gate Dielectric on Polymer Substrate*, IEEE Trans. Electron Devices, vol. 52, no. 12, pp. 2819-2824, **Déc. 2005**

[70] **L. Szymczak, Z. Ujma, J. Hañderek, and J. Kapusta**, *Sintering Effects on Dielectric Properties of $(Ba,Sr)TiO_3$ Ceramics*, Ceram. Int., vol. 30, no. 6, pp. 1003-1008, **Avr. 2004**

[71] **H. X. Lu, J. L. Zhao, J. R. Sun, J. Wang, and B. G. Shen**, *Ferroelectric Domain Structure of the $BiFeO_3$ Film Grown on Different Substrates*, Phys. B : Condens. Matter, vol. 406, no. 3, pp. 305-308, **Fév. 2011**

[72] **J.-L. Cao, A. Solbach, U. Klemradt, T. Weirich, J. Mayer, U. Böttger, P. J. Schorn, and R. Waser**, *Density Inhomogeneity in Ferroelectric Thin Films*, Appl. Phys. Lett., vol. 89, no. 5, pp. 052901–1-3, **Juil. 2006**

[73] **Y. Zhenga, B. Wangb, and C. H. Woob**, *Effects of Interface Dislocations on Properties of Ferroelectric Thin Films*, J. Mech. Phys. Solids, vol. 55, no. 8, pp. 1661-1676, **Août 2007**

[74] **A. K. Tagantsev, V. O. Sherman, K. F. Astafiev, J. Venkateshet, and N. Setter**, *Ferroelectric Materials for Microwave Tunable Applications*, J. Electroceramics, vol. 11, no. 1-2, pp. 5-66, **Nov. 2003**

[75] **X. Z. Liu, and Y. R. Li**, *Dielectric Properties of Multilayered $SrTiO_3$ Thin Films With Graded Oxygen Vacancy Concentration*, Appl. Phys. A : Mater. Sci. Proc., vol. 83, no. 1, pp. 67-72, **Mars 2006**

[76] **K. Suzuki, W. Sakamoto, T. Yogo, and S.-I. Hirano,** *Processing of Oriented $K(Ta,Nb)O_3$ Films Using Chemical Solution Deposition*, J. Am. Ceram. Soc., vol. 82, no. 6, pp. 1463-1466, **Juin 1999**

CHAPITRE II

ÉTUDES NUMÉRIQUES DE DISPOSITIFS ACCORDABLES EN STRUCTURE COPLANAIRE

II.1 Introduction

L'interconnexion qui permet la transmission des signaux et/ou l'alimentation entre les différents composants d'un même dispositif électronique est assurée en général par des lignes de transmission. Plusieurs types de lignes sont utilisés en hyperfréquences ; quelques unes couramment utilisées sont les guides d'ondes [1], les lignes microruban [2], les lignes coaxiales [3] et les lignes coplanaires [4]. Dans ce manuscrit, nous avons pris la décision de travailler en technologie coplanaire pour deux raisons principales : i) la fabrication et l'application aisée d'une tension externe qui a pour but la polarisation du matériau ferroélectrique (cette polarisation est une des contraintes de la technologie microruban [5]) ; ii) le champ électrique appliqué est majoritairement concentré dans la couche ferroélectrique, c'est-à-dire qu'une tension modérée appliquée sur le dispositif induira une variation plus importante de la permittivité du matériau ferroélectrique.

Dans la littérature, plusieurs études électromagnétiques de lignes de transmission coplanaires ont été réalisées [6-8]. Ces études ont permis de déterminer de façon détaillée les caractéristiques de la propagation de l'onde en fonction des caractéristiques diélectriques des matériaux utilisés [7, 8]. Ces résultats sont utilisés dans le paragraphe **III.3.2** afin de caractériser nos matériaux.

La **Figure II.1a** présente la géométrie d'une ligne de transmission coplanaire standard imprimée sur un substrat à faibles pertes. Cette structure présente un mode de propagation dominant quasi-TEM [9, 10] (**Figure II.1b**).

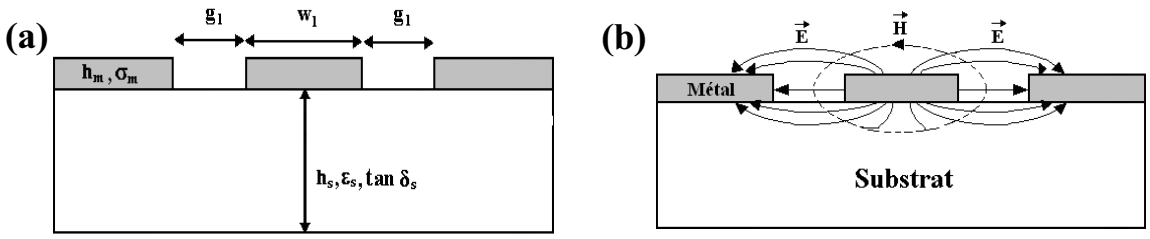


Figure II.1. (a) Géométrie d'une ligne de transmission coplanaire et (b) champ électromagnétique du mode quasi-TEM d'une ligne de transmission coplanaire
(g_l, w_l) gap et largueur de la ligne ;
(h_m, σ_m) épaisseur et conductivité de la métallisation ;
(h_s, ε_s, $tan\delta_s$) épaisseur, permittivité relative et pertes diélectriques du substrat

Des structures résonantes sont aussi réalisées en technologie coplanaire. Pour des raisons expliquées ultérieurement, cette étude utilise un résonateur à stub quart d'onde [11] ; sa fréquence de résonance (F_r) est calculée selon l'**Equation II.1** :

$$F_r = \frac{c}{4 \times L_r \times \sqrt{\varepsilon_{eff}}} \qquad \text{(II.1)}$$

avec c la célérité de la lumière dans le vide, L_r la longueur du stub et ε_{eff} la permittivité effective de l'hétérostructure.

A moins que le contraire ne soit spécifié, les lignes de transmission et les résonateurs à stub simulés et/ou fabriqués ont été réalisés sur un substrat de saphir orienté R ($1\underline{1}02$) ($h_s = 0{,}5$ mm, $\varepsilon_s = 10$, $tan\delta_s = 10^{-4}$) et avec une métallisation d'argent ($h_m = 2$ µm, $\sigma_m = 6{,}1\times10^7$ S/m).

La **Figure II.2** présente la géométrie et les dimensions d'un résonateur imprimé directement sur substrat de saphir afin de résonner à 10 GHz. Les dimensions de la ligne d'alimentation (longueur $l_{ligne} = 8$ mm) sont déterminées pour être adaptées à 50 Ω à cette même fréquence (gap $g_l = 30$ µm et largeur de ligne $w_l = 74$ µm). Ce dispositif est un filtre réjecteur de bande, c'est-à-dire qu'à la fréquence de résonance, la puissance injectée dans l'un de ses ports est réfléchie vers le même port ($S_{11} \approx 0$ dB), et la transmission est idéalement nulle ($S_{21} \approx -\infty$ dB). Ce comportement est observé **Figure II.3** qui regroupe les paramètres S_{ij} simulés.

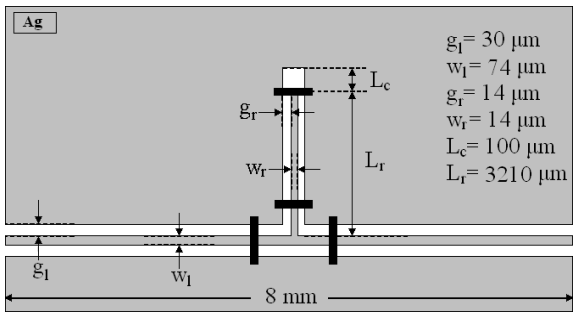


Figure II.2. Géométrie et dimensions d'un résonateur à stub imprimé sur saphir. Localisation des ponts à air : ▬

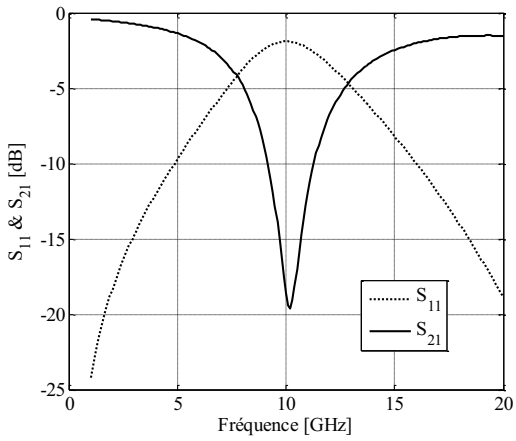
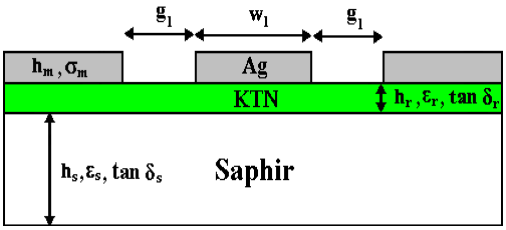


Figure II.3. Paramètres S_{ij} simulés d'un résonateur à stub imprimé sur saphir nu avec ($F_r \sim 10$ GHz)

La technologie coplanaire présente plusieurs variantes. L'une d'entre elles est l'intégration de couches minces au sein de la structure dans l'objectif de modifier certaines caractéristiques de cette dernière. Dans notre cas, l'intégration de couches minces du matériau ferroélectrique ($KTa_{1-x}Nb_xO_3$ ou KTN) permettra la réduction des dimensions et la reconfigurabilité des structures hyperfréquences réalisées.

Une ligne de transmission coplanaire (de largueur l_{ligne} = 5 mm) imprimée sur une couche mince de KTN de 600 nm d'épaisseur est présentée **Figure II.4**. Les constantes diélectriques choisies pour le matériau KTN sont celles déterminées par le doctorant qui m'a précédé : Arnaud Moussavou avec ε_r = 700 et $tan\delta_r$ = 0,25 [12, 13]. Afin d'être adapté à 50 Ω, il faut g_l = 50 µm et w_l = 40 µm. Dans notre étude, ces mêmes dimensions ont été retenues pour toutes les lignes, quelle que soit l'épaisseur de KTN utilisée. En réalité, le dimensionnement de la ligne CPW devrait évoluer avec l'épaisseur de KTN. Cependant, nous avons choisi de conserver le même dimensionnement pour les raisons suivantes : i) au niveau expérimental, fabriquer un masque par échantillon est chronophage ; ii) lors de la polarisation du matériau ferroélectrique, sa permittivité relative, et donc son impédance caractéristique changent ; iii) nous ne connaissons pas exactement les caractéristiques diélectriques du matériau. En effet, elles dépendent de l'épaisseur du film déposé [14]). Or, cette information est requise pour calculer les dimensions et être adapté à 50 Ω.

Une des raisons du choix du résonateur à stub comme structure résonante provient d'une mise en évidence aisée de l'accordabilité du matériau ferroélectrique KTN. La **Figure II.5** présente la géométrie et les dimensions d'un résonateur à stub imprimé sur une couche mince de KTN de 600 nm d'épaisseur, elle-même déposée sur un substrat de saphir. Le gap au niveau du stub est imposé à 14 µm afin d'obtenir un champ électrique maximal, tout en tenant compte des contraintes de fabrication (qualité et précision des masques souples utilisés). Les mêmes dimensions de stub seront utilisées pour l'ensemble des échantillons, même si l'épaisseur de KTN évolue. Cela a été justifié antérieurement pour des raisons technologiques.



g_l = 50 µm, w_l = 40 µm ;
h_m = 2 µm, σ_m = 6,1×10^7 S/m ;
h_s = 0,5 mm, ε_s = 10, $tan\delta_s$ = 10^{-4} ;
h_r = 600 nm, ε_r = 700, $tan\delta_r$ = 0,25

Figure II.4. Géométrie et dimensions d'une ligne de transmission imprimée sur une couche mince de KTN de 600 nm d'épaisseur et déposée sur un substrat de saphir

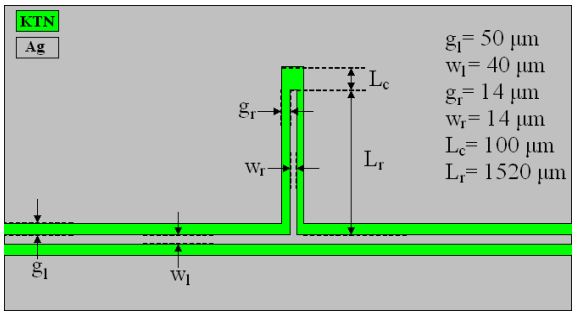


Figure II.5. Géométrie et dimensions d'un résonateur à stub imprimé sur une couche mince de KTN de 600 nm d'épaisseur et déposée sur un substrat de saphir

II.2 Les simulations numériques : outils et paramétrage

Les simulations numériques ont été réalisées principalement avec la méthode des éléments finis incorporée dans le logiciel électromagnétique *3-D full-wave* HFSS™ *d'Ansys* version 13.0.2 [15] (la pertinence d'utiliser ce logiciel est présentée dans le chapitre 3 de la thèse d'Arnaud Moussavou [12]). La méthode des éléments finis (*FEM* en anglais) permet de résoudre des problèmes aux dérivées partielles. Pour une géométrie donnée, le logiciel effectue un maillage automatique du modèle *3-D* jusqu'à trouver le maillage qui satisfasse une condition de convergence imposée. Le maillage automatique assure un plus grand nombre de mailles aux endroits où le champ électromagnétique présente des variations importantes. Malheureusement, cette méthode présente un désavantage : vu le grand nombre de calculs, l'utilisation de mémoire RAM de l'ordinateur croît exponentiellement avec chaque itération. De ce fait, la machine utilisée doit présenter des ressources informatiques importantes. Dans notre cas, l'ordinateur utilisé présente un processeur Intel® Core™ 2 Duo avec une fréquence de 3 GHz, une mémoire RAM de 8 Gb et fonctionne avec le système d'exploitation *Microsoft Windows XP x64 édition*.

II.2.1 Paramètres de simulation

Une fois le modèle *3-D* conçu, les ports d'alimentation sont définis. Les dimensions de ces ports doivent respecter des contraintes minimales du logiciel. Dans le paragraphe **II.2.2**, nous discuterons des limites maximales dans ce dimensionnement. L'étape suivante est la

définition du critère de convergence (ΔS) dont va dépendre l'exactitude des résultats (maillage), mais aussi le temps de calcul. Finalement, la gamme de fréquence d'analyse et l'échantillonnage doivent être spécifiés. En outre, le logiciel de simulation propose deux manières principales de calculer les paramètres de répartition S_{ij} :

- *Driven Terminal* : exprime les paramètres S_{ij} en termes de tension et de courant dans les ports définis dans la structure.

- *Driven Modal* : exprime les paramètres S_{ij} en termes de puissance transmise et réfléchie dans les ports définis dans la structure.

En raison des possibles différences dans les paramètres S_{ij} calculés, une étude préliminaire sur l'impact de ces deux types de solutions dans notre structure a été réalisée. C'est pourquoi des simulations d'une ligne de transmission 50 Ω (de longueur l_{ligne} = 5 mm) reposant directement sur un substrat de saphir nu ont été réalisées. La **Figure II.6** présente les résultats des paramètres S_{ij} obtenus suivant les deux approches. Alors que le coefficient de transmission S_{21} est le même pour les deux types de solution, le coefficient de réflexion S_{11} obtenu avec la solution "*Driven Terminal*" semble plus exact (pics de résonance plus marqués). Néanmoins, nous avons choisi de travailler avec la solution "*Driven Modal*" car un nombre plus réduit d'itérations est utilisé avec cette solution (10 au lieu de 18) ; ce qui se traduit directement en une réduction du temps de calcul et une amélioration de l'utilisation des ressources informatiques (**Tableau II.1**), paramètres qui seront très importants lors des simulations des structures imprimées sur les couches minces ferroélectriques. Notons que le temps de calcul réel est le temps total pris par la simulation. Par contre, le temps de calcul CPU (*Central Processing Unit*) correspond au temps travaillé par le processeur. Le temps réel et le temps CPU diffèrent donc, car l'ordinateur utilisé est doté de deux processeurs. De plus, la simulation électromagnétique n'est pas la seule tâche assignée à l'ordinateur.

Tableau II.1

Ressources informatiques pour différents types de simulation

	Temps de calcul réel (min : s)	Temps de calcul CPU (min : s)	Nombre d'itérations	Nombre de tétraèdres	Mémoire RAM utilisée (Gb)
Driven Terminal	17 : 47	26 : 00	18	150000	1,51
Driven Modal	02 : 19	03 : 28	10	22800	0,24

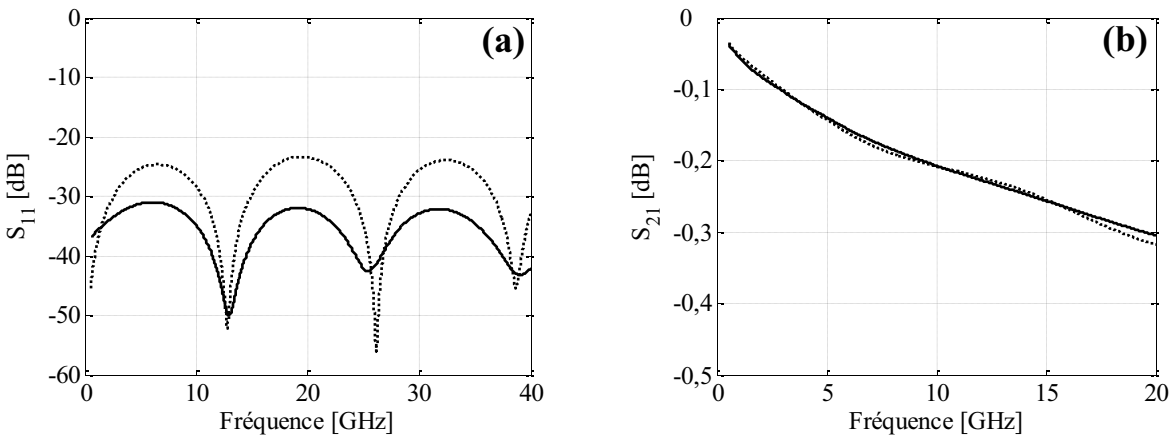


Figure II.6. Solutions "*Driven Terminal*" (••••) et "*Driven Modal*" (□□□) des paramètres S_{ij} d'une ligne de transmission de longueur 5 mm avec ΔS = 0,001

.

Le logiciel de simulation électromagnétique présente aussi des outils pour la définition des caractéristiques des structures *3-D*. Deux des outils importants pour nos simulations sont :

- *La dispersion fréquentielle* : étant donné que nous travaillons dans une large gamme de fréquence (de 1 GHz à 40 GHz), le logiciel permet la prise en compte des variations des caractéristiques diélectriques (ε_r et $tan\delta_r$) des matériaux constituant la structure en fonction de la fréquence. Dans un premier temps, les simulations ont été réalisées sans se servir de cet outil car nous ne connaissions pas l'évolution des caractéristiques diélectriques du matériau KTN en fonction de la fréquence. Aussi, des constantes diélectriques du matériau KTN invariantes avec la fréquence ($\varepsilon_r \sim 700 - 500$ et $tan\delta_r \sim 0{,}25$) extraites de [12, 13] ont été utilisées dans les premières étapes de simulation. La dispersion fréquentielle du matériau KTN sera prise en compte dans le paragraphe **III.5** afin de réaliser des rétrosimulations plus justes.

- *L'anisotropie* [16, 17] : les caractéristiques diélectriques (permittivité relative et tangente de pertes) de certains matériaux ne sont toujours pas identiques dans les trois directions de l'espace. Pour cette raison, les caractéristiques d'une onde électromagnétique dépendent de sa direction de propagation. Cette propriété d'anisotropie est présente dans le substrat de saphir [18] et aussi dans notre matériau KTN. HFSS permet d'attribuer des valeurs différentes de permittivité relative et de tangente de pertes selon les différents axes de la structure (x, y, z). (Le paragraphe **III.5** prendra en compte cette influence pour des retrosimulations plus complètes).

II.2.2 Limites du logiciel

Précédemment, il a été observé que le nombre d'itérations est une cause directe du temps de calcul, des ressources informatiques utilisés et de l'exactitude des résultats. Étant données les caractéristiques particulières de nos dispositifs (faibles épaisseurs, fortes permittivités relatives et tangentes de pertes importantes), nous sommes arrivés aux limites du logiciel électromagnétique HFSS. En conséquence, certains compromis ont dû être réalisés. Ci-après, deux principales limites sont discutées :

- *Utilisation des couches minces* : le maillage réalisé par le logiciel dépend de la plus petite dimension de la structure *3-D*. Étant donné que, dans notre cas, cette dimension est imposée par l'épaisseur de la couche mince de KTN, c'est-à-dire, quelques centaines de nanomètres, un grand nombre de tétraèdres de dimensions nanométriques est requis pour le maillage. C'est pourquoi, soit le temps de calcul devient trop long (2 à 3 jours pour des structures complexes), soit les calculs demandent plus de 8 Gb de RAM (ressource informatique maximale) et les simulations sont avortées. Par ailleurs, les matériaux de permittivité relative élevée demandent beaucoup plus de ressources informatiques. En électronique, les matériaux utilisés de manière standard présentent des valeurs de permittivité relative égales à une dizaine (Si = 11,9 et AsGa = 12,9) ; ici, le matériau KTN présente une valeur de permittivité de quelques centaines. Ainsi, des simulations utilisant les couches minces de KTN sont très longues, voire impossibles notamment avec des couches minces d'épaisseur inférieure à 200 nm.

Pour comprendre l'impact de ce premier inconvénient, nous avons décidé de développer une étude mettant en évidence l'utilisation des couches minces dans les résultats obtenus avec le logiciel HFSS™. Cette étude utilise une ligne de transmission (de longueur $l_{ligne} = 5$ mm) déposée directement sur un substrat de saphir ($h_s = 500$ µm, $\varepsilon_s = 10$ et $tan\delta_s = 10^{-4}$) et adaptée à 50 Ω ($w_l = 74$ µm et $g_l = 30$ µm). Dans un premier temps, le substrat est un seul bloc de 500 µm d'épaisseur ("configuration A"). Puis, ce bloc sera divisé en 2 parties égales "configuration B" (250 µm et 250 µm) tout en gardant une épaisseur totale de saphir égale à 500 µm. C'est ainsi qu'au niveau macroscopique, la structure reste intacte et les résultats ne doivent donc pas évoluer. L'étude continue avec une division du substrat avec des proportions différentes. Les différentes combinaisons retenues sont : "configuration C" : 490 µm - 10 µm, "configuration D" : 498 µm - 2 µm, "configuration E" : 499 µm – 1 µm,

"configuration F" : 499,7 µm - 0,3 µm. Toutes ces combinaisons ont comme épaisseur totale : 500 µm. Un schéma des divisions du substrat est présenté **Figure II.7**. Un premier groupe de simulations est réalisé avec un faible critère de convergence ($\Delta S = 0{,}01$), et un deuxième groupe utilise un critère plus contraignant ($\Delta S = 0{,}001$). Dans les deux cas, des nombreuses itérations ont été nécessaires pour atteindre ces valeurs.

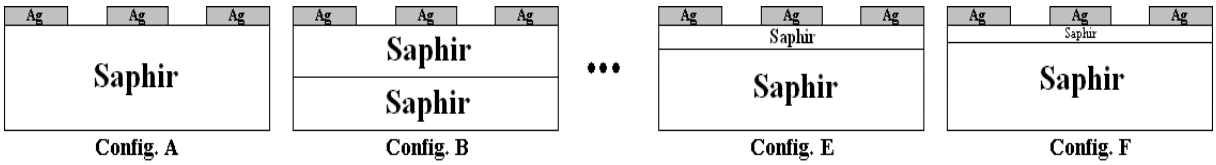


Figure II.7. Schéma des divisions du substrat de saphir simulées dans le logiciel HFSS

Le bilan des résultats du premier groupe de simulations est présenté **Figure II.8**. Les coefficients de transmission S_{21} sont très proches, quelle que soit l'état de division du substrat. Le coefficient de réflexion S_{11} présente quant à lui, une meilleure réponse avec la "configuration F". Ce résultat peut être expliqué par le nombre plus important de mailles utilisés dans cette simulation. Le temps de calcul a évolué : de 1 minute pour la simulation utilisant la configuration A à 22 minutes pour celle avec la configuration F. Les ressources informatiques ont augmenté de 0,15 Gb à 1 Gb pour ces deux mêmes simulations (**Tableau II.2**).

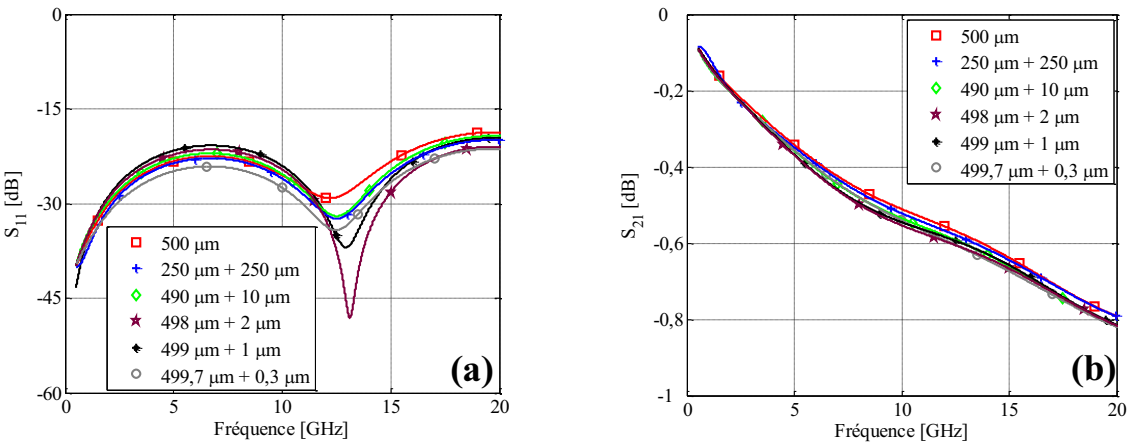


Figure II.8. Paramètres de répartition (S_{11} (a) et S_{21} (b)) avec $\Delta S = 0{,}01$

Le bilan du deuxième groupe de simulations est présenté **Figure II.9**. Comme précédemment, le paramètre S_{21} est identique pour toutes les configurations. Cette fois-ci, il y a peu de différence dans le paramètre S_{11}. En revanche, le temps de calcul et les ressources

informatiques ont augmenté exponentiellement (**Tableau II.3**) : de 13 minutes à 3 heures 43 minutes et de 1 Gb à 7,3 Gb pour les configurations A et F, respectivement.

Tableau II.2

Ressources informatiques pour différentes structures simulées avec ΔS = 0,01

Configuration	Temps de calcul réel (min : s)	Temps de calcul CPU (min : s)	Nombre d'itérations	Nombre de tétraèdres	Mémoire RAM utilisée (Gb)
A	00 : 00 : 45	00 : 01 : 19	8	14964	0,15
B	00 : 00 : 34	00 : 00 : 52	7	10583	0,11
C	00 : 01 : 14	00 : 01 : 40	6	14714	0,15
D	00 : 02 : 16	00 : 03 : 39	7	22586	0,25
E	00 : 03 : 49	00 : 05 : 14	7	32234	0,38
F	00 : 12 : 37	00 : 22 : 01	5	87777	1,08

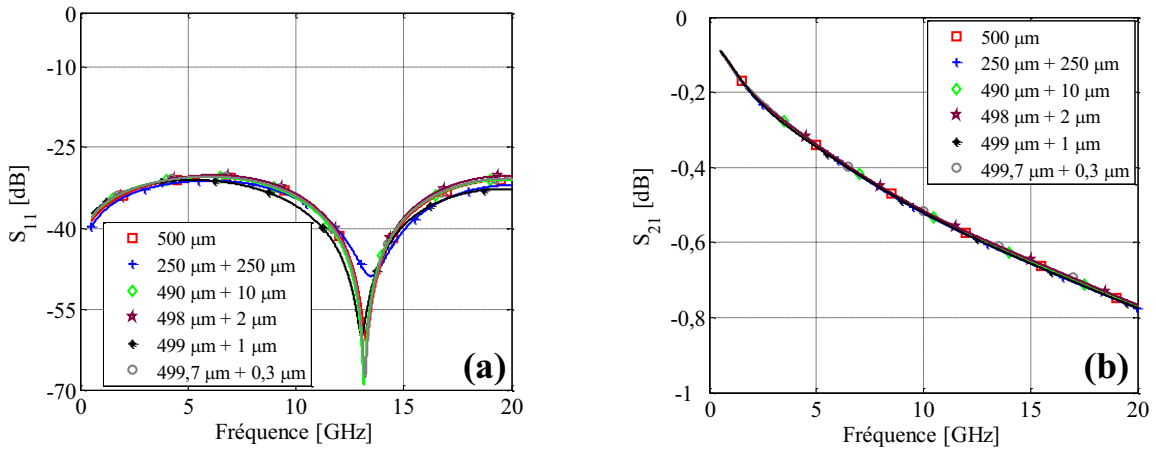


Figure II.9. Paramètres de répartition (S_{11} (a) et S_{21} (b)) avec ΔS = 0,001

Tableau II.3

Ressources informatiques pour différentes structures simulées ΔS = 0,001

Configuration	Temps de calcul réel (h : min : s)	Temps de calcul CPU (h : min : s)	Nombre d'itérations	Nombre de tétraèdres	Mémoire RAM utilisée (Gb)
A	00 : 09 : 28	00 : 13 : 06	18	106282	0,99
B	00 : 19 : 28	00 : 25 : 19	19	147606	1,34
C	00 : 47 : 13	01 : 05 : 13	24	358354	3,48
D	01 : 52 : 48	02 : 39 : 04	27	669669	6,97
E	00 : 39 : 38	00 : 56 : 48	23	295430	3,04
F	33 : 14 : 40	03 : 43 : 23	25	761559	7,34

Même si le deuxième groupe de simulations montre une meilleure adaptation (S_{11} = -30 dB) que le premier, nous pouvons remarquer que les durées de simulation du deuxième groupe sont aussi beaucoup plus longues. Bien que les résultats obtenus avec le critère de convergence ΔS = 0,001 soient plus exacts, nous avons décidé de travailler avec un

critère $\Delta S = 0{,}01$, car à réponse un peu moins bonne, les contraintes informatiques et le temps de calcul restent très nettement inférieurs.

En étude complémentaire, nous avons conservé la configuration F. La permittivité relative de la couche de 0,3 µm d'épaisseur ($\varepsilon_r = 10$) a été remplacée par une forte valeur ($\varepsilon_r = 700$) (similaire à celle d'un film de KTN non polarisé). Cette structure a été simulée avec le faible critère de convergence ($\Delta S = 0{,}01$), et les résultats de simulation présentent les caractéristiques suivantes : temps de calcul réel de 39 minutes et 27 secondes, temps de calcul CPU de 1 heure, nombre d'itérations 12, nombre de tétraèdres 324318 et mémoire RAM utilisée 3,6 Gb. Ces résultats nous laissent observer que les ressources et le temps de calcul ont été multipliés par un facteur 3 en raison de l'utilisation d'une permittivité plus importante (700 au lieu de 10).

- *Fortes valeurs de permittivité* : la forte valeur de permittivité est l'une des raisons pour lesquelles le nombre d'itérations dans les simulations augmente. De plus, une forte valeur de ce paramètre crée des modes supérieurs de propagation aux ports de la structure *3-D*. C'est la raison pour laquelle une absence de convergence dans les itérations induira des résultats inappropriés. Ce problème peut être résolu, ou plutôt contourné, avec une réduction de la largeur des ports. Cette réduction empêche l'apparition des modes supérieurs à plus basse fréquence (< 20 GHz). Cette solution contourne le problème car ces modes supérieurs sont déplacés vers les plus hautes fréquences (> 20 GHz). Malgré un bon fonctionnement de cette solution, il existe une limite : le logiciel exige des dimensions minimales de ports. Par exemple, la largeur minimale du port (l_{port}) doit être égale à trois fois le double de la largeur du gap auquel il faut additionner la largeur de la ligne ($l_{port} = [3\times(2g_l+w_l)]$). Si, avec les dimensions minimales des ports utilisés, il n'existe toujours pas de convergence, alors les résultats ne seront pas exploitables au-delà de la fréquence limite.

Pour observer l'évolution de la réponse du logiciel en fonction de la dimension des ports, un résonateur à stub ¼ d'onde avec une couche mince de KTN de 1000 nm d'épaisseur a été simulé (constantes diélectriques : $\varepsilon_r = 700$ et $tan\delta_r = 0{,}25$). Les différentes largeurs de ports simulées sont : a) $l_{port} = (3\times(2g_l+w_l))$; b) $l_{port} = (3\times(2g_l+w_l) + 0{,}3\text{ mm})$) ; c) $l_{port} = (3\times(2g_l+w_l) + 0{,}5\text{ mm})$ (**Figure II.10**).

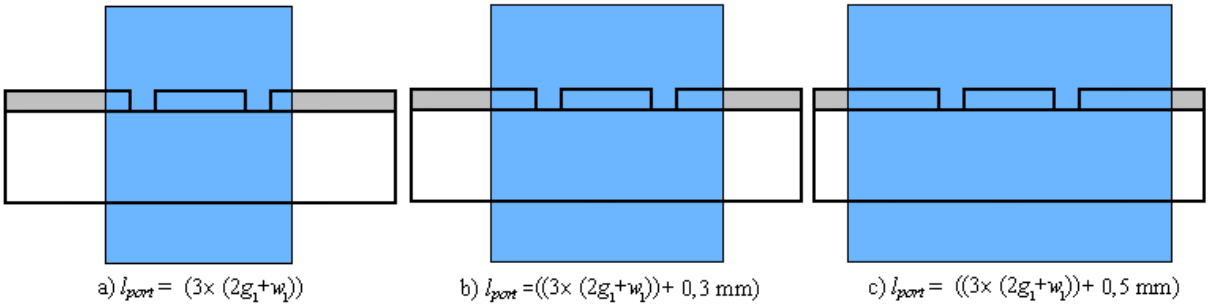


Figure II.10. Différentes dimensions de ports pour éviter les modes parasites à hautes fréquences

Dans la **Figure II.11**, la réponse de la simulation n'est plus valable pour (c) à partir de 16,4 GHz. Par contre, pour (a), la simulation reste valable jusqu'à 20 GHz.

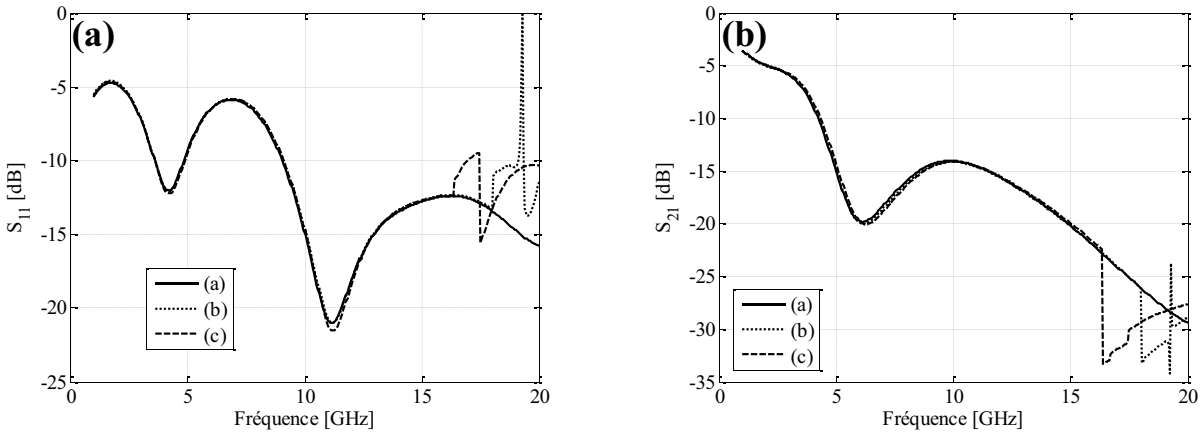


Figure II.11. Paramètres S_{ij} d'un résonateur à stub en fonction des dimensions des ports de simulation : (a) S_{11} et (b) S_{21}

II.2.3 L'outil numérique de post-traitement "*de-embedding*"

Une réduction du nombre d'itérations et la conservation de la précision des résultats est un des défis des simulations avec HFSS™. Un des moyens de réduire ces itérations est de simuler un morceau de la structure souhaitée, et après, par des opérations arithmétiques, de déduire le résultat de la structure complète. Afin d'utiliser cet outil, la structure doit être invariante dans l'axe vers lequel nous faisons la projection des ports. Pour une ligne de transmission coplanaire, cette condition est satisfaite ; pour un résonateur à stub nous pouvons utiliser cet outil pour la ligne d'alimentation. Pour observer l'influence de cet outil, une ligne de transmission de 5 mm de longueur, imprimée sur une couche de KTN (h_r = 600 nm, ε_r = 700 et $tan\delta_r$ = 0,25), cette dernière déposée sur un substrat de saphir (h_s = 500 µm, ε_s = 10 et $tan\delta_s$ = 10^{-4}) a été simulée sans utiliser l'outil "*de-embedding*". Une deuxième ligne avec les

mêmes caractéristiques mais de longueur 1 mm a été aussi simulée et l'outil "*de-embedding*" a été utilisé pour déduire les résultats d'une ligne de 5 mm de long (**Figure II.12**). Les dimensions des lignes afin d'être adaptées à 50 Ω sont : $w_l = 40$ µm et $g_l = 50$ µm. Les résultats des paramètres S_{ij} des deux simulations restent similaires comme le montre la **Figure II.13**. Par contre, le temps de calcul est passé de 1 heure à 39 minutes, et la RAM nécessaire est passée de 3,43 Gb à 1,78 Gb.

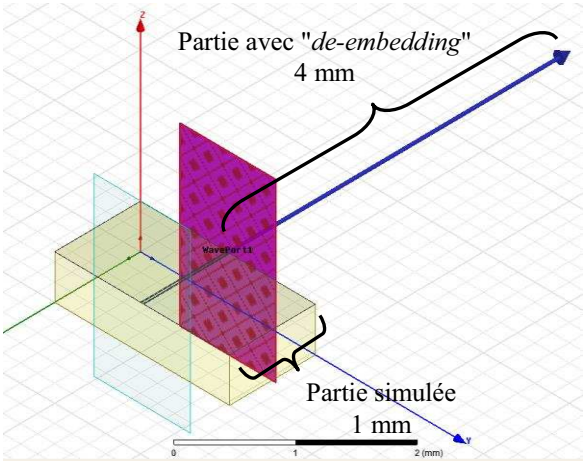


Figure II.12. Structure *3-D* d'une ligne de transmission coplanaire de longueur 1 mm et sa projection avec l'outil *de-embedding*

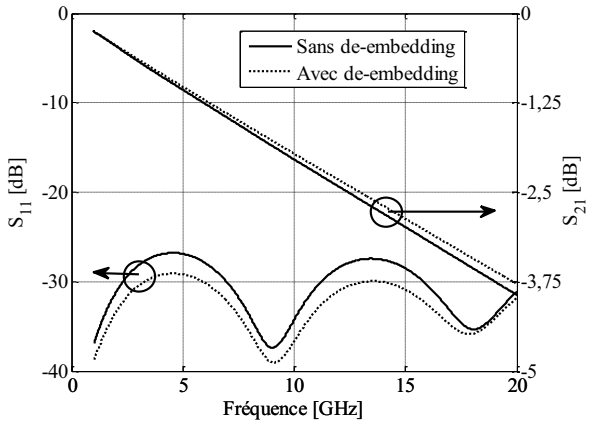


Figure II.13. Paramètres S_{ij} d'une ligne de transmission coplanaire avec et sans l'outil *de-embedding*

II.2.4 Résultats selon la géométrie

Un autre phénomène dont il faut tenir compte dans les simulations est l'influence de la géométrie des lignes de transmission imprimées sur les couches minces. Dans cette partie, la variation de la permittivité effective de l'hétérostructure (ε_{eff}) d'une ligne de transmission sera étudiée en fonction de ses dimensions, gap "g_l" et largeur de ligne "w_l". L'étude est réalisée avec une ligne de transmission (de longueur $l_{ligne} = 5$ mm) déposée sur une couche mince de 600 nm d'épaisseur. Cette couche mince sera dotée de différentes valeurs de permittivité relative ($\varepsilon_r = 10$, 100 et 700), ce qui correspond à une couche mince de faible (diélectrique), moyenne (diélectrique) et forte (ferroélectrique) permittivité. La valeur de $tan\delta_r$ de la couche mince reste constante pour toutes les simulations ($tan\delta_r = 0{,}25$). Les différentes dimensions choisies pour la ligne sont les suivantes : ($g_l = 16$ µm et $w_l = 16$ µm), ($g_l = 16$ µm et $w_l = 30$ µm), ($g_l = 16$ µm et $w_l = 74$ µm), ($g_l = 30$ µm et $w_l = 30$ µm) et ($g_l = 30$ µm et $w_l = 74$ µm). Dans la **Figure II.14**, nous remarquons que pour une faible valeur de permittivité ($\varepsilon_r \approx 10$), aucune variation de ε_{eff} en fonction de la géométrie de la ligne n'est observée. Si la

permittivité de la couche mince présente une valeur moyenne ($\varepsilon_r \approx 100$), de faibles différences en fonction de la géométrie apparaîtront au niveau de ε_{eff}. En revanche, un écart important des valeurs de ε_{eff} est observé pour les différentes géométries de la couche mince avec une forte permittivité ($\varepsilon_r \approx 700$).

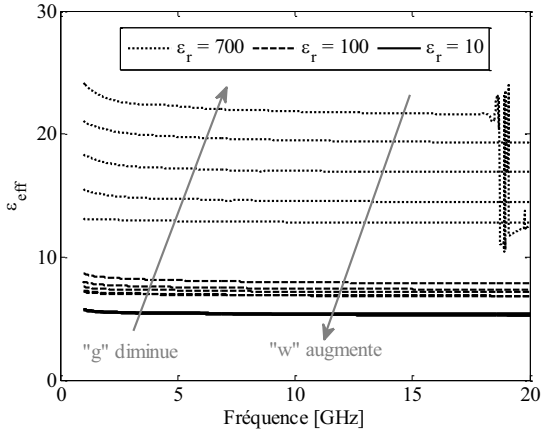


Figure II.14. Evolution de la permittivité effective d'une ligne coplanaire en fonction de la fréquence et de la permittivité relative de la couche mince

En outre, ces simulations ont montré que la permittivité effective est la plus importante lorsque le gap est le plus faible (à permittivité relative constante). L'explication de ce comportement est à imputer à une plus grande part de champ électromagnétique concentré dans la couche mince, concentration augmentant lorsque la ligne de transmission présente des gaps d'autant plus faibles. Comme ε_{eff} dépend des permittivités relatives "subies" par le champ électromagnétique, plus l'onde électromagnétique "voit" la couche mince, plus la valeur de ε_{eff} de l'hétérostructure tend vers la valeur de ε_r. Notons que la simulation utilisant ($g_l = 16$ µm, $w_l = 16$ µm et $\varepsilon_r = 700$) n'est plus valide au-delà de 18 GHz en raison de la présence des modes supérieurs de propagation, même si les dimensions minimales des ports ont été utilisées.

Cette différence géométrique pourrait être l'origine du désaccord entre les mesures et les rétrosimulations qui seront présentées dans le paragraphe **III.5**.

II.3 Les méthodes analytiques

II.3.1 Constante de propagation

La constante de propagation détermine la variation de l'amplitude et de la phase d'une onde électromagnétique dans la direction de propagation [19]. Cette constante est en général notée gamma "γ" et est composée d'une partie réelle "α" et d'une partie imaginaire "β" ($\gamma = \alpha + j \cdot \beta$). La partie réelle souligne le taux d'atténuation exponentiel de l'onde et est couramment appelée constante d'atténuation. La partie imaginaire correspond au déphasage par unité de longueur de l'onde et est connue comme la constante de phase [19]. La constante de propagation est directement liée au milieu dans lequel l'onde électromagnétique se propage. Effectivement, sa connaissance permet de connaître les caractéristiques physiques du milieu de propagation [20]. Cette constante peut être obtenue par différents moyens. Dans notre cas d'étude, comme les paramètres de répartition S_{ij} sont obtenus soit par mesure, soit par simulation, nous utiliserons deux techniques principales pour calculer cette constante de propagation. Ces techniques sont présentées ci-après :

- *Méthode 1* (ligne de transmission) [21] : dans cette méthode, une ligne de transmission de longueur "l" et d'impédance caractéristique "Z_c" est modélisée comme un quadripôle dont la matrice ABCD est présentée dans l'**Equation II.2**.

$$\begin{bmatrix} A & B \\ C & D \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Cosh(\gamma l) & Z_c Sinh(\gamma l) \\ \dfrac{Sinh(\gamma l)}{Z_c} & Cosh(\gamma l) \end{bmatrix} \qquad \text{(II.2)}$$

Les lignes de transmission coplanaires étant symétriques et réciproques, nous avons respectivement, $S_{11} = S_{22}$ et $S_{12} = S_{21}$. L'**Equation II.3** exprime les paramètres ABCD en fonction des paramètres S_{ij} (avec Z_o l'impédance de référence (50 Ω)) :

$$A = \frac{1 - S_{11}^{\ 2} + S_{21}^{\ 2}}{2S_{21}}$$
$$B = \frac{(1 + 2S_{11} + S_{11}^{\ 2} + S_{21}^{\ 2}) \times Z_0}{2S_{21}}$$
$$C = \frac{1 - 2S_{11} + S_{11}^{\ 2} - S_{21}^{\ 2}}{2S_{21} \times Z_0} \qquad \text{(II.3)}$$
$$D = \frac{1 - S_{11}^{\ 2} + S_{21}^{\ 2}}{2S_{21}}$$

En injectant l'**Equation II.3** dans l'**Equation II.2**, nous pouvons exprimer la constante de propagation γ en fonction de la longueur l de la ligne et des paramètres S_{ij} :

$$\gamma = -\frac{1}{l} \times Ln\left[\frac{2S_{21}}{1 - S_{11}^{\ 2} + S_{21}^{\ 2} \pm \sqrt{\left(1 + S_{11}^{\ 2} - S_{21}^{\ 2}\right)^2 - 4S_{11}^{\ 2}}}\right] \qquad \text{(II.4)}$$

- <u>*Méthode 2*</u> (B. Bianco et M. Parodi) [22] : le calcul de γ dans cette méthode consiste à utiliser deux lignes de transmission de caractéristiques identiques (g_l, w_l, substrat, etc.), mais de longueurs différentes ($l_1 < l_2$). Après des calculs mathématiques non présentés ici (se référer à [23]) et en utilisant les propriétés de mise en cascade des quadripôles et l'emploi des matrices de transfert, nous obtenons l'**Equation II.5** qui permet de calculer la constante de propagation γ, avec $\Delta l = |l_2 - l_1|$:

$$\gamma = \frac{1}{\Delta l}\cosh^{-1}\left[\frac{\left(S_{12}^1\right)^2 + \left(S_{12}^2\right)^2 + \left(S_{11}^1 S_{22}^2\right) + \left(S_{11}^2 S_{22}^1\right) - \left(S_{11}^1 S_{22}^1\right) - \left(S_{11}^2 S_{22}^2\right)}{2\left(S_{12}^1 S_{22}^1\right)}\right] \qquad \text{(II.5)}$$

avec S_{ij}^1 paramètres de répartitions associé à la ligne 1 et S_{ij}^2 paramètres de répartition associés à la ligne 2.

Les paramètres S_{ij} mesurés (**Figure II.15**) sur des lignes de transmission coplanaires adaptées à 50 Ω (g_l = 30 µm, w_l = 74 µm) et déposées directement sur un substrat de saphir R (h_s = 0,5 mm, ε_s = 10, $tan\delta_s = 10^{-4}$) ont été utilisés pour réaliser la comparaison entre les deux méthodes exposées précédemment. Une longueur de ligne de 5 mm (ou 8 mm) pour la "*Méthode 1*" a été retenue, et pour la "*Méthode 2*" les longueurs sont 5 mm et 8 mm. Les coefficients de réflexion montrent une très bonne adaptation des lignes (S_{11} < -20 dB) et la

faible valeur du coefficient de transmission est la signature de faibles pertes dans les lignes (S_{21} < -0,7 dB à 20 GHz).

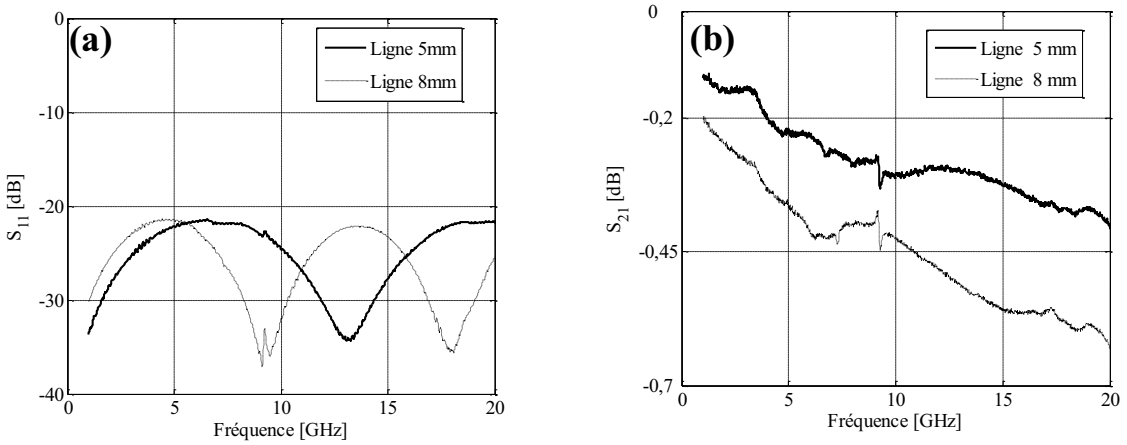


Figure II.15. Paramètres S_{11} (a) et S_{21} (b) de lignes de transmission de différentes longueurs (5 mm et 8 mm) imprimées sur saphir orienté R

Une faible variation de la constante d'atténuation α et une variation presque nulle de la constante de phase β entre les deux méthodes sont observées (**Figure II.16**). La concordance des résultats obtenus par les deux méthodes garantit la validité des résultats. Il est important de remarquer que γ est utilisée pour calculer les caractéristiques diélectriques effectives de l'hétérostructure. Pour cette raison, dans le paragraphe suivant, nous étudierons l'influence des deux méthodes sur les valeurs extraites de constantes diélectriques effectives. Concernant le traitement des mesures du **Chapitre III**, la "*Méthode 1*" sera privilégiée car elle nécessite l'emploi d'une seule ligne de transmission.

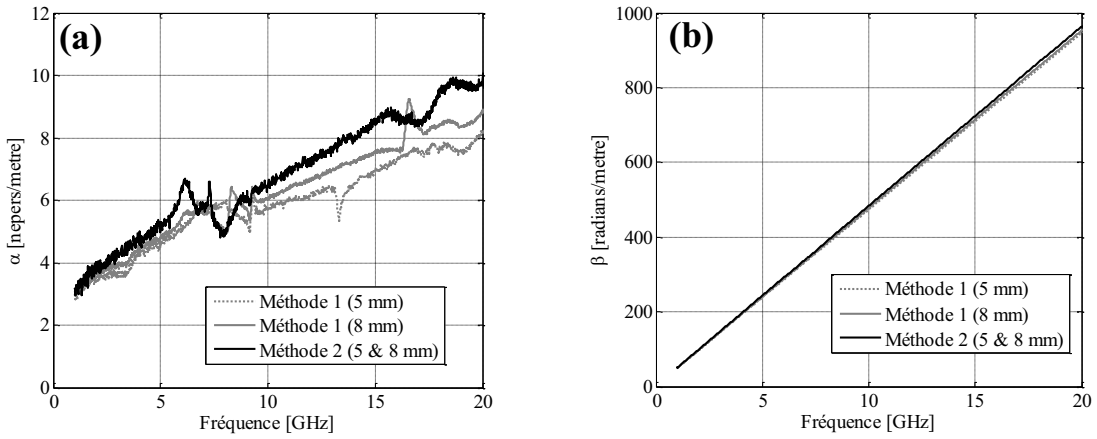


Figure II.16. Constante de propagation γ calculée par deux méthodes différentes à partir de paramètres de répartition S_{ij} ; (a) partie réelle α ; (b) partie imaginaire β

II.3.2 Permittivité et tangente de pertes effectives

Une onde électromagnétique qui se propage dans un milieu composé de différentes couches comme dans notre étude (air/métal/ferroélectrique/substrat) ne verra pas les caractéristiques diélectriques d'une seule de ces couches, mais plutôt l'ensemble d'entre elles [24]. En fonction de la dimension des couches et de leurs caractéristiques diélectriques, une contribution plus ou moins importante aux caractéristiques diélectriques effectives peut être définie. La permittivité effective est le résultat de l'ensemble des permittivités relatives des couches, et la tangente effective de pertes est le résultat de l'ensemble des pertes de l'hétérostructure. Les caractéristiques diélectriques effectives de l'hétérostructure peuvent être calculées par la connaissance de la constante de propagation γ et en utilisant les **Equations II.6** et **II.7** [25] :

$$\varepsilon_{eff}^{*} = -\left(\frac{\gamma c}{2\pi f}\right)^{2} = \varepsilon_{eff} - j\varepsilon_{eff}^{''} \qquad \text{(II.6)}$$

$$\tan\delta_{eff} = \frac{\varepsilon_{eff}^{''}}{\varepsilon_{eff}} = \frac{2\alpha\beta}{\alpha^{2} - \beta^{2}} \qquad \text{(II.7)}$$

Comme présenté dans le paragraphe précédent, il existe une faible différence dans les calculs de la constante de propagation selon la méthode de calcul utilisée. De ce fait, nous avons étudié l'impact de cette différence dans la détermination des caractéristiques effectives de l'hétérostructure. La **Figure II.17** présente l'évolution de la permittivité effective et de la tangente effective de pertes d'une (ou des deux) ligne(s) de transmission imprimée(s) sur saphir R suivant les deux méthodes. Les pertes effectives sont identiques dans les deux cas et la variation relative de la permittivité effective reste inférieure à 4% (ε_{eff} = 5,18 et 5,32 à 10 GHz pour les *Méthodes 1* et *2*, respectivement), ce qui confirme la validité des résultats obtenus avec la "*Méthode 1*".

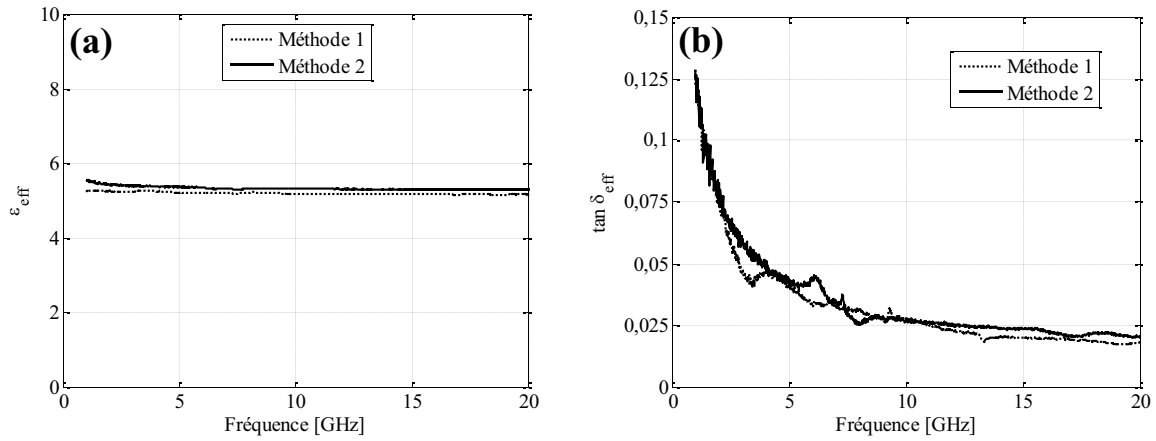


Figure II.17. (a) Permittivité effective (ε_{eff}) et (b) tangente effective de pertes ($tan\delta_{eff}$) calculées à partir des constantes de propagation précédemment obtenues à l'aide des *Méthodes 1* et *2*

II.3.3 Transformation conforme des hétérostructures en technologie coplanaire

La transformation conforme ou *Conformal Mapping* "*CM*" (en anglais) est une méthode analytique développée par E. Carlsson et S. Gevorgian [8] permettant la modélisation du comportement d'une onde électromagnétique dans un dispositif coplanaire multicouche (**Figure II.18**). Elle repose sur une évaluation analytique de la distribution du champ électromagnétique et des charges à l'interface ferroélectrique/diélectrique. Cette méthode utilise les hypothèses suivantes :

- Les conducteurs sont parfaits et d'épaisseur nulle ($\sigma \rightarrow \infty$, $h_m = 0$ µm).
- Les plans de masse sont infinis et les dimensions de la ligne sont telles que $(w_l+2\times g_l) << (\lambda_g/2)$, ce qui permet une approximation quasi-TEM du mode de propagation avec $\lambda_g = \lambda_o\times(\varepsilon_{eff})^{-1/2}$: la longueur d'onde guidée dans la ligne.
- La permittivité diélectrique de la couche ferroélectrique doit être supérieure à celle de la couche diélectrique : $\varepsilon_r \geq \varepsilon_s \geq 1$.

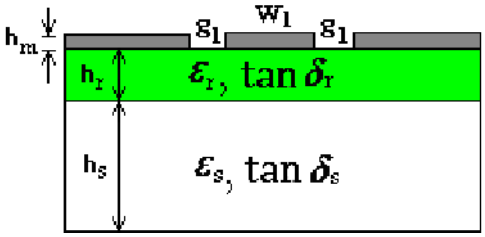


Figure II.18. Caractéristiques diélectriques d'une ligne de transmission "ferroélectrique/diélectrique"

La méthode de transformation conforme a été développée, d'une part, afin de connaître les caractéristiques diélectriques effectives d'une structure coplanaire multicouche. D'autre part, si les caractéristiques effectives sont déjà connues (*cf.* paragraphe **II.3.2**), la méthode *CM* peut être utilisée pour retrouver les caractéristiques diélectriques de l'une des deux couches constituant l'hétérostructure. Dans notre cas, comme les caractéristiques du substrat sont connues, nous pouvons en déduire les caractéristiques diélectriques de la couche mince ferroélectrique.

L'**Equation II.8** permet de calculer la permittivité relative de la couche ferroélectrique (ε_r) à partir de la constante diélectrique effective (ε_{eff}) de la structure multicouche et de la constante diélectrique (ε_s) du substrat.

$$\varepsilon_r = \frac{\varepsilon_{eff} - 1 - q_1(\varepsilon_s - 1)}{q_2} + \varepsilon_s \qquad \text{(II.8)}$$

avec q_1 et q_2, les facteurs de forme associés à la couche mince ferroélectrique et au substrat diélectrique tels que :

$$q_1 = \frac{1}{2}\frac{K(k_1)}{K(k_1')}\frac{K(k_0')}{K(k_0)} \qquad \text{(II.9)}$$

$$q_2 = \frac{1}{2}\frac{K(k_2)}{K(k_2')}\frac{K(k_0')}{K(k_0)} \qquad \text{(II.10)}$$

Les facteurs k_0, k_1, k_2 et k_i' (i = 0, 1 et 2), sont définis dans les quatre équations suivantes :

$$k_0 = \frac{0{,}5w_l}{0{,}5w_l + g_l} \qquad \text{(II.11a)}$$

$$k_1 = \frac{\sinh\left(\frac{\pi s}{2h_s}\right)}{\sinh\left(\frac{\pi(0{,}5w_l + g_l)}{2h_s}\right)} \qquad \text{(II.11b)}$$

$$k_2 = \frac{\sinh\left(\frac{\pi s}{2h_r}\right)}{\sinh\left(\frac{\pi(0{,}5w_l + g_l)}{2h_r}\right)} \qquad \text{(II.11c)}$$

$$K(k_i^{'}) = \sqrt{1-k_i^2} \qquad \text{(II.11d)}$$

avec w_l : la largeur de la ligne, g_l : la largeur des gaps de la ligne et $s = w_l/2$. La fonction $K(k)$ est l'intégrale elliptique de première espèce définie dans l'intervalle [0 ;1[par l'**Equation II.12** :

$$K(k) = \int_0^1 \frac{1}{\sqrt{(1-t^2)(1-k^2t^2)}} dt \qquad \text{(II.12)}$$

avec t : variable d'intégration. Lorsque w_l et g_l sont très grands devant l'épaisseur du film ferroélectrique h_r, ce qui est le cas pour une couche mince d'environ 500 nm d'épaisseur, les valeurs de k_2 deviennent très petites et conduisent à des erreurs numériques dans le calcul des fonctions elliptiques. Il faut alors utiliser des formules asymptotiques afin d'évaluer ces fonctions. Elles sont définies ci-après :

$$q_1 = \frac{1}{2} \frac{\pi}{\ln \frac{16}{k_1{}^2}} \frac{K'(k_0)}{K(k_0)} \qquad \text{(II.13a)}$$

$$q_2 = \frac{1}{2} \frac{\pi}{\ln \frac{16}{k_2{}^2}} \frac{K'(k_0)}{K(k_0)} \qquad \text{(II.13b)}$$

Cependant, même avec ces formules asymptotiques, les couches minces d'épaisseurs inférieures à 200 nm conduisent à des instabilités numériques.

L'**Equation II.14** permet de calculer la tangente de pertes ferroélectrique ($tan\delta_r$) à partir de la tangente effective de pertes ($tan\delta_{eff}$) de la structure multicouche et de la tangente de pertes ($tan\delta_s$) du substrat.

$$\tan\delta_r = \frac{\tan\delta_{eff} - k_3 \tan\delta_s}{k_4} \qquad \text{(II.14)}$$

Les facteurs k_3 et k_4 sont définies dans l'**Equation II.15a** et l'**Equation II.15b**.

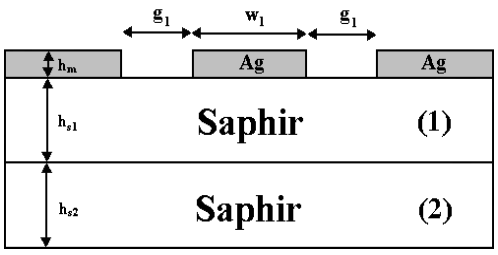
$$k_3 = \frac{\varepsilon_s (q_1 - q_2)}{\varepsilon_{eff}} \qquad \text{(II.15a)}$$

$$k_4 = \frac{\varepsilon_r(q_2)}{\varepsilon_{eff}} \qquad \text{(II.15b)}$$

II.3.4 Validation des méthodes analytiques

Jusqu'à présent, nous avons présenté différentes méthodes analytiques permettant la détermination de certaines caractéristiques propres d'une ligne de transmission coplanaire imprimée sur une structure multicouche. Ci-après, nous présenterons une étude validant les méthodes présentées.

Dans un premier temps, une ligne de transmission de 8 mm de longueur est simulée. La ligne est imprimée sur une couche de saphir de 0,25 µm d'épaisseur (couche intermédiaire), cette dernière étant déposée sur un substrat de saphir (de 0,25 µm d'épaisseur). La **Figure II.19** présente la disposition et les caractéristiques de la couche et du substrat. Cette étude a pour objectif de vérifier, qu'à partir des paramètres S_{ij} simulés (**Figure II.20**) et des méthodes analytiques présentées précédemment, il est possible d'extraire les constantes diélectriques de la couche intermédiaire de saphir (valeurs évidement connues *a priori*).



g_l = 30 µm, w_l = 74 µm ;
h_m = 2 µm, σ_m = 6,1×10^7 S/m ;
h_{s1} = 0,25 mm, ε_{s1} = 10, $tan\delta_{s1}$ = 10^{-4} ;
h_{s2} = 0,25 mm, ε_{s2} = 10, $tan\delta_{s2}$ = 10^{-4}

Figure II.19. Géométrie et dimensions d'une ligne de transmission (longueur l_{ligne} = 8 mm) imprimée sur une couche intermédiaire de saphir déposée elle-même sur substrat de saphir

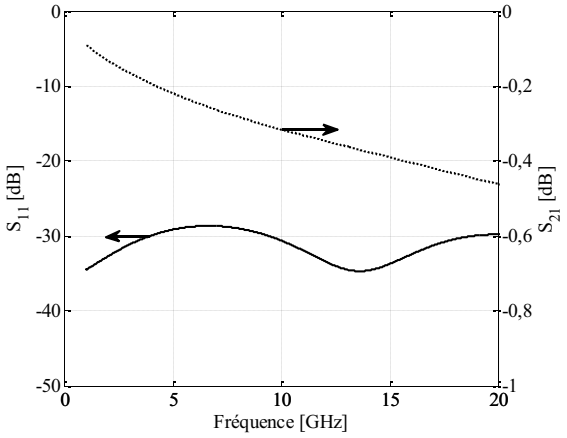


Figure II.20. Paramètres S_{ij} simulés d'une ligne de transmission (longueur l_{ligne} = 8 mm) imprimée sur une couche intermédiaire de saphir déposée elle-même sur substrat de saphir

Les parties réelle et imaginaire de la constante de propagation γ sont calculées à partir de la *Méthode 1* présentée dans le paragraphe **II.3.1** (ligne de transmission) (**Figure II.21**). Nous obtenons de faibles valeurs d'atténuation (α) car le saphir présente une faible tangente de pertes ($tan\delta_s$). La valeur de β n'est pas non plus importante en raison de la

faible permittivité du saphir. Dans la **Figure II.22**, sont présentées les caractéristiques diélectriques effectives de la ligne coplanaire simulée : une permittivité effective proche de 5,7 est obtenue (l'onde se propage dans des milieux de faibles permittivités relatives (saphir, $\varepsilon_s = 10$ et air, $\varepsilon = 1$)). La tangente de pertes effective est ainsi faible ($0{,}01 < tan\delta_{eff} < 0{,}05$ entre 1 GHz et 20 GHz) car le matériau saphir présente une faible tangente de pertes.

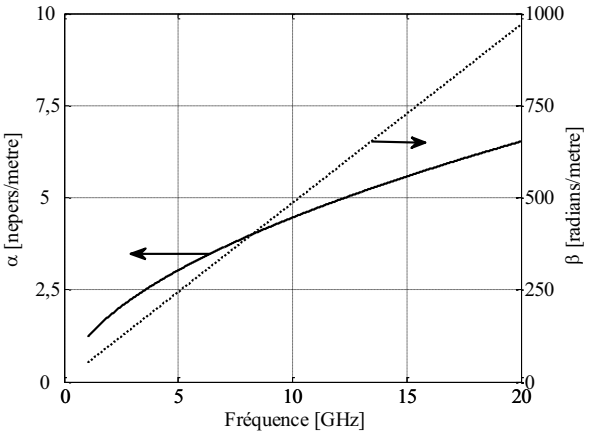


Figure II.21. Parties réelle et imaginaire de la constante de propagation γ de la ligne de transmission coplanaire (l_{ligne} = 8 mm) imprimée sur saphir

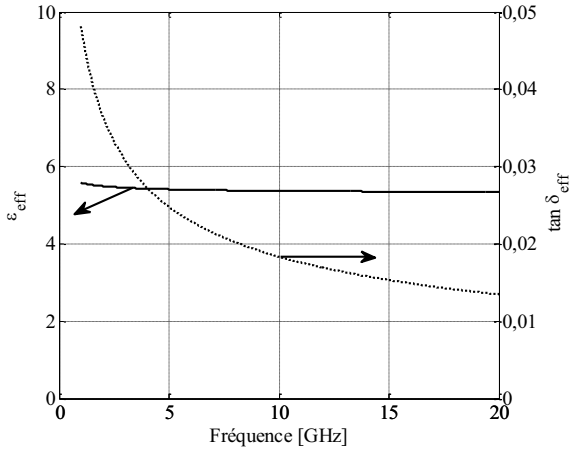


Figure II.22. Caractéristiques diélectriques effectives de la ligne de transmission coplanaire (l_{ligne} = 8 mm) imprimée sur saphir

A partir de la géométrie de la ligne de transmission et des paramètres effectifs extraits, nous pouvons calculer les caractéristiques diélectriques de la couche intermédiaire de saphir. Il est important de rappeler que ce sont des caractéristiques déjà connues ; elles sont calculées afin de valider les méthodes analytiques présentées. La **Figure II.23** présente l'évolution de la permittivité relative et de la tangente de pertes de la couche intermédiaire de saphir en fonction de la fréquence. La valeur de la permittivité ($\varepsilon_{s1} \sim 10$) reste très proche de celle introduite pour la simulation ($\varepsilon_{s1} = 10$). Par contre, la valeur de la tangente de pertes ($tan\delta_r \sim 0{,}02$ à 10 GHz) est très différente de la valeur introduite ($tan\delta_s = 10^{-4}$). Cette différence trouve son origine dans le substrat de saphir qui présente une très faible valeur de $tan\delta_s$. De ce fait, la plupart des pertes dans la ligne sont dues aux pertes métalliques et comme la méthode de "*Conformal Mapping*" (*CM*) prend comme hypothèse une couche métallique sans épaisseur et sans perte, les pertes retrouvées dans l'hétérostructure sont donc attribuées à la couche intermédiaire de saphir et non pas à la couche métallique. Cependant, ce problème n'existera plus lorsque nous utiliserons des hétérostructures avec des couches intermédiaires présentant des tangentes de pertes ($tan\delta_r$) conséquentes. Dans ce cas, la majorité des pertes

dans l'hétérostructure seront à imputer à la couche intermédiaire et non pas à la couche métallique.

La **Figure II.24** confirme la bonne adaptation de la ligne car son impédance caractéristique reste voisine de 50 Ω dans toute la gamme de fréquence étudiée.

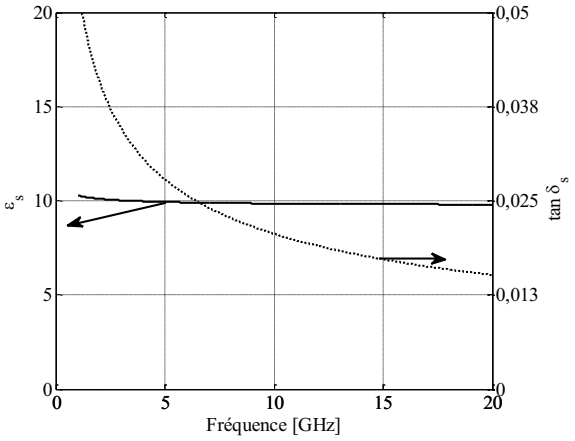


Figure II.23. Evolution des constantes diélectriques de la couche intermédiaire de saphir en fonction de la fréquence

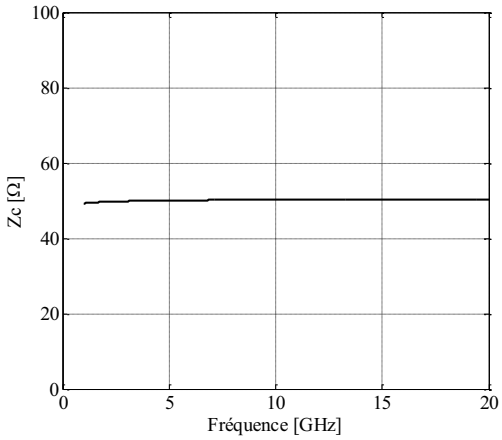


Figure II.24. Evolution de l'impédance caractéristique de la ligne de transmission coplanaire (l_{ligne} = 8 mm) imprimée sur saphir

Dans le paragraphe précédent, $tan\delta_s$ du saphir n'a pas été extraite correctement car la méthode analytique par *CM* est basée sur deux approximations (conducteur parfait et épaisseur nulle) qui sont différents de la simulation réalisée. Pour cette raison, la simulation a été relancée, cette fois-ci en tenant compte de ces deux hypothèses. Cette nouvelle simulation utilise une métallisation d'épaisseur nulle ($h_m = 0$ nm) et une conductance infinie ($\sigma = \infty$) "*Perfect Electric Conductor* (*PEC*)" en anglais ; les autres valeurs dans la simulation n'ont pas été modifiées.

Comme attendu, les coefficients de réflexion des simulations avec et sans *PEC* sont similaires ($S_{11} < -20$ dB), en raison du faible impact de la qualité de la métallisation sur l'adaptation d'une ligne (**Figure II.25**). Néanmoins, en utilisant un *PEC*, une transmission quasi-totale de puissance est obtenue ($S_{21} < 0{,}015$ à 10 GHz). Ce comportement est normal, car le seul matériau qui présente des pertes dans la simulation est alors le saphir et ces dernières restent très faibles (**Figure II.25**). En ce qui concerne les parties réelle et imaginaire de la constante de propagation γ, la constante de phase n'évolue pas ($\beta \sim 500$ radians/m à 10 GHz) avec ou sans l'utilisation du *PEC*. Cependant, la constante d'atténuation est

considérablement réduite (α = 0,02 nepers/m à 10 GHz) lorsque la ligne utilise un conducteur parfait, comparativement à l'argent (α = 4 nepers/m à 10 GHz) (**Figure II.26**).

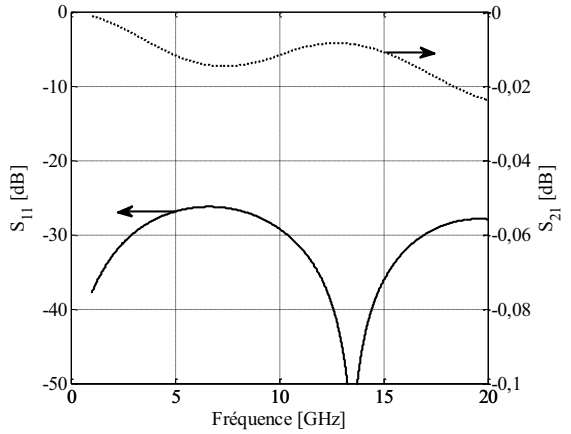


Figure II.25. Paramètres S_{ij} simulés de la ligne de transmission coplanaire (l_{ligne} = 8 mm) imprimée sur saphir avec l'utilisation d'un *PEC* comme métallisation

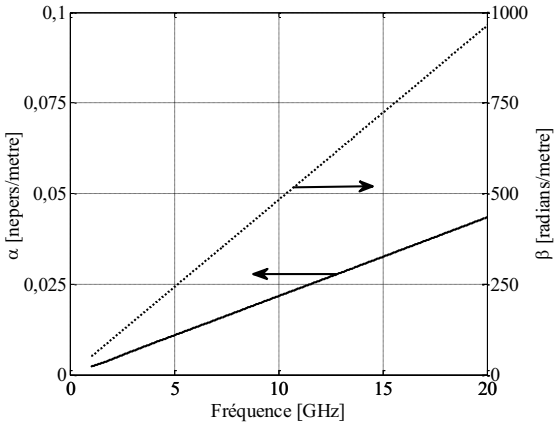


Figure II.26. Partie réelle et imaginaire de la constante de propagation γ de la ligne de transmission coplanaire (l_{ligne} = 8 mm) imprimée sur saphir avec l'utilisation d'un *PEC* comme métallisation

Les **Figures II.27** et **II.28** présentent les constantes diélectriques effectives et relatives de la ligne de transmission en conducteur parfait. Comme attendu, la comparaison entre simulations montre des valeurs très proches des permittivités effectives et relatives avec et sans *PEC*, respectivement : ε_{eff} = 5,3, ε_s = 9,6 et ε_{eff} = 5,4, ε_s = 9,8 à 10 GHz. En effet, la méthode de transformation conforme ne présente pas de limite pour le calcul de ces valeurs. Parallèlement, les pertes diélectriques effectives restent nettement plus faibles pour la simulation utilisant le *PEC* ($tan\delta_{eff}$ = 0,1×10^{-3}) car il n'y a plus de perte métallique dans l'hétérostructure. Le résultat le plus intéressant de cette dernière simulation est une extraction réussie des pertes diélectriques de la couche intermédiaire de saphir par la méthode "C*onformal Mapping*" ($tan\delta_s$ proche de 1×10^{-4}). Nous rappelons que cette valeur avait été assignée à la couche intermédiaire de saphir **Figure II.19**.

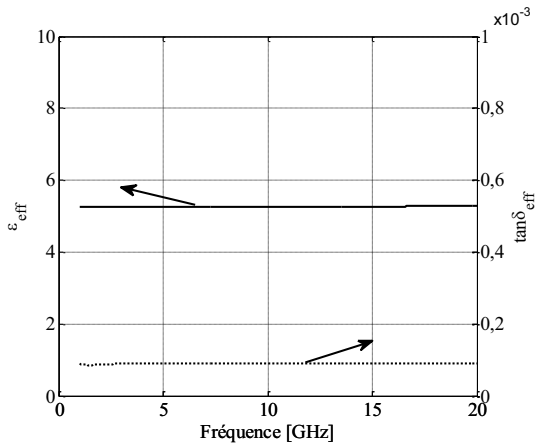


Figure II.27. Caractéristiques diélectriques effectives de la ligne de transmission coplanaire (l_{ligne} = 8 mm) imprimée sur saphir avec l'utilisation d'un *PEC* comme métallisation

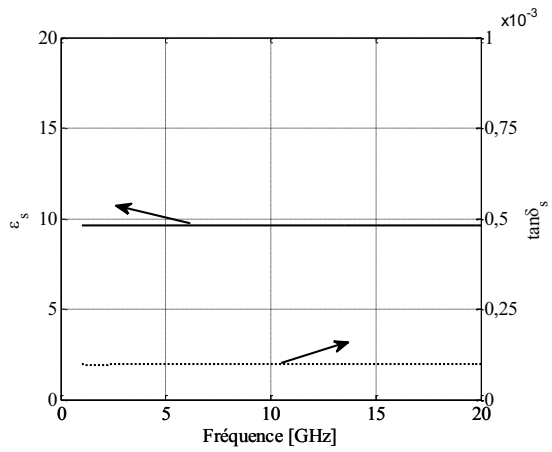
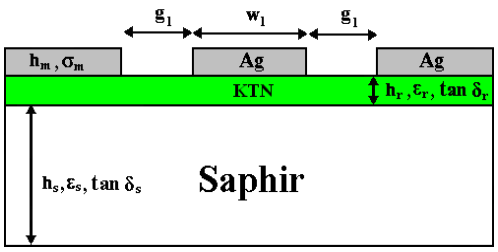


Figure II.28. Caractéristiques diélectriques (ε_{s1}, $tan\delta_{s1}$) de la couche intermédiaire de saphir en fonction de la fréquence avec l'utilisation d'un *PEC* comme métallisation

Dans un deuxième temps, la pertinence de l'utilisation de ces méthodes analytiques a été évaluée en simulant une ligne de transmission coplanaire (de longueur l_{ligne} = 8 mm) imprimée sur une couche mince de KTN de 600 nm d'épaisseur (ε_r = 700 et $tan\delta_r$ = 0,25 - **Figure II.29**). Ensuite, à partir des paramètres S_{ij} obtenus par simulation numérique (**Figure II.30**) et avec les méthodes décrites précédemment, nous devrons être capables d'extraire les constantes diélectriques de la couche de KTN injectées au début de la simulation.



g_l = 50 µm, w_l = 40 µm ;
h_m = 2 µm, σ_m = 6,1×10^7 S/m ;
h_r = 600 nm, ε_r = 700, $tan\delta_r$ = 0,25 ;
h_s = 0,5 mm, ε_{s1} = 10, $tan\delta_s$ = 10^{-4}

Figure II.29. Géométrie et dimensions d'une ligne de transmission (l_{ligne} = 8 mm) imprimée sur une couche de KTN de 600 nm d'épaisseur déposée elle-même sur substrat de saphir

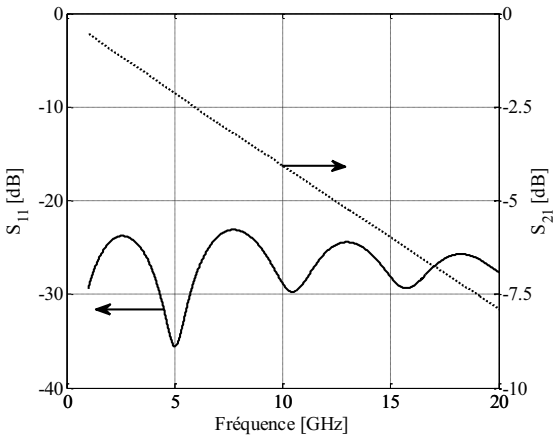


Figure II.30. Paramètres S_{ij} simulés d'une ligne de transmission (l_{ligne} = 8 mm) imprimée sur une couche de KTN de 600 nm d'épaisseur déposée elle-même sur substrat de saphir

La **Figure II.31** présente les résultats du calcul de la constante de propagation γ. Nous obtenons de fortes valeurs de α (α = 60 nepers/m à 10 GHz) car les pertes du matériau

ferroélectrique sont importantes (fortes valeurs du paramètre : S_{21} = -4 dB à 10 GHz). La valeur de β est aussi importante (β = 750 radians/m à 10 GHz) en raison de la valeur élevée de la permittivité relative de la couche mince de KTN (présence importante de pics de résonance au niveau du paramètre S_{11}). La **Figure II.32** présente les caractéristiques diélectriques effectives extraites de la ligne coplanaire simulée. Comme attendu, nous observons une forte valeur de permittivité effective (ε_{eff} = 13) en raison de la présence du matériau KTN dans l'hétérostructure. La tangente effective de pertes présente elle aussi une valeur élevée ($tan\delta_{eff}$ = 0,16) mais reste plus faible que la valeur de la tangente de pertes intrinsèques du KTN ($tan\delta_r$ = 0,25). En effet, une partie de l'onde électromagnétique se propage aussi dans l'air et dans le substrat de saphir.

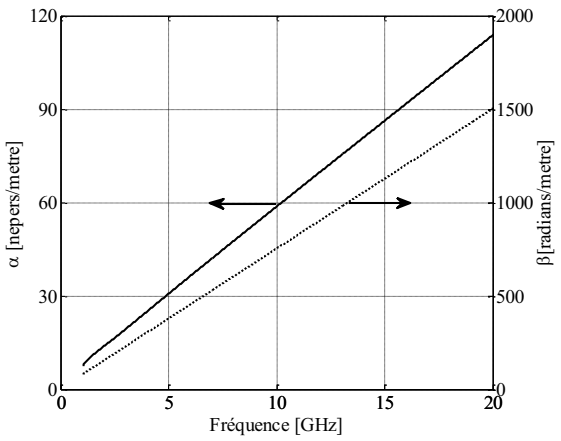


Figure II.31. Partie réelle et imaginaire de la constante de propagation γ de la ligne de transmission coplanaire (l_{ligne} = 8 mm) imprimée sur KTN/Saphir

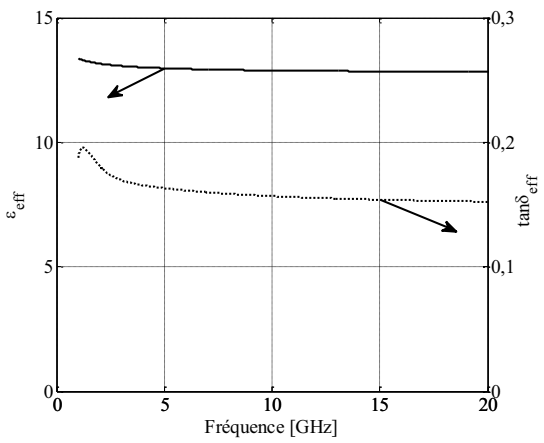


Figure II.32. Caractéristiques diélectriques effectives (ε_{eff} et $tan\delta_{eff}$) de la ligne de transmission coplanaire (l_{ligne} = 8 mm) imprimée sur KTN/Saphir

L'étape suivante consiste à extraire les constantes diélectriques de la couche de KTN. Il est important de rappeler ici que ce sont les caractéristiques que nous avons imposées au début de la simulation qui devront être retrouvées. La **Figure II.33** présente l'évolution de la permittivité relative (ε_r) et de la tangente de pertes ($tan\delta_r$) du film de KTN. Les valeurs restent proches de celles introduites pour la simulation des paramètres S_{ij} ($\varepsilon_r \sim 730$ et $tan\delta_r \sim 0{,}27$ à 10 GHz) ; soit une erreur de 4% pour ε_r et de 8% pour $tan\delta_r$. Les écarts observés aux basses fréquences au niveau des pertes diélectriques peuvent avoir pour origine les pertes métalliques qui ne sont pas prises en compte par la méthode analytique. De plus, l'épaisseur de métallisation (2 µm) a été optimisée pour s'affranchir des pertes par effet de peau à partir de 10 GHz et non à plus basse fréquence. Enfin, la **Figure II.34** confirme la

bonne adaptation de la ligne : son impédance caractéristique est voisine de 50 Ω sur toute la gamme de fréquence.

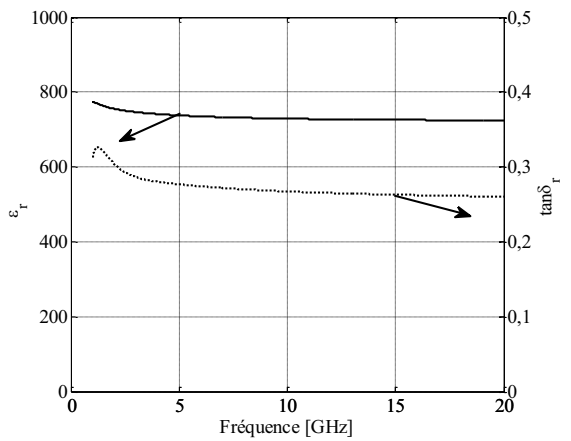


Figure II.33. Constantes diélectriques (ε_r et $tan\delta_r$) de la couche mince de KTN

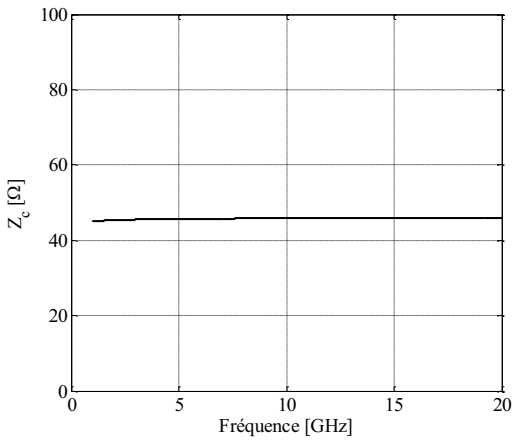


Figure II.34. Evolution de l'impédance caractéristique de la ligne de transmission coplanaire imprimée sur KTN/Saphir

L'impact de l'utilisation d'un *PEC* ($\sigma = \infty$) pour simuler la ligne de transmission imprimée sur la couche de KTN a aussi été étudié. Comme dans le cas avec la couche intermédiaire de saphir, le coefficient de réflexion ne change pas, avec l'utilisation du conducteur parfait ou du conducteur réel (S_{11} < -20 dB). Cependant, en raison de l'absence des pertes métalliques, le coefficient de transmission (**Figure II.35**) présente une légère amélioration (S_{21} < -3,5 dB à 10 GHz). La valeur de β reste élevée (β = 750 radians/m à 10 GHz) en raison de la présence du film de KTN, indépendamment de la qualité de la couche métallique. Les pertes dans l'hétérostructure sont cependant réduites par l'utilisation du *PEC*, mais elles restent importantes (α = 50 nepers/m à 10 GHz) (**Figure II.36**).

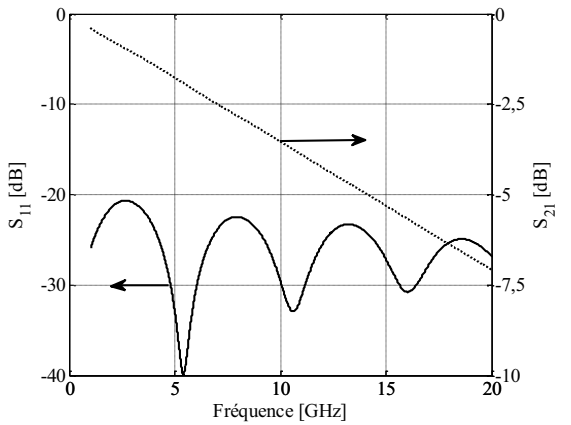


Figure II.35. Paramètres S_{ij} simulés d'une ligne de transmission (l_{ligne} = 8 mm) imprimée sur KTN/Saphir avec l'utilisation d'un *PEC* comme métallisation

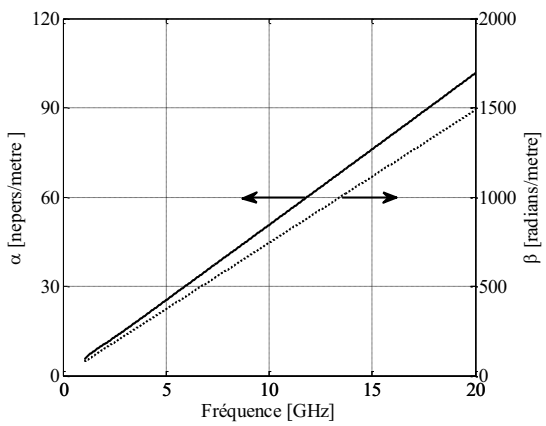


Figure II.36. Parties réelle et imaginaire de la constante de propagation γ de la ligne de transmission (l_{ligne} = 8 mm) imprimée sur KTN/Saphir avec l'utilisation d'un *PEC* comme métallisation

Une forte valeur de permittivité effective de l'hétérostructure est ensuite extraite (ε_{eff} = 12,5), toujours en raison de la présence du matériau KTN. Cette valeur reste identique à celle de la simulation sans *PEC* (ε_{eff} = 12,5), démontrant un effet négligeable de la qualité métallique simulée sur la valeur de permittivité effective extraite (**Figure II.37**). Concernant les pertes diélectriques effectives, elles sont légèrement plus faibles mais restent toujours élevées ($tan\delta_{eff}$ = 0,15 à 10 GHz). Même s'il n'y a plus de pertes métalliques, les pertes dues au matériau KTN restent majoritaires (**Figure II.37**). Au final, la méthode par "*Conformal Mapping*" ne présente pas de limite d'extraction pour des lignes de transmission imprimées sur un film ferroélectrique de KTN. L'utilisation d'un *PEC* pour simuler la métallisation permet d'obtenir des valeurs de permittivité relative et de tangente de pertes (**Figure II.38**) encore plus proches de celles introduites pour la simulation des paramètres S_{ij} (ε_r = 697 et $tan\delta_r$ = 0,25 à 10 GHz), soit une erreur de 0,5% pour ε_r et 0% pour $tan\delta_r$. Notons aussi une dérive nettement plus faible de $tan\delta_r$ aux plus basses fréquences (< 5 GHz). Cette observation cautionnerait l'origine du comportement à imputer aux pertes par effet de peau.

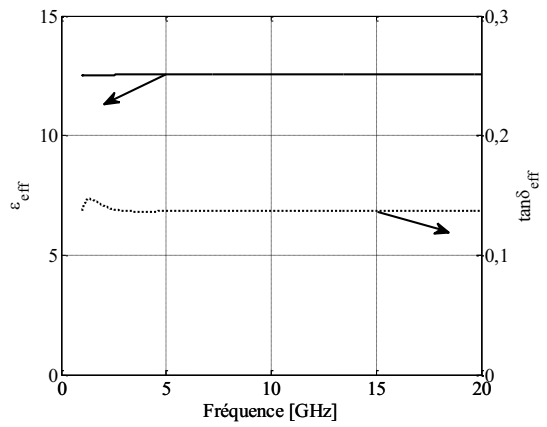


Figure II.37. Caractéristiques diélectriques effectives (ε_{eff} et $tan\delta_{eff}$) d'une ligne de transmission (l_{ligne} = 8 mm) imprimée sur KTN/Saphir avec l'utilisation d'un *PEC* comme métallisation

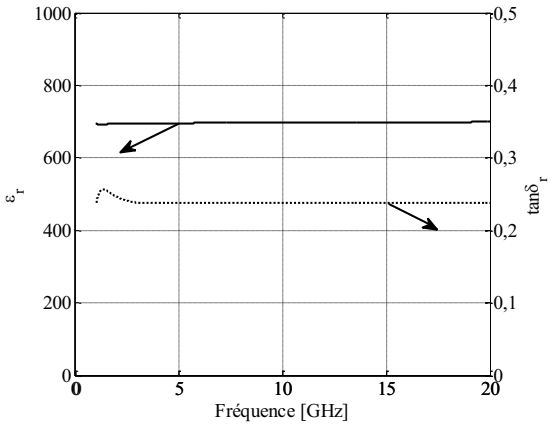


Figure II.38. Constantes diélectriques (ε_r et $tan\delta_r$) de la couche mince de KTN avec l'utilisation d'un *PEC* comme métallisation

II.4 Résultats de simulation

Dans le but de fabriquer des dispositifs dédiés à la caractérisation en hyperfréquences du matériau KTN et à la mise en évidence des potentiels de miniaturisation et de reconfigurabilité via son intégration, des simulations numériques ont été engagées. Ces études numériques vont nous fournir des données théoriques sur le comportement attendu des

dispositifs. Elles serviront aussi à mieux cibler les compromis pour l'obtention de meilleures performances. Deux types de simulations ont été réalisés : la première sur des lignes de transmission coplanaires, et la deuxième sur des résonateurs à stub *CPW*. Comme il a été précisé précédemment, dans un premier temps, les caractéristiques diélectriques de la couche mince ferroélectrique sont supposées constantes en fréquence et ont été établies à partir des travaux d'Arnaud Moussavou [12]. Les résultats sont présentés ci-après.

II.4.1 Lignes de transmission

Une première étude numérique cherche à déterminer l'impact de l'épaisseur de la couche mince de KTN sur les performances d'une ligne de transmission coplanaire. Nous avons fait varier cette épaisseur en utilisant les caractéristiques suivantes : substrat de saphir (h_s = 0,5 mm, ε_s = 10, $tan\delta_s = 10^{-4}$), couche métallique d'argent (h_m = 2 µm, $\sigma_m = 6{,}1\times10^7$ S/m), film de KTN (h_r = 250 nm - 10 µm, ε_r = 700 - 500, $tan\delta_r$ = 0,25) et dimensions de ligne (g_l = 50 µm, w_l = 40 µm, avec une longueur de ligne : l_{ligne} = 3 mm).

Dans un premier temps, nous définissons les critères qui permettront l'évaluation des performances des lignes de transmission simulées :

i) Pertes d'insertion : mesure de l'atténuation due au "chemin" parcouru par le signal.

$$IL_L(dB/cm) = -10\times\left(\frac{10}{l_{ligne}(mm)}\right)\times\log_{10}\left|\frac{|S_{21}|^2}{1-|S_{11}|^2}\right| \qquad \text{(II.16)}$$

ii) Agilité de la permittivité effective : variation relative de la permittivité effective de la ligne, divisée par la valeur initiale de la permittivité effective (exprimée en pourcentage).

$$\eta_{eff}(\%) = \frac{\left|\varepsilon_{eff}(\varepsilon_r = 700) - \varepsilon_{eff}(\varepsilon_r = 500)\right|}{\varepsilon_{eff}(\varepsilon_f = 700)}\times 100 \qquad \text{(II.17)}$$

iii) Facteur de Mérite de la ligne : rapport de l'agilité de la permittivité effective de l'hétérostructure sur les pertes d'insertion.

$$FoM_L = \frac{\eta_{eff}}{IL_L} \qquad \text{(II.18)}$$

Les coefficients de répartition S_{ij} (**Figure II.39**) nous ont permis de calculer la permittivité effective de l'hétérostructure en utilisant la méthode présentée dans le paragraphe **II.3.2**.

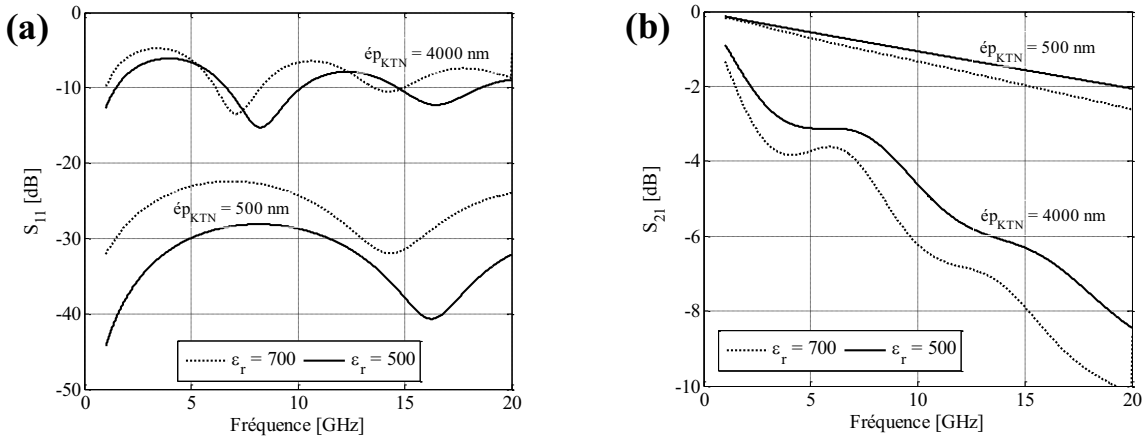


Figure II.39. Paramètres S_{11} (a) et S_{21} (b) d'une ligne de transmission coplanaire (l_{ligne} = 3 mm) imprimée sur deux épaisseurs de film de KTN ayant deux valeurs de ε_r (700 et 500)

La **Figure II.40** présente l'évolution de la permittivité effective en fonction de l'épaisseur de la couche mince de KTN, et ce, pour deux valeurs de ε_r (700 et 500). Nous remarquons une croissance linaire de ε_{eff}, croissance qui s'explique par l'augmentation de l'épaisseur de la couche ferroélectrique. De plus, les épaisseurs utilisées dans les simulations ne sont pas suffisamment importantes pour confiner tout le champ hyperfréquence. En effet, ce dernier continue à se propager dans le substrat au-delà de 10 µm de KTN. Même s'il était (dans l'absolu) intéressant de continuer à augmenter cette épaisseur, il ne faut pas oublier que l'objectif final de cette étude est l'obtention d'un compromis (FoM_L) maximal. Or, en augmentant l'épaisseur de la couche mince de KTN, les pertes dans la ligne augmentent également (évolution qui sera présentée ultérieurement). De plus, ce n'est pas l'augmentation de la valeur intrinsèque de la permittivité effective (**Figure II.40**) qui assure l'augmentation de l'agilité η_{eff}, mais sa variation relative ($\Delta\varepsilon_{eff}$).

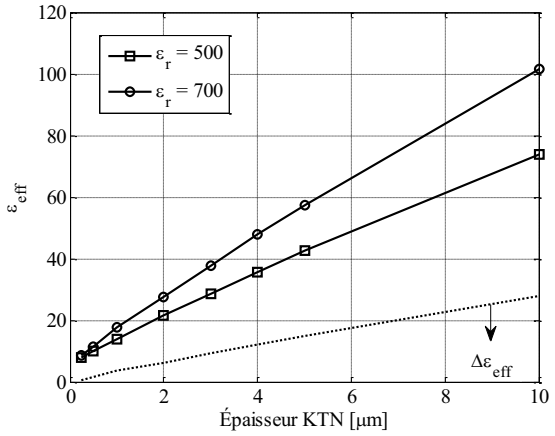


Figure II.40. Evolution de la permittivité effective ε_{eff} d'une ligne de transmission coplanaire de longueur 3 mm en fonction de l'épaisseur du film de KTN et suivant deux valeurs de ε_r (700 et 500)

La **Figure II.41** présente l'évolution de l'agilité (η_{eff}) de la permittivité effective en fonction de l'épaisseur de la couche mince de KTN. Nous remarquons une croissance importante de cette agilité jusqu'à une épaisseur de 1 µm. Au-delà de cette épaisseur, la croissance évolue faiblement. En effet, même si la variation relative $\Delta\varepsilon_{eff}$ (avec $\Delta\varepsilon_{eff} = \varepsilon_{eff}(\varepsilon_r = 700) - \varepsilon_{eff}(\varepsilon_r = 500)$) augmente avec l'épaisseur : $\Delta\varepsilon_{eff}(1\ \mu m) = 4$ et $\Delta\varepsilon_{eff}(5\ \mu m) = 15$ (ligne pointillée **Figure II.40**), la valeur absolue de $\varepsilon_{eff}(\varepsilon_r = 700)$ augmente plus rapidement ($\varepsilon_{eff}(1\ \mu m) = 18$ et $\varepsilon_{eff}(5\ \mu m) = 57$) que celle de $\Delta\varepsilon_{eff}$. C'est pourquoi le rapport $\Delta\varepsilon_{eff}/\varepsilon_{eff}(\varepsilon_r = 700)$ commence à saturer à partir d'une épaisseur égale à 2 µm.

Deux remarques concernant la pertinence des paramètres de simulation utilisés doivent être rappelées :

- Pour simplification, nous n'avons pas pris en considération la dispersion fréquentielle de ε_r.
- Quelle que soit l'épaisseur des couches minces, la même valeur de ε_r a été utilisée.

Ces deux hypothèses ne traduisent pas l'évolution réelle de ε_r. Cependant, les résultats obtenus permettent déjà d'établir des lois de comportement de lignes de transmission imprimées sur des films de KTN.

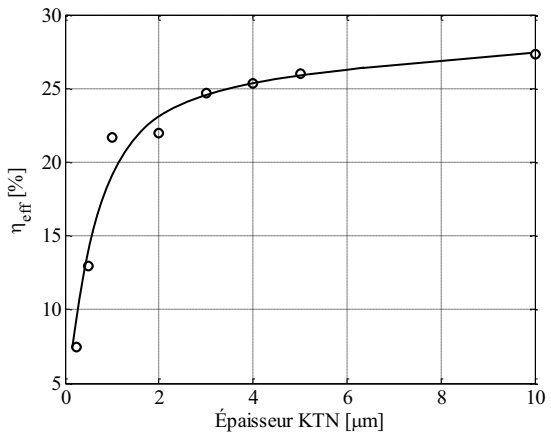


Figure II.41. Agilité η_{eff} de la permittivité effective d'une ligne de transmission coplanaire de longueur 3 mm en fonction de l'épaisseur du film de KTN

A partir des paramètres de répartition S_{ij} déduits des simulations numériques, nous pouvons déterminer les pertes d'insertion des lignes de transmission **(Equation II.16 et Figure II.42**). Ces valeurs ont été calculées à 10 GHz pour les différentes lignes simulées. Comme attendu, IL_L croît avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche mince de KTN, en raison de l'augmentation de la proportion de pertes diélectriques.

Les résultats précédents nous permettent de calculer le Facteur de Mérite (FoM_L) de la variation de la permittivité effective η_{eff} sur les pertes d'insertion (IL_L) **Equation II.18**. Ce FoM_L nous fournira un ordre de grandeur de l'épaisseur de KTN assurant une agilité maximale η_{eff} avant la présence prohibitive des pertes d'insertion. La **Figure II.43** montre que le meilleur compromis est obtenu pour une épaisseur de 1 µm. Ce résultat est très intéressant car l'épaisseur optimale de KTN à déposer est accessible par la technologie "couches minces".

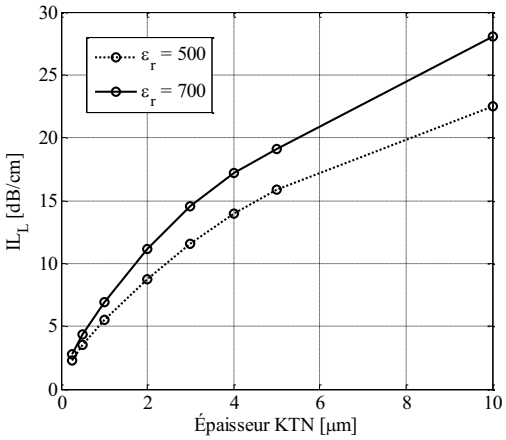


Figure II.42. Evolution des pertes d'insertion (IL_L) d'une ligne de transmission coplanaire en fonction de l'épaisseur du film de KTN

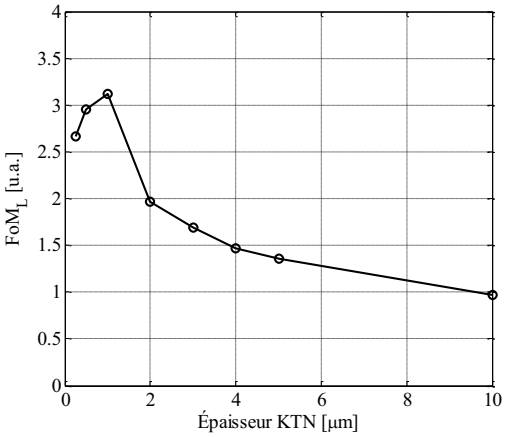


Figure II.43. Evolution du Facteur de Mérite (FoM_L) d'une ligne de transmission coplanaire en fonction de l'épaisseur du film de KTN

II.4.2 Les résonateurs à stub

La seconde étude concerne l'impact de l'épaisseur de la couche mince de KTN sur les performances d'une structure résonante, à savoir un résonateur à stub ¼ d'onde. L'étude a été menée de manière identique : les résonateurs présentent tous les mêmes dimensions (**Figure II.44**), qui ont été optimisées pour un film de KTN de 600 nm d'épaisseur : g_r = 14 µm, w_r = 14 µm, g_l = 50 µm, w_l = 40 µm, L_r = 1,52 mm, L_c = 100 µm ; substrat de saphir : h_s = 0,5 mm, ε_s = 10, $tan\delta_s = 10^{-4}$; métallisation d'argent : h_m = 2 µm, $\sigma_m = 6{,}1\times10^7$ S/m et couche mince de KTN : h_r = 500 - 5000 nm, ε_r = 700 - 200, $tan\delta_r$ = 0,25. Ici, nous avons choisi une valeur de permittivité relative ε_r minimal égale à 200 car, le champ électrique DC appliqué au niveau du stub sera nettement plus important (d'un facteur ~3, grâce au gap plus étroit) que celui appliqué au niveau des lignes de transmission. Notons que l'épaisseur maximale de KTN pouvant être simulée dans cette hétérostructure est égale à 5 µm. Au-delà, une absence de convergence dans les itérations fournit des résultats inappropriés en raison de la forte valeur du couple (ε_r, $ép_{KTN}$) (voir paragraphe **II.2.2**). Concernant l'épaisseur minimale de KTN pouvant être utilisée en simulation dans cette structure, elle est égale à 500 nm. En deçà, les ressources informatiques bloquent le processus d'itération. Rappelons aussi que l'épaisseur minimale de KTN utilisée dans la simulation des lignes coplanaires était égale à 250 nm, la structure étant plus simple.

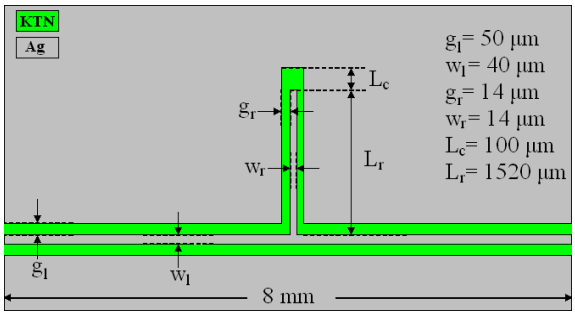


Figure II.44. Géométrie et dimensions d'un résonateur à stub imprimé sur un film de KTN de 600 nm déposé sur saphir

Premièrement, nous définissons les critères qui permettront l'évaluation des performances des résonateurs à stub simulés :

i) Pertes Globales : bilan de puissance qui prend en considération l'ensemble des pertes du dispositif résonant.

$$PG_S = 1 - |S_{11}|^2 - |S_{21}|^2 \qquad \text{(II.19)}$$

ii) Agilité en fréquence : variation relative de la fréquence de résonance provoquée par la modification de la valeur de la permittivité relative de KTN, divisée par la fréquence initiale (exprimé en pourcentage).

$$T_S(\%) = \frac{|F_r(\varepsilon_r = 700) - F_r(\varepsilon_r = 200)|}{F_r(\varepsilon_r = 700)} \times 100 \qquad \text{(II.20)}$$

iii) Facteur de Mérite du stub : rapport de l'agilité en fréquence sur les pertes globales à la fréquence de résonance F_r.

$$FoM_S = \frac{T_S}{PG_S(F_r)} \qquad \text{(II.21)}$$

Il est important de remarquer que, pour les simulations utilisant une épaisseur de film de KTN importante, les fréquences de résonance sont plus basses car la longueur du stub étant fixée (L_r = 1520 µm) et la permittivité effective de l'hétérostructure augmentant, la longueur d'onde guidée est donc réduite, de même que la fréquence de résonance (**Figure II.45**).

Le coefficient de transmission S_{21} du résonateur à stub est utilisé pour calculer l'agilité (T_S) en fonction de l'épaisseur de la couche de KTN. La **Figure II.46** présente la variation de S_{21} en fonction de la fréquence pour un résonateur à stub imprimé sur une couche mince de KTN de 1000 nm d'épaisseur, et ceci pour les deux valeurs de ε_r (700 et 200). Pour cette épaisseur de KTN, la fréquence de résonance se déplace de 7,75 GHz à 12,35 GHz. L'agilité T_S vaut donc 59%.

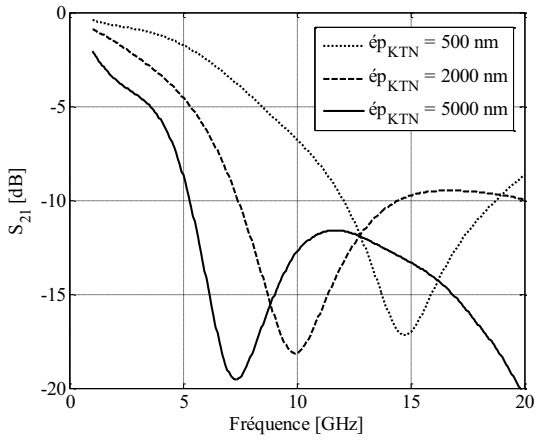


Figure II.45. Coefficient de transmission S_{21} de résonateurs à stub imprimés sur KTN(500 nm, 2000 nm, 5000 nm)/Saphir

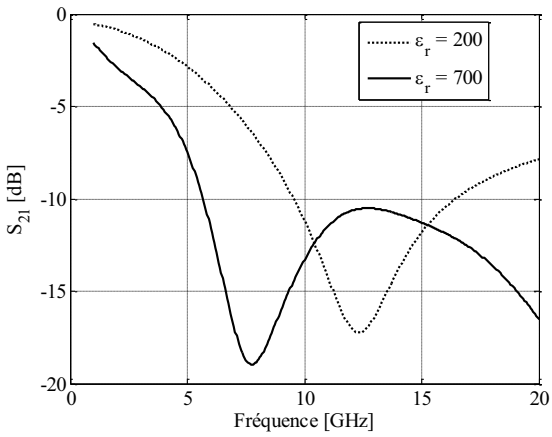


Figure II.46. Coefficient de transmission S_{21} d'un résonateur à stub imprimé sur KTN(1000 nm)/Saphir

La **Figure II.47** présente l'évolution de l'agilité en fréquence (T_S) en fonction de l'épaisseur du film ferroélectrique. Cette agilité est plus importante avec les plus fortes épaisseurs de KTN grâce à la combinaison de deux facteurs, qui restent cependant opposés :

(1) La variation relative de la fréquence de résonance (ΔF_r) diminue avec l'augmentation de l'épaisseur de KTN, en raison d'une pente de la courbe $\varepsilon_{eff}(\varepsilon_r = 700)$ fonction de l'épaisseur plus prononcée que celle de $\varepsilon_{eff}(\varepsilon_r = 200)$. Ce même comportement a été mis en évidence sur les lignes de transmission (voir **Figure II.40**). Pour illustrer ce comportement, la **Figure II.48** fournit ΔF_r = 4,8 GHz pour ép_{KTN} = 500 nm et ΔF_r = 3,0 GHz pour ép_{KTN} = 5000 nm.

(2) Les fréquences de résonance initiales ($\varepsilon_r = 700$) aux fortes épaisseurs de KTN sont toujours plus basses que celles aux faibles épaisseurs. La **Figure II.48** montre qu'avec ép_{KTN} = 500 nm : $F_r(\varepsilon_r = 700)$ = 9,9 GHz et avec ép_{KTN} = 5000 nm : $F_r(\varepsilon_r = 700)$ = 4,1 GHz.

Au final, l'agilité en fréquence (T_S) étant définie comme la variation relative de la fréquence de résonance ΔF_r rapportée à la fréquence de résonance initiale $F_r(\varepsilon_r = 700)$, T_S augmente donc avec l'épaisseur de KTN en raison de la diminution plus importante de la valeur de $F_r(\varepsilon_r = 700)$ (cas 2) comparativement à celle de ΔF_r (cas 1).

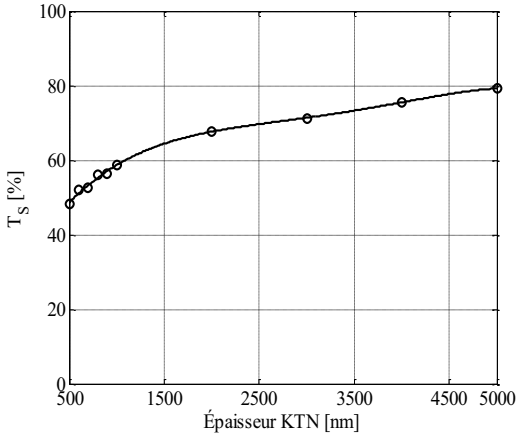


Figure II.47. Evolution de l'agilité (T_S) du résonateur à stub en fonction de l'épaisseur du film de KTN déposé sur saphir

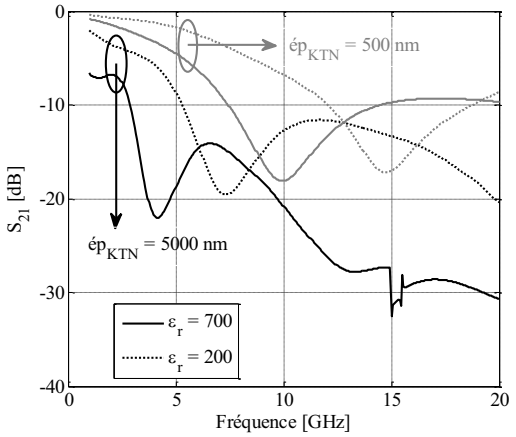


Figure II.48. Paramètres S_{21} de résonateurs à stub imprimés sur deux films de KTN (ép$_{KTN}$ = 500 nm et 5000 nm) déposés sur saphir

Nous pourrions penser qu'à fréquence de résonance initiale $F_r(\varepsilon_r = 700)$ identique pour tous les échantillons, (c'est-à-dire, avec une géométrie de résonateur adaptée à chaque épaisseur de KTN), l'évolution de l'agilité pourrait être différente. Cependant, la longueur du stub à forte épaisseur de KTN étant plus faible, la fréquence de résonance pour $\varepsilon_r = 200$ sera donc plus importante que dans le cas d'un stub imprimé sur une faible épaisseur de KTN. De ce fait, nous obtiendrons une valeur de ΔF_r plus importante à plus forte épaisseur de KTN et comme la fréquence de résonance initiale est conservée, l'agilité T_S augmentera d'une façon plus conséquente avec l'épaisseur de KTN.

En ce qui concerne les pertes globales, elles augmentent légèrement avec l'augmentation de l'épaisseur de KTN (de 500 nm à 1000 nm) ; au-delà, elles restent constantes (**Figure II.49**). Pour expliquer ce comportement, il faut de nouveau prendre en compte l'évolution des fréquences de résonance par rapport à l'épaisseur. D'un coté, la tangente de pertes du matériau KTN a été considérée constante dans toute la gamme de fréquences et ce quelle que soit la valeur de l'épaisseur utilisée ($tan\delta_r = 0{,}25$). Donc, à épaisseur croissante, les pertes globales du dispositif à une fréquence de résonance donnée doivent augmenter ; ce comportement est observé **Figure II.49** pour des épaisseurs de KTN variant de 500 nm à 1000 nm. Notons que les fréquences de résonance respectives restent proches (voir **Tableau II.4**). D'un autre coté, pour une même épaisseur et pour des fréquences de résonance différentes, des pertes globales moins importantes seront obtenues avec l'échantillon travaillant à la fréquence la plus basse. Ce résultat peut être expliqué par des valeurs de coefficients S_{21} plus faibles aux basses fréquences (**Figure II.48**). En résumé, les

pertes globales augmentent en raison de l'augmentation de l'épaisseur de la couche de KTN ; mais cette augmentation reste limitée par les fréquences de travail plus basses observées pour les échantillons utilisant les fortes épaisseurs de KTN. Ce comportement provoque l'apparition d'un plateau pour les PG_S au-delà de 1000 nm de KTN.

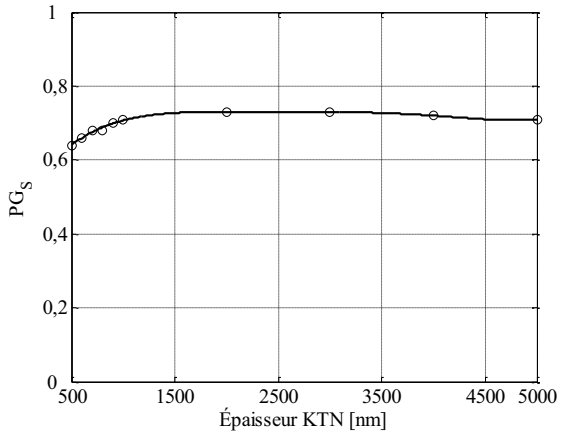


Figure II.49. Evolution des Pertes Globales (PG_S) du résonateur à stub en fonction de l'épaisseur du film de KTN

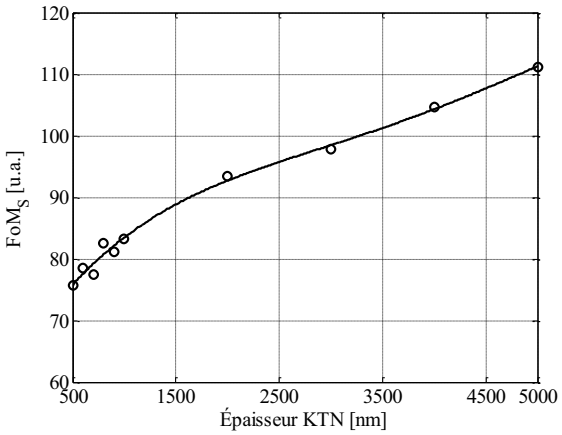


Figure II.50. Evolution du Facteur de Mérite (FoM_S) du résonateur à stub en fonction de l'épaisseur du film de KTN

Tableau II.4

Fréquences de résonance des résonateurs à stub en fonction de l'épaisseur du film de KTN

Epaisseur de KTN (nm)	$F_r(\varepsilon_r = 700)$ (GHz)	$F_r(\varepsilon_r = 200)$ (GHz)
500	10,0	14,8
600	9,2	14,0
700	8,8	13,5
800	8,4	13,1
900	8,0	12,6
1000	7,8	12,3
2000	5,9	9,9
3000	5,0	8,6
4000	4,5	7,9
5000	4,1	7,4

De par l'évolution de l'agilité en fréquence et des pertes globales des résonateurs, le Facteur de Mérite (FoM_S) croît de manière monotone en fonction de l'épaisseur de KTN (**Figure II.50**). Bien qu'il semble idéal d'utiliser des épaisseurs de couche mince de KTN supérieures ou égales à 5000 nm, cette croissance du FoM_S reste purement théorique. Au niveau expérimental, la technologie "couches minces" permet difficilement d'accéder à des films de cette épaisseur. Il est nécessaire d'utiliser la technologie "couches épaisses". De plus,

la qualité cristalline des films minces décroit avec l'augmentation de leur épaisseur, ce qui impacte nécessairement les constantes diélectriques (ε_r, $tan\delta_r$) du matériau.

Toutes les simulations précédentes ont été réalisées comme support aux mesures expérimentales décrites dans le **Chapitre III**. Comme cela a été précisé de nombreuses fois, lors des simulations, les couches minces de KTN ont été supposées parfaites, tant en épaisseur qu'en composition, et en utilisant des constantes diélectriques (ε_r, $tan\delta_r$) invariantes. Pour cette raison, dans le **Chapitre III**, des rétrosimulations seront engagées après l'extraction des constantes diélectriques des échantillons testés.

Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les dispositifs coplanaires qui seront utilisés pour réaliser la caractérisation du matériau $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ déposé en couche mince. Nous avons également présenté le logiciel avec lequel nous avons effectué les différentes études numériques en mettant en évidence sa précision, ses performances et ses limites. Les différentes méthodes analytiques utilisées dans ce manuscrit ont été présentées et leur fiabilité a été prouvée.

Dans le but de mieux cerner les performances de nos dispositifs multicouches (air/Ag/KTN/saphir) en fonction de l'épaisseur de la couche ferroélectrique, deux études ont été engagées :

- La première étude repose sur l'impact de l'épaisseur sur les caractéristiques des lignes de transmission. Pour cela, l'évolution de différents paramètres a été analysée. Les paramètres utilisés sont η_{eff}, IL_L, FoM_L. Nous avons établi dans un premier temps, que les pertes d'insertion augmentent au fur et à mesure que l'épaisseur de la couche mince augmente. Cependant, l'évolution de η_{eff} en fonction de l'épaisseur est plus complexe : η_{eff} augmente rapidement pour les faibles épaisseurs de KTN car la variation relative de la permittivité effective ($\Delta\varepsilon_{eff}$) reste prépondérante. En revanche, au-delà de 1000 nm, η_{eff} reste constante car l'augmentation $\Delta\varepsilon_{eff}$ est compensée par celle de ε_{eff}(ε_r = 700). Ces résultats démontrent qu'un compromis entre agilité (η_{eff}) et pertes d'insertion (IL_L) est nécessaire. Aussi, un facteur FoM_L a été défini. Celui-ci a montré que le meilleur compromis entre agilité (η_{eff}) et pertes d'insertion (IL_L) est obtenu avec une couche mince de KTN d'environ 1000 nm d'épaisseur.
- La deuxième étude menée concerne une structure résonante (résonateur à stub). Elle a montré que l'agilité (T_S) en fréquence augmente en fonction de l'épaisseur du film de KTN. Dans ces simulations, nous n'avons pas obtenu de valeur maximale de T_S. Ce résultat s'explique par le fait que le matériau KTN simulé est considéré parfait, quelle que soit l'épaisseur utilisée. Néanmoins, nous pouvons extraire de cette partie une augmentation de l'agilité (T_S) en fréquence jusqu'à au moins 5000 nm (valeur maximale utilisée pour cette étude). En ce qui concerne les pertes globales (PG_S), elles augmentent rapidement jusqu'à une épaisseur de KTN de 1000 nm, puis saturent. De ce fait, le FoM_S augmente d'une façon monotone sans atteindre de valeur maximale.

En conclusion, les études numériques ont montré que l'augmentation de l'épaisseur de la couche mince de KTN dans l'hétérostructure s'accompagne d'une augmentation de l'agilité (η_{eff} et T_S), mais malheureusement entraîne aussi une croissance des pertes (IL_L) dans les lignes de transmission. Cela démontre qu'un compromis doit être réalisé pour optimiser les performances du dispositif ; ce compromis impose une épaisseur de KTN voisine de 1000 nm dans les cas de lignes. Concernant le résonateur à stub, l'étude numérique a montré que le FoM_S augmente de façon monotone avec l'épaisseur. Cependant, un comportement différent est attendu expérimentalement, car la qualité cristalline des films évolue en fonction de l'épaisseur déposée.

Les études expérimentales associées à cette partie sont présentées, réalisées et discutées dans le **Chapitre III**.

Références bibliographiques

[1] **D. M. Pozar**, *Microwave Engineering*, 2nd Edition **1998**, John Wiley & Sons, Inc., chapitre 3, pp. 104

[2] **B. Bahl, and G. Gupta**, *Microstrip Lines and Slotlines*, 2nd Edition **1996**, chapitre 1, pp. 1

[3] **P.F Combes**, *Micro-Ondes. Tome 1, Lignes, Guides et Cavités, Cours et Exercices*, 1ère Edition **1996**, Dunod, chapitre 8, pp. 121

[4] **R. N. Simons**, *Coplanar Waveguide Circuits, Components, and Systems*, Edition **2001**, John Wiley & Sons, Inc., chapitre 1, pp. 1

[5] **R.W. Jackson**, *Coplanar Waveguide vs. Microstrip for Millimeter Wave Integrated Circuits*, Int. Microw. Symp. Dig., 1986 IEEE MTT-S, pp. 699-702, **Juin 1986**

[6] **J. Zhao, Y. Tian, Y. Chen, B. Gao, and L. Tong**, *The Analysis of Electromagnetic Characteristics of Coplanar Waveguide in Different Models Using Finite-Difference Time-Domain Method*, Glob. Symp. Millim. Waves, pp. 1-4, **Avr. 2008**

[7] **M.-H. Mao, R.-B. Wu, C.-H. Chen, and C.-H. Lin**, *Characterization of Coplanar Waveguide Open End Capacitance-Theory and Experiment*, IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 42, no. 6, pp. 1016-1024, **Juin 1994**

[8] **E. Carlsson, and S. Gevorgian**, *Conformal Mapping of the Field and Charge Distributions in Multilayered Substrate CPW's*, IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 47, no. 8, pp. 1544-1552, **Août 1999**

[9] **K.K.M. Cheng, and J.K.A. Everard**, *A New Technique for the Quasi-TEM Analysis of Conductor-Backed Coplanar Waveguide Structures*, IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 41, no. 9, pp. 1589- 1592, **Sep. 1993**

[10] **J.-F. Kiang**, *Quasi-TEM Analysis of Coplanar Waveguides with an Inhomogeneous Semiconductor Substrate*, IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 44, no. 9, pp. 1586-1589, **Sep. 1996**

[11] **S. Iordanescu, G. Bartolucci, S. Simion, and M. Dragoman**, *Coplanar Waveguide Stubrilters on Thin Membranes and Standard Substrates*, Proc. Int. Semicond. Conf., vol. 2, pp. 357-360, **Oct. 1997**

[12] **A.-G. Moussavou**, *Couches Minces Ferroélectriques* $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ *(KTN): Applications à la Reconfigurabilité de Dispositifs Hyperfréquences et des Antennes BIE,* Thèse de Doctorat en Traitement du Signal et Télécommunications, Université de Rennes 1, **15 Fév. 2008**

[13] **V. Laur, A. Moussavou, G. Tanné, P. Laurent, V. Bouquet, S. Deputier, M. Guilloux-Viry, and F. Huret**, *Tunable DBR resonators using KTN ferroelectric thin-films*, Int. Microw. Symp., pp. 2059-2062, **Juin 2007**

[14] **V. C. Lo**, *Simulation of Thickness Effect in Thin Ferroelectric Films Using Landau–Khalatnikov Theory*, J. Appl. Phys., vol. 94, no. 5, pp. 3353-3359, **Sep. 2003**

[15] http://www.ansys.com/fr_fr

[16] **F. Aiga, H. Fuke, Y. Terashima, M. Yamazaki, H. Kayano, and T. Hashimoto**, *HTS Hairpin Microstrip Filter on R-Cut Sapphire Substrate*, IEEE Trans. Appl. Supercond., vol. 13, no. 2, pp. 287- 290, **Juin 2003**

[17] **C. M. Krowne, M. Daniel, S. W. Kirchoefer, and J. M. Pond**, *Anisotropic Permittivity and Attenuation Extraction From Propagation Constant Measurements Using an Anisotropic Full-Wave Green's Function Solver for Coplanar Ferroelectric Thin-Film Devices*, IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 50, no. 2, pp. 537-548, **Fév. 2002**

[18] **R. S. Kwok, D. Zhang, Q. Huang, T. S. Kaplan, J. Lu, and G.-C. Liang**, *Superconducting Quasi-Lumped Element Filter on R-plane Sapphire*, IEEE Trans. Microw. Theory and Tech., vol. 47, no. 5, pp. 586-591, **Mai 1999**

[19] **S. Ramo, J. R. Whinnery, and T. V. Duzer**, *Fields and Waves in Communication Electronics*, 3rd Edition **1994**, *John Wiley & Sons*, chapitre 5, pp. 247

[20] **M. D. Janezic, and J. A. Jargon**, *Complex Permittivity Determination from Propagation Constant Measurements*, IEEE Microw. Guid. Wave Lett., vol. 9, no. 2, pp. 76-78, **Fév. 1999**

[21] **J. Zhang, and T. Y. Hsiang**, *Extraction of Subterahertz Transmission-line Parameters of Coplanar Waveguides*, Piers Online, vol. 3, no. 7, pp. 1102-1106, **2007**

[22] **B. Bianco, and M. Parodi**, *Determination of the Propagation Constant of Uniform Microstrip Lines,* Alta Frequenza (Engl. Edition), vol. 45, pp. 107-110, **Fév. 1976**

[23] **Q. LU**, *Caractérisation Diélectrique de Matériaux Pulvérulents dans une Large Bande de Fréquences Micro-Ondes*, Thèse de Doctorat en Micro et Nano Technologies, Acoustique et Télécommunications, Université de Lille 1, **16 Juin 2011**

[24] **A. Sihvola, and I. V. Lindell**, *Solution for the Effective Permittivity of Mixtures with Multilayer Scatterers by Transmission Line Approach*, Antennas Propag. Soc. Int Symp., vol. 1, pp. 388-391, **Juin 1988**

[25] **P. M. Suherman, T. J. Jackson, Y. Y. Tse, I. P. Jones, R. I. Chakalova, and M. J. Lancaster**, *Microwave Properties of $Ba_{0.5}Sr_{0.5}TiO_3$ Thin Film Coplanar Phase Shifters*, J. Appl. Phys. 99, pp. 104101 – 1-7, **Mai 2006**

CHAPITRE III

ETUDES EXPERIMENTALES DES PERFORMANCES DES DISPOSITIFS ACCORDABLES

III.1 Introduction

Ce chapitre présente les procédés techniques utilisés pour fabriquer les dispositifs hyperfréquences (lignes de transmission et résonateurs à stub) en technologie coplanaire sur les couches minces de KTN, ainsi que leur caractérisation en hyperfréquences.

La première partie de ce chapitre décrit l'élaboration des couches minces par la technique d'ablation laser pulsé, le dépôt des électrodes métalliques (par pulvérisation cathodique RF), le transfert de la géométrie sur les échantillons (par photolithographie et gravure humide) et enfin les mesures hyperfréquences (grâce à l'utilisation de stations de mesures sous pointes). Les machines utilisées à chaque étape et leur principe de fonctionnement seront décrits.

La deuxième partie du chapitre est consacrée au post-traitement des mesures hyperfréquences réalisées, ainsi qu'à la caractérisation diélectrique du matériau KTN déposé en couche mince ; enfin, des rétrosimulations seront réalisées afin de vérifier l'exactitude des valeurs extraites par le post-traitement.

III.2 Réalisation des dispositifs et systèmes de mesures hyperfréquences

III.2.1 Dépôt de couches minces de $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ par Ablation Laser Pulsé

Les films minces de $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ ont été élaborés et caractérisés physico-chimiquement par l'Equipe du Pr. M. Guilloux-Viry de l'Institut des Sciences Chimiques de Rennes (ISCR, UMR – CNRS 6226 / Université de Rennes 1) pendant la thèse de Arnaud Le Febvrier [1].

La méthode de dépôt utilisée est l'ablation laser pulsé (ou *Pulsed Laser Deposition*, *PLD*) [2]. Son principe est le suivant : un faisceau laser pulsé de forte énergie est focalisé sur un matériau (cible) placé dans une enceinte sous vide (**Figure III.1**). Une violente interaction entre les photons du faisceau laser et le matériau-cible se produit et divers phénomènes ont lieu : échauffement rapide, fusion, évaporation,… [3] générant l'éjection du matériau perpendiculairement à la cible. Les éléments éjectés sous forme de plasma (appelé plume),

vont se déposer à la surface d'un substrat placé en regard de la cible. Une étude détaillée est présentée dans le chapitre 2 de la thèse de Quentin Simon [4].

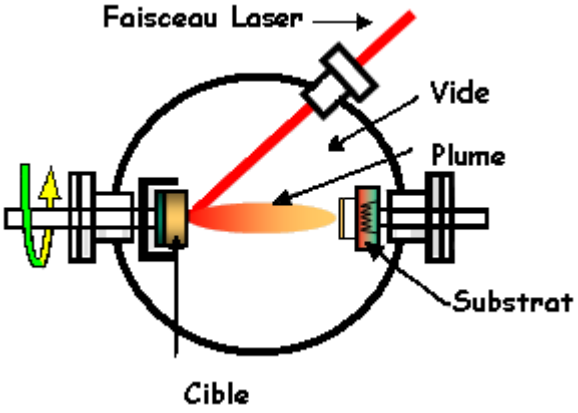


Figure III.1. Schéma de principe de l'ablation laser pulsé

Ces dépôts ont été réalisés dans une enceinte en acier inoxydable fabriquée par la société *MECA 2000* à l'aide d'un laser à excimères KrF ($\lambda = 248$ nm avec une durée d'impulsion égale à 20 ns) de marque C*oherent*, modèle *COMPex Pro*. (**Figure III.2**). Le substrat utilisé dans ce chapitre est Al_2O_3 monocristallin orienté (1$\underline{1}$02) (ou saphir R) de dimensions 10 mm × 10 mm et d'épaisseur égale à 0,5 mm. Le substrat de saphir R possède les caractéristiques diélectriques suivantes : une permittivité relative $\varepsilon_s = 10$ et une tangente de pertes $tan\delta_s = 10^{-4}$ (~ 10 GHz) et 25 ºC [5].

Figure III.2. Bâti d'ablation laser pulsé en place à l'ISCR - Université de Rennes 1

Pour les couches de KTN, une cible céramique synthétisée au laboratoire ISCR à partir de précurseurs $KNbO_3$ et $KTaO_3$ avec un excès de KNO_3 (60% en moles) est utilisée. Cet excès permet de compenser principalement la perte du potassium observée au cours du

frittage des cibles, mais également au cours des dépôts [6, 7]. La cible est caractérisée par la composition suivante : $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ (x = 0,5) + 60% KNO_3 (molaire). Les couches minces de KTN ont toutes été synthétisées *in situ* à 700 ºC ($T_{dépôt}$) sous une pression ($P_{dépôt}$) de 0,3 mbar d'oxygène (énergie laser = 210 mJ et fréquence de tirs laser = 2 Hz). Un dépôt de 35 minutes permet l'obtention d'une épaisseur de film de l'ordre de 400 nm. Les échantillons subissent ensuite un recuit *ex situ* à 750 ºC (T_{recuit}) sous flux d'oxygène pendant 2 heures. Cette dernière étape permet de relaxer les contraintes mécaniques dans les films ferroélectriques.

Les couches minces de KTN sont toutes de composition 50/50, c'est-à-dire $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$. Le matériau est ainsi supposé se trouver dans sa phase ferroélectrique à température ambiante. En effet, la température de Curie du composé massif (T_c) est proche de 370 K (valeur calculée à partir de l'**Equation III.1** [8]). Cette composition présente une forte permittivité relative mais aussi des pertes diélectriques conséquentes [9, 10]. Les films de KTN déposés sur saphir R cristallisent dans la structure perovskite suivant 2 orientations préférentielles : l'orientation majoritaire du KTN est de type (100) et la secondaire de type (110). Toutefois, nous pouvons noter que la proportion de l'orientation (110) augmente avec l'épaisseur du film déposé, comme le montrent les diagrammes de diffraction de rayons X (**Figure III.3**) (le principe de la technique de caractérisation par diffraction de rayons X est développé dans l'**Annexe 1**).

$$\mathrm{Tc[K]} = 676\,x + 32 \text{ (avec } x > 5\%) \qquad \text{(III.1)}$$

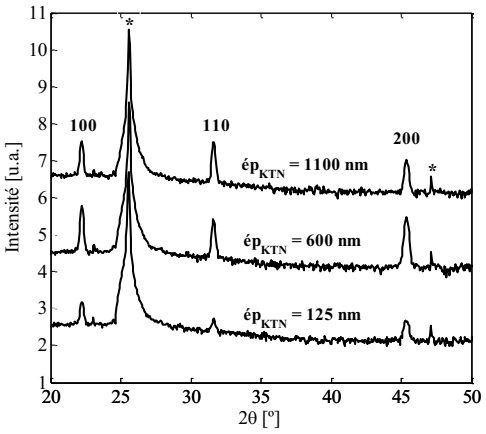


Figure III.3. Diagrammes de diffraction de RX en mode θ - 2θ de films de KTN de différentes épaisseurs déposés sur substrat de saphir R. Les pics marqués (*) correspondent à ceux du substrat

Les différents films de KTN utilisés pour cette étude sont répertoriés dans le **Tableau III.1**.

Tableau III.1

Epaisseurs et paramètres de dépôt des films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ utilisés lors de cette étude

Echantillon	Epaisseur de KTN (nm)	Substrat (mm)	$T_{dépôt}$ (ºC)	$P_{dépôt}$ (mbar)	T_{recuit} (ºC)
L695	125	Saphir R (0,5)	700	0,3 (sous O_2)	750 (2 heures)
L697	125				
L675	230				
L678	230				
L677	290				
L679	290				
L694	400				
L698	400				
L696	600				
L702	600				
L686	950				
L685	961				
L688	1100				
L687	1460				

En diffraction de rayons X, le mode de balayage en ω (appelé aussi *rocking-curve*) à 2θ fixé (choisi judicieusement) permet de caractériser la dispersion angulaire des cristallites autour de l'axe de croissance du film mince. La largeur à mi-hauteur du pic ($\Delta\omega$) fournit une valeur quantitative de cette mosaïcité (**Figure III.4a**). Plus faible sera la valeur de $\Delta\omega$ et meilleure sera la qualité cristalline du film déposé. Les échantillons de KTN d'épaisseur entre 125 nm et 600 nm présentent la mosaïcité la plus faible, la *rocking-curve* avoisinant une valeur de 1° à 2º (**Figure III.4b**). Au-delà de 600 nm, la désorientation autour de la raie (100) croît avec l'épaisseur déposée jusqu'à atteindre une valeur maximale ($\Delta\omega$ = 7º) à $ép_{KTN}$ = 1100 nm. Nous attribuons l'augmentation de la valeur de la *rocking-curve* au désordre structural provoqué par l'augmentation de l'épaisseur du film déposé [11] et aussi à une présence plus importante de l'orientation secondaire (110).

Les images obtenues par Microscope Electronique à Balayage (MEB, **Annexe 2**) fournissent une vue en coupe et la morphologie de surface des films de KTN (**Figure III.5**). Notons qu'à forte épaisseur de KTN, une croissance colonnaire est observée.

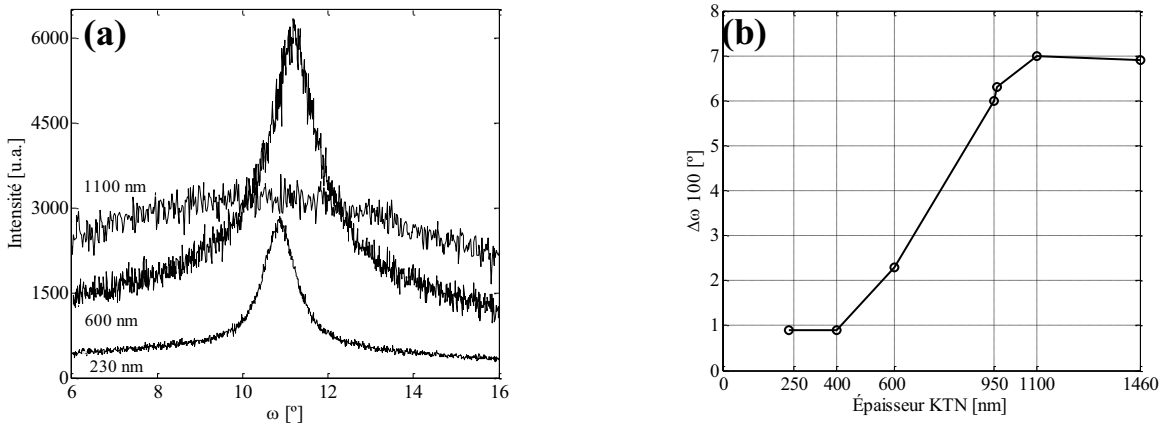
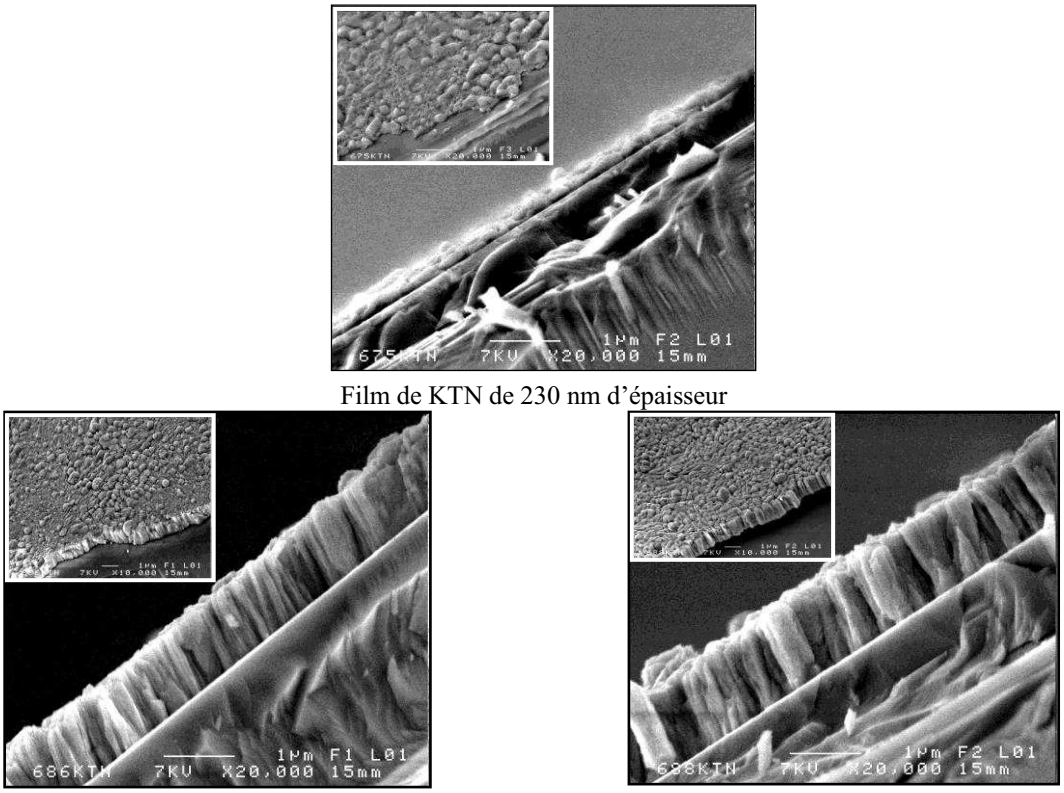


Figure III.4a. *Rocking-curve* autour de la raie (100) de KTN (a) pour différentes épaisseurs de film mince et (b) en fonction de l'épaisseur du film déposé



Film de KTN de 230 nm d'épaisseur

Film de KTN de 950 nm d'épaisseur

Film de KTN de 1100 nm d'épaisseur

Figure III.5. Vue en coupe et morphologie de surface de couches minces de KTN déposées sur saphir R (images *MEB*)

III.2.2 Métallisation des films de KTN par Pulvérisation Cathodique RF

La pulvérisation cathodique (ou *sputtering* en anglais) [12] est l'une des techniques de dépôt de couches minces par voie physique. Les matériaux métalliques à déposer (l'argent

Ag et le titane Ti dans cette étude) se présentent sous la forme de cibles cylindriques, fixées sur la tête de cathodes. Chaque cathode est alimentée par un générateur radiofréquence (13,56 MHz). Le gaz neutre (argon Ar) est introduit dans l'enceinte de dépôt via un débitmètre massique. Par application de la décharge radiofréquence entre le matériau cible et l'échantillon placé en regard, il y a ionisation du gaz argon. Les ions Ar^+ sont alors attirés par la cathode (polarisée négativement via la tension d'autopolarisation) et viennent bombarder la cible dont les espèces constitutives sont éjectées. Ces dernières viennent alors se déposer à la surface de l'échantillon placé en regard. Les principaux paramètres contrôlant la qualité du dépôt sont la pression totale du gaz, la puissance radiofréquence, la température du substrat et la distance cible-substrat. La **Figure III.6** présente un schéma de principe de la technique de pulvérisation cathodique RF pendant l'alternance négative.

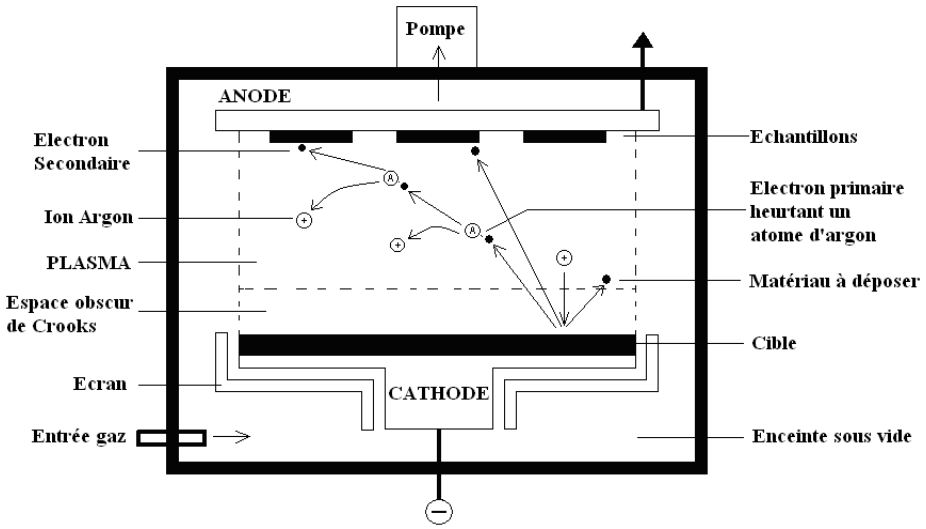


Figure III.6. Schéma de principe de la technique de pulvérisation cathodique RF

Chaque cathode est équipée d'un effet magnétron (**Figure III.7**) qui augmente la densité en ions Ar^+autour du matériau cible. Deux aimants permanents de polarité inverse sont positionnés sous la cible. Le champ magnétique créé est parallèle à la surface de la cible et orthogonal au champ électrique. La combinaison de ces deux champs donne naissance à des lignes de champ qui piègent les électrons. La force de Lorentz induite provoque un mouvement hélicoïdal des électrons augmentant ainsi leur trajectoire et, de ce fait, leur efficacité d'ionisation auprès de la cible. L'effet magnétron augmente significativement la vitesse de dépôt et permet aussi d'entretenir la décharge à de plus faibles pressions de travail [13]. Pour exemple, la vitesse de dépôt du titane est multipliée par un facteur 6 en présence de l'effet magnétron et dans les conditions standard de dépôt (**Tableau III.2**).

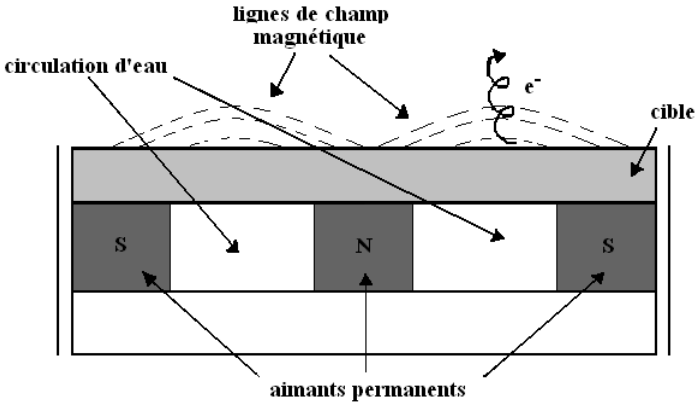


Figure III.7. Configuration d'une cathode à effet magnétron

La **Figure III.8** présente le bâti de dépôt *Plassys MP450S* utilisé pour la métallisation des échantillons. Il est situé dans le laboratoire de l'Equipe "Matériaux Fonctionnels" de l'IETR, localisée à l'IUT de St-Brieuc.

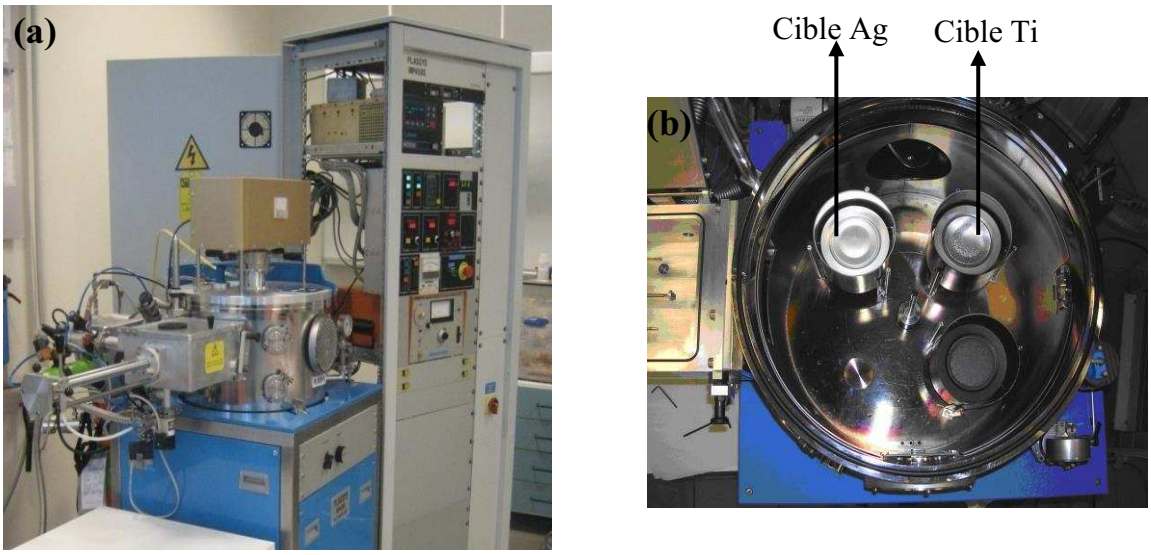


Figure III.8. (a) Bâti de dépôt par pulvérisation cathodique RF *Plassys MP450S* avec son rack de commande ; (b) cibles de titane et d'argent utilisées pour la métallisation

Le bâti de pulvérisation *MP450S* en acier inoxydable électropoli, est doté de trois cathodes permettant le dépôt *in situ* de multicouches sans remise à l'air. Nous n'utilisons que deux cibles pour ces travaux : une en argent (Ø 75 mm et pureté : 99,999%) et l'autre en titane (Ø 75 mm et pureté : 99,995%). Les échantillons sont fixés sur un cache-substrat en aluminium doté de neuf ouvertures (**Figure III.9**). Le tout est fixé sur un porte-substrat en cuivre OFHC (*Oxygen Free High Conductivity*) à fin de limiter leur échauffement pendant le dépôt. L'ensemble est introduit dans l'enceinte via un sas de transfert (protection des cibles de l'atmosphère extérieur) placé entre la chambre de dépôt et l'extérieur. Les échantillons sont

ensuite positionnés mécaniquement en vis-à-vis de la cible sélectionnée. Le procédé de dépôt est lancé après obtention d'un vide résiduel de 5×10^{-7} mbar (mesuré par une jauge à cathode froide) dans l'enceinte via une pompe turbomoléculaire (550 L/s) couplée à une pompe primaire (21 m^3/h). L'argon Ar (pureté 99,9999%) est alors introduit à l'aide d'un débitmètre massique (115 cm^3/min) et la pression de travail (0,010 mbar) est mesurée à l'aide d'une jauge baratron. Une prépulvérisation de la cible sélectionnée est tout d'abord engagée en utilisant les paramètres de dépôt (**Tableau III.2**), et cela afin d'enlever toute contamination et/ou oxydation de la surface. La prépulvérisation est réalisée pendant 2 min pour la cible de titane et 5 min pour la cible d'argent. Puis, la pulvérisation est réalisée à température ambiante afin de métalliser les échantillons. Les conditions de dépôt sont regroupées dans le **Tableau III.2**.

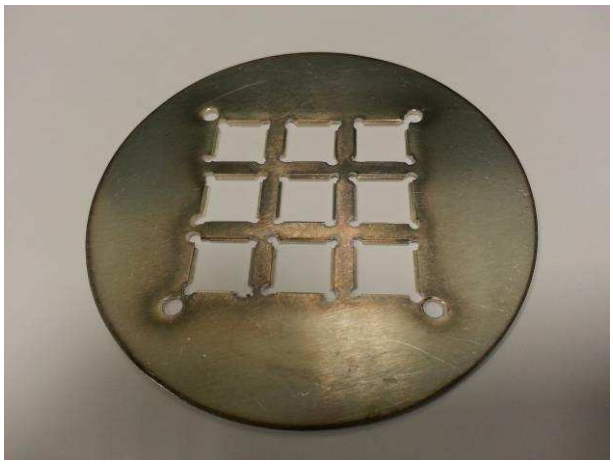


Figure III.9. Cache-substrat avec ses neuf ouvertures de dimensions 10 mm × 10 mm

Une bicouche métallique est déposée sur chacun des films de KTN : une première ultramince de titane (5 nm d'épaisseur) servant de couche d'accrochage à la deuxième couche métallique. Cette dernière est en argent (2 µm d'épaisseur). L'argent a été sélectionné en raison de sa très forte conductivité ($\sigma_{Ag} = 6{,}1\times10^7$ S/m à 25 ºC [14], conductivité la plus élevée du tableau périodique), afin de minimiser les pertes par effet Joule dans le futur dispositif. L'épaisseur de la couche d'argent a été fixée à trois fois supérieure la valeur de l'épaisseur de peau (δ) à 10 GHz. Cela permet d'éviter toutes pertes par effet de peau à la fréquence de travail (**Equation III.2**) [15].

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\sigma\mu_0\pi f}} \qquad \text{(III.2)}$$

avec, f : fréquence de travail, μ_0 : perméabilité du vide ($4\pi \cdot 10^{-7}$ H/m) et σ : conductivité électrique de la métallisation.

Tableau III.2

Paramètres de dépôt de la métallisation par pulvérisation cathodique RF

Cible d'argent	Ø 75 mm et pureté 99,999%
Cible de titane	Ø 75 mm et pureté 99,995%
Vide limite du bâti	$< 2.10^{-7}$ mbar
Débit d'argon (Ar)	115 cm^3/min
Pression de travail	0,010 mbar
Puissance RF	150 W
Distance cible - substrat	72 mm
Vitesse de dépôt Ag	146 nm/min
Vitesse de dépôt Ti	19 nm/min
Température de dépôt	20 ºC (température ambiante)

Après métallisation, les échantillons présentent un aspect brillant, signature d'une surface lisse (**Figure III.10**, observation par microscopie optique **(Annexe 2)**).

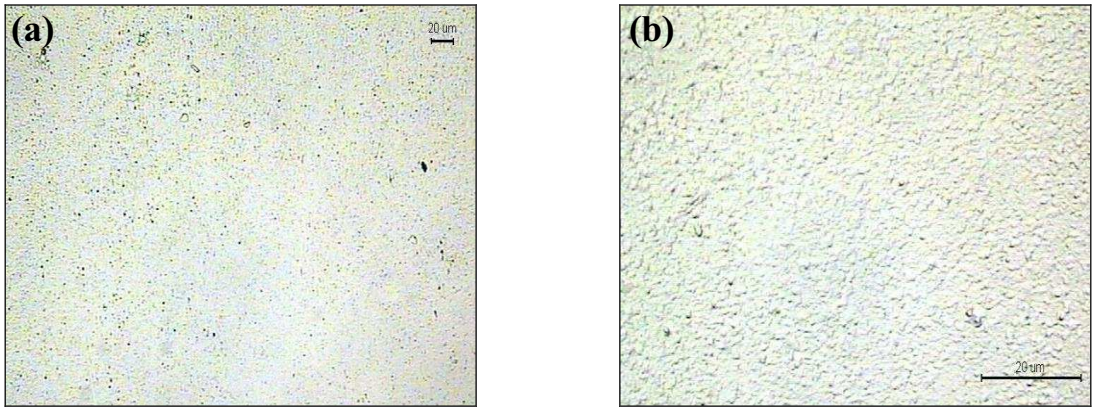


Figure III.10. Observation par microscopie optique de la surface d'un échantillon de KTN de 600 nm d'épaisseur, après métallisation par une bicouche Ag(2 µm)/Ti(5 nm) ; (a) grossissement ×20 ; (b) grossissement ×100

III.2.3 Photolithographie et gravure humide

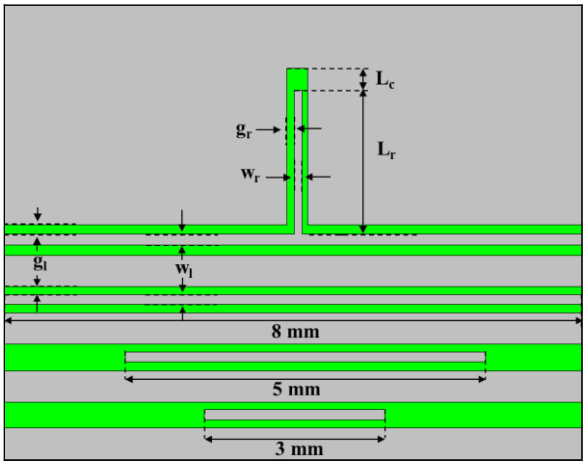
- *Photolithographie* : une fois la bicouche métallique déposée à la surface de l'échantillon, il est nécessaire de transférer la géométrie spécifique du dispositif à sa surface. En microélectronique, la méthode la plus simple et la plus employée est la méthode soustractive : une réserve de gravure est laissée sur les surfaces de la bicouche métallique que l'on souhaite conserver. Au contraire, les autres surfaces seront exposées à un agent de gravure

au travers des ouvertures volontairement crées dans la réserve [16]. Une fois la gravure terminée, la réserve est ôtée.

L'élément clé du procédé de photolithographie est la qualité de la couche de résine photosensible (terme générique *photoresist*) formant la réserve sur la couche à graver. Les *photoresists* disponibles sur le marché sont généralement constitués d'une résine de base et d'un sensibilisateur dissous dans un solvant organique. Cette résine est étalée uniformément sur l'échantillon par centrifugation à la tournette. La mise en œuvre se poursuit par une cuisson, afin d'éliminer la plus grande partie du solvant, puis par une insolation : exposition aux rayons Ultra-Violets au travers d'un masque. Il existe deux types de résines photosensibles dont le comportement diffère lors de l'exposition aux UV :

- les laques positives : les parties exposées deviennent solubles dans le développeur ; elles permettent des résolutions submicroniques et sont devenues le standard en microélectronique.
- les laques négatives : les parties exposées deviennent insolubles dans le développeur.

Le procédé consiste donc à transférer la géométrie des dispositifs (lignes de transmission et résonateur à stub) imprimés sur un masque souple sur une couche de résine photosensible (dans notre cas positive : *S1828 Shipley*). Les masques souples que nous avons utilisés sont des masques en Mylar, fournis par la société *A&P - LITHOS de Chateaubourg* (35, France) et générés via des fichiers au format Gerber. La géométrie et les dimensions des masques souples utilisés pour les échantillons sont précisées **Figure III.11**.



Cotes	Saphir nu	Couches de KTN
g_l	24 µm	45 µm
w_l	72 µm	40 µm
g_r	10 µm	10 µm
w_r	20 µm	20 µm
L_r	3210 µm	1520 µm
L_c	100 µm	100 µm

Figure III.11. Géométrie et dimensions des masques souples utilisés pour la réalisation des dispositifs imprimés sur substrat de saphir R

Les différentes étapes du procédé de photolithographie sont reportées sur la **Figure III.12**. Toutes ces étapes sont réalisées en salle jaune sous une hotte à flux laminaire de classe 100.

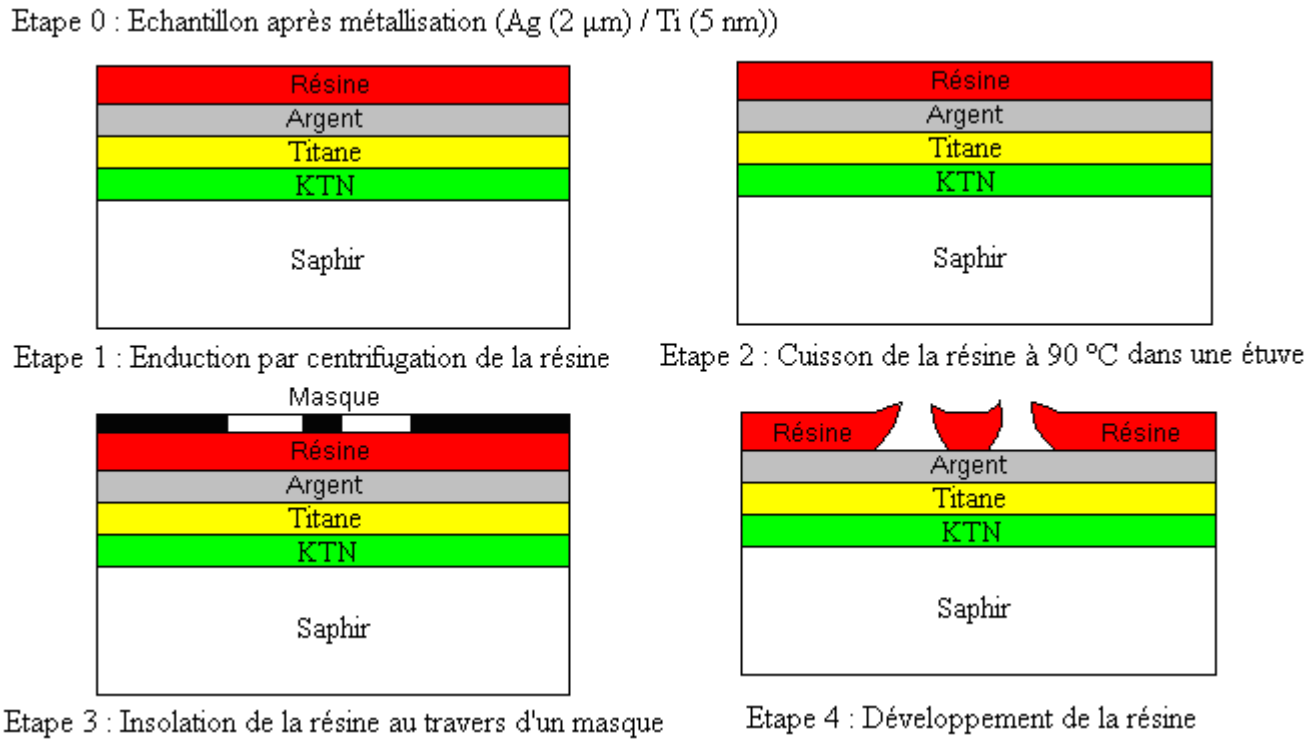


Figure III.12. Représentation des différentes étapes du procédé de photolithographie

- Etape 1 : enduction de résine par centrifugation à la tournette (réglage : 8 secondes à 550 tours/min + 22 secondes à 5500 tours/min).
- Etape 2 : cuisson de la résine à 90 ºC pendant 10 minutes dans une étuve. La majorité des solvants organiques est alors évaporée. Une épaisseur uniforme de 2,5 µm de résine est obtenue.
- Etape 3 : insolation de la résine au travers du masque pendant 15 secondes (machine d'insolation et d'alignement de masque Karl Süss MJB3 – **Figure III.13**). Le rayonnement UV ($\lambda = 365$ nm) casse les liaisons diazoïques du composé photosensible et forme des groupements carboxyliques.
- Etape 4 : développement de la résine pendant 1 minute dans la solution MF319 (Shipley) maintenue à la température de 16 ºC. Ce développeur, à pH basique, dissout les groupements carboxyliques. Ainsi, la résine exposée au rayonnement UV est solubilisée.
- Etape 5 : rinçage de l'échantillon pendant 3 min dans de l'eau dé-ionisée et séchage sous flux d'azote sec (2 bar).

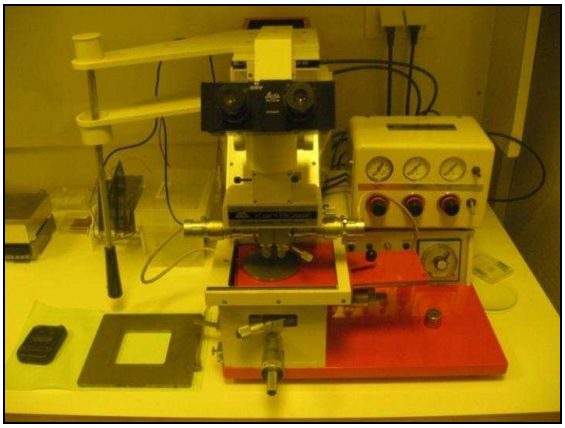
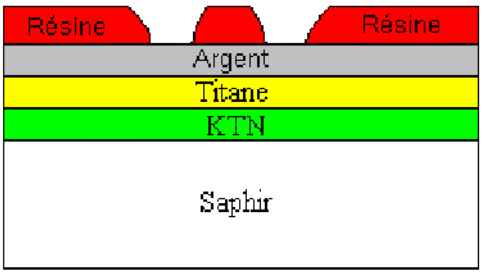


Figure III.13. Machine d'insolation Karl-Süss MJB3

- Etape 6 : recuit de la résine (ou *post-bake*) à 120 ºC pendant 10 min dans une étuve. Cette étape permet d'améliorer l'adhérence de la résine à la surface de l'argent (**Figure III.14**).

Le procédé de photolithographie se conclut par un examen au microscope optique de la réserve obtenue. La vérification des cotes, de la qualité des bords et de défauts ponctuels (poussières, résidus,…) permet de valider ou invalider ce procédé avant la gravure chimique de l'argent et du titane. Un détail du résonateur à stub à la fin du procédé de photolithographie est présenté **Figure III .15**.



Etape 6 : Recuit de la résine (ou *post-bake*) à 120 °C dans une étuve

Figure III.14. Echantillon de KTN après recuit de la résine à 120 °C pendant 10 min.

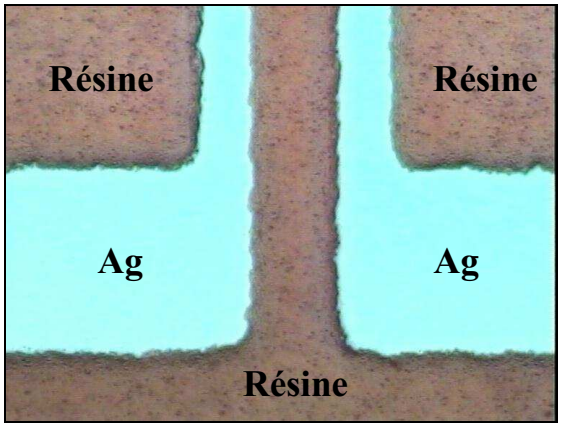


Figure III.15. Détail de la base d'un stub imprimé sur Ag/Ti/KTN/Saphir R, après le procédé de photolithographie

- <u>*Gravure humide*</u> : la gravure des couches d'argent et de titane est réalisée par immersion dans une solution d'attaque spécifique (gravure humide) [16]. La gravure humide reste avantageuse car elle ne nécessite pas d'appareillage coûteux. Lorsque les agents de gravure sont correctement choisis, la gravure par voie humide est à totalement sélective, tant

par rapport au substrat que par rapport à la réserve. Cependant, ce type de gravure est isotrope et un affouillement (ou surgravure) apparaît toujours sous la réserve (**Figure III.16**).

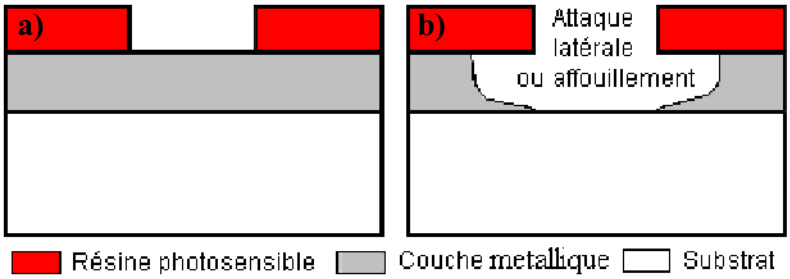


Figure III.16. (a) Avant gravure ; (b) après gravure par voie humide

De plus, il est difficile d'anticiper la vitesse à laquelle se fera la gravure, c'est le domaine de la cinétique qui dépend de nombreux mécanismes réactionnels. D'une manière générale, des facteurs tels que : un grand écart de potentiels redox, l'agitation, la température ou la concentration du bain augmentent la vitesse d'attaque. Une gravure rapide n'est cependant pas souhaitable car il est nécessaire de contrôler parfaitement la gravure et la stopper à temps (afin de limiter l'affouillement latéral sous la réserve) [17,18].

Le titane est gravé dans un bain d'acide fluorhydrique (HF à 3% en volume). La solution de gravure de l'argent est, quant à elle, constituée d'un volume d'acide nitrique (HNO_3 à 60%) + quatre volumes d'acide phosphorique (H_3PO_4 à 85%) + quatre volumes d'acide acétique (CH_3COOH glacial) + un volume d'eau dé-ionisée. Ces solutions sont sélectives. Nous nous sommes assurés qu'il n'y avait pas de réactivité entre le matériau KTN et ces agents de gravure. En effet, une couche mince de KTN déposée sur saphir orienté R, n'a pas présenté de modification de morphologie de surface après une immersion de 20 min à température ambiante dans ces deux solutions de gravure (observation par microscopie optique).

Les différentes étapes de la gravure chimique sont reportées **Figure III.17**.

- Etape 7 : l'échantillon est plongé pendant 50 secondes dans la solution de gravure d'argent. L'argent est gravé localement, là où la résine a été développée. S'il reste des traces d'argent après observation par microscopie optique, l'étape 7 est réalisée une nouvelle fois.

- Etape 8 : l'échantillon est plongé pendant 5 secondes dans la solution de gravure de titane. Le titane est gravé localement, là où la résine a été développée et la couche d'argent gravée.
- Etape 9 : la résine est enfin dissoute à l'acétone. L'échantillon est ensuite rincé à l'alcool isopropylique, puis à l'eau dé-ionisée et enfin séché sous flux d'azote sec (2 bar).

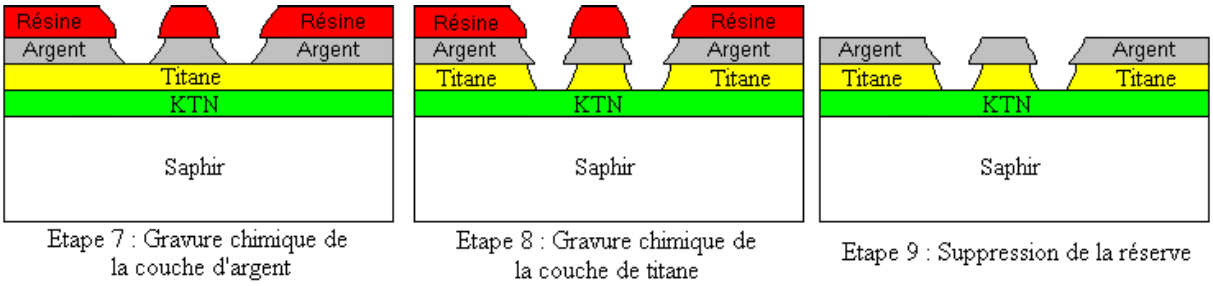


Figure III.17. Gravure chimique d'une bicouche métallique Ag / Ti

A terme, la géométrie du dispositif est reportée à la surface de l'échantillon. Cependant, une surgravure élargit toujours la structure reportée d'une valeur au moins égale à deux fois l'épaisseur de métallisation. Ainsi, pour une largeur visée du gap du stub de 14 µm, la largeur du gap sur les masques a été réduite à 10 µm (14 µm – 2 µm – 2 µm) et une largeur allant de 13 µm à 17 µm a été mesurée selon les échantillons. Le **Tableau III.3** présente les dimensions mesurées des dispositifs expérimentaux (lignes de transmission et résonateur à stub) imprimés sur les différents échantillons.

Tableau III.3

Dimensions mesurées des différents dispositifs. Les paramètres g_l, w_l, g_r, w_r et L_r se rapportent à ceux de la Figure III.11

Echantillon	Epaisseur (nm)	g_l, w_l, g_r, w_r, L_r (µm)	$E_{bias\ max}$ sur lignes (kV/cm)	$E_{bias\ max}$ sur stub (kV/cm)
L695	125	45, 40, 16, 17, 1520	26	75
L697	125	44, 45, 13, 20, 1520	27	92
L675	230	45, 45, 13, 22, 1520	26	92
L678	230	45, 42, 15, 16, 1520	26	80
L677	290	45, 40, 15, 16, 1520	26	80
L679	290	45, 41, 15, 18, 1520	26	80
L694	400	45, 40, 17, 16, 1520	26	70
L698	400	45, 40, 15, 17, 1520	26	80
L696	600	40, 45, 16, 16, 1520	30	75
L702	600	45, 41, 17, 15, 1520	26	70
L686	950	44, 41, 14, 18, 1520	27	85
L685	960	46, 42, 15, 18, 1520	26	80
L688	1100	45, 41, 15, 18, 1520	26	80
L687	1460	45, 40, 16, 17, 1520	26	75
Saphir nu	-	24, 75, 16, 17, 3215	50	75

Les résonateurs à stub de tous les échantillons réalisés ont été imprimés suivant la direction spécifique de l'axe $\vec{a}$ du substrat de saphir R (**Figure III.18**). Des études précédentes [4] avaient montré une meilleure agilité du résonateur lorsque le champ bias appliqué est perpendiculaire à cet axe du saphir R. De plus, des ponts à air (fils d'or de 15 µm de diamètre déposés par thermocompression) ont été placés sur tous les échantillons (**Figure III.18**). Ils sont indispensables à l'élimination des modes supérieurs qui se superposent au mode quasi-TEM dans les dispositifs à technologie coplanaire [19].

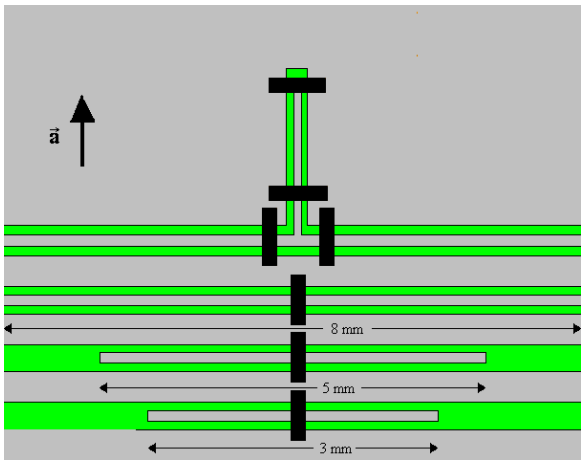


Figure III.18. Axe $\vec{a}$ du saphir R et localisation des ponts à air sur le résonateur à stub et sur les lignes de transmission

Nous observons sur la **Figure III.19a** un résonateur à stub, une ligne de transmission de 8 mm de long et une ligne de transmission de 5 mm de long imprimés sur un film de KTN de 600 nm d'épaisseur déposé sur saphir orienté R ; la **Figure III.19b** présente le détail de la base du résonateur à stub.

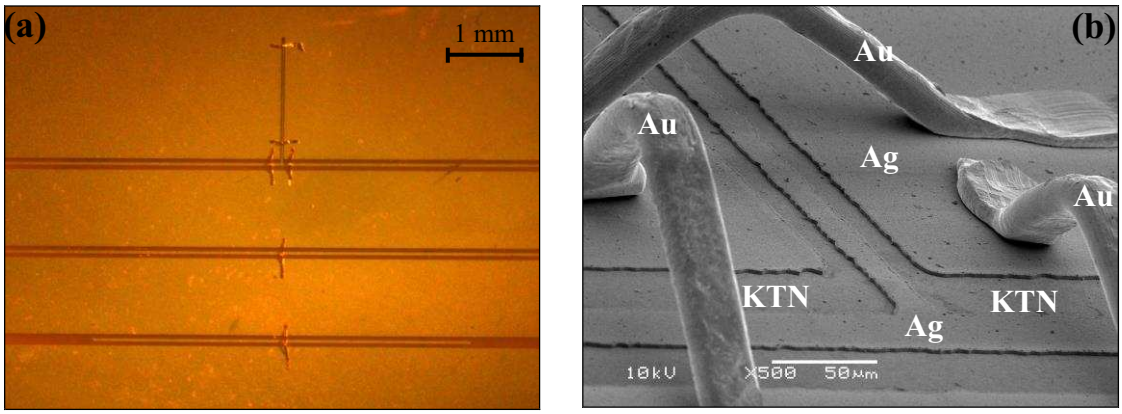


Figure III.19. Echantillon KTN L702 de 600 nm d'épaisseur après métallisation et photolithogravure ; (a) vue globale par microscopie optique et (b) observation de la base du résonateur par microscopie électronique à balayage

III.2.4 Mesures hyperfréquences

En technologie coplanaire, les mesures hyperfréquences en réflexion / transmission sont réalisées à l'aide d'une station de mesures sous pointes couplée à un analyseur de réseaux vectoriel. Une paire de pointes (**Figure III.20**) constituée chacune de 3 doigts M-S-M (masse – signal – masse) est placée à chaque extrémité du dispositif coplanaire. Un signal hyperfréquence de puissance et de fréquence contrôlées est généré par l'analyseur de réseaux et est envoyé dans le dispositif au travers des pointes. Les paramètres de répartition S_{ij} sont alors mesurés. Les mesures sous pointes présentent l'avantage de pouvoir imposer une tension continue externe (notée V_{bias}) entre le signal et la masse. Cette tension externe permet la polarisation du matériau ferroélectrique sous la métallisation. Des tés de polarisation sont montés à l'avant de l'analyseur de réseaux afin d'assurer la protection de ce dernier.

Figure III.20. Exemple de pointes couramment utilisées pour les mesures en technologie coplanaire

Les mesures hyperfréquences ont tout d'abord été réalisées à l'IETR, sur le site de St-Brieuc avec le banc de mesures sous pointes *Signatone*, couplé à un analyseur de réseaux *Agilent Technologies 8510C* (0,5 GHz – 26,5 GHz avec 801 points de mesure par bande) (**Figure III.21**). Des tés de polarisation 2 MHz – 45 GHz, 200V/0,4 A fournis par *SHF Communication Technologies AG* ont été utilisées. La paire de pointes utilisée est de marque *Picoprobe*. Elles sont dotées d'un espacement de 200 µm et peuvent supporter une tension bias maximale égale à 150 V. Des mesures hyperfréquences plus précises ont été réalisées conjointement avec l'équipe du Pr. G. Tanné du Laboratoire en Sciences et Technologie de l'Information de la Communication et de la Connaissance (Lab–STICC, UMR – CNRS 6285) / Université de Bretagne Occidentale. Dans ce cas, les mesures ont été réalisées avec un banc de mesures sous pointes *Karl Süss* couplé à l'analyseur de réseaux *Wiltron 37369A* (0,5 GHz –

40 GHz et 3200 points par bande) (**Figure III.22**) et en utilisant les mêmes pointes et tés de polarisation.

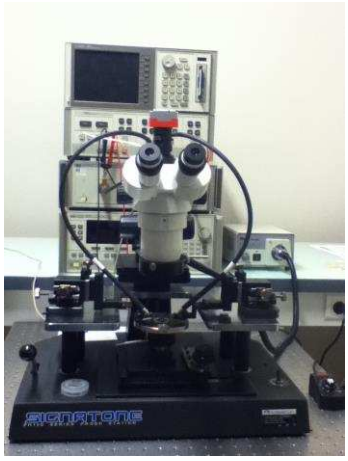


Figure III.21. Station de mesures sous pointes localisée à l'IETR, site de St-Brieuc

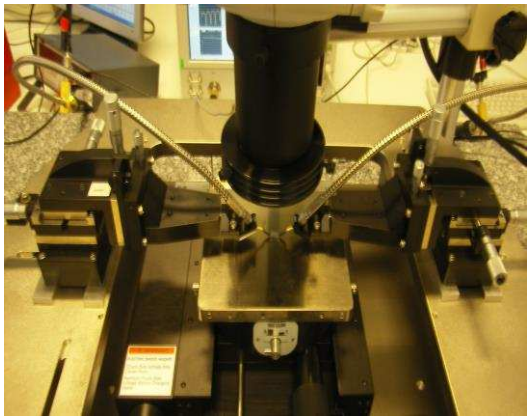


Figure III.22. Station de mesures sous pointes localisée au Lab-STICC de Brest

Dans les deux cas, la tension continue externe est délivrée par une alimentation stabilisée *2400 Keithley Instruments* et cinq valeurs de tension de polarisation ont été sélectionnées : 0 V, 30 V, 60 V, 90 V et 120 V. Le champ électrique maximal imposé au travers du gap dans les résonateurs à stub est égal à 92 kV/cm (pour un gap de largeur minimale égale à 13 µm) et 30 kV/cm dans les lignes de transmission (pour un gap de largeur minimale égale à 40 µm).

Un calibrage de type LRRM [20] est réalisé à l'aide du kit *Picoprobe* (*GGB Industries Inc.*). Le kit de calibrage est imprimé sur alumine, et les éléments de calibrage sont : une ligne de longueur 0,34 mm (L), un circuit-ouvert (R), un court-circuit (R), une charge de 50 Ω (M) (**Figure III.23**). Pour ce calibrage, nous avons mesuré les paramètres de répartition (S_{ij}) du circuit ouvert, puis du court-circuit, de la charge adaptée et finalement de la ligne de transmission. Les paramètres mesurés sont comparés aux valeurs de référence. Par exemple, pour le court-circuit, le coefficient de réflexion S_{11} doit être égal à -1 (0 dB) et dans le cas du circuit ouvert, le coefficient de réflexion S_{11} doit être 1 (0 dB). Toute différence entre les valeurs de paramètres de répartition mesurées et de référence sera prise en compte et corrigée lors des futures mesures.

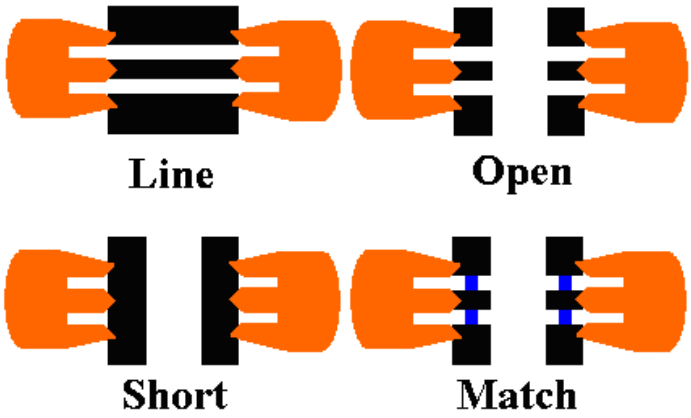


Figure III.23. Schéma des circuits de calibration utilisés

III.3 Caractérisation hyperfréquence des lignes de transmission

Trois lignes de transmission de différentes longueurs (3 mm, 5 mm, 8 mm) ont été imprimées sur les couches minces de KTN de différentes épaisseurs. Le même masque ayant été utilisé pour fabriquer ces dispositifs, leur impédance caractéristique varie en fonction de l'épaisseur du film de KTN. Sans champ E_{bias} appliqué et à 10 GHz, une impédance maximale ($Z_c = 56\ \Omega$) pour une épaisseur de KTN de 125 nm et une impédance minimale ($Z_c = 30\ \Omega$) pour une épaisseur de KTN de 1460 nm sont observées. Une adaptation à 50 Ω est obtenue avec le film de 400 nm d'épaisseur (avec $E_{bias} = 0$ kV/cm et à 10 GHz) (**Figure III.24**). Pour comparaison, des lignes de transmission adaptées à 50 Ω ont été imprimées sur substrat de saphir R nu. Elles serviront de référence. Pour rappel, les dimensions des lignes de chacun des échantillons de KTN et de celles imprimées sur saphir R nu sont précisées **Tableau III.3**. Les dimensions expérimentales diffèrent légèrement (de quelques micromètres) de celles visées en raison de la surgravure inhérente au procédé utilisé pour la fabrication.

Les valeurs d'impédance caractéristique (Z_c) ont été obtenues à l'aide des paramètres de répartition S_{ij} à partir de l'**Equation III.3** [21].

$$Z_c = 50\left(\sqrt{\frac{(1+S_{11})^2 - S_{21}^{\ 2}}{(1-S_{11})^2 - S_{21}^{\ 2}}}\right) \qquad \text{(III.3)}$$

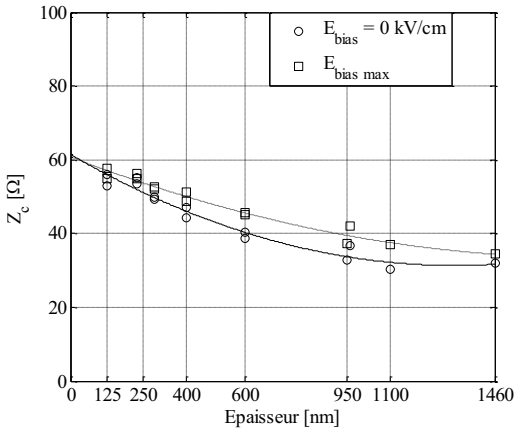


Figure III.24. Evolution de l'impédance caractéristique à 10 GHz des lignes de transmission imprimées sur les films de KTN en fonction de leur épaisseur, avec et sans champ E_{bias}

III.3.1 Résultats des mesures

L'utilisation du matériau ferroélectrique KTN augmente considérablement la permittivité effective des lignes de transmission, mais aussi ses pertes. Ces résultats sont mis en évidence **Figure III.25**. Elle présente l'évolution des paramètres S_{ij} d'une ligne de transmission de longueur 8 mm imprimée directement sur un substrat de saphir R nu et d'une ligne de même longueur imprimée sur une couche mince de KTN de 600 nm d'épaisseur déposée sur saphir R. L'augmentation de la permittivité effective provoque l'augmentation du nombre de pics de résonance au niveau du paramètre S_{11} et la présence des pertes diélectriques provoque une diminution conséquente de la valeur de S_{21} (l'onde électromagnétique est dissipée par le film de KTN). Comme attendu, une variation des paramètres S_{ij} suite à la polarisation de la couche ferroélectrique est observée (décalage en fréquence des pics de résonance du paramètre S_{11} et réduction des pertes au niveau du paramètre S_{21} par la diminution de la valeur de $tan\delta_r$ du KTN). Bien sûr, les paramètres S_{ij} de la ligne de transmission imprimée sur saphir R ne présentent aucune évolution après l'application du champ de commande externe.

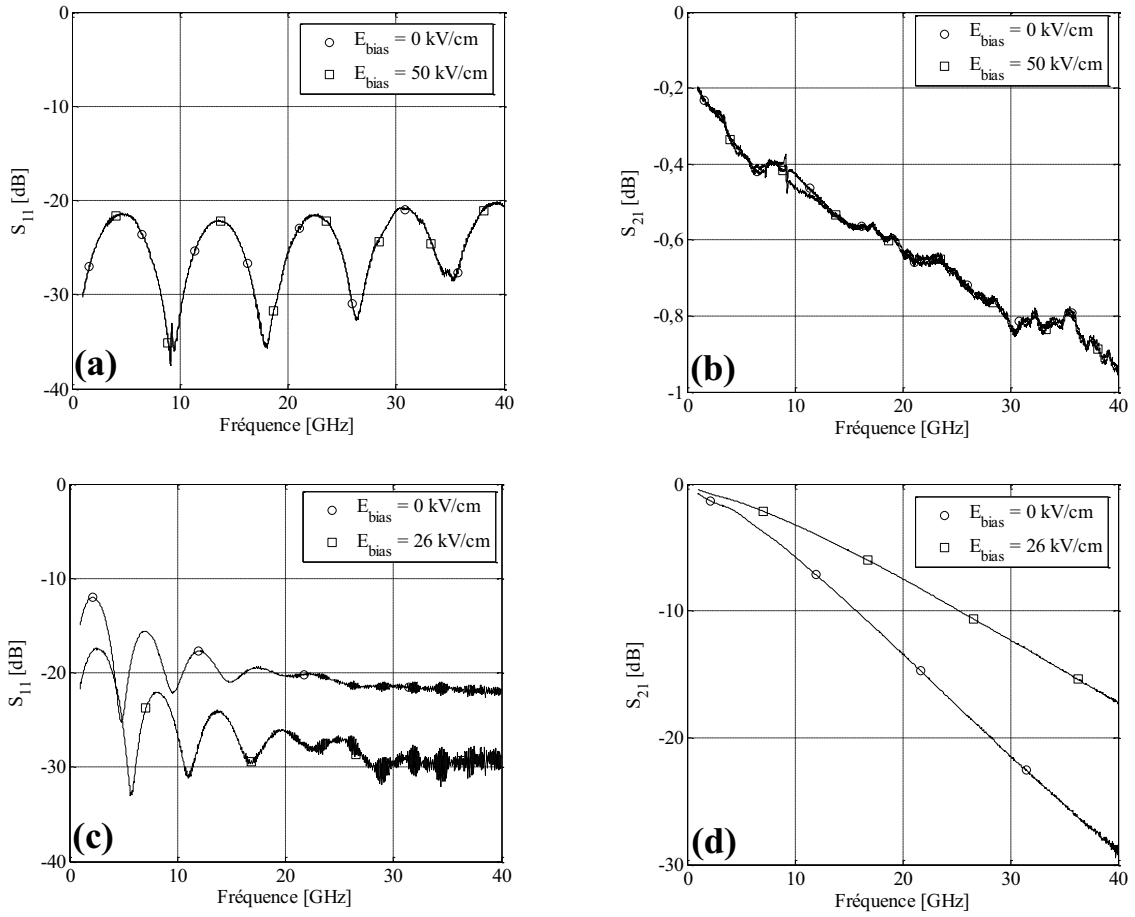


Figure III.25. Paramètres S_{11} (a,c) et S_{21} (b,d) d'une ligne de transmission de longueur 8 mm imprimée sur (a,b) un substrat de saphir R nu et (c,d) une couche de KTN(600 nm)/Saphir R

A partir des paramètres S_{ij}, différents facteurs peuvent être calculés et utilisés afin de comparer les performances en hyperfréquences des lignes de transmission fabriquées. En premier lieu, un bilan de puissance a été réalisé. Il permet de quantifier l'ensemble des pertes présentes dans les dispositifs testés. Ce bilan, nommé pertes globales (PG_L), a été défini comme suit :

$$PG_L = 1 - |S_{11}|^2 - |S_{21}|^2 \qquad \text{(III.4)}$$

Comme le montre la **Figure III.26**, les pertes globales d'une ligne de transmission de 8 mm imprimée sur le substrat de saphir R nu sont faibles ($PG_L \sim 0{,}10$ à 10 GHz), comparativement aux pertes globales d'une ligne de transmission imprimée sur une couche mince de KTN de 600 nm d'épaisseur, ($PG_L \sim 0{,}73$ sans E_{bias} et $PG_L \sim 0{,}52$ avec E_{bias} = 26 kV/cm à 10 GHz). Nous pouvons observer que les pertes de la ligne imprimée sur KTN augmentent très vite de 1 GHz à 20 GHz ; l'évolution des pertes intrinsèques du matériau

KTN ($tan\delta_r$) est à l'origine de cette différence. Au-delà de 20 GHz, une saturation de PG_L est atteinte en raison de la dissipation de l'énergie de l'onde électromagnétique par le film de KTN.

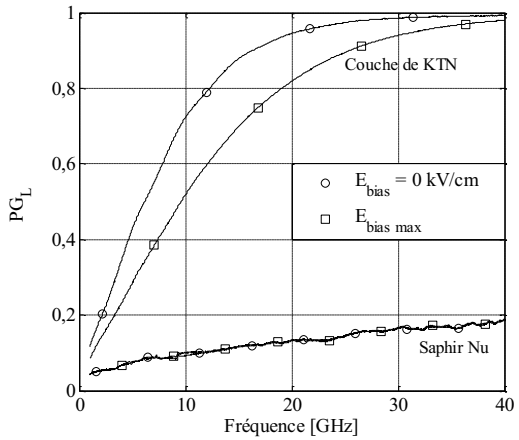


Figure III.26. Evolution des pertes globales (PG_L) de lignes de transmission de longueur 8 mm imprimées sur saphir R nu et sur une couche de KTN de 600 nm d'épaisseur, (avec et sans champ E_{bias}) en fonction de la fréquence

L'évolution des PG_L en fonction de l'épaisseur de KTN est présentée **Figure III.27**. Même à faible épaisseur de KTN, les PG_L restent très supérieures à celles mesurées sur saphir R nu ($PG_L \sim 0{,}23$ à 10 GHz pour une couche de KTN de 125 nm d'épaisseur) et elles augmentent considérablement en fonction de l'épaisseur (**Tableau III.4**). En effet, en structure coplanaire, l'onde électromagnétique se couple principalement avec la surface du matériau sur lequel est imprimée la ligne, c'est-à-dire avec le film de KTN. En outre, plus l'épaisseur de ce film croît et plus la proportion de matériau ferroélectrique couplée avec l'onde sera donc importante.

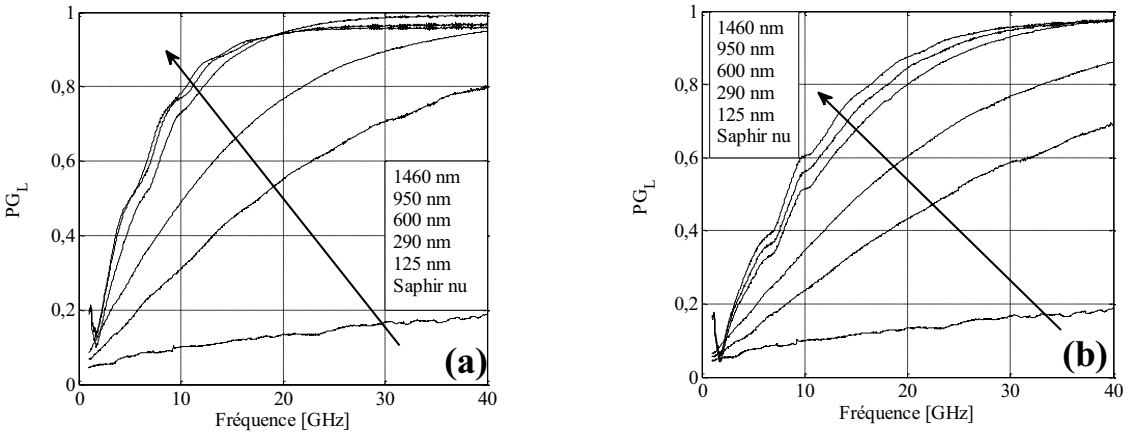


Figure III.27. Evolution des pertes globales (PG_L) de lignes de transmission de longueur 8 mm imprimées sur des films de KTN/Saphir R de différentes épaisseurs, en fonction de la fréquence : (a) avec E_{bias} = 0 kV/cm et (b) sous champ $E_{bias\ max}$

Tableau III.4

Pertes globales des lignes de transmission imprimées sur des films de KTN/Saphir R de différentes épaisseurs à 10 GHz

Echantillon	Epaisseur KTN (nm)	$E_{bias\ max}$ sur lignes (kV/cm)	PG_L sans E_{bias}	PG_L sous $E_{bias\ max}$
Saphir nu	-	50	0,10	0,10
L695	125	26	0,31	0,23
L679	290	26	0,50	0,35
L702	600	26	0,73	0,52
L686	950	27	0,77	0,56
L687	1460	26	0,78	0,60

Un deuxième paramètre quantifiant les performances des dispositifs réalisés sont les pertes d'insertion par unité de longueur (IL_L). Elles sont définies par l'**Equation III.5** :

$$IL_L\,(dB/cm) = -10 \times \left(\frac{10}{l_{ligne}(mm)} \right) \times \log_{10} \left| \frac{|S_{21}|^2}{1-|S_{11}|^2} \right| \qquad \text{(III.5)}$$

Les valeurs numériques données dans le manuscrit sont les valeurs moyennes des pertes d'insertion mesurées sur les trois lignes de longueurs différentes (3 mm, 5 mm et 8 mm).

De la même manière qu'avec les pertes globales, les pertes d'insertion augmentent considérablement avec la présence du film de KTN. Elles passent de 0,52 dB/cm à 10 GHz pour les lignes imprimées sur saphir R nu, à 7,1 dB/cm sans E_{bias} et 4,0 dB/cm sous $E_{bias\ max}$ pour les lignes de transmission imprimées sur le film de KTN de 600 nm d'épaisseur (**Figure III.28**). Les pertes d'insertion des lignes imprimées sur saphir R nu augmentent faiblement avec la fréquence de travail (de 0,25 dB/cm à 1 GHz à 1,1 dB/cm à 40 GHz). Par contre, IL_L des lignes imprimées sur les couches de KTN augmentent très rapidement en fonction de la fréquence (**Figure III.29** et **Tableau III.5**). Cette augmentation est d'autant plus importante que l'épaisseur de KTN croît. Cette évolution est à imputer à l'augmentation des pertes intrinsèques du matériau KTN avec la fréquence (comme nous le montrerons au paragraphe **III.3.2.2**).

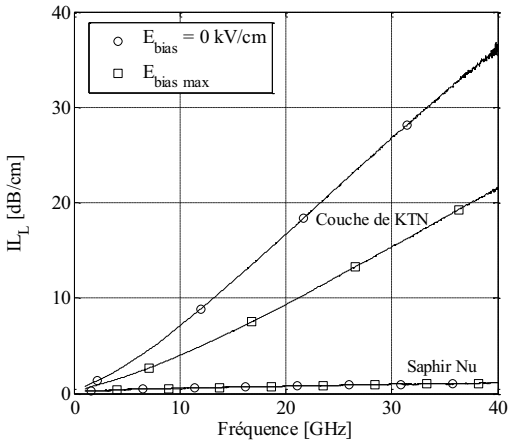


Figure III.28. Evolution des pertes d'insertion (IL_L) de lignes imprimées sur saphir R nu et sur une couche de KTN de 600 nm d'épaisseur, en fonction de la fréquence, avec et sans champ E_{bias}

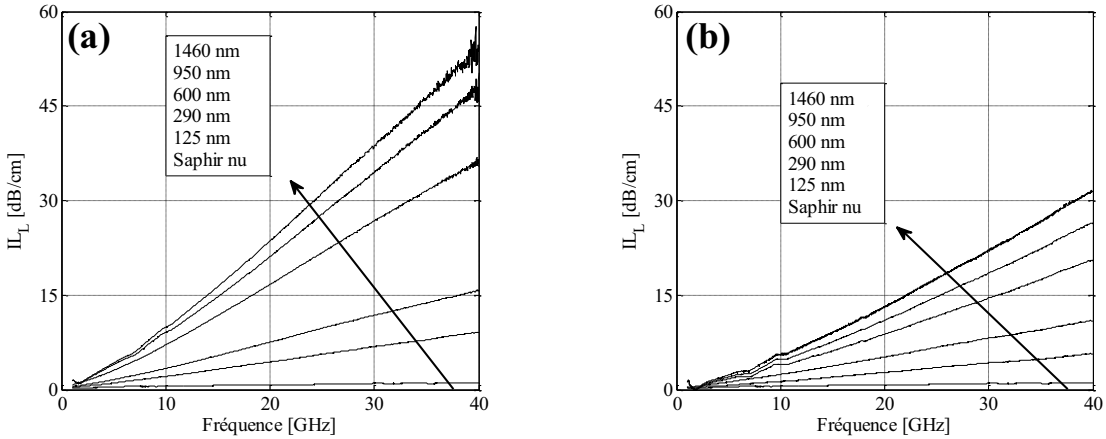


Figure III.29. Evolution des pertes d'insertion (IL_L) des lignes imprimées sur des films de KTN/Saphir R de différentes épaisseurs en fonction de la fréquence, (a) sans E_{bias} ; (b) sous champ $E_{bias\ max}$

Tableau III.5

Pertes d'insertion de lignes de transmission imprimées sur des films de KTN/Saphir R de différentes épaisseurs à 10 GHz

Echantillon	Epaisseur (nm)	$E_{bias\ max}$ sur lignes (kV/cm)	IL_L sans E_{bias} (dB/cm)	IL_L sous $E_{bias\ max}$ (dB/cm)
Saphir nu	-	50	0,5	0,5
L695	125	26	2,1	1,3
L679	290	26	3,4	2,3
L702	600	26	7,1	4,0
L686	950	27	9,0	4,8
L687	1460	26	9,9	5,5

A fréquence constante, les pertes d'insertion augmentent avec l'augmentation de l'épaisseur du film de KTN (**Figures III.30**). Cette augmentation est liée au plus fort couplage de l'onde électromagnétique avec le matériau ferroélectrique. Notons qu'une croissance linéaire des pertes d'insertion est observée jusqu'à une épaisseur de 950 nm. Au-delà, les

pertes IL_L saturent. Notons que la même évolution est observée à 10 GHz et à 20 GHz (**Figures III.30**).

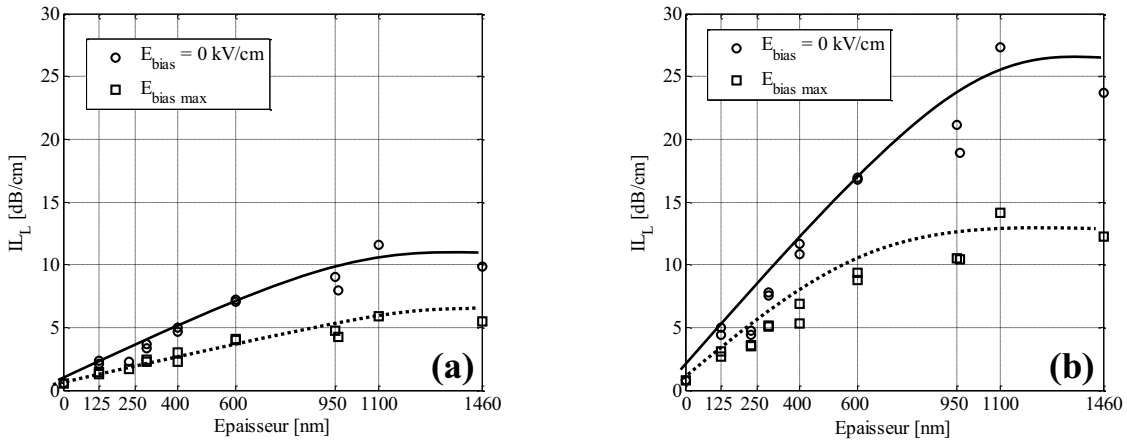


Figure III.30. Evolution des pertes d'insertion (IL_L) de lignes imprimées sur des films de KTN/Saphir R de différentes épaisseurs à (a) 10 GHz et (b) 20 GHz ; sans E_{bias} et sous champ $E_{bias\ max}$

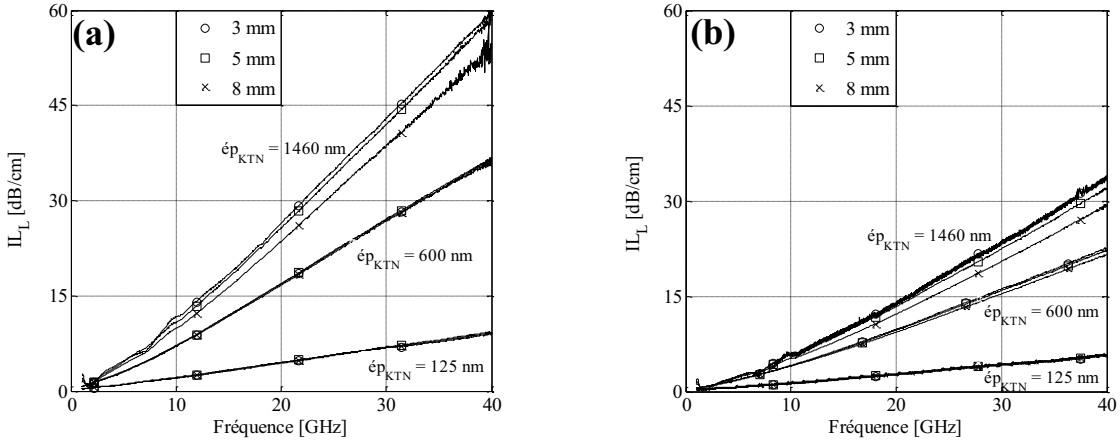


Figure III.31. Evolution des pertes d'insertion (IL_L) de lignes de différentes longueurs (3 mm, 5 mm et 8 mm) imprimées respectivement sur des films de KTN de 125 nm, 600 nm et 1460 nm d'épaisseur en fonction de la fréquence, (a) sans champ E_{bias} ; (b) sous champ $E_{bias\ max}$

Les pertes d'insertion étant normalisées par unité de longueur, nous avons pu comparer les résultats déduits des mesures réalisées sur les trois lignes de transmission d'un même échantillon (**Figure III.11**). La **Figure III.31** présente les pertes d'insertion mesurées sur les lignes de 3 mm, 5 mm et 8 mm imprimées sur des films de KTN de 125 nm, 600 nm et 1460 nm d'épaisseur. Nous pouvons en conclure que les couches de faible et moyenne épaisseurs de KTN (125 nm et 600 nm, respectivement) sont très homogènes en épaisseur et en composition car les 3 lignes de transmission présentent des valeurs de IL_L identiques dans toute la gamme de fréquence étudiée. Pour l'échantillon de forte épaisseur en KTN, la dispersion reste faible et les valeurs de IL_L des 3 lignes sont similaires. Cette faible dispersion de IL_L peut

avoir pour origine une dispersion en épaisseur de la couche mince, inhérente à la technique de dépôt utilisée [22]. La dispersion en composition de la couche semble peu probable en raison du transfert contrôlé de la composition de la cible vers la couche mince.

III.3.2 Post-traitement des résultats

Les paramètres S_{ij} mesurés ont été utilisés afin d'extraire les caractéristiques diélectriques de l'hétérostructure et des films de KTN en utilisant les méthodes analytiques présentées dans le paragraphe **II.3** du **Chapitre II**. De par les résultats homogènes obtenus sur les lignes de transmission de différentes longueurs, les calculs présentés ci-après ont été réalisés avec la ligne de 8 mm de longueur.

III.3.2.1 Permittivité effective et tangente de pertes effectives des hétérostructures KTN/Saphir R

Dans un premier temps, les permittivités effectives (ε_{eff}) des lignes de transmission des différents échantillons sont extraites. La permittivité effective de la ligne de transmission imprimée sur saphir R nu reste faible ($\varepsilon_{eff} \sim 5{,}2$) et ne varie pas sur toute la gamme de fréquence (**Figure III.32**). Comme attendu, les lignes de transmission imprimées sur les couches de KTN présentent des permittivités effectives nettement plus élevées (**Figures III.32**) ($\varepsilon_{eff} \sim 14{,}8$ et 11,8 sans et sous champ E_{bias} à 10 GHz respectivement, sur l'échantillon de KTN de 600 nm d'épaisseur) par rapport aux dispositifs standard [23]. Cela explique la miniaturisation des dispositifs imprimés sur de telles hétérostructures.

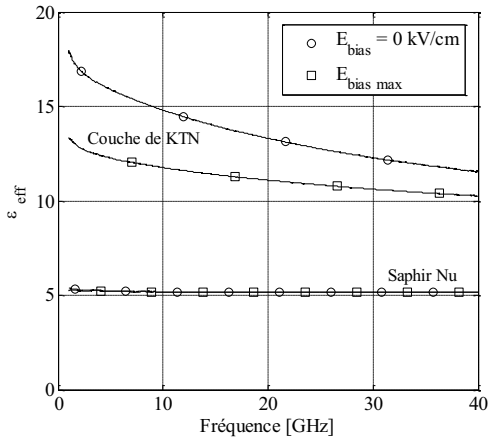


Figure III.32. Evolution de la permittivité effective (ε_{eff}) d'une ligne de transmission (largueur 8 mm) imprimée sur saphir R nu et d'une ligne de transmission imprimée sur une couche de KTN de 600 nm d'épaisseur en fonction de la fréquence

L'évolution des permittivités effectives en fonction de la fréquence et de l'épaisseur des films de KTN est regroupée **Figure III.33a** sans champ électrique externe appliqué et **Figure III.33b** sous champ électrique externe maximal. A épaisseur fixée, une diminution de la permittivité effective est observée en fonction de la fréquence pour tous les échantillons. Cette diminution est provoquée par la diminution de la permittivité relative du matériau KTN lorsque la fréquence de travail augmente. Ce point sera détaillé dans le paragraphe **III.3.2.2** de ce chapitre. Comme observé sur ces deux figures, la variation relative de la permittivité effective entre 1 GHz et 40 GHz est plus importante pour les échantillons de fortes épaisseurs en KTN (supérieures à 600 nm). Pour les échantillons de faibles épaisseurs (inférieures à 290 nm), la permittivité effective reste pratiquement constante en fonction de la fréquence.

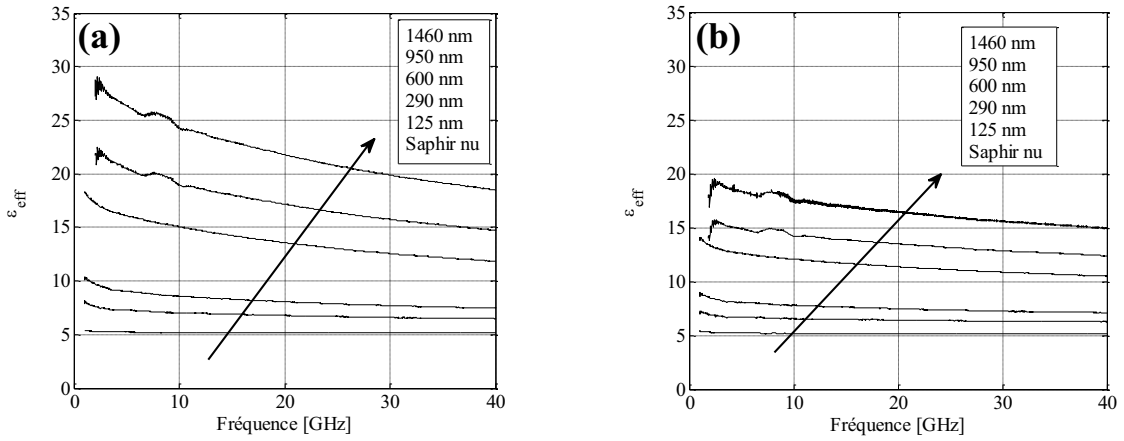


Figure III.33. Evolution de la permittivité effective (ε_{eff}) en fonction de la fréquence de lignes imprimées (longueur 8 mm) sur des films de KTN/Saphir R de différentes épaisseurs (a) champ E_{bias} = 0 kV/cm ; (b) sous champ $E_{bias\ max}$

L'évolution de la permittivité effective en fonction de l'épaisseur de la couche de KTN à fréquence constante (10 GHz) présente une croissance pratiquement linéaire (**Figure III.34**). ε_{eff} atteint une valeur maximale à partir de 1100 nm ($\varepsilon_{eff} \sim 24$) et au-delà un début de saturation semble être observé. Ce comportement peut être expliqué par la qualité du matériau KTN déposé à forte épaisseur. En effet, au-delà de 600 nm d'épaisseur, la qualité cristalline des films de KTN se dégrade (**Figure III.4b**). L'obtention d'un début de saturation de la valeur de ε_{eff} au-delà de 1100 nm proviendrait alors d'une diminution de la valeur de la permittivité relative ε_r des films de KTN. Ainsi, l'augmentation de l'épaisseur des films serait compensée par la diminution de la valeur de ε_r : la permittivité effective associée évoluerait donc faiblement. Cette hypothèse sera confirmée au paragraphe suivant.

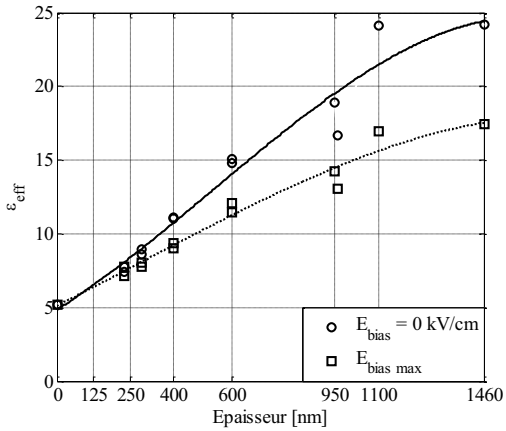


Figure III.34. Evolution de la permittivité effective (ε_{eff}) à 10 GHz de lignes de transmission (longueur 8 mm) imprimées sur des films de KTN/Saphir R de différentes épaisseurs

Un paramètre clef des structures imprimées sur des films de matériaux ferroélectriques est l'agilité de leur permittivité effective ε_{eff} sous l'action d'un champ électrique externe. Cette agilité, notée η_{eff}, est définie comme suit :

$$\eta_{eff} = \frac{\left|\varepsilon_{eff}\left(E_{bias} = 0kV/cm\right) - \varepsilon_{eff}\left(E_{bias}\right)\right|}{\varepsilon_{eff}\left(E_{bias} = 0kV/cm\right)} \times 100 \qquad \text{(III.6)}$$

où $\varepsilon_{eff}(E_{bias} = 0$ kV/cm) est la permittivité effective de l'hétérostructure évaluée sans champ de polarisation E_{bias} appliqué, et $\varepsilon_{eff}(E_{bias})$ la permittivité effective de l'hétérostructure évaluée sous champ E_{bias}.

La **Figure III.35a** présente l'évolution de cette agilité η_{eff} en fonction de la fréquence et ce, pour les différentes épaisseurs de films de KTN. Une réduction de η_{eff} est observée lorsque la fréquence augmente. Cette réduction est due à la diminution en valeur absolue de ε_{eff} à fréquence élevée et donc à la diminution, en valeur relative, de sa variation. A fréquence constante, les échantillons dotés des épaisseurs de KTN les plus importantes présentent les valeurs d'agilité η_{eff} les plus élevées (à 10 GHz, η_{eff} = 29% pour $ép_{KTN}$ = 1100 nm alors que η_{eff} = 7 % pour $ép_{KTN}$ = 125 nm) (**Figure III.35b**).

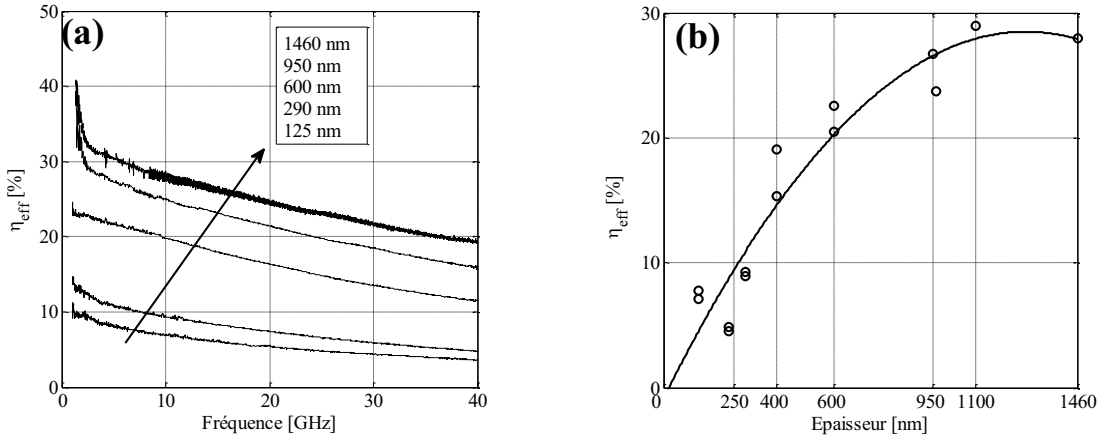


Figure III.35. Evolution de l'agilité (η_{eff}) de lignes (longueur 8 mm) imprimées sur des films de KTN/Saphir R de différentes épaisseurs sous champ de polarisation $E_{bias\ max}$; (a) en fonction de la fréquence ; (b) en fonction de l'épaisseur des films de KTN à 10 GHz

Il s'avère donc que les échantillons de KTN de fortes épaisseurs présentent l'agilité η_{eff} la plus élevée mais aussi les pertes d'insertion IL_L les plus élevées. Le meilleur compromis entre agilité et pertes en fonction de l'épaisseur de KTN est donc à trouver. Ce meilleur compromis peut être déterminé à partir du calcul d'un Facteur de Mérite (FoM_L). Nous avons défini ce FoM_L par l'expression suivante :

$$FoM_L = \frac{\eta_{eff\ \max}}{IL_L} \qquad \text{(III.7)}$$

Il est calculé à fréquence fixe (dans notre cas 10 GHz). L'évolution du FoM_L en fonction de l'épaisseur des films de KTN est présentée **Figure III.36**. Une augmentation linéaire du FoM_L est observée jusqu'à une épaisseur de 400 nm. Le maximum est atteint vers 600 nm. Au-delà, le Facteur de Mérite décroit faiblement. Cette évolution, décomposée en trois parties, s'explique par :

- entre 125 nm et 300 nm : les pertes d'insertion restent faibles. Cependant, l'agilité effective est aussi très faible, d'où un FoM_L peu élevé ;
- au-delà de 950 nm : l'agilité effective est élevée mais les pertes d'insertion le sont aussi, ce qui fait chuter la valeur du FoM_L ;
- entre 400 nm et 600 nm : le meilleur compromis est obtenu en raison d'une valeur d'agilité effective élevée et de pertes d'insertion plus faibles que celles observées sur des épaisseurs plus élevées (même si dans l'absolu, ces dernières restent importantes).

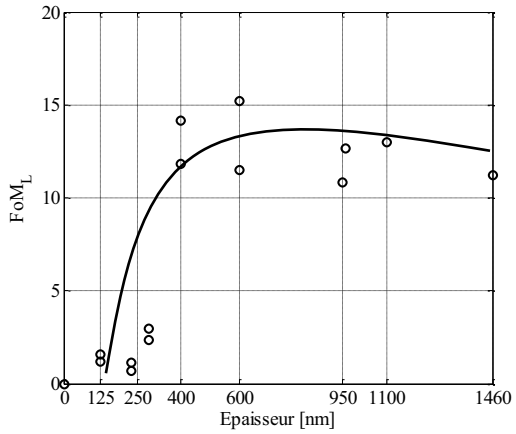


Figure III.36. Evolution du Facteur de Mérite (FoM_L) à 10 GHz de lignes de transmission (longueur 8 mm) imprimées sur KTN/Saphir R en fonction de l'épaisseur du KTN

Un autre paramètre important caractérisant l'hétérostructure sur laquelle sont imprimées les lignes sont les pertes diélectriques effectives ($tan\delta_{eff}$). La **Figure III.37** représente l'évolution de $tan\delta_{eff}$ d'une ligne de transmission (longueur 8 mm) imprimée sur saphir R nu et de celle d'une ligne (de même longueur) imprimée sur une couche de KTN de 600 nm d'épaisseur en fonction de la fréquence. Nous pouvons observer deux comportements différents. D'une part, les pertes effectives de la ligne imprimée sur le film de KTN augmentent avec la fréquence (sans champ bias : de 0,17 à 1 GHz à 0,30 à 40 GHz ; sous champ E_{bias} = 26 kV/cm : de 0,15 à 1 GHz à 0,18 à 40 GHz). Dans ce cas, les pertes intrinsèques du matériau ferroélectrique prédominent sur l'ensemble des pertes du dispositif et il est connu que ces pertes croissent avec la fréquence [24]. D'autre part, les pertes de la ligne reposant directement sur le substrat de saphir R nu sont plutôt à imputer aux pertes métalliques. En effet, 2 µm d'argent ont été déposés afin de s'affranchir des pertes par effet de peau à 10 GHz. A basse fréquence, ces pertes ne seront pas négligeables et $tan\delta_{eff}$ restera élevée ($tan\delta_{eff}$ = 0,12 à 1 GHz). Au-delà de 10 GHz, $tan\delta_{eff}$ décroit légèrement ($tan\delta_{eff}$ = 0,01 à 40 GHz).

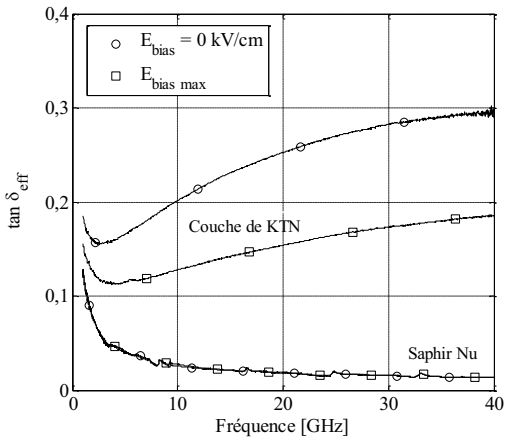


Figure III.37. Evolution des pertes diélectriques effectives (*tanδ$_{eff}$*) en fonction de la fréquence d'une ligne de transmission (longueur 8 mm) imprimée sur substrat de saphir R nu et d'une ligne (longueur 8 mm) imprimée sur un film de KTN de 600 nm d'épaisseur

La tangente de pertes effectives (*tanδ$_{eff}$*) associée à une ligne englobe toutes les pertes du dispositif (rayonnement, métal, ferroélectrique et substrat). Comme le montre la **Figure III.38**, *tanδ$_{eff}$* augmente en fonction de la fréquence et en fonction de l'épaisseur du film de KTN. Par contre, *tanδ$_{eff}$* diminue sous l'application d'un champ électrique externe (*E$_{bias}$*). Ce comportement est dû à l'évolution des pertes intrinsèques du matériau KTN (*tanδ$_r$*) qui restent prépondérantes au niveau de l'hétérostructure étudiée. L'étude et l'évolution de *tanδ$_r$* et son étude seront réalisées dans le prochain paragraphe.

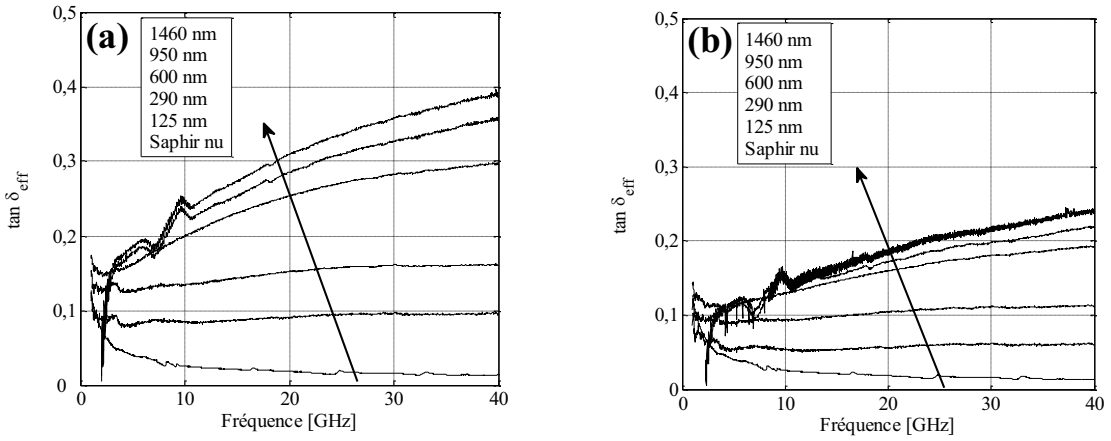


Figure III.38. Evolution des pertes diélectriques effectives (*tanδ$_{eff}$*) en fonction de la fréquence, de lignes imprimées sur des films KTN/Saphir R de différentes épaisseurs ; (a) avec champ *E$_{bias}$* = 0 kV/cm ; (b) sous champ *E$_{bias\ max}$*

A fréquence fixe (10 GHz), une augmentation linéaire de *tanδ$_{eff}$* en fonction de l'épaisseur est observée (**Figure III.39**) jusqu'à 600 nm. Cette évolution est provoquée par l'épaisseur plus importante de matériau ferroélectrique se couplant avec l'onde

électromagnétique et donc impliquant des pertes plus élevées. À partir de 900 nm d'épaisseur, l'évolution de $tan\delta_{eff}$ se stabilise. Ce comportement pourra s'expliquer par une diminution des pertes intrinsèques du matériau ferroélectrique aux fortes épaisseurs, ce qui compensera le couplage plus important de l'onde avec le matériau KTN.

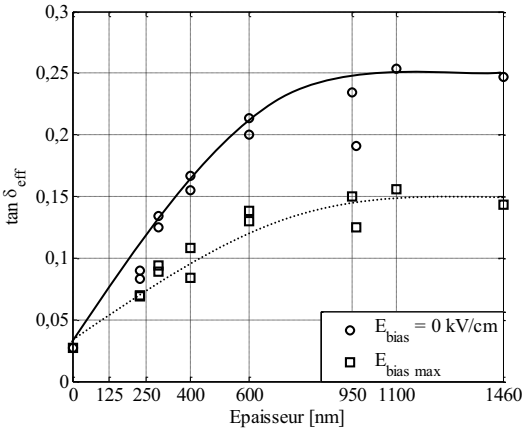


Figure III.39. Evolution des pertes diélectriques effectives ($tan\delta_{eff}$) d'une ligne de transmission à 10 GHz en fonction de l'épaisseur du film de KTN/Saphir R

III.3.2.2 Permittivité relative et tangente de pertes des films de KTN déposés sur saphir R

A partir des paramètres effectifs précédemment calculés et en utilisant la méthode de transformation conforme détaillée dans le paragraphe **II.3** du **Chapitre II**, les caractéristiques diélectriques des films de KTN ont été extraites. Cette étude permet ainsi de suivre l'évolution de ces caractéristiques en fonction de l'épaisseur déposée et de la fréquence, critères primordiaux dans la conception de futurs dispositifs électroniques.

Comme explicité dans le **Chapitre II**, la méthode analytique présente une limite dans l'analyse des films diélectriques de très faibles épaisseurs (épaisseur de la couche inférieure à 200 nm). C'est pourquoi la permittivité relative (ε_r) des films de KTN et la tangente de pertes intrinsèques ($tan\delta_r$) n'ont pu être déterminées que pour les échantillons d'épaisseurs comprises entre 230 nm et 1460 nm.

Comme remarqué dans la **Figure III.40**, la permittivité relative (ε_r) des films de KTN décroît en fonction de la fréquence. Pour exemple, une couche de KTN de 600 nm d'épaisseur

présente les valeurs suivantes : $\varepsilon_r = 1150$ à 1 GHz et $\varepsilon_r = 580$ à 40 GHz sans champ E_{bias} appliqué. De la même façon, une réduction est obtenue pour la couche de 290 nm : $\varepsilon_r = 870$ à 1 GHz et $\varepsilon_r = 360$ à 40 GHz toujours sans champ E_{bias} appliqué. La rapide diminution de ε_r entre 1 GHz et 5 GHz peut être attribuée au gel des mouvements des domaines de polarisation [25]. Cette diminution de ε_r est ensuite moins abrupte entre 5 GHz et 40 GHz. Elle est attribuée aux restrictions des mécanismes de polarisation dynamique aux hautes fréquences. Un champ électrique externe E_{bias} appliqué sur le film ferroélectrique de KTN induit un réalignement de ses dipôles électriques [26]. Comme attendu, après application du champ E_{bias}, une réduction de ε_r est observée. Ce comportement a été observé sur tous nos échantillons (**Figure III.40**).

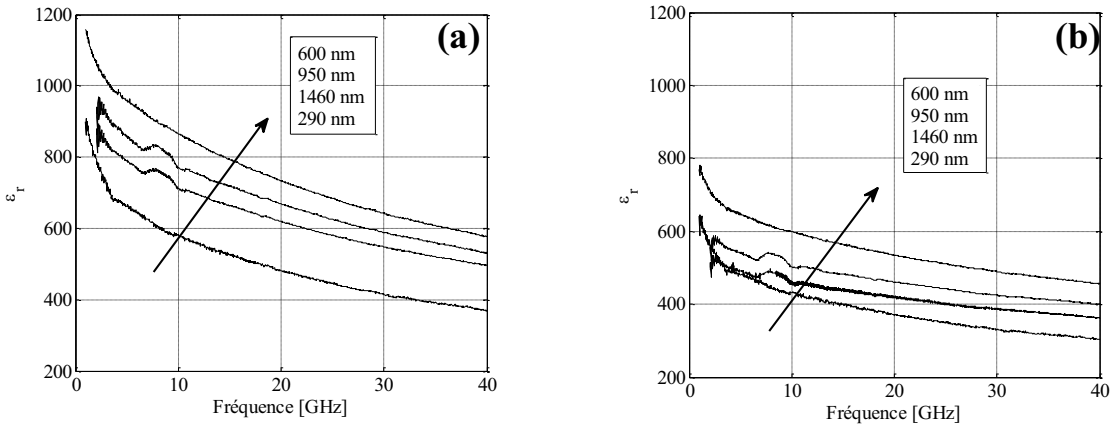


Figure III.40. Evolution de la permittivité relative (ε_r) du matériau KTN en fonction de la fréquence et de l'épaisseur des films déposés ; (a) avec champ E_{bias} = 0 kV/cm ; (b) sous champ $E_{bias\ max}$

Les valeurs de permittivité relative extraites à 10 GHz pour les films de KTN de différentes épaisseurs sont regroupées **Figure III.41**, avec et sans champ E_{bias} appliqué. Les valeurs de permittivité de l'ensemble des échantillons caractérisés sont confinées entre $\varepsilon_r = 930$ et $\varepsilon_r = 460$ sans E_{bias} et entre $\varepsilon_r = 600$ et $\varepsilon_r = 400$ sous champ $E_{bias\ max}$ à 10 GHz. Une plus faible valeur de ε_r est associée aux échantillons de faibles épaisseurs. Ce comportement est fréquemment observé sur les films diélectriques en raison d'effets d'interfaçage avec le substrat [27]. En effet, à l'interface KTN/Saphir R, des couches passives (*dead layer*) de faible permittivité relative se créent. Elles font décroitre la valeur de la permittivité relative globale du matériau. Evidement, l'impact de ces couches passives est nettement plus prononcé sur les échantillons de plus faibles épaisseurs. Par ailleurs, la permittivité diélectrique des composés ferroélectriques augmente avec la taille des grains [28, 29]. Dans le cas présent, la croissance colonnaires des films de KTN déposés par PLD peut promouvoir une augmentation de la taille

des grains et donc de la permittivité avec l'épaisseur. En effet, la permittivité relative de KTN augmente jusqu'à la valeur de 600 nm. Au-delà de 600 nm, la permittivité relative reste constante, voire diminue, en raison de la dégradation de la qualité cristalline des couches (voir **Figure III.4b**). Même si l'échantillon de 1100 nm d'épaisseur présente la permittivité relative la plus élevée ($\varepsilon_r = 930$), ce résultat est à notre sens, atypique car l'échantillon de 1460 nm présente à nouveau une diminution de la valeur de ε_r.

Sous champ bias appliqué, les films minces de KTN de fortes épaisseurs présentent une diminution relative plus importante de leur valeur de ε_r. Ce résultat est à imputer à la réorientation d'un plus grand nombre des dipôles dans la direction du champ bias [30], provoquant ainsi une décroissance de la valeur de ε_r. Pour exemple, à 10 GHz, $\Delta\varepsilon_r = 60$ pour un film de 230 nm d'épaisseur et $\Delta\varepsilon_r = 250$ pour un film de 1460 nm d'épaisseur (application d'un champ $E_{bias} = 26$ kV/cm).

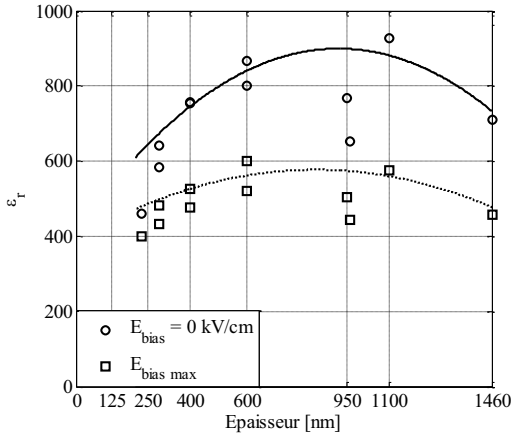


Figure III.41. Evolution de la permittivité relative (ε_r) du matériau KTN à 10 GHz en fonction de l'épaisseur du film déposé, avec champ E_{bias} = 0 kV/cm et sous champ $E_{bias\ max}$

L'autre paramètre caractérisant la qualité du matériau KTN déposé est sa tangente de pertes ($tan\delta_r$). Après extraction de ce paramètre sur les différents échantillons élaborés, nous pouvons noter une augmentation des pertes intrinsèques du matériau en fonction de la fréquence pour les films de différentes épaisseurs (**Figure III.42a**). En effet, quand la fréquence augmente, les vibrations du réseau n'arrivent plus à suivre le champ électromagnétique, entrainant un déphasage et donc des pertes diélectriques [24, 31]. Comme attendu, $tan\delta_r$ diminue sous champ électrique en raison de la réorientation des dipôles dans la direction du champ bias appliqué (**Figure III.42b**) [32]. Dans la bande de fréquence 1 GHz -

40 GHz, les valeurs de $tan\delta_r$ avant polarisation se situent entre 0,2 et 0,6 et sous polarisation (E_{bias} ~ 26 kV/cm), entre 0,15 et 0,5.

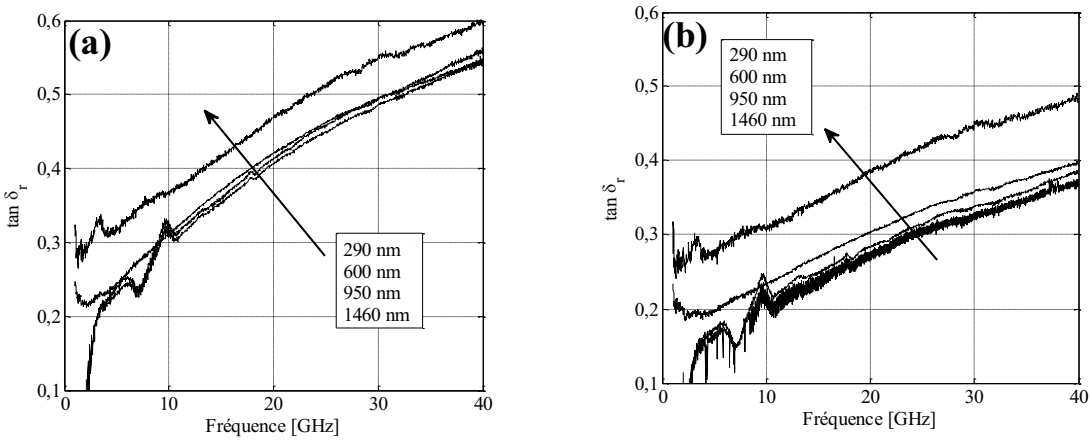


Figure III.42. Evolution de la tangente de pertes ($tan\delta_r$) du matériau KTN en fonction de l'épaisseur du film déposé et de la fréquence ; (a) sans E_{bias} ; (b) sous champ $E_{bias\ max}$

Les valeurs de $tan\delta_r$ ont été reportées à 10 GHz en fonction de l'épaisseur des films dans la **Figure III.43**. Sans champ de polarisation, nous observons une très faible variation de $tan\delta_r$ en fonction de l'épaisseur de KTN ($tan\delta_r$ ~ 0,3). La légère diminution de $tan\delta_r$ en fonction de l'épaisseur pourrait être expliquée par l'augmentation du nombre de défauts structuraux au sein de la couche mince. Pour les fortes épaisseurs de KTN, l'onde électromagnétique interagit avec un matériau ferroélectrique de moins bonne qualité cristalline (avec une densité de défauts structuraux localisés plus importante), ce qui diminuerait la valeur de $tan\delta_r$. Sous E_{bias}, la réduction de $tan\delta_r$ est remarquée pour tous les échantillons. Notons une évolution des valeurs de $tan\delta_r$ entre 0,2 et 0,3 à 10 GHz.

L'amplitude de variation de la permittivité relative du matériau KTN sous l'action d'un champ bias continu externe est le paramètre primordial pour la réalisation de dispositifs agiles en fréquence. Une plus forte variation de ε_r impliquera un dispositif avec une meilleure accordabilité. Cette variation de permittivité relative, nommée agilité η_r, a été définie comme suit :

$$\eta_r(\%) = \frac{\left|\varepsilon_r(E_{bias} = 0kV/cm) - \varepsilon_r(E_{bias})\right|}{\varepsilon_r(E_{bias} = 0kV/cm)} \times 100 \qquad \text{(III.8)}$$

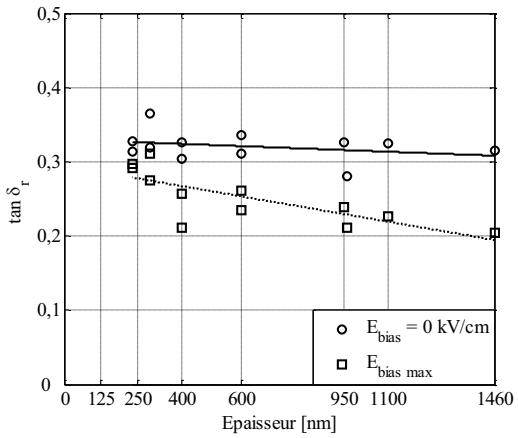


Figure III.43. Evolution de la tangente de pertes (*tanδ$_r$*) à 10 GHz du matériau KTN en fonction de l'épaisseur du film déposé, avec E_{bias} = 0 kV/cm et sous champ $E_{bias\ max}$

La **Figure III.44** présente l'évolution de η_r à 10 GHz en fonction du champ E_{bias} appliqué pour les différentes épaisseurs de films de KTN. Cette agilité (η_r) augmente avec l'épaisseur du film et sous l'action d'une valeur de champ E_{bias} plus importante. Au-delà de 7 kV/cm, la croissance de η_r est pratiquement linéaire. Le matériau KTN n'atteint donc pas son état de saturation sous une intensité E_{bias} ~ 30 kV/cm. L'application d'une intensité de champ plus importante conduira à des valeurs d'agilité (η_r) encore supérieures. Une agilité (η_r) maximale égale à 39% à 10 GHz a été calculée avec le film de KTN de 1100 nm d'épaisseur et sous un champ E_{bias} = 26 kV/cm (**Figure III.45b**). Cette valeur se situe parmi les plus importantes relevées dans la littérature [33, 34].

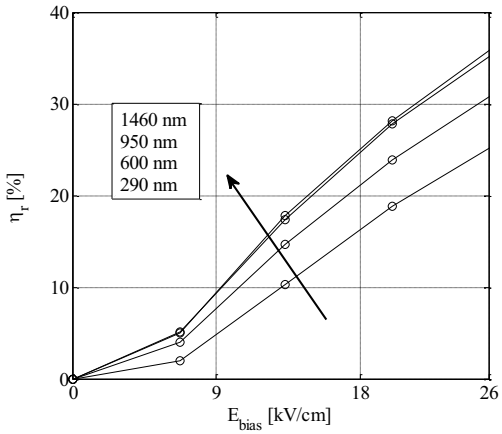


Figure III.44. Evolution à 10 GHz de l'agilité de la permittivité relative (η_r) du matériau KTN déposé en couche mince en fonction de l'épaisseur du film et du champ E_{bias} appliqué

Nous avons tracé l'évolution de l'agilité (η_r) pour différentes épaisseurs de matériau KTN en fonction de la fréquence (**Figure III.45a**). Une diminution linéaire de η_r est observée

pour tous les échantillons au-delà de 3 GHz. Ce comportement est toujours à imputer à la restriction des mécanismes de polarisation aux très hautes fréquences (voir **Figure III.40**). La **Figure III.45b** présente l'évolution de η_r à 10 GHz en fonction de l'épaisseur des films de KTN. Une augmentation très rapide est observée jusqu'à 400 nm. Au-delà, η_r croît légèrement jusqu'à atteindre une valeur seuil ($\eta_r \sim 35\%$). Même à forte épaisseur, (au-delà de 1 µm), l'agilité de ε_r atteint une valeur de saturation.

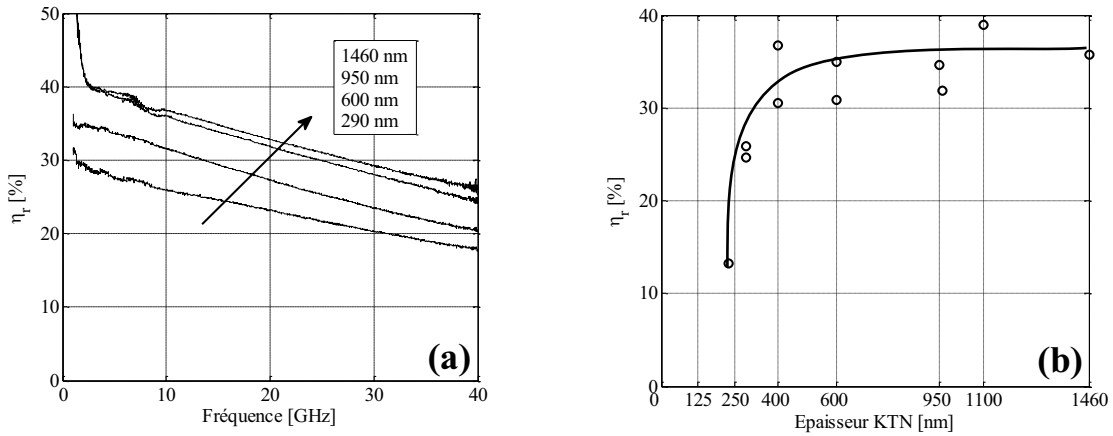


Figure III.45. Evolution de (a) l'agilité de la permittivité relative (η_r) du matériau KTN déposé en couche mince suivant l'épaisseur du film et en fonction de la fréquence ; (b) évolution de η_r à 10 GHz en fonction de l'épaisseur des films de KTN

III.4 Caractérisation hyperfréquence des résonateurs à stub

L'ensemble des résonateurs à stub, imprimés sur les couches minces de KTN, présente une variation de leur fréquence de résonance sous l'action du champ électrique externe E_{bias} (**Figure III.46**). Nous rappelons que la fréquence de résonance F_r d'un résonateur à stub quart d'onde est reliée à la permittivité effective de l'hétérostructure ε_{eff} (voir **Equation II.1** du **Chapitre II**) telle que :

$$F_r = \frac{c}{4 \times L_r \times \sqrt{\varepsilon_{eff}}} \qquad \text{(II.1)}$$

avec c, la célérité de la lumière dans le vide et L_r, la longueur du stub. Comme attendu, le résonateur de référence imprimé sur substrat de saphir R nu ne présente aucune agilité (**Figure III.46**). Notons que la fréquence de résonance initiale (F_r à $E_{bias} = 0$ kV/cm) des résonateurs imprimés sur les films de KTN de fortes épaisseurs est plus faible que celle des

résonateurs imprimés sur les films de faibles épaisseurs. Ce résultat est dû à l'utilisation du même masque dont les dimensions (voir **Figure III.11**) ont été optimisées pour un film de KTN de 600 nm d'épaisseur. D'ailleurs, la fréquence de résonance de ce dernier échantillon est bien voisine des 10 GHz attendues (9,14 GHz exactement à champ E_{bias} nul).

Au-delà de la fréquence de résonance F_r, une dissymétrie du pic de résonance S_{21} est observée sur les **Figures III.46b**, **III.46c** et **III.46d**, dissymétrie s'accroissant avec l'épaisseur du film de KTN. Ce comportement est provoqué par les pertes diélectriques du matériau KTN (**Figure III.43**), pertes d'autant plus importantes que l'épaisseur du film de KTN est élevée (**Figure III.39**). Cependant, ces pertes se réduisent sous l'action du champ E_{bias} (**Figure III.43** et **III.39**). Notons qu'une solution sera proposée afin de retrouver un pic de résonance symétrique, même avec des échantillons de KTN de forte épaisseur (voir paragraphe **IV.4**).

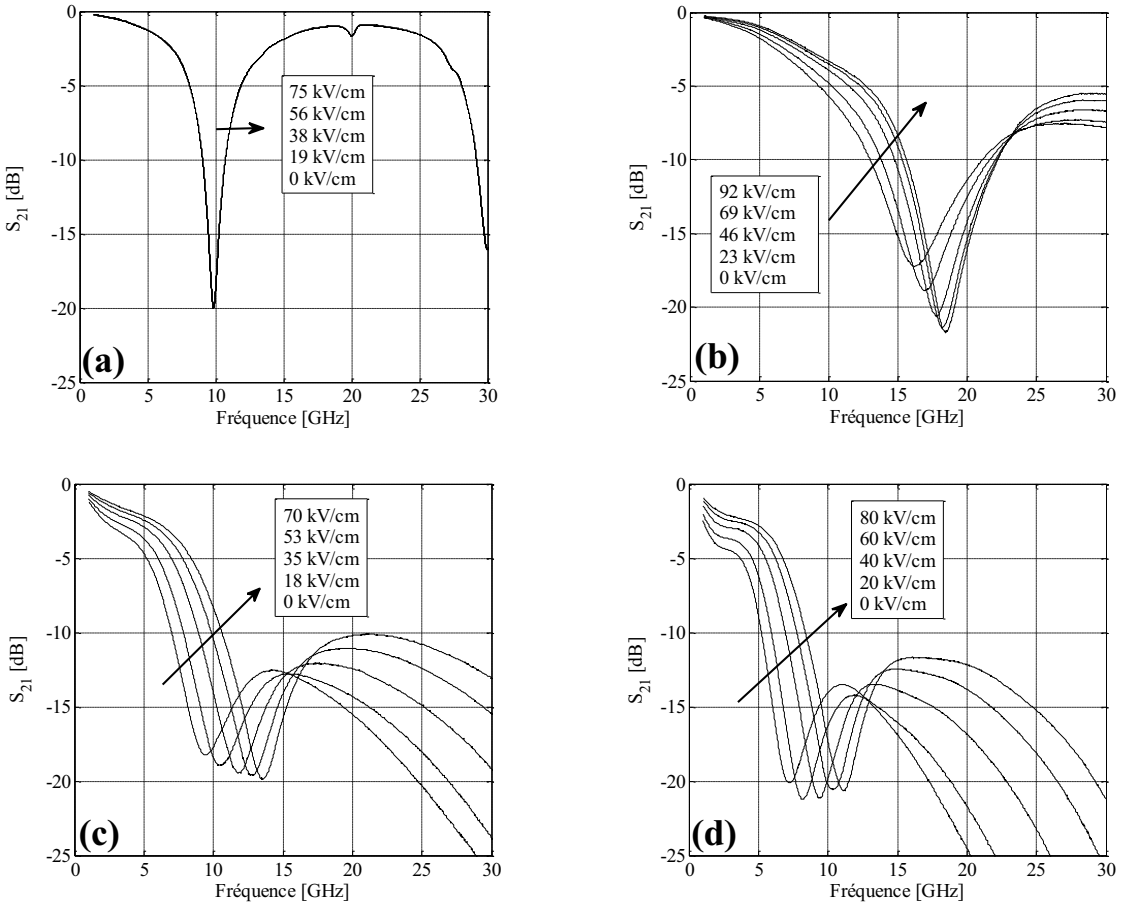


Figure III.46. Evolution du coefficient de transmission (S_{21}) d'un résonateur à stub imprimé sur (a) un substrat de saphir R nu ; (b) un film de KTN de 125 nm (c) un film de KTN de 600 nm ; (d) un film de KTN de 1100 nm, tous déposés sur substrat de saphir R et sous différentes valeurs de champ E_{bias}

Nous avons, de plus, enregistré des cycles de polarisation et mesuré la fréquence de résonance sous les différents champs de commande (+ E_{bias} et - E_{bias}) de deux résonateurs imprimés sur des films de KTN de 600 nm et 1100 nm. Le premier cycle consiste à polariser l'échantillon de 0 kV/cm à + $E_{bias\ \max}$ (~ 80 kV/cm), puis de + $E_{bias\ max}$ à 0 kV/cm par pas de 20 kV/cm. Le deuxième cycle consiste en une polarisation de 0 kV/cm à -$E_{bias\ \max}$ (~ -80 kV/cm), puis de -$E_{bias\ max}$ à 0 kV/cm, toujours par pas de 20 kV/cm (**Figure III.47**). Nous avons mesuré pour le résonateur imprimé sur le film de KTN de 600 nm d'épaisseur une fréquence de résonance égale à F_r = 9,14 GHz à champ E_{bias} nul (première mesure), puis F_r = 9,33 GHz après le premier cycle puis le deuxième cycle de polarisation (**Figure III.47a**). L'évolution de F_r démontre que le matériau KTN est dans l'état ferroélectrique à température ambiante. Par conséquent, la polarisation rémanente de KTN après le premier cycle de mesures implique une diminution de sa permittivité relative, et donc une augmentation de la fréquence de résonance du stub. Le résonateur imprimé sur l'échantillon de 1100 nm d'épaisseur ne présente pas ce phénomène, en raison d'une première polarisation du matériau antérieure à ces cycles de mesures. Notons aussi une ouverture en "ailes de papillon" des cycles d'hystérésis (voir paragraphe **I.3.1**). Une amplitude égale à 400 MHz a été enregistrée sous le champ de commande E_{bias} = -20 kV/cm pour l'échantillon de 600 nm d'épaisseur. Une amplitude plus importante serait attendue si le champ de commande $E_{bias\ max}$ permettait d'atteindre la polarisation à saturation du matériau KTN.

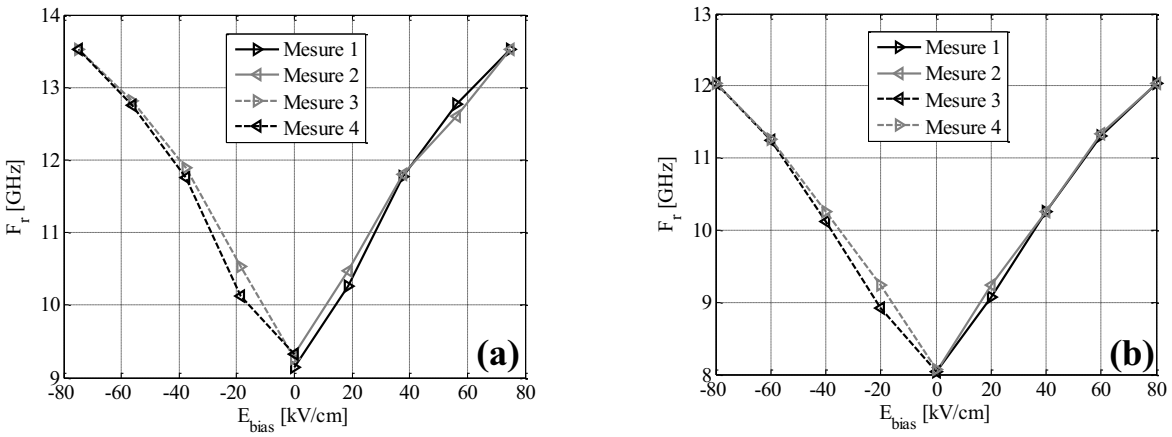


Figure III.47. Cycles d'hystérésis de résonateurs à stub déposés, sur un film de KTN de 600 nm d'épaisseur (a) et de 1100 nm d'épaisseur (b)

La variation de la fréquence de résonance (F_r) du résonateur sous l'action du champ de commande E_{bias} appliqué, nommé agilité est notée T_S. Elle est définie comme ci-après [35] :

$$T_S(\%) = \frac{\left|F_r(E_{bias} = 0kV/cm) - F_r(E_{bias})\right|}{F_r(E_{bias} = 0kV/cm)} \times 100 \qquad \text{(III.9)}$$

La **Figure III.48a** présente l'évolution de l'agilité T_S des différents échantillons fabriqués en fonction du champ de commande appliqué E_{bias}. Comme attendu, l'agilité T_S croît en fonction de l'épaisseur du film de KTN et sous l'action d'un champ E_{bias} d'intensité plus importante. Pour tous les échantillons, des valeurs d'agilité T_S supérieures pourraient encore être atteintes sous l'action d'un champ de commande supérieur à 80 kV/cm (**Figure III.48a**).

L'agilité maximale $T_{S\,max}$ (sous $E_{bias\,max}$) des résonateurs à stub croît linéairement en fonction de l'épaisseur du film de KTN jusqu'à une valeur de 600 nm (**Figure III.48b**). Au-delà, $T_{S\,max}$ atteint une valeur de saturation avec $T_{S\,\max} = 54\%$ pour l'échantillon de 1100 nm. Cet échantillon présentait aussi l'agilité en permittivité relative η_r la plus importante ($\eta_r = 37\%$ à 10 GHz, voir **Figure III.45b**). Notons que 54% d'agilité correspond à une variation de la fréquence de résonance entre 7,2 GHz ($E_{bias} = 0$ kV/cm) et 11,1 GHz (sous $E_{bias} = 80$ kV/cm). Précisons encore que cette valeur d'agilité en fréquence très élevée [36] est obtenue avec une intensité de champ de commande modérée, comparativement aux structures résonantes élaborées à partir d'autres matériaux ferroélectriques(**Tableau III.5**) [37 - 43]. En effet, dans la même bande de fréquence, un filtre à éléments localisés imprimé sur un film de $Ba_{0,5}Sr_{0,5}TiO_3$ présente une agilité égale à 30% sous un champ de commande de 80 kV/cm [38].

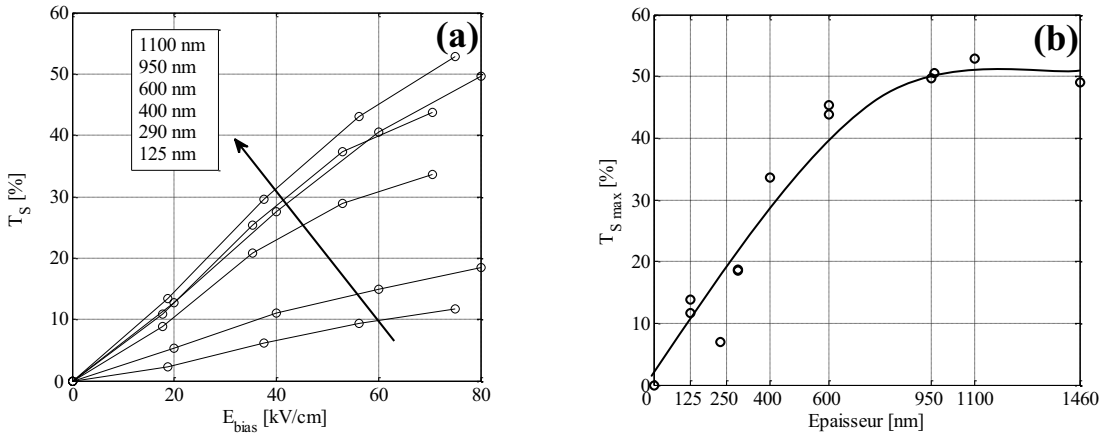


Figure III.48. Evolution de l'agilité en fréquence de résonateurs à stub imprimés sur des films de KTN/Saphir R de différentes épaisseurs ; (a) en fonction du champ E_{bias} appliqué ; (b) en fonction de l'épaisseur des films de KTN sous champ $E_{bias\,max}$

Tableau III.5
Comparaison de l'agilité de structures résonantes élaborées à partir de différents matériaux ferroélectriques

Référence	Matériau	Dispositif	F_r (GHz)	Agilité (%)	E_{bias} (kV/cm)
[36]	$KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$	Résonateur à stub CPW	7,2	54	80
[37]	$Ba_{0,7}Sr_{0,3}TiO_3$	Filtre avec capacités MIM	0,176	57	200
[38]	$Ba_{0,5}Sr_{0,5}TiO_3$	Filtre avec IDC	2,7	30	80
[38]	$Ba_{0,5}Sr_{0,5}TiO_3$	Filtre avec IDC	3,5	11 (@ 77K)	80
[39]	$Ba_{0,3}Sr_{0,7}TiO_3$	Ligne CPW	5	33	300
[40]	$Ba_{0,45}Sr_{0,55}TiO_3$	Filtre avec des capacités coplanaires	11,5	20	100
[41]	$SrTiO_3$	Résonateur en anneau	16,6	8	20
[42]	$Ba_xSr_{1-x}TiO_3$	Filtre avec capacités MIM	18	12,5	12,6
[43]	$Ba_{0,5}Sr_{0,5}TiO_3$	Ligne CPW	20	22	16

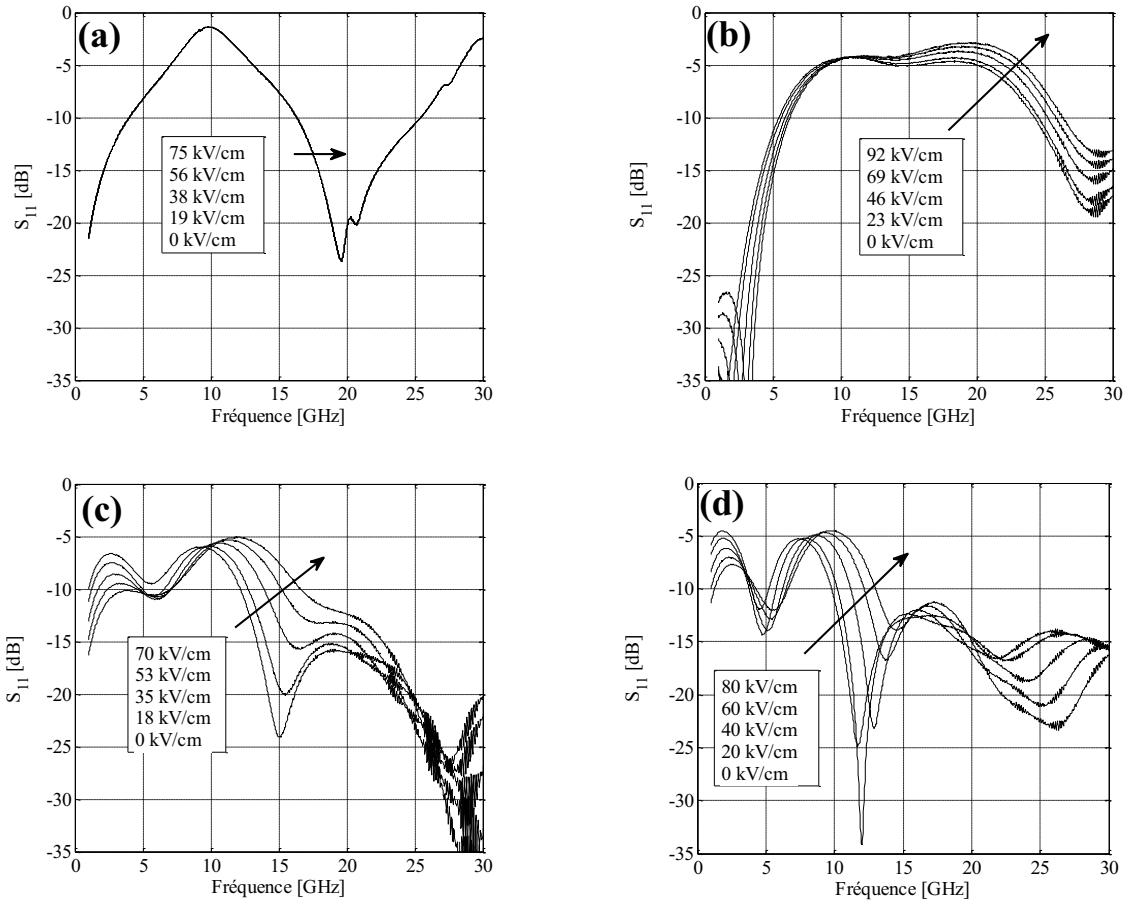


Figure III.49. Evolution du coefficient de réflexion (S_{11}) d'un résonateur à stub imprimé sur (a) un substrat de saphir R nu ; (b) un film de KTN de 125 nm (c) un film de KTN de 600 nm ; (d) un film de KTN de 1100 nm, tous déposés sur substrat de saphir R et sous différentes valeurs de champ E_{bias}

Pour un résonateur à stub, le coefficient de réflexion S_{11} doit être maximal à la fréquence de résonance (S_{11} ~ 0 dB dans le cas idéal, voir paragraphe **II.1**). Comme le présente

la **Figure III.49a**, la valeur de S_{11} du résonateur imprimé sur saphir R nu est assez proche de 0 dB (-1,3 dB à 10 GHz). Par contre, ce coefficient de réflexion S_{11} diminue dès l'utilisation de 125 nm de KTN (S_{11} = -5,0 dB à 16,2 GHz, **Figure III.49b**), puis de 600 nm de KTN (S_{11} = -6,0 dB à 9,4 GHz, **Figure III.49c**) et de 1100 nm de KTN (S_{11} = -5,3 dB à 7,2 GHz, **Figure III.49d**). Cette diminution de S_{11} est à imputer aux pertes diélectriques inhérentes au matériau KTN. Notons que les valeurs de S_{11} se rapprochent de 0 dB sous champ bias (pour 125 nm : S_{11} = -3,0 dB à 18,4 GHz sous E_{bias} = 92 kV/cm, pour 600 nm : S_{11} = -5,7 dB à 13,6 GHz sous E_{bias} = 70 kV/cm et pour 1100 nm : S_{11} = -5,3 dB à 11,1 GHz sous E_{bias} = 80 kV/cm). Ces résultats sont cohérents avec la diminution des pertes diélectriques du matériau KTN sous l'action du champ de polarisation (voir **Figure III.43**).

Le résonateur à stub peut aussi être défini comme un filtre réjecteur de bande. Dans ce cas, la détermination des pertes d'insertions (IL_S) du dispositif ne serait pas judicieuse car ces pertes seraient maximales à la fréquence de résonance. C'est pourquoi, nous avons privilégié le calcul des pertes globales (**Equation III.10**). Elles correspondent à un bilan de puissance du dispositif et ce quelque soit la fréquence de travail. La **Figure III.50a** regroupe les pertes globales de résonateurs à stub imprimés sur des films de KTN de différentes épaisseurs, et ce en fonction de la fréquence. Comme attendu, PG_S augmentent à fréquence de travail élevée et à épaisseur de KTN importante (comportement similaire à celui observé avec les lignes de transmission).

$$PG_S = 1 - |S_{11}|^2 - |S_{21}|^2 \qquad \text{(III.10)}$$

Ces PG_S ont été reportées à la fréquence de résonance de chacun des échantillons sous $E_{bias\ max}$ et en fonction de l'épaisseur des films de KTN (**Figure III.50b**). Ces pertes augmentent avec l'épaisseur du film déposé jusqu'à la valeur de 300 nm. Au-delà, cette augmentation reste limitée par les fréquences de travail plus basses des échantillons (**Tableau III.6**). Ce comportement provoque donc l'apparition d'un plateau à partir de 500 nm avec une valeur à saturation $PG_S \approx 0{,}7$. Notons qu'au niveau expérimental, $tan\delta_r$ évolue en fonction de l'épaisseur du film, contrairement à la simulation où $tan\delta_r$ avait été considéré constante. Cependant, les résultats expérimentaux et numériques présentent un excellent accord (voir paragraphe **II.4.2**). Pour référence, les pertes globales du résonateur à stub imprimé sur substrat de saphir R nu sont égales à 0,26 à F_r = 10 GHz.

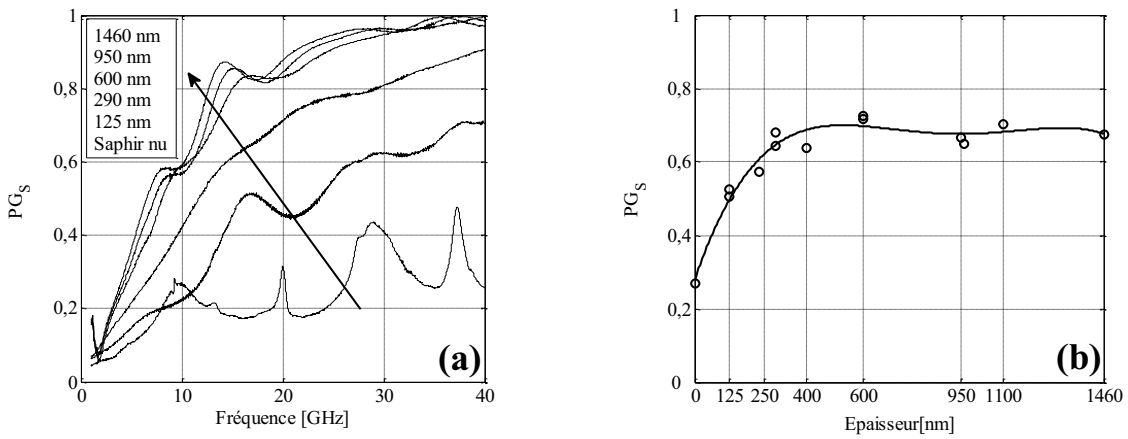


Figure III.50. Evolution des pertes globales (PG_S) sous $E_{bias\ max}$ de résonateurs à stub imprimés sur des films de KTN de différentes épaisseurs ; (a) en fonction de la fréquence ; (b) en fonction de l'épaisseur des films de KTN à la fréquence de résonance F_r

Tableau III.6

Fréquences de résonance des résonateurs à stub en fonction de l'épaisseur du film de KTN/Saphir R

Epaisseur de KTN (nm)	$F_r(E_{bias} = 0$ kV/cm) (GHz)	$F_r(E_{bias\ max})$ (GHz)
125	16,21	18,45
230	16,90	18,00
290	14,14	16,77
400	11,65	15,80
600	9,40	13,58
950	8,00	12,00
960	7,70	11,60
1100	7,24	11,07
1460	7,65	11,41

Le meilleur compromis agilité / pertes au niveau de la structure résonante peut être déterminé en calculant le Facteur de Mérite (FoM_S) à la fréquence de résonance (F_r). Il est défini **Equation III.11** par le rapport de l'agilité maximale $T_{S\ max}$ du résonateur sur la valeur de ses pertes globales à sa fréquence de résonance et sous $E_{bias\ max}$. Ce FoM_S croît linéairement jusqu'à une épaisseur de 600 nm de KTN. En effet, même si la valeur des pertes globales sature à partir de 300 nm, l'agilité $T_{S\ max}$ continue à croitre jusqu'à une épaisseur de 950 nm. A partir de 950 nm, le FoM_S atteint sa valeur maximale. Le meilleur compromis est donc obtenu avec l'échantillon de KTN de 960 nm d'épaisseur (**Figure III.51**) avec une valeur de FoM_S égale à 77 et une agilité $T_{S\ max}$ = 50%. Cependant, cet échantillon reste pénalisé dans l'absolu par des pertes globales élevées ($PG_S \sim 0{,}7$ sous $E_{bias\ max}$).

$$FoM_S = \frac{T_{S\max}}{PG_S(F_r)} \qquad \text{(III.11)}$$

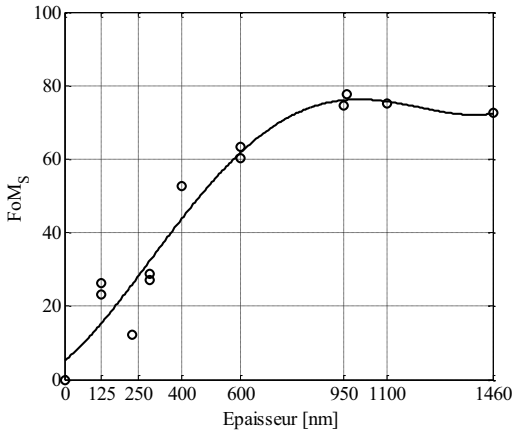


Figure III.51. Evolution du Facteur de Mérite (*FoM_S*) de résonateurs à stub imprimés sur des films de KTN/Saphir R de différentes épaisseurs et à leur fréquence de résonance respective

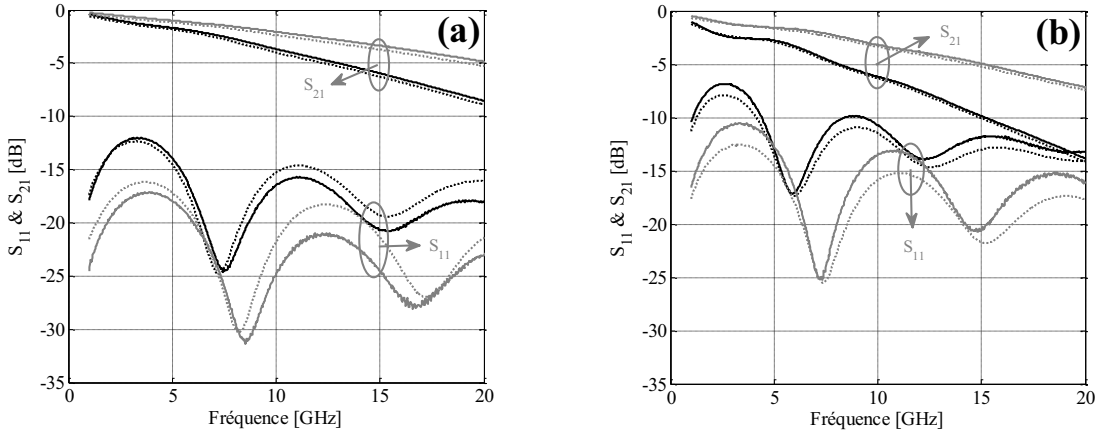
III.5 Rétrosimulation des mesures

Précédemment, nous avons extrait les caractéristiques diélectriques (ε_r et $tan\delta_r$) du matériau ferroélectrique KTN déposé en couche mince, par le traitement analytique des paramètres de répartition (S_{ij}) mesurés sur des lignes de transmission. Dans cette partie, nous allons évaluer l'exactitude des valeurs (ε_r et $tan\delta_r$) extraites. Dans cet objectif, des rétrosimulations ont aussi été réalisées à l'aide du logiciel électromagnétique HFSS^{TM}. En utilisant l'outil de dispersion fréquentielle présenté dans le paragraphe **II.3.1** du **Chapitre II**, les caractéristiques diélectriques du matériau KTN (qui évoluent en fonction de la fréquence) ont été injectées dans la couche du modèle *3-D* reproduisant le comportement du matériau ferroélectrique dans l'hétérostructure. Les paramètres S_{ij} rétrosimulés devront alors mieux se superposer à ceux mesurés.

III.5.1 Résultats de rétrosimulation

La **Figure III.52** présente les paramètres S_{ij} mesurés et rétrosimulés d'une ligne de transmission de longueur 5 mm imprimée sur deux films de KTN déposés sur saphir R, l'un d'épaisseur 600 nm et l'autre d'épaisseur 1100 nm. Les coefficients de transmission (S_{21}) présentent un excellent accord entre mesures et rétrosimulations pour les deux épaisseurs, avec

et sans champ bias appliqué. En revanche, cet accord est moins marqué concernant le coefficient de réflexion (S_{11}). A basse fréquence (< 7 GHz), mesures et rétrosimulations se superposent correctement. Au-delà, un désaccord apparait, désaccord d'autant plus prononcé en présence du champ bias (E_{bias} = 26 kV/cm). Sous champ de commande appliqué, ce léger désaccord entre mesures et rétrosimulations pourrait trouver pour origine la non prise en compte de l'anisotropie des caractéristiques diélectriques du substrat et du matériau ferroélectrique. Une telle étude sera présentée dans le paragraphe suivant **III.5.2**.



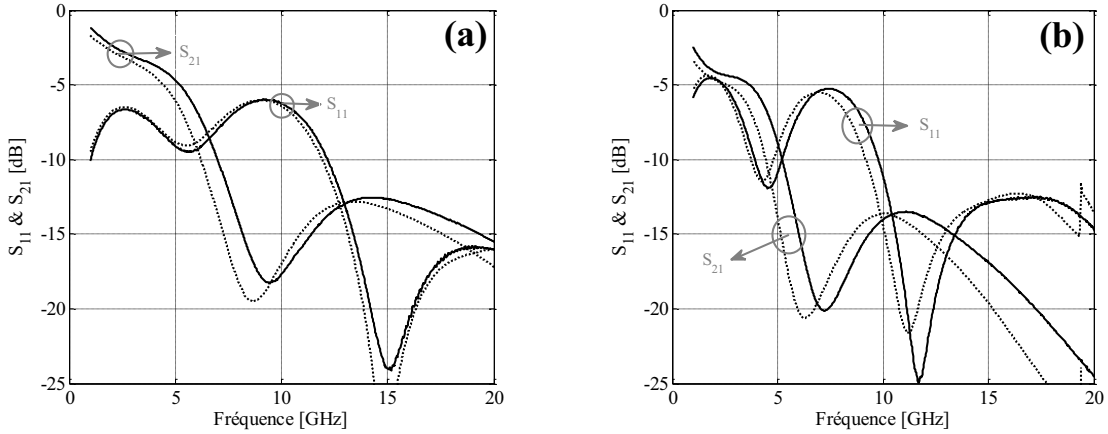
Épaisseur de KTN = 600 nm Épaisseur de KTN = 1100 nm

Figure III.52. Paramètres S_{ij} mesurés (trait plein) et rétrosimulés (trait pointillé) d'une ligne de transmission de longueur 5 mm imprimée sur (a) un film de KTN de 600 nm d'épaisseur et (b) un film de KTN de 1100 nm d'épaisseur. En noir, E_{bias} = 0 kV/cm ; en gris, E_{bias} = 26 kV/cm

Cependant, nous pensons que la non-homogénéité du champ E_{bias} au sein du film ferroélectrique est la principale source de ce désaccord [44]. En effet, la partie du film de KTN en contact avec la métallisation subit un champ E_{bias} plus important que celle en contact avec le substrat de saphir R. Ce qui, se traduit par un gradient de la valeur de la permittivité relative : une valeur plus faible de ε_r au voisinage de la métallisation et une valeur plus élevée au voisinage de la surface du substrat. Malheureusement, ce gradient en ε_r n'étant ni connu, ni maitrisé, nous n'avons pas pu le rétrosimuler.

Des rétrosimulations ont aussi été engagées en utilisant les hétérostructures des résonateurs à stub. Dans ce cas, seules les rétrosimulations sans champ de polarisation ont pu être réalisées car les caractéristiques diélectriques (ε_r et $tan\delta_r$) des films ferroélectriques sous champ bias modéré (E_{bias} ~ 80 kV/cm) nous sont inconnues. En effet, la valeur des gaps des lignes de transmission (g_l ~ 45 µm) limite le champ de commande à la valeur E_{bias} ~ 26 kV/cm. La **Figure III.53** présente les coefficients de répartition S_{ij} mesurés et rétrosimulés de

résonateurs à stub imprimés sur les deux films de KTN/Saphir R d'épaisseur 600 nm et 1100 nm. Un très bon accord en amplitude et en fréquence est observé au niveau des coefficients de réflexion S_{11}. De même, un bon accord est obtenu au niveau de l'amplitude des coefficients de transmission S_{21} mesurés et rétrosimulés. Néanmoins, un décalage en fréquence important est mis en évidence sur les courbes. Il est égal à 13% pour l'échantillon d'épaisseur 1100 nm et de 8% pour l'échantillon de 600 nm d'épaisseur. Dans le paragraphe **III.5.2** qui suit, des rétrosimulations prenant en considération l'anisotropie des constantes diélectriques du substrat et du matériau KTN seront engagées afin de tenter de déterminer l'origine de ce décalage fréquentiel.



Épaisseur de KTN = 600 nm Épaisseur de KTN = 1100 nm

Figure III.53. Paramètres de répartition S_{ij} mesurés (trait plein) et rétrosimulés (trait pointillé) d'un résonateur à stub imprimé sur un film de KTN/Saphir R de (a) 600 nm d'épaisseur et ; (b) de 1100 nm d'épaisseur ; E_{bias} = 0 kV/cm

III.5.2 Possible origine de l'écart entre mesures et rétrosimulations

Dans cette étude, nous avons tenu compte des caractéristiques diélectriques anisotropes du substrat de saphir R en fonction de son orientation cristallographique (calculées à partir de l'**Equation III.12** [45]). Parallèlement à l'axe $\vec{c}$, la permittivité relative du saphir vaut $\varepsilon_s = 11{,}6$ et perpendiculairement à cet axe, elle vaut $\varepsilon_s = 9{,}4$ (**Figure III.54**). Les caractéristiques diélectriques du matériau ferroélectrique ont aussi été considérées comme anisotropes.

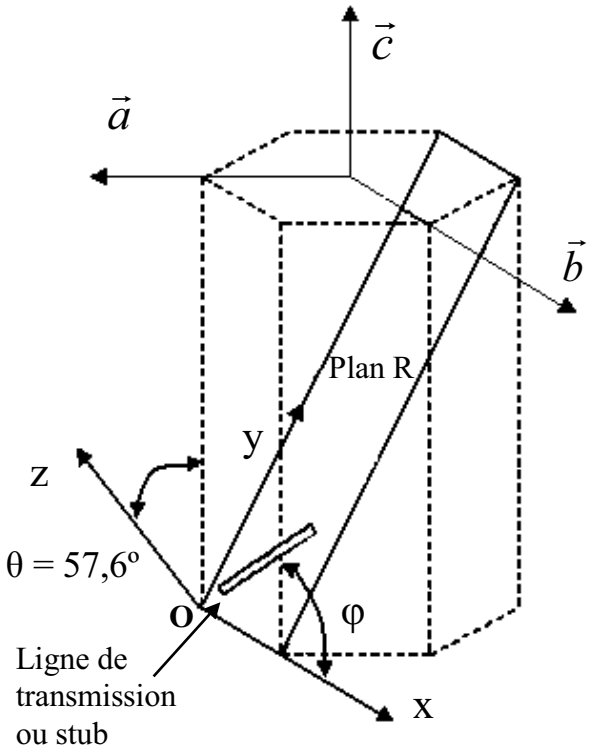


Figure III.54. Cellule unitaire d'un monocristal de saphir avec les axes $\vec{a}$, $\vec{b}$, $\vec{c}$ et la représentation du plan R [45]

Pour nos dispositif imprimés sur le substrat de saphir, θ = 57,6º (orientation R). Tous les dispositifs ont été rigoureusement élaborés avec la direction du stub du résonateur parallèle à la direction $\overrightarrow{OX}$ (ou vecteur $\vec{a}$ après une rotation de 120º autour de l'axe $\vec{c}$). C'est pourquoi, il a été appliqué la valeur φ = 0º pour l'orientation du stub et φ = 90º pour l'orientation des lignes de transmission (à 90º de l'orientation du stub, voir **Figure III.18**). Le tenseur de permittivité est alors obtenu via deux rotations consécutives :

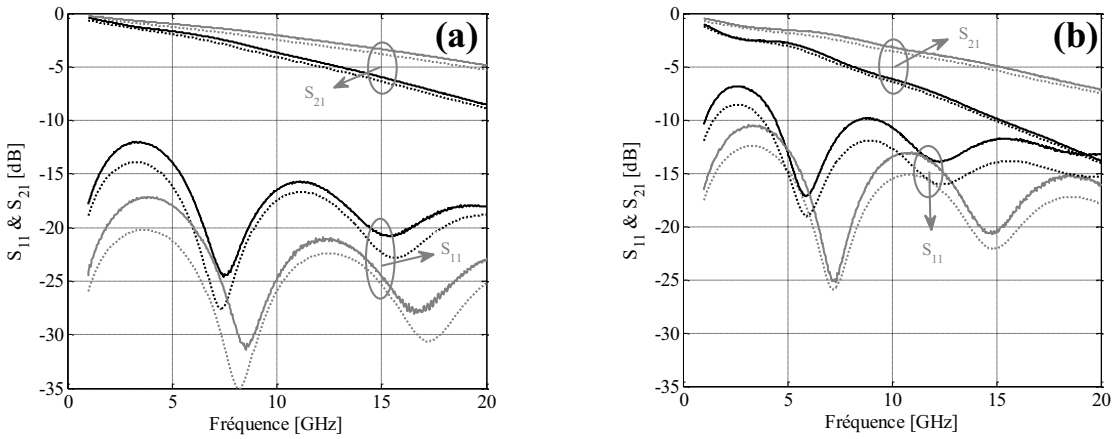
$$\varepsilon_s = U_2 U_1 \varepsilon^0 U_1^{-1} U_2^{-1}$$

$$\varepsilon^0 = \begin{bmatrix} 9{,}4 & 0 & 0 \\ 0 & 9{,}4 & 0 \\ 0 & 0 & 11{,}6 \end{bmatrix}$$

$$U_1 = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos\theta & -\sin\theta \\ 0 & \sin\theta & \cos\theta \end{bmatrix} \qquad \text{(III.12)}$$

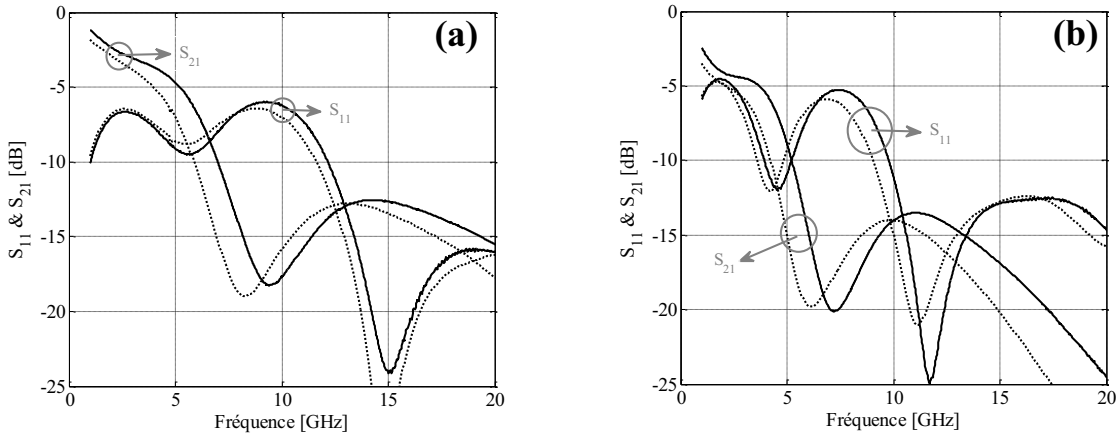
$$U_2 = \begin{bmatrix} \cos\varphi & \sin\varphi & 0 \\ -\sin\varphi & \cos\varphi & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

La **Figure III.55** présente les paramètres S_{ij} de la ligne de transmission de longueur 5 mm imprimée sur les films de KTN de 600 nm et 1100 nm d'épaisseur. Les rétrosimulations restent très proches de celles qui ne prenaient pas en compte l'anisotropie du substrat. Le léger désaccord reste toujours présent. L'anisotropie du substrat n'est donc pas à l'origine de ce comportement. Ces mêmes rétrosimulations ont été réalisées avec les résonateurs à stub imprimés sur ces mêmes échantillons. Le décalage en fréquence reste toujours présent et est même plus important : 16% pour l'échantillon de 1100 nm et 12% pour celui de 600 nm (**Figure III.56**).



Épaisseur de KTN = 600 nm Épaisseur de KTN = 1100 nm

Figure III.55. Paramètres S_{ij} mesurés (trait plein) et rétrosimulés (trait pointillé) (après la prise en considération de l'anisotropie du substrat et du film ferroélectrique) d'une ligne de transmission de longueur 5 mm imprimée sur (a) un film de KTN/Saphir R de 600 nm d'épaisseur et (b) un film de KTN/Saphir R de 1100 nm d'épaisseur. En noir, E_{bias} = 0 kV/cm ; en gris, E_{bias} = 26 kV/cm



Épaisseur de KTN = 600 nm Épaisseur de KTN = 1100 nm

Figure III.56. Paramètres S_{ij} mesurés (trait plein) et rétrosimulés (trait pointillé) (après la prise en considération de l'anisotropie du substrat et du film ferroélectrique) d'un résonateur à stub imprimé sur un film de KTN/Saphir R de (a) 600 nm d'épaisseur et (b) de 1100 nm d'épaisseur ; E_{bias} = 0 kV/cm

En perspective à ce travail, il serait intéressant de fabriquer des lignes de transmission en structure coplanaire dotées de gaps de dimensions similaires à celles du stub ($g_l \approx 16$ µm). Cela permettrait de vérifier l'exactitude de l'extraction des constantes diélectriques (ε_r et $tan\delta_r$) de KTN à partir de structures de dimensions voisines (nos moyens technologiques internes ne nous ont pas permis d'engager une telle réalisation).

Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté succinctement l'élaboration et la caractérisation des films de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ déposés sur saphir orienté R et avec détails la fabrication des dispositifs en structure coplanaire (lignes de transmission et résonateurs à stub) imprimés sur ces échantillons ainsi que sur substrat de saphir R nu. Les mesures hyperfréquences et les résultats associés ont été analysés, puis validés par le post-traitement de ces mesures.

Concernant les lignes de transmission, les hétérostructures intégrant les films de KTN présentent une forte permittivité effective, gage d'une miniaturisation importante des dispositifs basés sur cette technologie. De plus, la valeur de la permittivité effective varie de manière conséquente sous l'application d'un champ électrique externe d'intensité modérée, assurant ainsi la reconfigurabilité de la structure. L'évolution des caractéristiques effectives de ces lignes a été étudiée en fonction de l'épaisseur des films de KTN. Les résultats ont montré que leur reconfigurabilité (η_{eff}) croît en fonction de l'épaisseur de la couche de KTN. Cependant, l'augmentation de cette épaisseur entraine aussi une augmentation des pertes dans les lignes. Un compromis (FoM_L) entre reconfigurabilité et pertes a pu être calculé. Ce FoM_L démontre que les lignes imprimées sur les films de KTN d'épaisseurs situées entre 400 nm et 600 nm présentent les meilleures performances.

Les caractéristiques diélectriques (ε_r et $tan\delta_r$) du matériau KTN ont ensuite été extraites pour les différentes épaisseurs. A faible épaisseur (< 290 nm), la valeur de ε_r reste modérée (550 à 10 GHz sans champ E_{bias}) par rapport aux films d'épaisseurs intermédiaires (400 nm – 600 nm) où $\varepsilon_r \sim 800$ à 10 GHz et sans champ E_{bias}. Pour les échantillons de plus fortes épaisseurs (de l'ordre de 1500 nm), une réduction de la valeur de ε_r est cependant remarquée (700 à 10 GHz sans champ E_{bias}) ; réduction qui a été imputée à la diminution de la qualité cristalline des couches. La variation de la permittivité relative de KTN (η_r) sous l'action du champ bias atteint d'ailleurs sa valeur de saturation ($\eta_r \sim 35\%$) à partir de 400 nm - 600 nm. En ce qui concerne les pertes intrinsèques du matériau ferroélectrique KTN, elles évoluent peu en fonction de l'épaisseur de la couche. Une légère tendance à la diminution est cependant notée lorsque l'épaisseur de KTN augmente. Cette diminution a été imputée à une augmentation du nombre de défauts structuraux au sein de la couche mince à forte épaisseur.

Des mesures hyperfréquences ont ensuite été engagées sur des résonateurs à stub afin d'évaluer le comportement de dispositifs résonants intégrant le matériau KTN. Une excellente accordabilité en fréquence a alors été observée, et ce sous l'action d'un champ bias d'intensité modérée ($T_S = 54\%$ sous un champ de 80 kV/cm et avec un film de 1100 nm d'épaisseur). Notons que ces performances sont une nouvelle référence de niveau international. Cependant, les pertes globales des dispositifs résonants restent conséquentes ($PG_S \sim 0{,}7$ sous $E_{bias\ max}$), et même à faible épaisseur de KTN ($PG_S \sim 0{,}6$ avec 250 nm de KTN). Le meilleur compromis agilité/pertes (FoM_S) de la structure résonante est obtenu avec les films de KTN d'épaisseur voisine de 1 µm. De par les évolutions respectives de l'agilité et des pertes globales, deux cas d'application sont envisageables : i) si les pertes du dispositif doivent être minimales tout en acceptant une faible agilité, une épaisseur en KTN de ~ 400 nm sera privilégiée. ii) Au contraire, si de fortes valeurs d'agilité associées à des pertes minimales sont indispensables à l'application visée, une épaisseur de KTN de ~ 1000 nm associée à un procédé complémentaire de structuration (voir paragraphe **IV.4** du **Chapitre IV**) du film ferroélectrique devra être utilisée.

Enfin, l'évaluation des constantes diélectriques (ε_r et $tan\delta_r$) extraites a été vérifiée par rétrosimulation. Pour les lignes de transmission, une très bonne adéquation mesures/rétrosimulations a été observée. Par contre, des écarts (principalement à la fréquence de résonance) ont été observés concernant les résonateurs à stub. La méthode d'extraction par transformation conforme présente donc des limites, principalement la non-prise en compte de la variation de l'intensité des champs bias et hyperfréquences dans l'épaisseur du film ferroélectrique. Cette raison pourrait être, entre autres, à l'origine des légers écarts observés entre mesures et retrosimulations de la structure résonante.

Références Bibliographiques

[1] **A. Le Febvrier**, *Couches Minces et Multicouches d'Oxydes Ferroélectrique (KTN) et Diélectrique (BZN) pour Applications en Hyperfréquences*, Thèse de l'Université de Rennes 1, **15 Oct. 2012**

[2] **P. R. Willmott, and J. R. Huber**, *Pulsed Laser Vaporization and Deposition*, Rev. Mo. Phys., vol. 72, no. 1, pp. 315-328, **Jan. 2000**

[3] **T. W. Hodapp, and P. R. Fleming**, *Modeling Topology Formation During Laser Ablation*, J. Appl. Phys., vol. 84, no. 1, pp. 577-583, **Juil. 1998**

[4] **Q. Simon**, *Croissance et Caractérisations de Couches Minces Ferroélectriques de $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ pour des Applications Hyperfréquences : Contribution à la Diminution des Pertes Diélectriques*, Thèse de l'Université de Rennes 1, **19 Nov. 2009**

[5] Société CrysTec Kristalletechnologie, CrysTec GmbH, Köpenicker Str. 325, D-12555 Berlin-Germany, http://www.crystec.de/daten/al2o3.pdf

[6] **A. Rousseau, V. Laur, S. Députier, V. Bouquet, M. Guilloux-Viry, G. Tanné, P. Laurent, F. Huret, and A. Perrin**, *Influence of Substrate on the Pulsed Laser Deposition Growth and Microwave Behaviour of $KTa_{0.6}Nb_{0.4}O_3$ Potassium Tantalate Niobate Ferroelectric Thin Films*, Thin Solid Films, vol. 516, no. 15, pp. 4882-4888, **Sep. 2007**

[7] **V. Laur, A. Rousseau, G. Tanné, P. Laurent, S. Députier, M. Guilloux-Viry, and F. Huret**, *$KTa_{0.6}Nb_{0.4}O_3$ Ferroelectric Thin Film Behavior at Microwave Frequencies for Tunable Applications*, IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control, vol. 53, no. 12, pp. 2280-2286, **Déc. 2006**

[8] **D. Rytz, and A. Châtelain**, *Elastic Properties in Quantum Ferroelectric $KTa_{1-x}Nb_xO_3$*, Phys. Rev. B, vol. 27, no. 11, pp. 6830-6840, **Fév. 1983**

[9] **A. Perrin, A. Rousseau, D. Fasquelle, V. Laur, V. Bouquet, S. Députier, P. Laurent, G. Tanné, F. Huret, J.-C. Carru, and M. Guilloux-Viry**, *Epitaxially Grown Ferroelectric Thin Films for Agile Devices*, Phase Transit., vol. 81, no. 7-8, pp. 643-665, **Juin 2008**

[10] **A. Rousseau, M. Guilloux-Viry, V. Bouquet, A. Perrin, G. Tanné, F. Huret, J. F. Seaux, D. Cros, and V. Madrangeas,** *Ferroelectric Thin Films for Applications in High Frequency Range*, Ferroelectr., vol. 316, pp. 7-12, **2005**

[11] **C.V. Varanasi, K.D. Leedy, D.H. Tomich, and G. Subramanyam**, *Large Area $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ Thin Films for Microwave Applications Deposited by Pulsed Laser Ablation*, Thin Solid Films, vol. 517, no. 9, pp. 2878-2881, **Mars 2009**

[12] **P. Sigmund**, *Recollections of Fifty Years with Sputtering*, Thin Solid Films, vol. 520, no. 19, pp. 6031-6049, **Juil. 2012**

[13] **A. Belkind, W. Song, and G. McDonough**, *Reactive Sputtering Using Dual-Anode Magnetron System*, 44th Annu. Tech. Conf. Proc., Philadelphia, pp. 130-135, **Avr. 2001**

[14] **D. R. Lide**, *Handbook of Chemistry and Physics*, 82ème Edition **2001-2002**, CRC Press LLC, chapitre 12

[15] **E.C. Jordan, K.G. Balmain**, *Electromagnetic Waves and Radiating Systems*, 2ème Edition **1968**, Prentice Hall, chapitre 5

[16] **R. C. Jaeger**, *Introduction to Microelectronic Fabrication: Volume 5 of Modular Series on Solid State Devices*, 2ème Edition **2002**, Prentice Hall, chapitre 2

[17] **G. Charlot**, *Les Réactions Chimiques en Solutions*, 6ème Edition **1969**, Masson

[18] **M. Pourbaix**, *Atlas d'Equilibres Electrochimiques*, 1ère Edition **1963**, Gauthier Villars

[19] **H. Jin, and R. Vahldieck**, *Calculation of frequency-dependent S-parameters of CPW air-bridges considering finite metallization thickness and conductivity*, IEEE MTT-S Int. Microw. Symp. Dig., vol. 1, pp. 207-210, **Juin 1992**

[20] **A. Davidson, K. Jones, and E. Strid**, *LRM and LRRM Calibrations with Automatic Determination of Load Inductance*, 36th ARFTG Conf. Dig. Fall, vol. 18, pp. 57-63, **Nov. 1990**

[21] **J. Zhang, and T. Y. Hsiang**, *Extraction of Subterahertz Transmission-line Parameters of Coplanar Waveguides*, Piers Online, vol. 3, no. 7, pp. 1102-1106, **2007**

[22] **T. Bollmeier, W. Biegel, B. Schey, B. Stritzker, W. Diete, T. Kaiser, and G. Müller**, *Large Area deposition of YBCO Films by Pulsed Laser Deposition for Microwave Applications*, J. Alloy. Compd, vol. 251, no. 1-2, pp. 176-178, **Avr. 1997**

[23] **S. Gevorgian, T. Martinsson, A. Deleniv, E.Kollberg, and I. Vendik,** *Simple and Accurate Dispersion Expression for the Effective Dielectric Constant of Coplanar Waveguides*, IEEE Proc. Microw. Antennas Propag., vol. 144, no. 2, pp. 145-148, **Avr. 1997**

[24] **C. Elissalde, and J. Ravez**, *Ferroelectric Ceramics: Defects and Dielectric Relaxations*, J. Mater. Chem., vol. 11, pp. 1957-1967, **Juin 2001**

[25] **S. Abadei, S. Gevorgian, C.-R. Cho, A. Grishin, J. Andreasson, and T. Lindback**, *DC Field Dependent Properties of $Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3/SiO_2/Si$ Structures at Millimeter-Wave Frequencies*, Appl. Phys. Lett., vol. 78, pp. 1900-1902, **Mars 2001**

[26] **S. Gevorgian,** *Ferroelectrics in Microwave Devices, Circuits and Systems: Physics, Modelling, Fabrication and Measurements*, 1ère Edition **2009**, Springer, chapitre 2

[27] **A. K. Tagantsev, V.O. Sherman, K.F. Astafiev, J. Venkatesh, and N. Setter,** *Ferroelectric Materials for Microwave Tunable Applications,* J. Electroceramics, vol. 11, no 1-2, pp. 5-66, **Nov. 2003**

[28] **A. B. Catalan, J. V. Mantese, A. L. Micheli, N. W. Schubring, and C. A. Wong**, *Effects of Sintering Temperature and Time on Grain Size and Dielectric Constant of Potassium Tantalum Niobate Films*, J. Am. Ceram. Soc., vol. 75, no. 11, pp. 3007-3010, **Nov. 1992**

[29] **Z. Zhao, V. Buscaglia, M. Viviani, M. T. Buscaglia, L. Mitoseriu, A. Testino, M. Nygren, M. Johnsson, and P. Nanni**, *Grain-Size Effects on the Ferroelectric Behavior of Dense Nanocrystalline $BaTiO_3$ Ceramics*, Phys. Rev. B, vol. 70, no. 2, pp. 024107–1-8, **Juil. 2004**

[30] **M. Dawber, K. M. Rabe, and J. F. Scott**, *Physics of Thin-Film Ferroelectric Oxides*, Reviews Mod. Phys., vol. 77, pp. 1083-1130, **Oct. 2005**

[31] **J. D. Baniecki, R. B. Laibowitz, T. M. Shaw, P. R. Duncombe, D. A. Neumayer, D. E. Kotecki, H. Shen, and Q. Y. Ma**, *Dielectric Relaxation of $Ba_{0.7}Sr_{0.3}TiO_3$ Thin Films From 1 mHz to 20 GHz*, Appl. Phys. Lett., vol. 72, pp. 498-500, **Jan. 1998**

[32] **B. Ouagague, H. B. El-Shaarawy, S. Pacchini, S. Payan, A. Rousseau, M. Maglione, and R. Plana**, *BST Tunability Study at DC and Microwave Frequencies by Using IDC and MIM Capacitors*, Microw. Conf. Asia-Pacific, pp. 1837-1840, **Déc. 2010**

[33] **P. M. Suherman, T. J. Jackson, Y. Y. Tse, I. P. Jones, R. I. Chakalova, M.J. Lancaster, and A. Porch**, *Microwave properties of $Ba_{0.5}Sr_{0.5}TiO_3$ thin film coplanar phase shifters*, J. Appl. Phys., vol. 99, pp. 104101–1-7, **Mai 2006**

[34] **F. Ponchel, J.-F. Legier, C. Soyer, D. Remiens, J. Midy, T. Lasri, and G. Guegan**, *Rigorous Extraction Tunability of Si-Integrated $Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$ Thin Film Up to 60 GHz*, Appl. Phys. Lett., vol. 96, no. 25, pp. 252906–1-3, **Juin 2010**

[35] **A.-G. Moussavou, S. Députier, A. Perrin, R. Sauleau, X. Castel, G. Legeay, R. Benzerga, K. Mahdjoubi, and M. Guilloux-Viry**, *$KTa_{0.5}Nb_{0.5}O_3$ Ferroelectric Thin Films Grown by Pulsed Laser Deposition: Structural Characteristics and Applications to Microwave Devices* , Physica Status Solidi (c), vol. 5, no. 10, pp. 3298-3303, **Juil. 2008**

[36] **Q. Simon, Y. Corredores, X. Castel, R. Benzerga, R. Sauleau, K. Mahdjoubi, A. Le Febvrier, S. Deputier, M. Guilloux-Viry, L. Zhang, P. Laurent, and G. Tanné**, *Highly Tunable Microwave Stub Resonator on Ferroelectric $KTa_{0.5}Nb_{0.5}O_3$ Thin Film*, Appl. Phys. Lett., vol. 99, no. 9, pp. 092904–1-3, **Août 2011**

[37] **A. Tombak, J.-P. Maria, F. T. Ayguavives, J. Zhang, G. T. Stauf, A. I. Kingon, and A. Mortazawi**, *Voltage-Controlled RF Filters Employing Thin-Film Barium-Strontium-Titanate Tunable Capacitors* , IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 51, no. 2, pp. 462-467, **Fév. 2003**

[38] **H. T. Su, P. M. Suherman, T. J. Jackson, F. Huang, and M. J. Lancaster**, *Novel Tunable Bandpass Filter Realized Using Barium-Strontium-Titanate Thin Films*, IEEE Trans. Microw. Theory and Tech., vol. 56, no. 11, pp. 2468-2473, **Nov. 2008**

[39] **F. Ponchel, J.-F. Legier, C. Soyer, D. Remiens, J. Midy, T. Lasri, and G. gueguan**, *Rigorous Extraction Tunability of Si-integrated $Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$ Thin Film up to 60 GHz*, Appl. Phys. Lett., vol. 96, no. 25, pp. 252906–1-3, **Juin 2010**

[40] **J. Papapolymerout, C. Lugo, Z. Zhao, X. Wang, and A. Hunt**, *A Miniature Low-Loss Slow-Wave Tunable Ferroelectric BandPass Filter From 11- 14 GHz*, IEEE MTT-S Int. Microw. Symp. Dig., pp. 556-559, **Juin 2006**

[41] **F. A. Miranda, G. Subramanyam, F.-W. V. Keuls, R. R. Romanofsky, J. D. Warner, and C. H. Mueller,** *Design and Development of Ferroelectric Tunable Microwave Components for Ku- and K-Band Satellite Communication Systems*, IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 48, no. 7, pp. 1181-1189, **Juil. 2000**

[42] **G. Subramanyam, A. Zaman, N. Mohsina, F. W. Van Keuls, F. A. Miranda, and R. R. Romanofsky**, *A Narrow-band Ferroelectric Tunable Bandpass Filter for K-band Applications*, Microw. Conf. Asia-Pacific, pp. 938-941, **Déc. 2000**

[43] **P. M. Suherman, T. J. Jackson, Y. Y. Tse, I. P. Jones, R. I. Chakalova, M. J. Lancaster, and A. Porch**, *Microwave properties of $Ba_{0.5}Sr_{0.5}TiO_3$ thin film coplanar phase shifters*, J. Appl. Phys., vol. 99, pp. 104101–1-7, **Mai 2006**

[44] **E. Carlsson, and S. Gevorgian**, *Conformal Mapping of the Field and Charge Distributions in Multilayered Substrate CPW's*, IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 47, no. 8, pp. 1544-1552 **Août 1999**

[45] **R. S. Kwok, D. Zhang, Q. Huang, T. S. Kaplan, J. Lu, and G.-C. Liang**, *Superconducting Quasi-Lumped Element Filter on R-plane Sapphire*, IEEE Trans. Microw. Theory and Tech., vol. 47, no. 5, pp. 586-591, **Mai 1999**

CHAPITRE IV

AMELIORATION DES PERFORMANCES DES DISPOSITIFS ACCORDABLES

IV.1 Introduction

Dans le **Chapitre III**, nous avons démontré l'intérêt de l'utilisation du matériau ferroélectrique KTN. En effet, dans les dispositifs hyperfréquences réalisés (lignes de transmission et résonateurs à stub), ce matériau présente une excellente accordabilité. En revanche, ses pertes intrinsèques, limitent ses applications potentielles au niveau industriel. Par conséquent, nos recherches se sont focalisées par la suite sur la réduction de ces pertes, tout en cherchant à conserver l'excellente accordabilité des dispositifs.

Dans la littérature, la réduction des pertes des matériaux ferroélectriques est le sujet de nombreuses études [1 - 10]. Des progrès importants ont été publiés en relation avec le matériau BST. Néanmoins, ces progrès sont majoritairement réalisés à basses fréquences (~ MHz) [3 - 5] ; à plus hautes fréquences, la réduction des pertes reste limitée. Par exemple, la tangente de pertes $tan\delta_r$ d'un film de $Ba_{0,5}Sr_{0,5}TiO_3$ déposé sur substrat de MgO évolue de 0,082 à 0,080 et à 0,078 (à 15 GHz) après un dopage au magnésium (Mg) et au potassium (K), respectivement [6]. La réduction des pertes intrinsèques des matériaux améliore évidement les performances des dispositifs. Cependant, cette réduction est souvent accompagnée d'une réduction de la valeur de la permittivité relative ε_r. Dans cette même étude [6], une évolution de ε_r de 275 à 260 et à 245 (après le dopage au magnésium et au potassium, respectivement) est observée. Par ailleurs, F. A. Miranda et *al*. [7] ont montré une réduction des pertes dans un dispositif agile en localisant un film de $SrTiO_3$ dans la zone active d'un résonateur à anneau (niveau de réjection égale à -50 dB). La localisation des films ferroélectriques a aussi été étudiée par G. Houzet et *al.* [8], où le matériau BST était gravé chimiquement afin d'être localisé sous la capacité interdigitée (IDC) connectée à une ligne de transmission chargée par des *Spling Ring Resonators* (SRR) (niveau de réjection égale à -5 dB). En ce qui concerne le matériau ferroélectrique KTN, une réduction de ses pertes intrinsèques a été présentée par Q. Simon et *al.* [9] grâce au dopage par MgO (évolution de $tan\delta_r$ de 0,211 à 0,079 à 12,5 GHz) et par J.-M. Le Floch et *al.* [10] via l'utilisation d'une couche tampon de $KNbO_3$ ($tan\delta_r$ évolue de 0,095 à 0,042 à 12,25 GHz).

Dans ce chapitre, la réduction des pertes dans les dispositifs hyperfréquences a été étudiée et testée via différents moyens : i) fabrication de structures coplanaires multicouches

(KTN/BZN) ; ii) utilisation de couches tampon de $KNbO_3$; et iii) localisation du matériau KTN dans la (es) zone(s) active(s) du dispositif par microgravure laser.

IV.2 Bicouches de KTN et BZN

Comme mentionné dans le **Chapitre I**, l'oxyde $Bi_{1,5-x}Zn_{1-y}Nb_{1,5}O_{7-\delta}$ est un diélectrique présentant des permittivités intéressantes et surtout de très faibles pertes diélectriques [11 - 13]. C'est pourquoi l'intégration de ce matériau relaxeur dans des dispositifs à base de KTN serait prometteuse (réduction des pertes, conservation de l'agilité et miniaturisation des dispositifs). Avant la réalisation des dispositifs sur des hétérostructures de type bicouche, une étude préliminaire du matériau diélectrique BZN déposé en couche mince a été engagée. L'objectif de cette étude est de déterminer les caractéristiques diélectriques de ce matériau. Rappelons que l'obtention de ces informations est fondamentale dans la conception et la compréhension des comportements des futurs dispositifs hyperfréquences.

IV.2.1 Etude des films de BZN

Les films de BZN ont été synthétisés par ablation laser pulsé (*PLD*) et caractérisés à l'Institut de Sciences Chimiques de Rennes. Tout d'abord, une cible frittée de composition $Bi_{1,5}Zn_{0,9}Nb_{1,5}O_{7-\delta}$ a été synthétisée par voie céramique à partir des oxydes précurseurs : Bi_2O_3 (*Alpha Aesar*, 99%), ZnO (*Alpha Aesar*, 99,5%) et Nb_2O_5 (*Alpha Aesar*, 99,9%) [14]. Les couches minces déposées à partir de cette cible possèdent la composition suivante : $Bi_{1,3}Zn_{0,5}Nb_{1,5}O_{7-\delta}$. Pour synthétiser les couches minces de BZN de composition $Bi_{1,3}Zn_{0,7}Nb_{1,5}O_{7-\delta}$, une nouvelle cible a été utilisée en ajoutant aux oxydes précurseurs un excès de 20% (molaire) de Zn. Enfin, concernant le dépôt des films de BZN de composition $Bi_{1,5}Zn_{0,9}Nb_{1,5}O_{7-\delta}$, une deuxième cible a été synthétisée en ajoutant les excès suivants : 10% (molaire) de Bi et 40 % (molaire) de Zn. Les paramètres d'utilisation du laser à excimères KrF (λ = 248 nm) sont : énergie laser = 210 mJ, fréquence laser = 2 Hz et distance cible-substrat 55 mm. Les conditions de dépôt, ainsi que les caractéristiques des films, sont regroupées dans le **Tableau IV.1**. Les films de BZN cristallisent dans la structure pyrochlore et sont épitaxiés suivant l'orientation (100). Ils présentent aussi des orientations secondaires très minoritaires (111) et (110), comme le montrent les diagrammes de diffraction de rayons X

(**Figure IV.1**). Les épaisseurs des films de BZN ont été mesurées par ellipsométrie spectroscopique et par microscopie électronique à balayage après clivage d'un bord du film [14]. Deux substrats différents ont été utilisés : $LaAlO_3$ $(100)_{pc}$ et le saphir orienté R.

Tableau IV.1

Principales caractéristiques des films minces de BZN utilisés dans cette étude

Échantillon	Épaisseur (nm)	Substrat (mm)	$T_{dépôt}$ (ºC)	$P_{dépôt}$ (mbar) d'O_2	T_{recuit} (ºC)	Composition	Etat Cristallin	*Rocking curve* Δω (400)
L9	350	$LaAlO_3$ (0,5)	600	0,3	-	$Bi_{1,3}Zn_{0,5}Nb_{1,5}O_{7-\delta}$	Épitaxié	0,75º
L10	380				500 (2h sous O_2)			0,89º
L41	420	Saphir R (0,5)	700		-			0,25º
L49	400			0,7				0,40º
L50	410							0,50º
L51	525					$Bi_{1,3}Zn_{0,7}Nb_{1,5}O_{7-\delta}$		0,40º
L53	440							0,30º

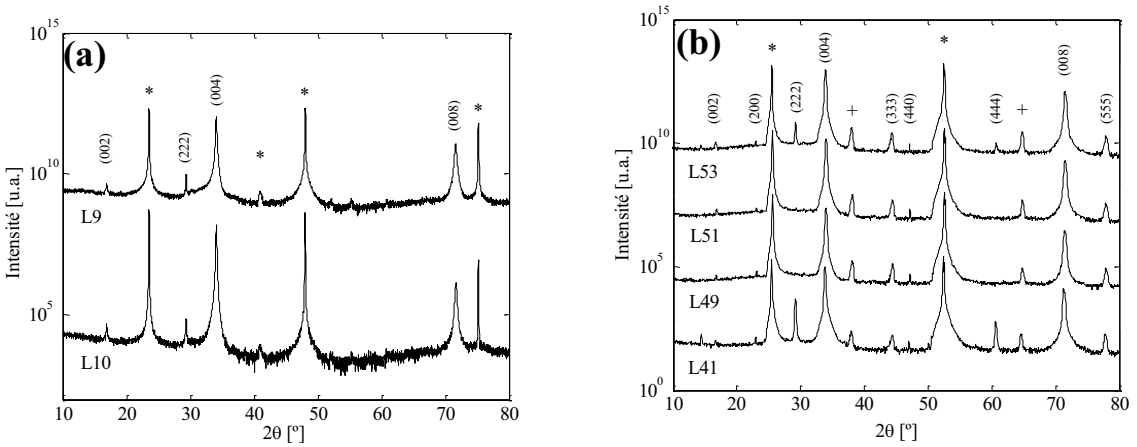
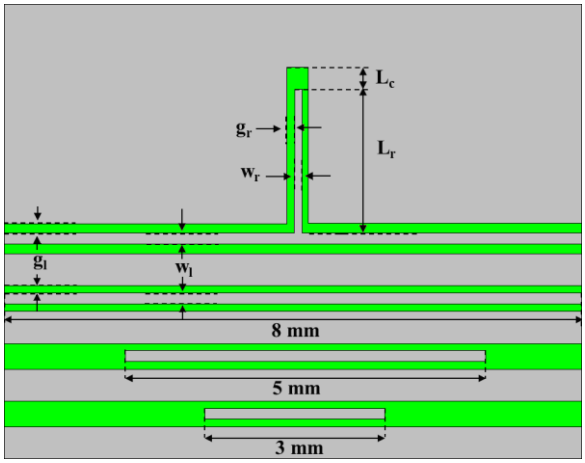


Figure IV.1. Diagrammes de diffraction de rayons X en mode θ - 2θ des différents films de BZN déposés sur (a) substrat de $LaAlO_3$ et (b) substrat de saphir R. Les pics marqués (*) correspondent au substrat et celles (+) au porte-substrat

La caractérisation du matériau BZN dans la gamme hyperfréquences (1 GHz - 40 GHz) est réalisée avec des lignes de transmission et des résonateurs à stub en structure coplanaire (**Figure IV.2**). Les dispositifs imprimés sur BZN sont réalisés en utilisant le même procédé de fabrication que celui présenté dans le paragraphe **III.2** pour la réalisation des dispositifs sur KTN : une métallisation par pulvérisation cathodique RF (5 nm de titane et 2 µm d'argent), suivie d'une photolithographie et gravure humide, et finalement l'intégration des ponts à air. Les dispositifs sur BZN sont par la suite mesurés à l'aide de la station sous pointes *Karl Süss* du Lab-STICC et en les soumettant à 5 valeurs de tension bias. Le masque et

les dimensions théoriques des lignes et des résonateurs imprimés sur les films de BZN sont présentés **Figure IV.2**.



	BZN sur $LaAlO_3$	BZN sur saphir
g_l	55 µm	60 µm
w_l	30 µm	40 µm
g_r	10 µm	10 µm
w_r	20 µm	20 µm
L_r	2000 µm	2600 µm
L_c	100 µm	100 µm

Figure IV.2. Dimensions des masques souples utilisés pour la réalisation des dispositifs imprimés sur les films minces de BZN

Les dimensions réelles des dispositifs après leur fabrication sont regroupées dans le **Tableau IV.2**.

Tableau IV.2

Dimensions réelles des dispositifs utilisés pour la caractérisation des films de BZN

Échantillon	Epaisseur BZN (nm)	g, w, g_r, w_r, l_r (µm)	$E_{bias\ max}$ lignes (kV/cm)	$E_{bias\ max}$ stub (kV/cm)
L9	350	60, 27, 16, 17, 2000	20	75
L10	380	57, 28, 15, 17, 2000	21	80
L41	420	49, 59, 17, 16, 2600	24	70
L49	400	51, 51, 18, 10, 2600	23	66
L50	410	52, 51, 15, 12, 2600	23	80
L51	525	54, 48, 17, 11, 2600	22	70
L53	440	50, 51, 17, 10, 2600	24	70

Dans les chapitres précédents, des paramètres ont été définis pour évaluer les performances des lignes de transmission et des résonateurs à stub. Afin de faciliter la lecture du manuscrit, ces paramètres sont encore une fois présentés ci-après :

i) Pertes d'insertion d'une ligne de transmission :

$$IL_L(dB/cm) = -10 \times \left(\frac{10}{l_{ligne}(mm)} \right) \times \log_{10} \left| \frac{|S_{21}|^2}{1-|S_{11}|^2} \right| \qquad \text{(IV.1)}$$

ii) Pertes globales d'une ligne de transmission :

$$PG_L = 1 - |S_{11}|^2 - |S_{21}|^2 \quad \text{(IV.2)}$$

iii) Agilité de la permittivité relative ε_r du matériau sous test :

$$\eta_r(\%) = \frac{|\varepsilon_r(E_{bias} = 0kV/cm) - \varepsilon_r(E_{bias})|}{\varepsilon_r(E_{bias} = 0kV/cm)} \times 100 \quad \text{(IV.3)}$$

iv) Pertes globales du résonateur à stub :

$$PG_S = 1 - |S_{11}|^2 - |S_{21}|^2 \quad \text{(IV.4)}$$

v) Agilité en fréquence du résonateur à stub :

$$T_S(\%) = \frac{|F_r(E_{bias} = 0kV/cm) - F_r(E_{bias})|}{F_r(E_{bias} = 0kV/cm)} \times 100 \quad \text{(IV.5)}$$

vi) Facteur de Mérite du résonateur à stub :

$$FoM_s = \frac{T_S}{PG_S(F_r)} \quad \text{(IV.6)}$$

Les paramètres S_{ij} d'une ligne de transmission 50 Ω de longueur 5 mm et imprimée sur un film de BZN/Saphir R d'épaisseur 525 nm (L51) sont présentés **Figure IV.3**. Le paramètre de réflexion S_{11} reste inférieur à -20 dB, signature de la bonne adaptation de la ligne. La faible valeur du paramètre S_{21} (< -0,8 dB) met en évidence les faibles pertes de la ligne de transmission. Par contre, une même réponse de la ligne avec et sans champ électrique externe appliqué dévoile que sous un faible champ $E_{bias\ \max}$ = 22 kV/cm, la ligne de transmission déposée sur le matériau BZN ne présente pas d'agilité. Ce même résultat est observé sur tous les échantillons de BZN, à compositions, épaisseurs et substrats différents. Les pertes globales et les pertes d'insertion de la ligne de transmission imprimée sur BZN/Saphir R et une autre imprimée directement sur saphir R nu sont présentées **Figure IV.4**. Des pertes globales similaires sont observées pour les deux lignes. Ce comportement laisse entrevoir une faible valeur de tangente de pertes du matériau BZN. Par ailleurs, notons une différence entre les pertes d'insertion des deux échantillons. Elle peut être due à la largeur de ligne (w_l) moins importante dans le cas de l'échantillon imprimé sur BZN (w_l = 40 µm) comparativement à celle imprimée sur saphir R nu (w_l = 74 µm).

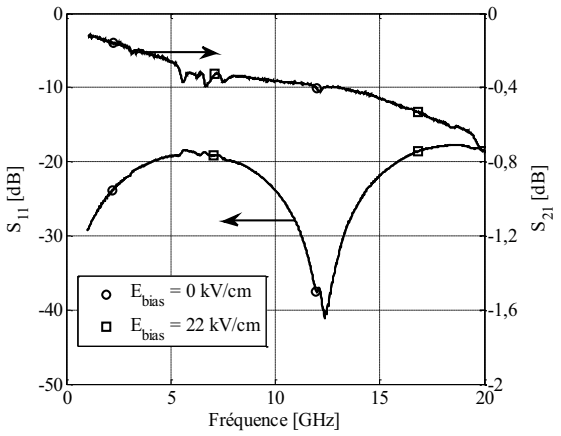


Figure IV.3. Evolution des paramètres de répartition S_{ij} d'une ligne de transmission de longueur 5 mm imprimée sur un film de BZN/Saphir R de 525 nm d'épaisseur

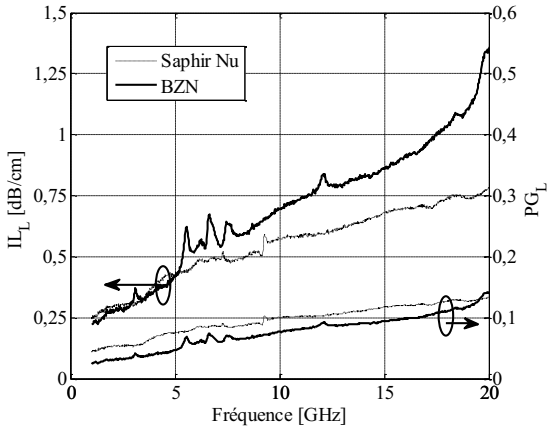


Figure IV.4. Pertes globales et pertes d'insertion (PG_L& IL_L) d'une ligne de transmission imprimée sur saphir R nu et sur un film de BZN/Saphir R de 525 nm d'épaisseur

Les constantes diélectriques du matériau BZN peuvent être extraites à partir des paramètres S_{ij} en utilisant les méthodes analytiques présentées dans le paragraphe **II.3**. Comme expliqué dans le paragraphe **II.3.4**, dès que les films minces présentent des pertes diélectriques très faibles (~10^{-4} [11]), la méthode de transformation conforme [15] ne permet plus d'extraire $tan\delta_r$; cette limitation a déjà été mise en évidence avec le substrat de saphir R nu dans le **Chapitre III**. Sachant que le matériau BZN présente aussi de faibles pertes diélectriques, elles ne peuvent donc pas être extraites. C'est pourquoi, dans la suite de ce chapitre, seule la tangente effective de pertes de l'hétérostructure sera précisée. Cependant, comme présenté dans l'**Annexe III**, les pertes diélectriques intrinsèques du matériau BZN ($tan\delta_r$) semblent toutefois proches d'une valeur égale à 10^{-2} à 10 GHz (résultat déduit de rétrosimulations réalisées sur résonateur à stub).

Le matériau BZN déposé en couche mince est doté d'une valeur de permittivité relative moyenne proche de 85 à 10 GHz (**Figure IV.5**). Cette valeur présente aussi une décroissance importante entre 1 GHz et 5 GHz. Notons que ce même phénomène a été observé avec le matériau KTN (paragraphe **III.3.2.2**). Au-delà de 10 GHz, la permittivité relative varie peu. Concernant les pertes de l'hétérostructure, elles diminuent avec la fréquence. Ce comportement est à imputer aux pertes par effet de peau, qui sont conséquentes aux fréquences de travail inférieures à 5 GHz. Rappelons qu'une métallisation de 2 µm d'argent a été choisie et elle correspond à trois fois l'épaisseur de peau à 10 GHz. Notons aussi que $tan\delta_{eff}$ n'intègre pas les pertes par désadaptation et les pertes par rayonnement. $Tan\delta_{eff}$ dépend exclusivement des tangentes de pertes intrinsèques des matériaux constituant l'hétérostructure, à savoir : l'air, le métal, la couche de BZN et le substrat [16]. La **Figure IV.6** présente, quant à elle,

l'évolution de l'impédance caractéristique de la ligne de transmission en fonction de la fréquence. Elle reste voisine de 55 Ω, ce qui confirme sa bonne adaptation.

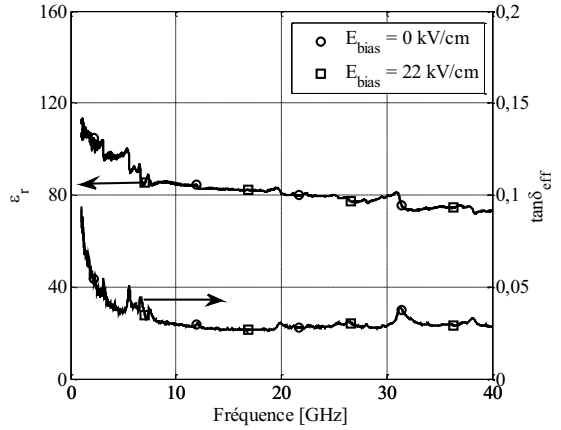


Figure IV.5. Permittivité relative (ε_r) d'un film de BZN de 525 nm d'épaisseur et tangente effective de pertes ($tan\delta_{eff}$) d'une ligne de transmission imprimée sur le même film de BZN/Saphir R

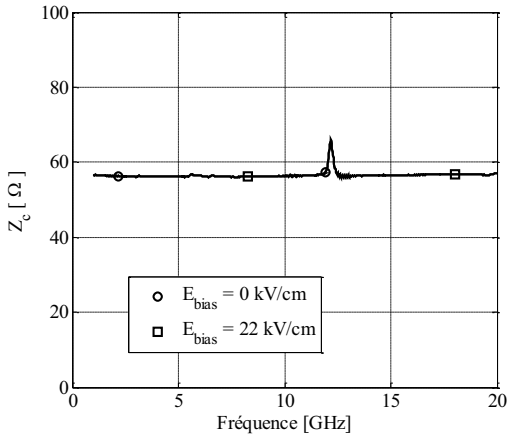


Figure IV.6. Impédance caractéristique d'une ligne de transmission imprimée sur le film de BZN/Saphir R de 525 nm d'épaisseur

La variation des permittivités relatives des films de BZN en fonction de la fréquence est fournie **Figure IV.7a**. Ces films présentent une valeur de ε_r, comprise entre 40 et 140 à 10 GHz. Les films de BZN de composition identique et déposés sur un même substrat dans les mêmes conditions expérimentales présentent une valeur de permittivité relative identique (échantillons L49 et L50 avec $\varepsilon_r \sim 40$ à 10 GHz et échantillons L51 et L53 avec $\varepsilon_r \sim 85$ à 10 GHz). Les films déposés sur substrat de saphir R et de composition $Bi_{1,3}Zn_{0,7}Nb_{1,5}O_{7-\delta}$ (L51 et L53) présentent une valeur de permittivité supérieure à celle des films de composition $Bi_{1,3}Zn_{0,5}Nb_{1,5}O_{7-\delta}$ (L49 et L50). Cependant, le film élaboré avec cette dernière composition à plus faible pression d'oxygène (0,3 mbar, L41) fournit la valeur de permittivité relative la plus élevée ($\varepsilon_r \sim 130$ à 10 GHz). Enfin, le recuit réalisé sur l'échantillon déposé sur $LaAlO_3$ altère légèrement la valeur de ε_r ($\varepsilon_r \sim 75$ sans recuit et $\varepsilon_r \sim 65$ après recuit), sans doute lié à la diffusion de l'aluminium au sein de la couche mince [17]. Dans la **Figure IV.7b**, sont tracées les pertes effectives des lignes de transmission imprimées sur les différents échantillons. Ces structures présentent des pertes effectives similaires (entre ~ 0,02 et ~ 0,03), ce qui se traduira par des valeurs de pertes intrinsèques proches pour les différents films de BZN.

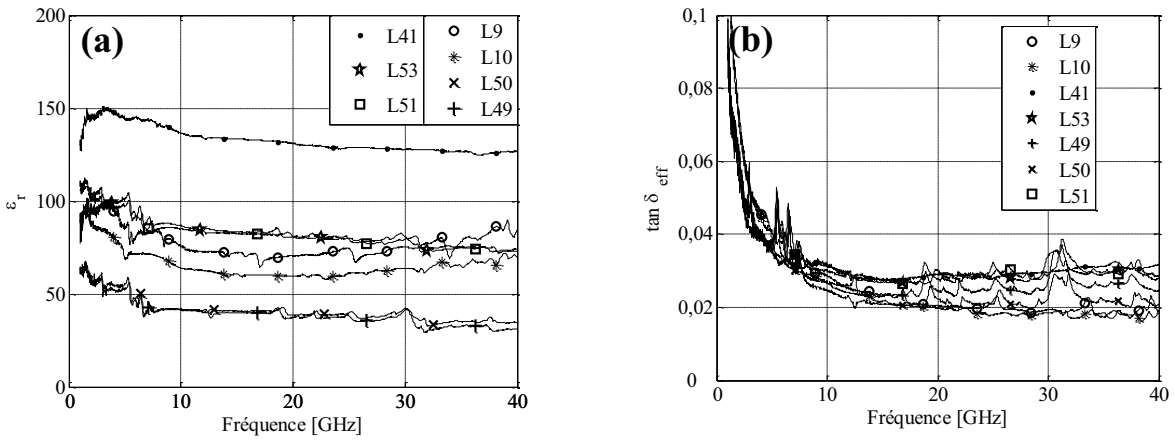


Figure IV.7. (a) Permittivité relative (ε_r) du matériau BZN déposé en couche mince et (b) tangente effective de pertes ($tan\delta_{eff}$) des hétérostructures BZN/$LaAlO_3$ et BZN/Saphir R en fonction de la fréquence

Pour mettre en évidence l'agilité en fréquence (T_S) éventuelle d'un dispositif déposé sur le matériau diélectrique BZN, une structure résonante (résonateur à stub) a été fabriquée et mesurée. Les paramètres S_{ij} mesurés avec et sans champ E_{bias} (**Figure IV.8)** montrent que sous champ électrique modéré (70 kV/cm), aucune agilité n'est observée. Ce résultat était attendu, car des études avaient souligné la variation de la permittivité relative (ε_r) sous de très forts champs bias (E_{bias} ~ 1 MV/cm) [18]. Les pertes globales du résonateur, quant à elles, ne varient pas non plus sous l'action du champ E_{bias} (**Figure IV.9**). Une valeur de PG_S égale à 0,26 est calculée à 10 GHz, ce qui souligne une nouvelle fois la faible $tan\delta_r$ attendue pour le matériau BZN.

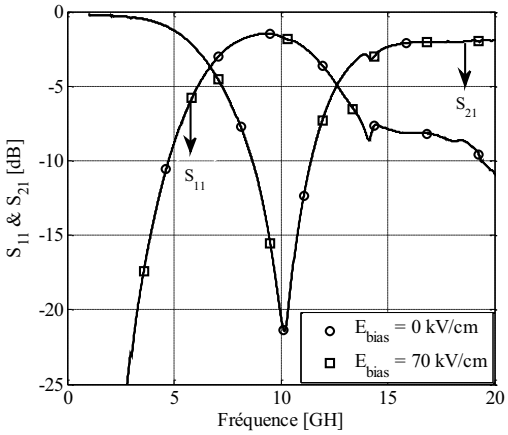


Figure IV.8. Paramètres S_{ij} d'un résonateur à stub imprimé sur un film de BZN/Saphir R de 525 nm d'épaisseur

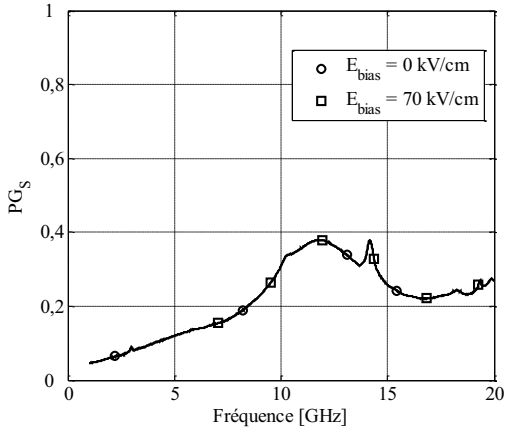


Figure IV.9. Pertes globales (PG_S) d'un résonateur à stub imprimé sur un film de BZN/Saphir R de 525 nm d'épaisseur

Même si le matériau BZN ne présente pas d'agilité aux intensités maximales de champ électrique que nous appliquons, sa permittivité relative moyenne et ses faibles pertes

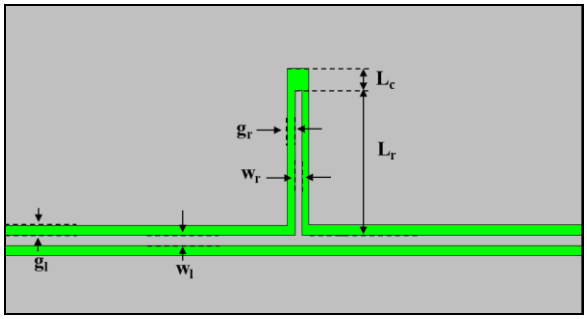
diélectriques sont des atouts indéniables pour la miniaturisation des dispositifs hyperfréquences à faibles pertes.

IV.2.2 Etude des hétérostructures bicouches KTN et BZN

Dans les chapitres précédents, le matériau ferroélectrique KTN a montré une très forte accordabilité en fréquence sous champ E_{bias} modéré, avec cependant des pertes conséquentes. Dans l'étude précédente, nous avons démontré que le matériau BZN ne présente pas d'agilité sous ce même champ électrique modéré, mais qu'il est doté d'une permittivité relative moyenne et de pertes diélectriques très faibles. C'est pourquoi l'intégration d'hétérostructure bicouche (KTN + BZN) a été envisagée afin de limiter les pertes globales du dispositif hyperfréquence conçu, tout en conservant sa miniaturisation et son accordabilité.

Dans un premier temps, des études numériques ont été engagées avec le logiciel de simulation électromagnétique HFSS^{TM}. La structure résonante (résonateur à stub) a été retenue car elle permet d'évaluer l'agilité en fréquence et les pertes, qui sont les deux critères significatifs des dispositifs accordables conçus.

Deux hétérostructures différentes ont été simulées à partir des matériaux KTN et BZN. Une première configuration où le matériau BZN est déposé à la surface du matériau ferroélectrique (BZN/KTN/Substrat) et la seconde avec la disposition opposée (KTN/BZN/Substrat). Dans les deux cas, le substrat utilisé est le substrat de saphir (h_s = 0,5 mm, ε_s = 10, $tan\delta_s = 10^{-4}$). Les couches minces sont dotées des caractéristiques suivantes : pour le matériau KTN (ε_r = 700 - 200 $tan\delta_r$ = 0,25 [19]) et pour le matériau BZN (ε_r = 100, $tan\delta_r = 10^{-2}$). La géométrie et les dimensions du dispositif imprimé sur une monocouche de KTN ont été transposées (**Figure IV.10**) à celles des hétérostructures bicouche. Ce choix est imposé en raison de la permittivité effective de la structure bicouche (KTN/BZN ou BZN/KTN) qui tend vers celle de la structure monocouche KTN. En effet, la très forte valeur de la permittivité relative de KTN, comparée à celle de BZN, justifie ce choix. De ce fait, les dimensions sont : g_l = 50 µm, w_l = 40 µm, g_r = 14 µm, w_r = 14 µm, L_r = 1520 µm, L_c = 100 µm. Les simulations ont été réalisées avec un ΔS = 0,02 (afin de limiter le temps de calcul), une largeur de port minimale de $3\times(2g_l+w_l)$ et dans la gamme de fréquence de 1 GHz à 20 GHz.



	BZN/KTN ou KTN/BZN
g_l	50 µm
w_l	40 µm
g_r	14 µm
w_r	14 µm
L_r	1520 µm
L_c	100 µm

Figure IV.10. Dimensions utilisées pour la simulation des dispositifs multicouches BZN/KTN ou KTN/BZN

IV.2.2.1 Simulations numériques de l'hétérostructure BZN/KTN/Saphir

La **Figure IV.11** présente l'hétérostructure bicouche avec la couche de BZN déposée à la surface de la couche de KTN, le substrat utilisé est le substrat de saphir.

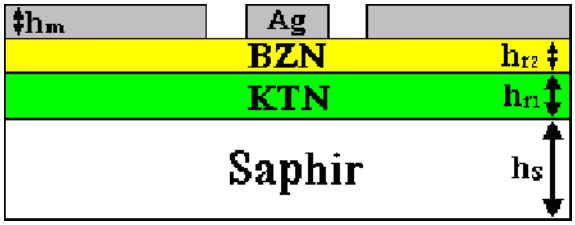


Figure IV.11. Schéma de l'hétérostructure avec le matériau BZN déposé à la surface du matériau ferroélectrique KTN

La **Figure IV.12** présente les paramètres de répartition S_{ij} de deux résonateurs à stub, l'un imprimé sur une bicouche BZN/KTN/Saphir, avec les deux films de KTN et de BZN d'épaisseur égale à 1000 nm et l'autre de référence imprimé sur une monocouche de KTN d'épaisseur 1000 nm (avec par conséquent $ép_{BZN} = 0$ nm). L'amplitude du paramètre de réflexion S_{11} se déplaçant très légèrement vers 0 dB après l'introduction de la couche de BZN (1000 nm), une très faible réduction des pertes globales du résonateur est attendue (PG_S évolue de 0,68 à 0,59 après l'introduction du film de BZN avec $\varepsilon_{r(KTN)} = 200$) (**Figure IV.12a** et **Tableau IV.3**). Cette faible réduction est expliquée par la plus forte proportion de champ hyperfréquence dans le matériau à faible pertes (BZN) comparativement à celle dans le matériau KTN. En ce qui concerne les paramètres de transmission S_{21}, les fréquences de résonance (F_r) présentent des évolutions distinctes :

- Premièrement, quand KTN possède la permittivité relative $\varepsilon_r = 700$ (sans polarisation) et qu'il n'y a pas de couche de BZN ($ép_{BZN} = 0$ nm), une grande partie du champ hyperfréquence est concentrée dans la couche à forte permittivité relative ($\varepsilon_r = 700$) et une

moindre partie dans le substrat à faible permittivité relative ($\varepsilon_s = 10$), ce qui fournit à l'hétérostructure une forte valeur de permittivité effective (ε_{eff} = 44,5). En revanche, après l'insertion d'une épaisseur de BZN de 1000 nm, la permittivité effective présente une valeur moindre (ε_{eff} = 42,2) car une grande partie du champ hyperfréquence est concentrée dans la couche à permittivité relative moyenne ($\varepsilon_r = 100$). Comme la fréquence de résonance du résonateur à stub est inversement proportionnelle à la permittivité effective de l'hétérostructure, alors dans le premier cas : F_r = 7,4 GHz (ép_{BZN} = 0 nm et ε_{eff} = 44,5) et dans le deuxième cas : F_r = 7,6 GHz (ép_{BZN} = 1000 nm et ε_{eff} = 42,2) (**Tableau IV.3** et **Figure IV.12b**).

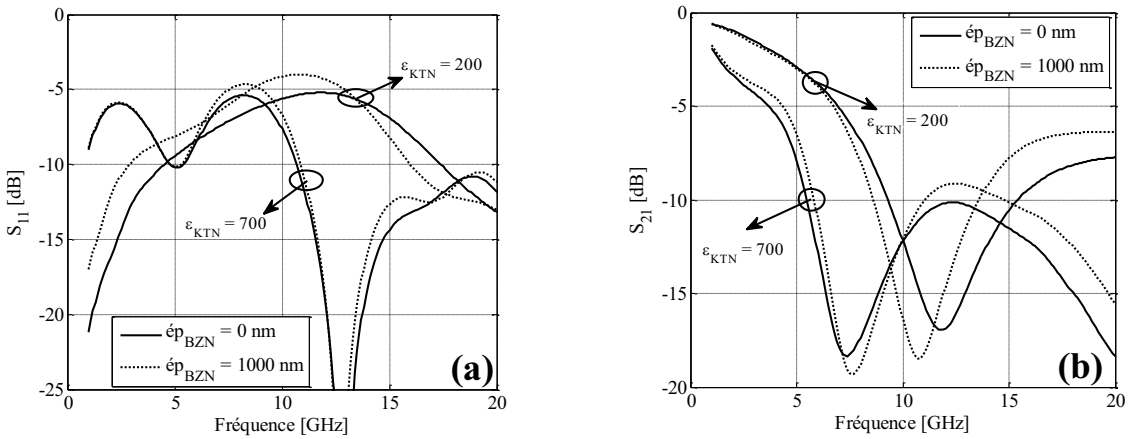


Figure IV.12. Paramètres S_{11} (a) et S_{21} (b) de résonateurs à stub imprimés sur : BZN(0 nm)/KTN(1000 nm)/Saphir et BZN(1000 nm)/KTN(1000 nm)/Saphir avec ε_r de KTN évoluant de 700 à 200

Tableau IV.3

Paramètre de réflexion (S_{11}), permittivité effective (ε_{eff}), fréquence de résonance (F_r), pertes globales (PG_S) et agilité (η_{eff} et T_S) des hétérostructures BNZ/KTN/Saphir

Epaisseur BZN (nm)	$\varepsilon_{r\ (KTN)}$ = 700				$\varepsilon_{r\ (KTN)}$ = 200				Agilité	
	S_{11} (dB)	ε_{eff}	F_r (GHz)	$PG_S(F_r)$	S_{11} (dB)	ε_{eff}	F_r (GHz)	$PG_S(F_r)$	η_{eff} (%)	T_S (%)
0	-5,8	44,5	7,4	0,72	-5,2	17,5	11,8	0,68	61	59
1000	-4,9	42,2	7,6	0,67	-4,0	20,9	10,8	0,59	50	42

- Deuxièmement, lorsque la permittivité relative du matériau KTN diminue sous l'action d'une polarisation ($\varepsilon_r = 200$,) et qu'il n'y a pas de couche de BZN (ép_{BZN} = 0 nm), la valeur de la permittivité effective de l'hétérostructure diminue en conséquence (ε_{eff} = 17,5). En revanche, en présence de la couche de BZN, la valeur de permittivité effective de l'hétérostructure diminue moins en relatif (ε_{eff} = 20,9) car une épaisseur de BZN équivalente à celle de KTN avec une permittivité relative voisine ($\varepsilon_r = 100$) est intégrée à l'hétérostructure.

Dans le premier cas, ε_{eff} induit une fréquence de résonance F_r = 11,8 GHz et l'augmentation de ε_{eff} dans le deuxième cas, conduit à une valeur F_r = 10,8 GHz (**Tableau IV.3** et **Figure IV.12b**).

La variation des fréquences de résonance des deux structures simulées permet d'obtenir une agilité en fréquence notable T_S = 42% après intégration de la couche de BZN tout en limitant les pertes globales (PG_S = 0,59), comparativement à l'agilité et aux pertes globales obtenues avec la monocouche de KTN (T_S = 59% et PG_S = 0,68).

IV.2.2.2 Simulations numériques de l'hétérostructure KTN/BZN/Saphir

La **Figure IV.13** présente l'hétérostructure bicouche avec la couche de KTN déposée à la surface de la couche de BZN, le substrat utilisé étant toujours le substrat de saphir.

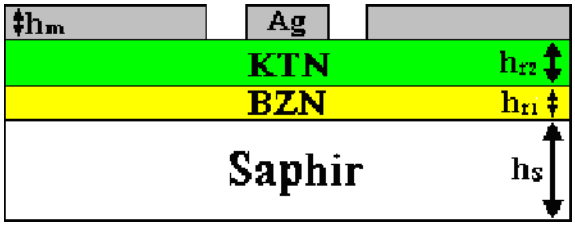


Figure IV.13. Schéma de l'hétérostructure avec le matériau ferroélectrique KTN déposé à la surface du matériau BZN

La **Figure IV.14** présente les paramètres de répartition S_{ij} de deux résonateurs à stub, l'un imprimé sur une bicouche KTN/BZN/Saphir, avec les deux films de KTN et de BZN d'épaisseur égale à 1000 nm et l'autre de référence imprimé sur une monocouche de KTN d'épaisseur 1000 nm (et par conséquent, $ép_{BZN}$ = 0 nm). Pour ce cas d'étude, l'introduction de la couche de BZN (1000 nm) modifie peu l'amplitude du paramètre de réflexion S_{11} (**Figure IV.14a** et **Tableau IV.4**). C'est-à-dire que la réduction des pertes reste faible (PG_S = 0,62 avec $\varepsilon_{r(KTN)}$ = 200). Ce résultat est expliqué par la plus forte proportion de champ hyperfréquence concentré dans le matériau KTN ($tan\delta_r$ conséquent) contrairement à la configuration BZN/KTN/Saphir où le champ était tout d'abord en contact avec le film de BZN.

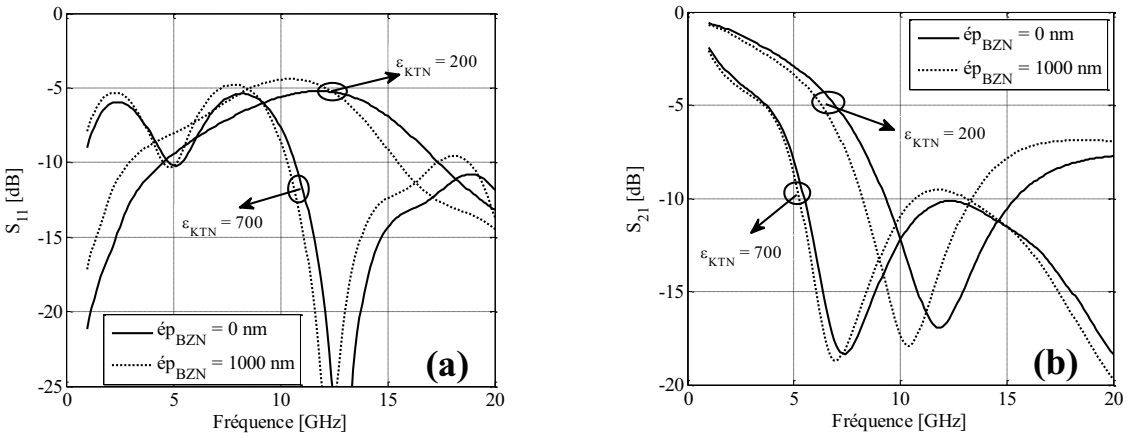


Figure IV.14. Paramètres S_{11} (a) et S_{21} (b) de résonateurs à stub imprimés sur KTN(1000 nm)/BZN(0 nm)/Saphir et KTN(1000 nm)/BZN(1000 nm)/Saphir avec ε_r de KTN évoluant de 700 à 200

Tableau IV.4

Paramètre de réflexion (S_{11}), permittivité effective (ε_{eff}), fréquence de résonance (F_r), pertes globales (PG_S) et agilité (η_{eff} et T_S) des hétérostructures KTN/BNZ/Saphir

Epaisseur BZN (nm)	ε_r (KTN) = 700				ε_r (KTN) = 200				Agilité	
	S_{11} (dB)	ε_{eff}	F_r (GHz)	$PG_S(F_r)$	S_{11} (dB)	ε_{eff}	F_r (GHz)	$PG_S(F_r)$	η_{eff} (%)	T_S (%)
0	-5,8	44,5	7,4	0,72	-5,2	17,5	11,8	0,68	61	59
1000	-5,2	49,7	7,0	0,69	-4,4	22,5	10,4	0,62	55	49

Dans ce nouveau type d'hétérostructure, les paramètres de transmission S_{21} et les fréquences de résonance (F_r) présentent une évolution similaire. En l'absence du film de BZN ($ép_{BZN}$ = 0 nm), nous retrouvons les valeurs et les variations obtenues dans le paragraphe précédent (**IV.2.2.1**), à savoir : ε_{eff} = 44,5 et 17,5 sans et avec le matériau KTN polarisé, respectivement et en termes de fréquence de résonance, F_r = 7,4 GHz et F_r = 11,8 GHz sans et avec le matériau KTN polarisé, respectivement (**Figure IV.14b** et **Tableau IV.4**). En présence du film de BZN de 1000 nm d'épaisseur, la permittivité effective présente des valeurs plus importantes (ε_{eff} = 49,7 et 22,5 sans et avec KTN polarisé, respectivement), comparativement à celle de l'hétérostructure BZN/KTN/Saphir, toujours en raison de la concentration du champ hyperfréquence dans le film de KTN. En conséquence, les fréquences de résonance sont : F_r = 7,0 GHz et F_r = 10,4 GHz avec une permittivité relative de KTN égale à 700 et 200, respectivement (**Figure IV.14b** et **Tableau IV.4**).

La variation des fréquences de résonance des structures simulées permet donc d'obtenir une agilité en fréquence plus importante (T_S = 49%), même en présence du film de

BZN sans malheureusement réduire de manière conséquente les pertes globales (PG_S = 0,62) de l'hétérostructure KTN(1000 nm)/BZN(1000 nm)/Saphir.

IV.2.2.3 Influence de l'épaisseur du film de BZN dans les hétérostructures BZN/KTN/Saphir et KTN/BZN/Saphir

Une étude portant sur l'influence de l'épaisseur de la couche de BZN a été réalisée suivant les deux hétérostructures étudiées (BZN/KTN/Saphir et KTN/BZN/Saphir). En s'appuyant sur les résultats obtenus dans le **Chapitre III**, trois épaisseurs de KTN ont été retenues (400 nm, 600 nm et 1000 nm). En ce qui concerne le matériau BZN, nous avons fait varier son épaisseur entre 0 nm et augmenté par pas de 100 nm jusqu'à atteindre une épaisseur identique à celle du film de KTN. Par exemple, pour une hétérostructure avec $ép_{KTN}$ = 400 nm, quatre simulations sont donc réalisées : $ép_{BZN}$ = 0 nm, 200 nm, 300 nm et 400 nm (100 nm n'a pas pu être simulé en raison des limites de nos ressources informatiques).

La **Figure IV.15** présente l'évolution de l'agilité en fréquence (T_S) en fonction de l'épaisseur de la couche de BZN. Comme attendu, les agilités les plus importantes sont obtenues avec les plus fortes épaisseurs du film ferroélectrique KTN (paragraphe **III.4**). De plus, une diminution de T_S avec la croissance de l'épaisseur de la couche de BZN est observée. Cette évolution s'explique par deux comportements distincts :

- dans le cas de l'hétérostructure BZN/KTN/Saphir, une plus forte proportion de champ hyperfréquence est concentrée dans le film qui ne présente pas d'agilité (BZN) et cette proportion augmente au fur et à mesure que son épaisseur croit.
- dans le cas de l'hétérostructure KTN/BZN/Saphir, la plus forte proportion de champ hyperfréquence est concentrée dans le film de KTN qui contrôle l'agilité. Notons aussi la faible évolution de T_S (59% à 56%) lorsque l'épaisseur de BZN reste inférieure à 500 nm. Cependant, l'augmentation de l'épaisseur en BZN influence de manière plus importante la valeur de ε_{eff} de l'hétérostructure lorsque la valeur de ε_r du KTN est égale à 200 (KTN polarisé) comparativement à celle lorsque ε_r du KTN est égale à 700 (KTN non polarisé). C'est-à-dire, avec le matériau KTN polarisé, la valeur de la fréquence de résonance (F_r) diminue de manière plus importante en absolu pour les fortes épaisseurs de BZN ($ép_{BZN}$ > 500 nm) et en conséquence, l'agilité en fréquence est donc réduite (**Tableau IV.5**). Notons aussi la présence

d'une pente de décroissance plus importante de T_S pour une épaisseur de BZN supérieure à 400 nm (hétérostructure KTN(1000)/BZN/Saphir).

Parallèlement, l'évolution des pertes globales (PG_S) avec le KTN polarisé en fonction de l'épaisseur de BZN et pour les deux types d'hétérostructure est présentée **Figure IV.16**. La diminution de PG_S reste faible et ce, quelque soit la configuration choisie (**Tableau IV.5**). Ces résultats démontrent que le film de KTN impose ses pertes diélectriques aux hétérostructures étudiées.

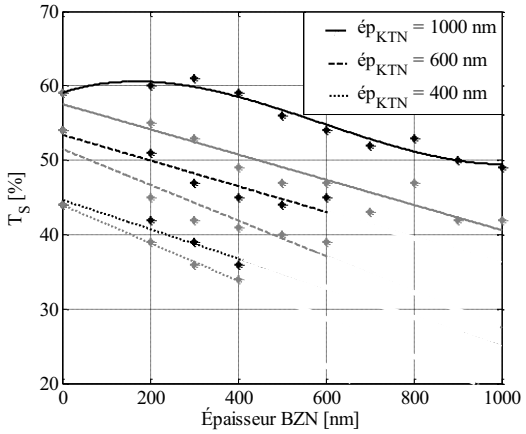


Figure IV.15. Agilité en fréquence (T_S) de résonateurs à stub imprimés sur les hétérostructures KTN/BZN/Saphir (noir) et BZN/KTN/Saphir (gris) en fonction de l'épaisseur du film de BZN et des films de KTN (400 nm, 600 nm et 1000 nm)

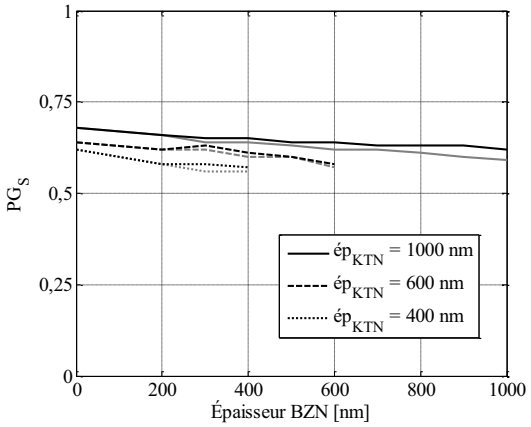


Figure IV 16. Pertes globales (PG_S) de résonateurs à stub imprimés sur les hétérostructures KTN/BZN/Saphir (noir) et BZN/KTN/Saphir (gris) en fonction de l'épaisseur du film de BZN et des films de KTN (400 nm, 600 nm et 1000 nm) – $\varepsilon_{r(KTN)}$ = 200

Tableau IV.5

Agilité en fréquence (T_S), pertes globales (PG_S) sous $E_{bias\ max}$ et facteur de mérite (FoM_S) de résonateurs à stub imprimés sur des hétérostructures BZN/KTN(1000 nm)/Saphir et KTN(1000 nm)/BZN/Saphir en fonction de l'épaisseur du film de BZN

Epaisseur BZN (nm)	BZN/KTN(1000 nm)/Saphir			KTN(1000 nm)/BZN/Saphir		
	T_S (%)	PG_S	FoM_S	T_S (%)	PG_S	FoM_S
0	59	0,68	82	59	0,68	82
200	55	0,66	78	60	0,66	84
300	53	0,64	76	61	0,65	85
400	49	0,64	70	59	0,65	83
500	47	0,63	69	56	0,64	80
600	47	0,62	69	54	0,64	76
700	43	0,62	64	52	0,63	75
800	46	0,61	68	53	0,63	75
900	42	0,60	63	50	0,63	72
1000	42	0,59	63	49	0,62	71

Afin de mieux appréhender les performances des résonateurs à stub suivant les deux hétérostructures étudiées, l'évolution du compromis (FoM_S) (**Equation IV.6**) en fonction de l'épaisseur de BZN a été calculée (**Figure IV.17)**. Dans le cas de l'hétérostructure BZN/KTN(1000 nm)/Saphir, une décroissance pratiquement linéaire du FoM_S est observée lorsque l'épaisseur de BZN augmente en raison de la diminution de l'agilité T_S avec des pertes globales (PG_S) évoluant faiblement. Dans le cas de l'hétérostructure KTN(1000 nm)/BZN/Saphir, une légère augmentation du FoM_S est observée lorsque l'épaisseur de BZN est égale à 200 nm - 300 nm avant de décroitre pour les épaisseurs supérieures (**Tableau IV.5**). Ce résultat est dû à la conservation de l'agilité T_S pour les épaisseurs de BZN inférieures à 500 nm, tout en associant une légère diminution des pertes globales.

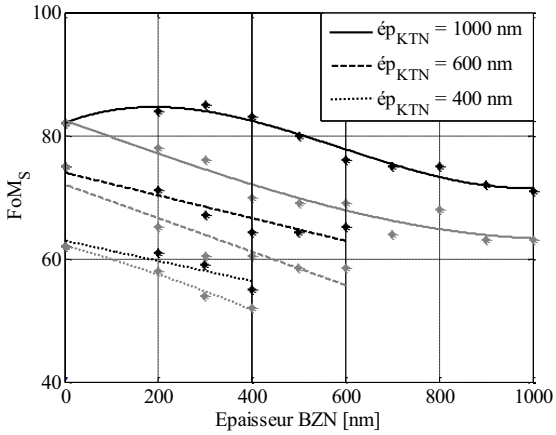


Figure IV.17. Facteur de Mérite (*FoM_S*) de résonateurs à stub imprimés sur les hétérostructures KTN/BZN/Saphir (noir) et BZN/KTN/Saphir (gris) en fonction de l'épaisseur des films de BZN et des films de KTN (400 nm, 600 nm et 1000 nm)

Malgré le faible impact de l'insertion des films de BZN au niveau des performances des structures résonantes, nous avons décidé de procéder à leur étude expérimentale. En effet, expérimentalement, les caractéristiques physico-chimiques et diélectriques des films peuvent évoluer différemment de celles escomptées.

IV.2.3 Mesures expérimentales BZN/KTN/Saphir R

Des deux études numériques réalisées précédemment, seule l'hétérostructure BZN/KTN/Saphir est retenue pour l'étude expérimentale, même si numériquement elle

présente une décroissance plus importante du FoM_S. Ce choix a été imposé par des contraintes expérimentales. En effet, la phase pyrochlore du matériau KTN apparait quand ce dernier est déposé sur la couche de BZN [14]. Cette phase pyrochlore, n'est évidement pas souhaitable car elle ne présente pas d'agilité. Il existe des solutions permettant d'éviter la croissance de KTN dans cette phase indésirable : l'insertion d'une couche tampon de $KNbO_3$ entre les films de KTN et de BZN. Néanmoins, cette solution implique des études complémentaires, qui n'ont pas été entreprises pour ces travaux.

Les bicouches BZN/KTN/Saphir R ont été élaborées par ablation laser à l'ISCR en une seule séquence, en déposant la couche mince de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ dans les conditions précisées au paragraphe **III.2.1** ($T_{dépôt}$ = 700 ºC et P_{O2} = 0,3 mbar), puis en déposant le film de $Bi_{1,5}Zn_{0,9}Nb_{1,5}O_{7-\delta}$ ($T_{dépôt}$ = 700 ºC et P_{O2} = 0,3 mbar) avec les paramètres laser précisés au paragraphe **IV.2.1**. Spécifiquement pour cette étude, une surstœchiométrie en Bi et Zn a été utilisée. Cette composition a été sélectionnée afin de limiter toute interdiffusion entre le film de BZN et celui de KTN, comme il a été observé avec les autres compositions de BZN ($Bi_{1,3}Zn_{0,5}Nb_{1,5}O_{7-\delta}$ et $Bi_{1,3}Zn_{0,7}Nb_{1,5}O_{7-\delta}$) [14]. Malheureusement, cette stœchiométrie de BZN n'a pas pu être caractérisée en hyperfréquences. Les principales caractéristiques des échantillons BZN/KTN/Saphir R sont regroupées dans le **Tableau IV.6**, ainsi qu'un échantillon monocouche de KTN utilisé comme référence. L'épaisseur totale des bicouches a été mesurée sur la tranche par microscopie électronique à balayage (MEB) [14]. Etant donné la difficulté à distinguer les deux couches (BZN et KTN), l'épaisseur de la couche de BZN a été déduite par soustraction de l'épaisseur de la couche de KTN (obtenue à partir du temps de dépôt). Les échantillons bicouches laissent apparaitre une microstructure identique à celle de la monocouche. 80 nm de BZN déposés à la surface de KTN ne permettent pas d'améliorer l'état de surface des échantillons (**Figure IV.18**).

Tableau IV.6

Principales caractéristiques des échantillons de BZN/KTN/Saphir R et de KTN/Saphir R (référence)

Echantillon	Substrat (mm)	Epaisseur BZN / KTN (nm)	Etat cristallin de BZN et de KTN	g, w, g_r, w_r, l_r (µm)	$E_{bias\ max}$ lignes (kV/cm)	$E_{bias\ max}$ stub (kV/cm)
L824	Saphir (0,5)	80 / 600	Polycristallin	56, 34, 16, 12, 1520	21	75
L825		80 / 600	Polycristallin	57, 33, 17, 10, 1520	21	71
L702		0 / 600	Polycristallin	45, 41, 17, 15, 1520	26	71

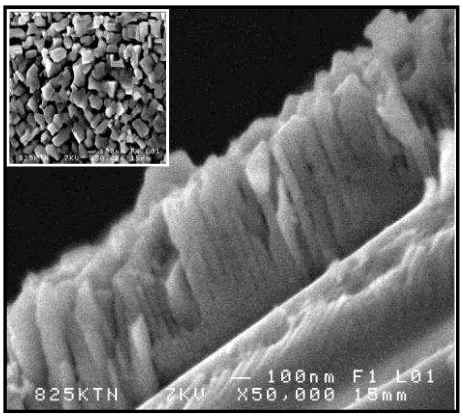


Figure IV.18. Vue en coupe et morphologie de surface de la bicouche BZN/KTN/Saphir R (L825)

Les diagrammes θ - 2θ des échantillons bicouches montrent que les films de BZN et de KTN sont tous deux polycristallins avec une orientation préférentielle suivant la direction (100) pour le film de KTN. Pour rappel, la monocouche de KTN est aussi polycristalline avec l'orientation préférentielle suivant la direction (100) (**Figure IV.19**).

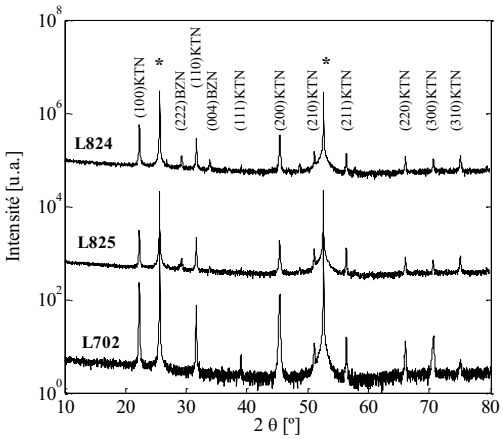


Figure IV.19. Diagrammes de diffraction de RX en mode θ - 2θ des bicouches BZN/KTN/Saphir R (L824 et L825) et de la monocouche KTN/Saphir R (L702, pour référence). Les pics marqués (*) correspondent au substrat

Afin de comparer les performances des dispositifs élaborés, nous allons tout d'abord présenter les résultats obtenus sur les lignes de transmission. Les paramètres de répartition S_{ij} d'une ligne de transmission 50 Ω de longueur 5 mm imprimée sur la bicouche BZN/KTN/Saphir R (L825) sont présentés **Figure IV.20**. La variation de la permittivité effective de la ligne est mise en évidence via le décalage des pics de résonance du paramètre S_{11}, avec et sans champ électrique appliqué. Le matériau BZN n'étant pas accordable avec les valeurs de champ bias utilisées (E_{bias} = 21 kV/cm), cette variation de permittivité effective est à imputer à l'agilité du matériau KTN. Une accordabilité est donc conservée. Après polarisation,

une diminution des pertes est aussi observée (l'amplitude de S_{21} augmente et tend vers 0 dB). Ce résultat est aussi attribué au matériau KTN, car comme observé précédemment, les pertes diélectriques du matériau BZN n'évoluent pas sous l'application d'un champ bias externe. Ainsi, qualitativement, la structure bicouche BZN/KTN/Saphir R se comporte comme une structure monocouche de KTN. Une comparaison quantitative est présentée ci-après.

Les caractéristiques diélectriques des structures bicouches BZN/KTN/Saphir R (**Figure IV.21**) ont été extraites via l'utilisation des paramètres S_{ij} et des méthodes analytiques présentées au paragraphe **II.3**. Les constantes diélectriques obtenues (ε_r et $tan\delta_r$) sont celles du matériau composite formant la bicouche BZN/KTN. Malheureusement, les constantes diélectriques propres à chacune des deux couches n'ont pas pu être extraites en raison de la limitation du modèle d'extraction utilisé (une couche mince unique et un substrat unique, **Chapitre II**). Les matériaux de KTN et de BZN présentant des valeurs de permittivité relative élevées et moyennes, respectivement, la permittivité relative de la bicouche BZN/KTN est aussi élevée par conséquent (ε_r = 640 et 440 à 10 GHz, sans et avec E_{bias}, respectivement). Les pertes diélectriques du matériau KTN étant nettement plus conséquentes que celles de BZN, les pertes diélectriques de la bicouche sont voisines de celle du KTN seul : $tan\delta_r$ = 0,32 et 0,23 à 10 GHz, sans et avec E_{bias}, respectivement.

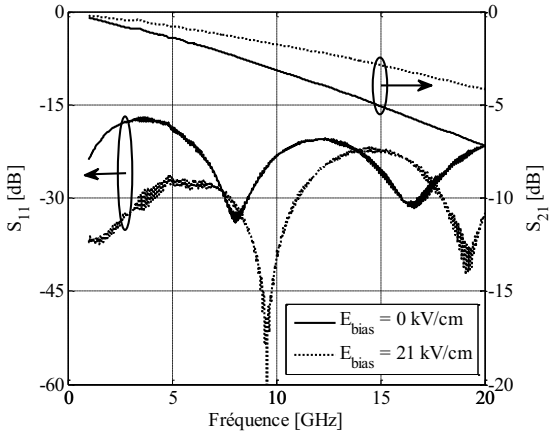


Figure IV.20. Evolution des paramètres de répartition S_{ij} en fonction de la fréquence, d'une ligne de transmission de longueur 5 mm imprimée sur BZN/KTN/Saphir R (L825), avec et sans E_{bias}

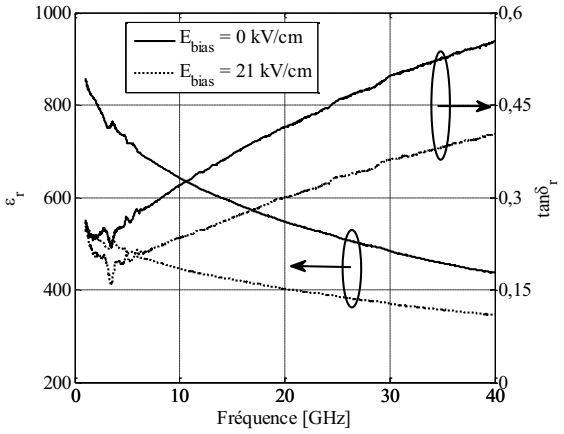


Figure IV.21. Evolution des constantes diélectriques (ε_r, $tan\delta_r$) en fonction de la fréquence, de la bicouche BZN/KTN (L825), avec et sans E_{bias}

Comme il a été démontré lors des simulations numériques (**Tableau IV.3**), une baisse de la permittivité effective est obtenue par la présence du film de BZN à la surface du film de KTN. Une diminution de permittivité relative (ε_r) de la structure composite bicouche était donc

attendue. Cependant, cette diminution est plus importante qu'attendue. En effet, à 10 GHz et sans champ E_{bias} appliqué, ε_r passe de 870 (monocouche de KTN, L702) à 640 (bicouche BZN/KTN, L825) et 470 (bicouche BZN/KTN, L824) **Figure IV.22a**. La distribution hétérogène du champ hyperfréquence dans les deux couches (le champ étant légèrement plus concentré dans la couche supérieure de BZN à permittivité relative moyenne), explique la diminution de la valeur de la permittivité relative de la structure composite bicouche. La différence de permittivité relative entre les deux bicouches L824 et L825 peut être due, soit à un problème de reproductibilité dans l'élaboration de ce type d'hétérostructure, soit à une erreur relative entre l'épaisseur de BZN et celle de KTN (l'ensemble restant égal à 680 nm). L'évolution des permittivités relatives des bicouches BZN/KTN et de celle de la monocouche de KTN en fonction du champ électrique appliqué est présentée **Figure IV.22a**.

Comme attendu, les pertes diélectriques des structures bicouches diminuent avec l'application d'un champ électrique externe (paragraphe **III.3.2**). Ces pertes sont légèrement plus faibles pour la structure composite BZN/KTN : à 10 GHz et sous $E_{bias} = 21$ kV/cm, $tan\delta_r = 0{,}23$ et 0,25 pour la bicouche (L825) et la monocouche (L702), respectivement (**Figure IV.22b**).

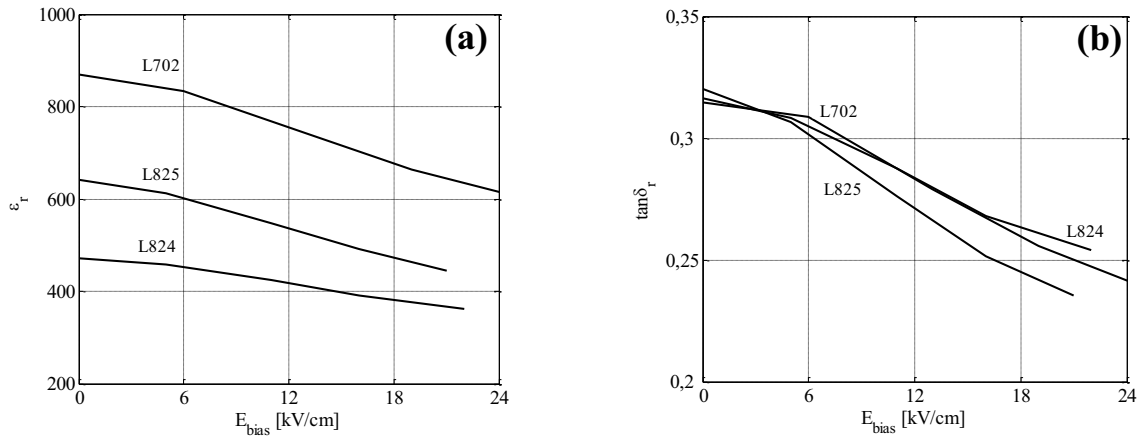


Figure IV.22. Evolution à 10 GHz de (a) la permittivité relative (ε_r) et (b) de la tangente de pertes intrinsèque ($tan\delta_r$) en fonction du champ E_{bias} appliqué des deux structures composites bicouches BZN/KTN (L825 et L824) et de la monocouche KTN (L702) de référence

L'agilité du matériau (η_r) est définie par la variation de sa permittivité relative sous champ bias. La **Figure IV.23** présente une évolution similaire de cette agilité (η_r) pour la bicouche L825 ($\eta_r = 30{,}6$ à 10 GHz) et la monocouche L702 ($\eta_r = 31{,}4$ à 10 GHz). Notons pour cette dernière, une valeur de champ bias appliqué supérieure : 26 kV/cm au lieu de

21 kV/cm. L'agilité η_r de la bicouche L824 est comme attendu inférieure (η_r = 23,0 à 10 GHz sous E_{bias} = 21 kV/cm) en raison d'une valeur de permittivité relative inférieure (ε_r = 470 à 10 GHz et sans E_{bias}).

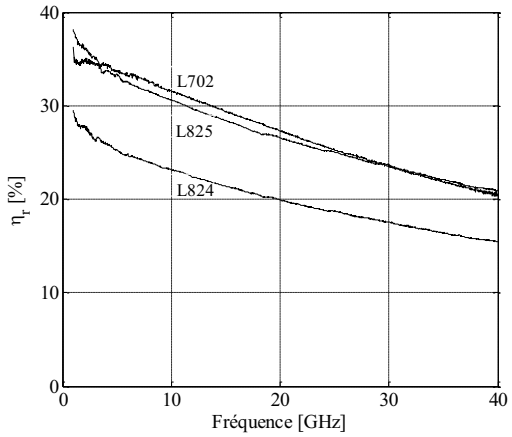


Figure IV.23. Evolution de l'agilité de la permittivité relative (η_r) en fonction de la fréquence des deux bicouches BZN/KTN (L824 et L825) et de la monocouche KTN (L702) de référence

Après avoir présenté les résultats des lignes de transmission imprimées sur les bicouches BZN/KTN, l'étude de la structure résonante est présentée ci-après.

Les paramètres de répartition S_{ij} du résonateur à stub imprimé sur la structure bicouche (L825) sont présentés **Figure IV.24**. Une variation conséquente de la fréquence de résonance (paramètre S_{21}) sous champ bias est observée ; F_r évolue de 9,5 GHz sans champ à 13,0 GHz sous champ E_{bias} = 71 kV/cm. Cependant, le paramètre de réflexion S_{11} reste voisin de -5 dB, même sous champ E_{bias} (S_{11} évolue de -7,0 dB à -4,8 dB à la fréquence de résonance). Les pertes globales (PG_S) de la structure résonante imprimée (L825) ont été calculées. Ces pertes globales augmentent en fonction de la fréquence (évolution similaire à celle du résonateur à stub imprimé sur une monocouche de KTN, paragraphe **III.4**) et diminuent sous l'application du champ électrique externe (**Figure IV.25**). En résumé, les PG_S à la fréquence de résonance du résonateur à stub L825 restent encore importantes (0,78 et 0,65 sans et avec E_{bias}, respectivement), comparativement à celles du résonateur imprimé sur la monocouche de KTN L702 (0,74 et 0,72 sans et avec E_{bias}, respectivement).

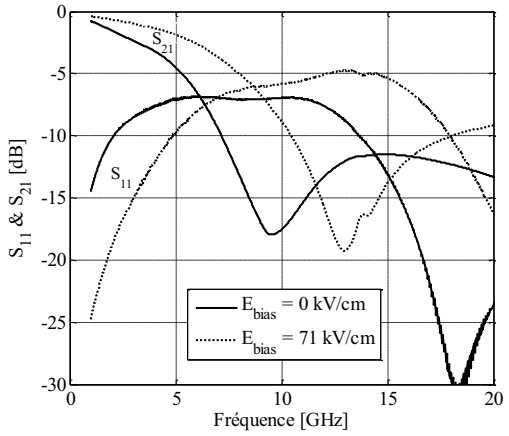


Figure IV.24. Evolution des paramètres de répartition S_{ij} en fonction de la fréquence du résonateur à stub imprimé sur BZN/KTN/Saphir R (L825), avec et sans E_{bias}

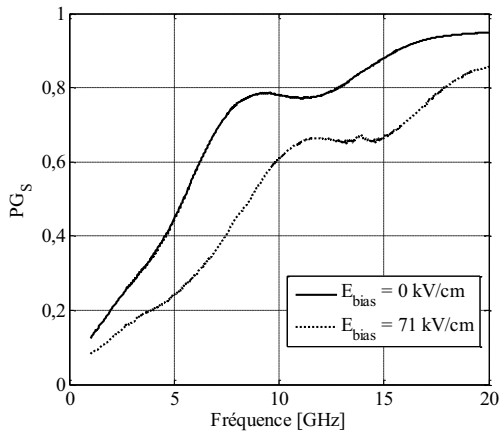


Figure IV.25. Evolution des pertes globales (PG_S) en fonction de la fréquence du résonateur à stub imprimé sur BZN/KTN/Saphir R (L825), avec et sans E_{bias}

Un bilan des agilités en fréquence (T_S) fonction du champ E_{bias} appliqué, obtenues avec les résonateurs imprimés sur les structures bicouches et monocouche est tracé **Figure IV.26**. Même si les échantillons BZN/KTN/Saphir R présentent des agilités importantes, elles restent toujours inférieures à celle de l'échantillon de référence (L702). Notons qu'une agilité de la permittivité relative (η_r) de la ligne de transmission imprimée sur la structure bicouche (L825) était très proche de celle de l'échantillon de référence (**Figure IV.23**). Ce résultat est retrouvé pour l'agilité de la structure résonante aux faibles intensités de champ E_{bias} (~ 20 kV/cm). Au-delà, l'agilité en fréquence du résonateur imprimé sur BZN/KTN augmente, mais reste inférieure à celle du résonateur imprimé sur la monocouche. Ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus par simulation numérique (**Tableau IV.5**). De plus, l'intensité du champ E_{bias} "subie" par la couche de KTN est légèrement atténuée par la présence de la couche de BZN. Et cette atténuation serait d'autant plus importante avec l'augmentation de l'intensité de E_{bias} (E_{bias} > 20 kV/cm) (**Figure IV.26**).

Les pertes globales (PG_S) des structures bicouches et de la monocouche, calculées à la fréquence de résonance (F_r) des résonateurs, restent très similaires ($PG_S \sim 0{,}75$) pour $E_{bias} < 20$ kV/cm (**Figure IV.27**). Ce comportement est cohérent avec celui des pertes intrinsèques des structures bicouches et monocouche de la **Figure IV.22b**. Au-delà de 20 kV/cm, les pertes intrinsèques des structures composites bicouches doivent diminuer de manière plus importante, expliquant les valeurs de PG_S obtenues : $PG_S = 0{,}65$ et 0,72 sous champ $E_{bias\ max}$ sur structure bicouche (L825) et monocouche (L702), respectivement. Notons

que la différence du comportement entre les bicouches L824 et L825 n'est pas significative concernant le paramètre PG_S.

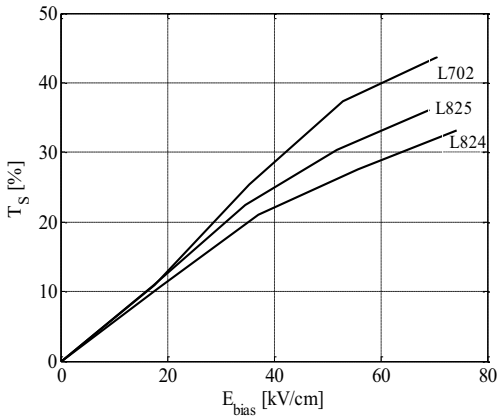


Figure IV.26. Evolution de l'agilité en fréquence (T_S) en fonction du champ E_{bias} appliqué, de résonateurs à stub imprimés sur deux échantillons BZN/KTN/Saphir R (L825 et L824) et sur l'échantillon KTN/Saphir R (L702) de référence

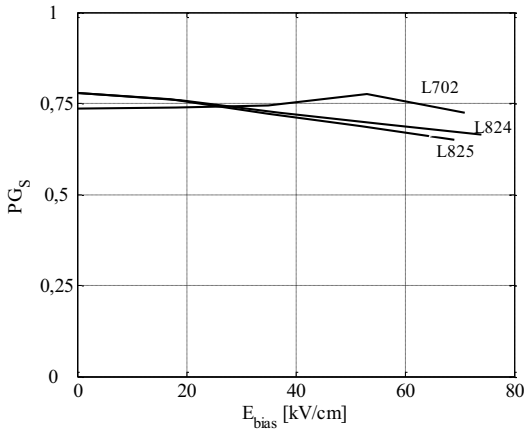


Figure IV.27. Evolution des pertes globales (PG_S) à la fréquence de résonance (F_r) en fonction du champ E_{bias} appliqué, de résonateurs à stub imprimés sur deux échantillons BZN/KTN/Saphir R (L825 et L824) et sur l'échantillon KTN/Saphir R (L702) de référence

Ayant déterminé les évolutions des agilités en fréquence (T_S) et des pertes globales (PG_S) de différents résonateurs à stub, le compromis FoM_S peut être calculé et tracé (**Figure IV.28**). Les deux résonateurs imprimés sur les structures bicouches restent pénalisés dans l'absolu par leur plus faible valeur d'agilité. Cependant, la valeur du FoM_S de l'échantillon L825 reste très proche de celui de référence (sous $E_{bias\ max}$, FoM_S = 55 et 60 pour la structure bicouche et monocouche, respectivement).

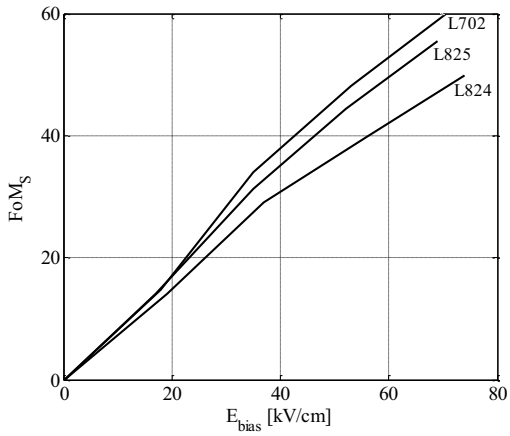


Figure IV.28. Evolution du Facteur de Mérite (FoM_S) en fonction du champ E_{bias} appliqué des résonateurs à stub imprimés sur deux échantillons BZN/KTN/Saphir R (L825 et L824) et sur l'échantillon KTN/Saphir R (L702) de référence

Les résultats expérimentaux obtenus avec les structures de type bicouche BZN/KTN, comparativement à ceux obtenus avec la monocouche de KTN, montrent une faible réduction des pertes globales (PG_S) principalement pour $E_{bias} > 20$ kV/cm, mais aussi une réduction de l'agilité en fréquence (T_S). En conséquence, les FoM_S des structures résonantes imprimées sur BZN/KTN/Saphir R (L825) et KTN/Saphir (L702) restent très voisins.

IV.3 Utilisation des couches tampon de $KNbO_3$

Une deuxième solution a été envisagée afin de limiter les pertes dans les dispositifs hyperfréquences. Elle est basée sur le dépôt d'une couche tampon de $KNbO_3$ de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur [10, 17, 20], entre le substrat de saphir R et la couche mince ferroélectrique de KTN (**Figure IV.29**). La couche tampon assure la croissance organisée des grains du matériau KTN, ce qui conduit à une croissance des films avec une très bonne qualité cristalline [10, 17]. Comme mentionné dans le **Chapitre III**, la qualité cristalline des films contrôle en grande partie les caractéristiques diélectriques du matériau ferroélectrique.

Dans cette partie sont présentés exclusivement des résultats expérimentaux. Les études numériques n'ont pas été réalisées pour deux raisons principales : i) comme la couche tampon a une épaisseur de quelques dizaines de nanomètres, nos ressources informatiques sont insuffisantes pour engager ces simulations. ii) Au niveau numérique, nous considérons toujours des films ferroélectriques parfaits, indépendant de la présence ou de l'absence d'une couche tampon. Pour cette raison, les résultats des simulations sont les mêmes que ceux réalisés précédemment (**Chapitre II**) à épaisseur équivalente de KTN et en négligeant la présence de la couche tampon. Au niveau expérimental, la qualité des films de KTN sera modifiée par l'introduction de la couche tampon dans l'hétérostructure et en conséquence, les performances des dispositifs hyperfréquences aussi.

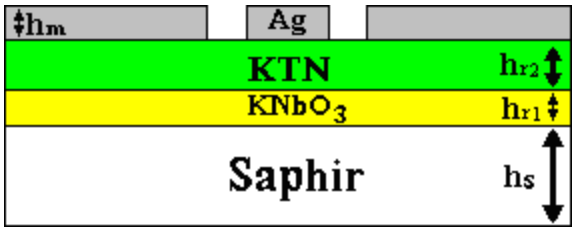


Figure IV.29. Schéma de l'hétérostructure avec le film ferroélectrique de KTN déposé à la surface de la couche tampon de $KNbO_3$

Les hétérostructures KTN/$KNbO_3$/Saphir R ont aussi été élaborées par ablation laser à l'ISCR en une seule séquence : en déposant tout d'abord la couche tampon de $KNbO_3$ à partir d'une cible céramique stœchiométrique de $KNbO_3$ contenant 60 % d'excès molaire de KNO_3 ($T_{dépôt}$ = 700 ºC et P_{O2} = 0,3 mbar), puis en déposant le film de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ dans les conditions précisés au paragraphe **III.2.1** ($T_{dépôt}$ = 700 ºC et P_{O2} = 0,3 mbar) [14]. Les principales caractéristiques des deux échantillons $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ synthétisés avec une couche tampon de $KNbO_3$ sont regroupées dans le **Tableau IV.7**. Un film de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ d'épaisseur similaire (~ 600 nm) et déposé directement sur substrat de saphir R, servira de référence à cette étude. L'épaisseur des bicouches a été mesurée sur la tranche par microscopie électronique à balayage (MEB) [14]. Etant donné la difficulté à distinguer les deux couches (KTN et $KNbO_3$), l'épaisseur de la couche de $KNbO_3$ a été déduite par soustraction de l'épaisseur de la couche de KTN (obtenue à partir du temps de dépôt).

Tableau IV.7

Principales caractéristiques des échantillons de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$/$KNbO_3$/Saphir R et échantillon de référence

Echantillon	Substrat (mm)	Epaisseur KTN/ $KNbO_3$ (nm)	Etat cristallin de KTN	*Rocking curve* Δω (100) KTN	g_l, w_l, g_r, w_r, l_r (µm)	$E_{bias\ max}$ lignes (kV/cm)	$E_{bias\ max}$ stub (kV/cm)
L829	Saphir R (0,5)	680 / 25	Epitaxié avec 2 orientations dans le plan : 0° et 45°	1,7º	55, 35, 14, 14, 1520	22	85
L833		633 / 35	Texturé	0,7º	58, 33, 17, 12, 1520	21	71
L702		600 / 0	Polycristallin	2,3º	45, 41, 17, 15, 1520	26	71

Une analyse par diffraction de RX en mode θ - 2θ montre que les films de KTN/$KNbO_3$/Saphir R présentent au moins une texturation suivant l'orientation préférentielle (100) avec la présence de la raie (110) (**Figure IV.30a**). L'intensité des orientations secondaires (111) ou (211) est réduite sur ces échantillons par rapport au film de référence polycristallin KTN/Saphir R (L702). En mode "*φ-scan*" (Annexe I), l'échantillon avec la couche tampon de 25 nm d'épaisseur (L829) est considéré comme épitaxié car deux orientations principales (à 0º et à 45º) sont organisées dans le plan (**Figure IV.30b**). Les échantillons présentent tous un bon état de surface. Des grains de dimension importante sont observés (~100 nm) (**Figure IV.30c**). Noter aussi la présence des deux orientations dans le

plan : à 0º et 45º l'une de l'autre pour le film de KTN épitaxié. Notons enfin que le film de KTN épitaxié présente une valeur de *rocking-curve* ($\Delta\omega$ = 1,7º) intermédiaire à celle des films texturés ($\Delta\omega$ = 0,7º et 2,3º pour L833 et L702, respectivement).

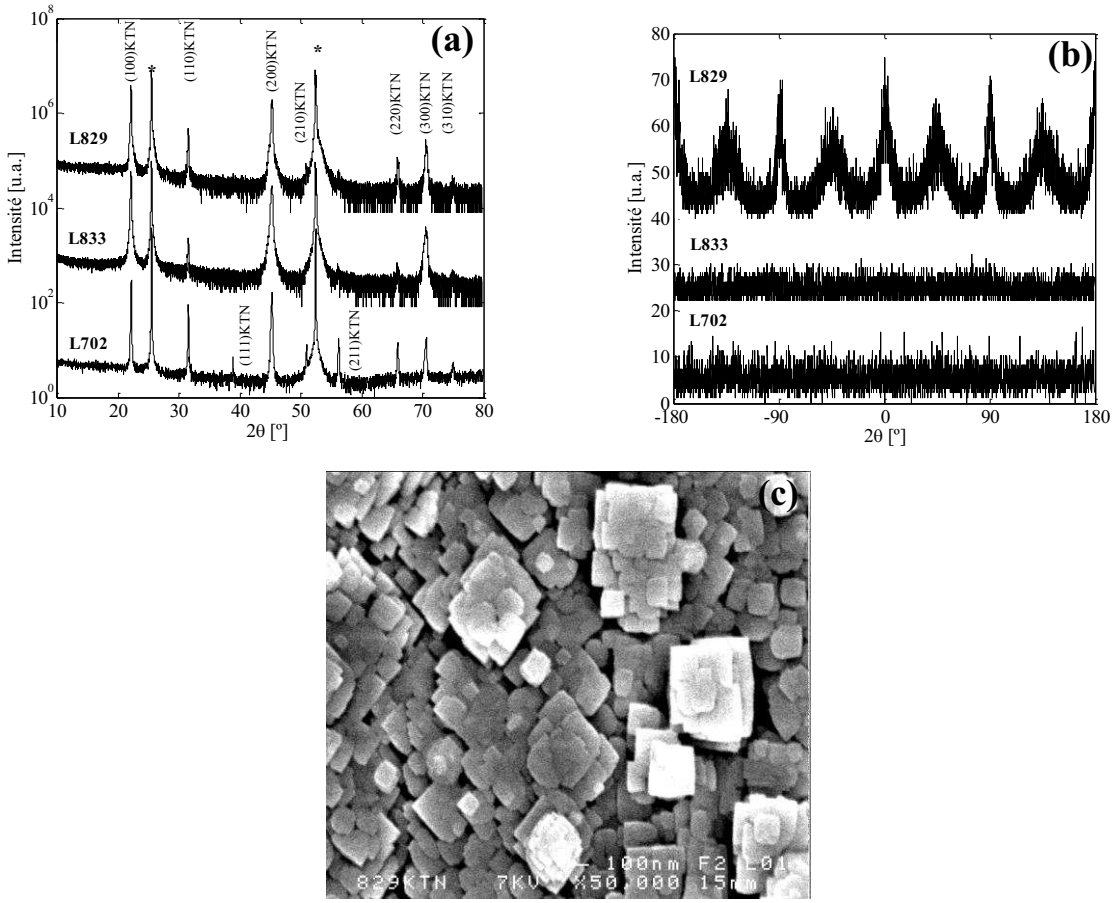


Figure IV.30. Diagrammes θ - 2θ (a), *φ-scan* (b) des échantillons KTN/$KNbO_3$/Saphir R et KTN/Saphir R (référence). Les pics marqués (*) correspondent au substrat. (c) Observation par (MEB) de la surface du film L829

La **Figure IV.31** présente les paramètres de répartition S_{ij} d'une ligne de transmission 50 Ω, de longueur 5 mm, imprimée sur l'hétérostructure KTN/$KNbO_3$/Saphir R (L829). L'évolution des pics de résonance du paramètre S_{11}, avec et sans champ électrique appliqué, est la signature de l'évolution de la permittivité effective de l'hétérostructure sous champ bias. La diminution des pertes après polarisation est observée via l'augmentation de la valeur de S_{21}. Ces paramètres S_{ij} et les méthodes analytiques présentées au paragraphe **II.3** ont été utilisés une nouvelle fois pour extraire les caractéristiques diélectriques des films minces. Comme dans le paragraphe précédent, les caractéristiques diélectriques extraites (ε_r et $tan\delta_r$) sont associées à la bicouche KTN/$KNbO_3$. Mais, de par la très faible épaisseur de la couche tampon et des limites des méthodes analytiques, nous associerons ces caractéristiques au seul film de KTN. Comme déjà mis en valeur lors de précédentes études, le matériau KTN déposé en couche

mince sur $KNbO_3$ présente à 10 GHz une permittivité élevée (490 et 420 sans et sous $E_{bias\ max}$, respectivement) et une tangente de pertes conséquente (0,24 et 0,22, sans et sous $E_{bias\ max}$, respectivement) (échantillons L829 et **Figure IV.32**).

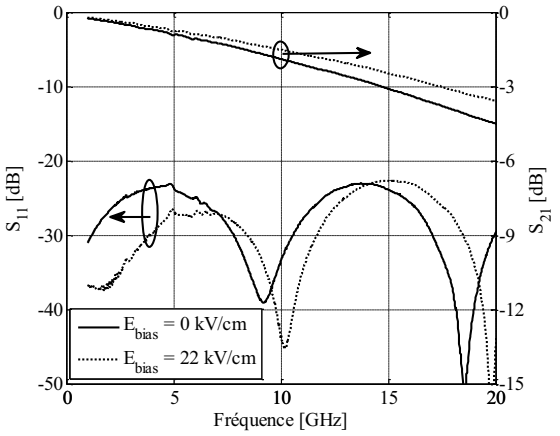


Figure IV.31. Evolution des paramètres de répartition S_{ij} en fonction de la fréquence, d'une ligne de transmission de longueur 5 mm imprimée sur KTN/$KNbO_3$/Saphir R (L829), avec et sans E_{bias}

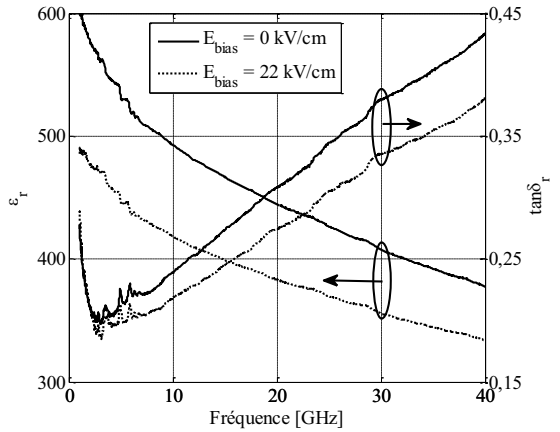


Figure IV.32. Evolution des constantes diélectriques (ε_r, $tan\delta_r$) en fonction de la fréquence, de la bicouche KTN/$KNbO_3$ (L829), avec et sans E_{bias}

Des valeurs de permittivité relative plus élevées étaient attendues pour les échantillons KTN/$KNbO_3$/Saphir R en raison d'une qualité cristalline supérieure, elle aussi attendue. Cependant, les résultats obtenus sont opposés. Les films de KTN utilisant la couche tampon présentent des valeurs de permittivité relative inférieures à l'échantillon KTN/Saphir R de référence. Pour exemple, à 10 GHz et avec E_{bias} = 0 kV/cm, ε_r = 490 et ε_r = 870 avec et sans couche tampon, respectivement (**Figure IV.33a**). En ce qui concerne les pertes diélectriques, toujours à 10 GHz et avec E_{bias} = 0 kV/cm, le film épitaxié sur la couche tampon présente une plus faible valeur de tangente de pertes $tan\delta_r$ = 0,24 par rapport à celle de l'échantillon de référence ($tan\delta_r$ = 0,31). Cela est probablement dû à un ordre dans le plan supérieur du film épitaxié [10]. Notons aussi que le film de KTN épitaxié (L829) présente conjointement une permittivité relative ε_r plus élevée et des pertes intrinsèques plus faibles que celles du film de KTN texturé (L833). Cependant, sous application du champ $E_{bias\ max}$ (21 kV/cm), les valeurs de $tan\delta_r$ des films de KTN avec et sans couche tampon restent très similaires (0,22 à 0,25 à 10 GHz, respectivement) (**Figure IV.33b**).

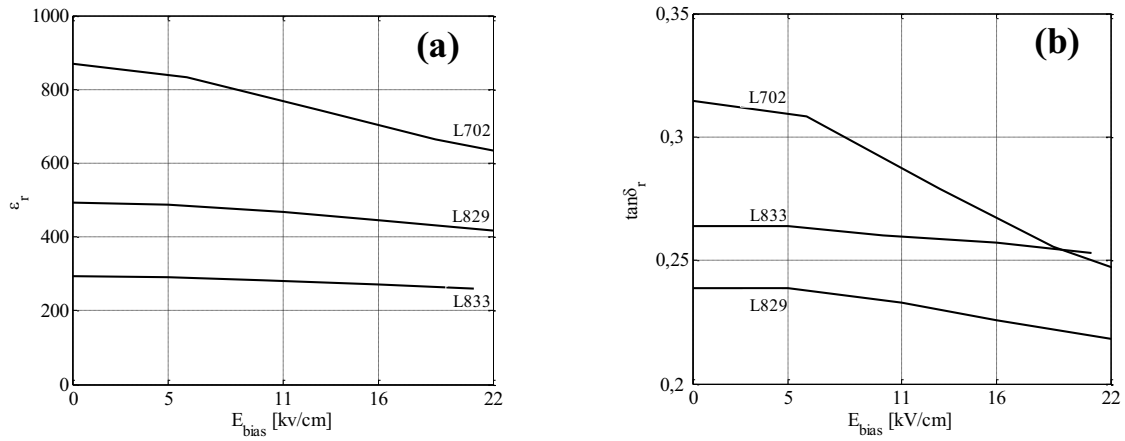


Figure IV.33. Evolution à 10 GHz de (a) la permittivité relative (ε_r) et (b) de la tangente de pertes ($tan\delta_r$) en fonction du champ E_{bias} appliqué, des deux échantillons KTN/$KNbO_3$/Saphir R (L829 et L833) et de l'échantillon KTN/Saphir R (L702) de référence

L'agilité de la permittivité relative (η_r) sous E_{bias} en fonction de la fréquence est calculée et présentée **Figure IV.34**. A 10 GHz, la forte valeur de η_r de l'échantillon de référence ($\eta_r = 31{,}4$) démontre que l'utilisation de la couche tampon a détérioré l'agilité du matériau KTN ($\eta_r = 15{,}0$). Cette faible valeur est attribuée à la faible permittivité relative initiale (sans polarisation) du matériau KTN déposé sur $KNbO_3$.

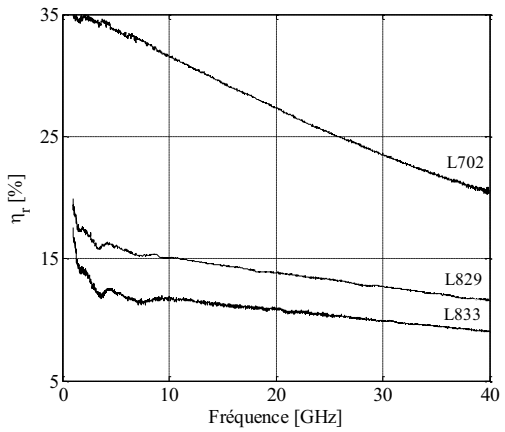


Figure IV.34. Evolution de l'agilité de la permittivité relative (η_r) en fonction de la fréquence des deux échantillons KTN/$KNbO_3$/Saphir R (L829 et L833) et de l'échantillon KTN/Saphir R (L702) de référence

Les paramètres S_{ij} du résonateur à stub imprimé sur l'hétérostructure KTN/$KNbO_3$/Saphir R sont présentés **Figure IV.35**. La fréquence de résonance (F_r) du résonateur évolue de 9,4 GHz sans E_{bias} à 12,3 GHz sous champ $E_{bias} = 85$ kV/cm. Notons aussi que l'amplitude du coefficient de réflexion S_{11} devient inférieure à -5 dB à la fréquence de résonance F_r. Cette amplitude est la plus faible enregistrée jusqu'à présent dans ce travail (à

épaisseur de KTN équivalente), bien qu'elles restent encore conséquentes. Pour une évaluation quantitative, les pertes globales (PG_S) de la structure résonante sont calculées et tracées en fonction de la fréquence **Figure IV.36**. Comme attendu, ces pertes augmentent avec la fréquence, mais sont plus faibles (à la fréquence de résonance (F_r), PG_S = 0,68 et 0,62, sans et sous $E_{bias\ max}$, respectivement) comparativement à celles du dispositif imprimé sur la monocouche de KTN (PG_S = 0,74 et 0,72 sans et sous $E_{bias\ max}$, respectivement).

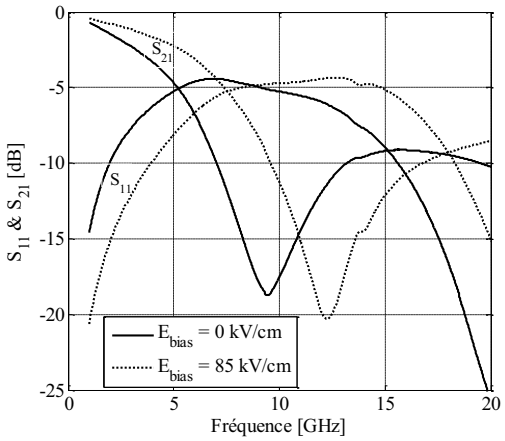


Figure IV.35. Evolution des paramètres de répartition S_{ij} en fonction de la fréquence du résonateur à stub imprimé sur KTN/KNbO$_3$/Saphir R (L829), avec et sans E_{bias}

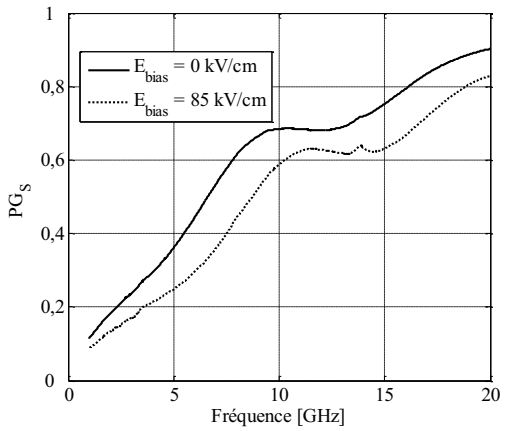


Figure IV.36. Evolution des pertes globales (PG_S) en fonction de la fréquence du résonateur à stub imprimé sur KTN/KNbO$_3$/Saphir R (L829), avec et sans E_{bias}

L'évolution de l'agilité en fréquence (T_S) des trois résonateurs à stub en fonction de l'intensité du champ E_{bias} appliquée est présentée **Figure IV.37**. Comme attendu, en raison des résultats déjà obtenus sur les lignes de transmission, les résonateurs imprimés sur les films de KTN/KNbO$_3$/Saphir R présentent des agilités plus faibles (T_S = 30% sous E_{bias} = 85 kV/cm (L829) et T_S = 17% sous E_{bias} = 71 kV/cm (L833)) comparativement à celle mesurée avec le résonateur imprimé sur l'échantillon de référence (T_S = 44% sous E_{bias} = 71 kV/cm (L702)). Notons encore une fois que l'échantillon KTN/KNbO$_3$/Saphir R épitaxié présente des performances supérieures à celui texturé. Parallèlement, l'évolution des pertes globales (PG_S) en fonction du champ appliqué à la fréquence de résonance (F_r), montre que l'utilisation de la couche de tampon permet de réduire légèrement la valeur des PG_S comparativement à celles mesurées sur l'échantillon de référence (**Figure IV.38**) ; ce résultat est cohérent avec l'évolution des pertes intrinsèques $tan\delta_r$ après insertion de la couche tampon.

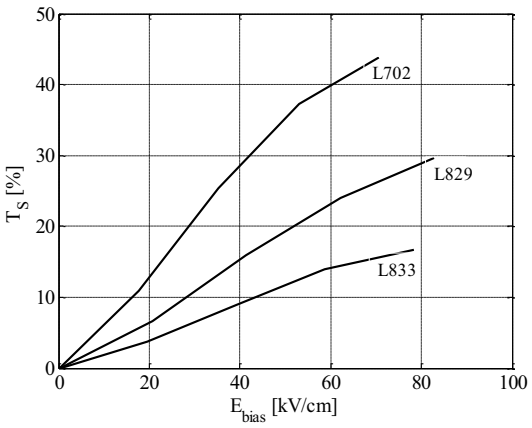


Figure IV.37. Evolution de l'agilité en fréquence (T_S) en fonction du champ E_{bias} appliqué, de résonateurs à stub imprimés sur deux échantillons KTN/$KNbO_3$/Saphir R (L829 et L833) et sur l'échantillon KTN/Saphir R (L702) de référence

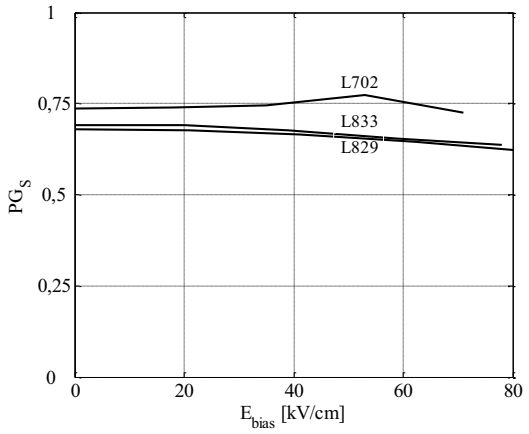


Figure IV.38. Evolution des pertes globales (PG_S) à la fréquence de résonance (F_r) en fonction du champ E_{bias} appliqué, de résonateurs à stub imprimés sur deux échantillons KTN/$KNbO_3$/Saphir R (L829 et L833) et sur l'échantillon KTN/Saphir R (L702) de référence

Le calcul du rapport de l'agilité (T_S) sur les pertes globales (PG_S) des résonateurs imprimés sur KTN/$KNbO_3$/Saphir R conduit à une diminution importante de la valeur du compromis FoM_S (**Figure IV.39**). La réduction des pertes globales des dispositifs résonants via l'introduction de la couche tampon n'est pas suffisante pour compenser la réduction de l'agilité ($FoM_S = 42$ et 60 sous $E_{bias} = 71$ kV/cm, avec et sans utilisation de couche tampon, respectivement).

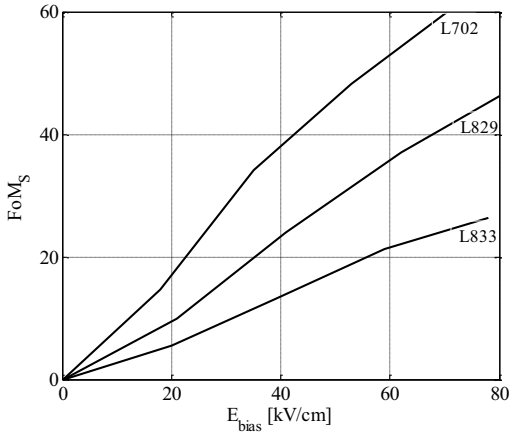


Figure IV.39. Evolution du Facteur de Mérite (FoM_S) en fonction du champ E_{bias} appliqué, de résonateurs à stub imprimés sur deux échantillons KTN/$KNbO_3$/Saphir (L829 et L833) et sur l'échantillon KTN/Saphir (L702) de référence

Bien que l'utilisation de la couche tampon $KNbO_3$ dans les dépôts de KTN sur saphir R ait engendré une réduction de la valeur de la permittivité relative du matériau et par conséquent, une réduction de son accordabilité en fréquence, son emploi a permis de réduire

les pertes diélectriques intrinsèques et par conséquent, les pertes globales du dispositif résonant. C'est pourquoi, cette solution semble prometteuse à condition de déposer des films de KTN sur $KNbO_3$ avec une qualité épitaxiale supérieure (une seule orientation dans le plan) et dotés d'une *rocking-curve* étroite ($\Delta\omega \sim 1°$) [17, 20].

IV.4 Localisation de la couche mince ferroélectrique dans le dispositif hyperfréquence

Une autre solution pouvant être développée afin d'améliorer les performances d'un dispositif hyperfréquence imprimé sur une couche mince ferroélectrique est la localisation de cette dernière dans la(es) zone(s) active(s) du dispositif. La plupart des études citées dans la littérature utilise la gravure par voie humide pour localiser le matériau ferroélectrique [8, 21]. Cette méthode présente quelques inconvénients, comme l'obligation d'utiliser au préalable un procédé de photolithographie avec l'acquisition de nouveau(x) masque(s) et l'emploi parfois de solutions chimiques très agressives telles que l'acide fluorhydrique HF [8]). Lors de ce travail, nous avons mis au point et développé une technique originale de localisation des couches minces de KTN : la microgravure par ablation laser. Elle vous est présentée et discutée dans cette partie.

IV.4.1 Simulations numériques

Une étude numérique d'un résonateur à stub a tout d'abord été entreprise avec un film de KTN de 1100 nm d'épaisseur ($\varepsilon_r = 700$ - 200 $tan\delta_r = 0{,}25$ [19]). En effet, cette épaisseur de matériau ferroélectrique présente le meilleur FoM_S (paragraphe **III.4**). Ce film de KTN recouvre toute la surface du substrat de saphir ($h_s = 0{,}5$ mm, $\varepsilon_s = 10$, $tan\delta_s = 10^{-4}$), ou peut ne recouvrir qu'une partie du substrat (après localisation), comme le montre la **Figure IV.40**. La configuration *A* de référence est celle pour laquelle le film de KTN repose sur toute la surface du substrat. La configuration *B* dérive de la première avec la totalité des lignes d'accès reposant directement sur le substrat. Pour la configuration *C*, le film de KTN est localisé exclusivement autour du résonateur à stub. Dans la configuration *D*, la couche ferroélectrique est présente autour du résonateur à stub et sur la partie centrale de sa ligne d'accès. Les dimensions du masque optimisées pour la configuration *A* ont été conservées pour

la simulation des autres configurations (*B*, *C* et *D* avec un film de KTN localisé) : $g_l = 50$ µm, $w_l = 40$ µm, $g_r = 14$ µm, $w_r = 14$ µm, $L_r = 1520$ µm, $L_c = 100$ µm. C'est pourquoi, une désadaptation des lignes d'alimentation du stub est attendue. Le choix de conserver les dimensions de la configuration *A* a été réalisé en raison de contraintes techniques limitant la réalisation des masques souples. Toutefois, lors du calcul des pertes globales PG_S, la désadaptation sera prise en compte via la valeur du paramètre S_{11}. Pour les simulations, le logiciel électromagnétique HFSS™ a été utilisé avec un critère de convergence $\Delta S = 0{,}01$, une largeur des ports minimale de $3\times(2g_l+w_l)$ et dans la gamme de fréquence de 1 GHz à 20 GHz. Notons que le paramètre de convergence a été divisé par deux par rapport aux simulations réalisées dans les paragraphe précédent **IV.2.2** afin de pouvoir évaluer avec précision l'effet de la localisation du KTN sur les paramètres caractérisant les performances du résonateur à stub : son agilité en fréquence T_S et ses pertes globales PG_S.

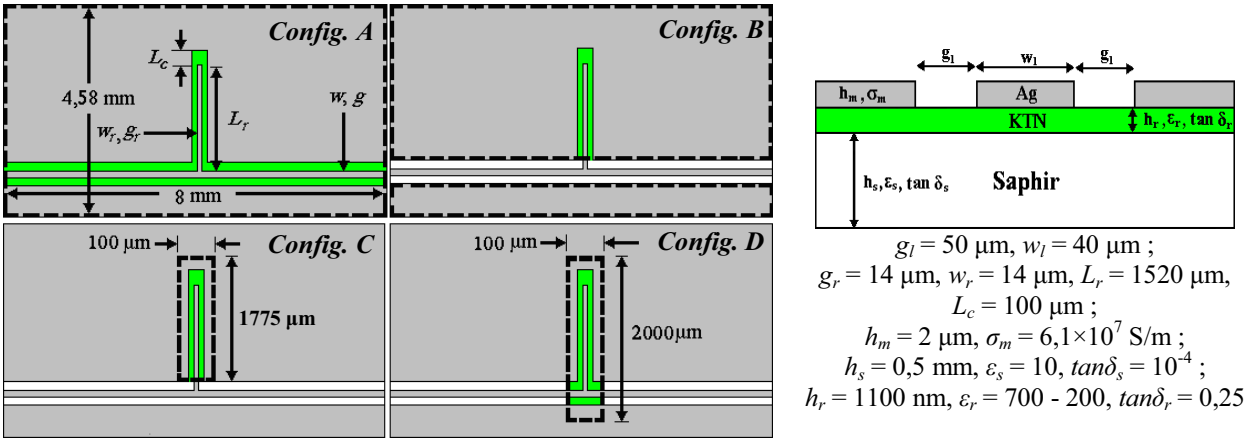


Figure IV.40. Différentes localisations de la couche ferroélectrique sous un résonateur à stub. L'encadrement (- - -) délimite la localisation latérale du film de KTN

Les résultats de simulation des différentes configurations sont regroupés **Tableau IV.8**. Pour une permittivité relative du matériau KTN $\varepsilon_r = 700$ (KTN non polarisé), la fréquence de résonance (F_r) des résonateurs évolue très faiblement suivant les différentes configurations ($F_r \sim 7{,}5$ GHz). Lorsque $\varepsilon_r = 200$ (KTN polarisé), une très légère diminution de F_r est remarquée pour les configurations *B*, *C* et *D* (avec le KTN localisé) par rapport à la configuration de référence *A*. C'est pourquoi, la forte valeur d'agilité en fréquence T_S est conservée ($T = 59\%$ et 58%, pour la configuration *A* et les configurations *B*, *C* et *D*, respectivement). De plus, une réduction importante du coefficient de réflexion est obtenue pour les configurations *B*, *C* et *D* ($S_{11} \sim -1$ dB) par rapport à la configuration de référence *A* ($S_{11} \sim -5$ dB). Le paramètre de transmission S_{21} est, quant à lui, conservé dans les deux cas

étudiés (S_{21} ~ -20 dB pour $\varepsilon_{r\,(KTN)}$ = 700 et S_{21} ~ -18 dB pour $\varepsilon_{r\,(KTN)}$ = 200, voir **Figure IV.41**). Le calcul des pertes globales (PG_S) du résonateur à stub, à partir de ses paramètres de répartition, montre une réduction très importante de PG_S après localisation du matériau ferroélectrique KTN. Nous pouvons donc conclure, que la performance des dispositifs résonants est améliorée après la localisation du film de KTN sous le résonateur à stub.

Tableau IV.8

Fréquences de résonance (F_r), coefficients de réflexion (S_{11}), coefficients de transmission (S_{21}), pertes globales (PG_S) et agilités en fréquence (T_S) de résonateurs à stub simulés dans les configurations *A*, *B*, *C* et *D*

Configuration	$\varepsilon_{r\,(KTN)}$ = 700				$\varepsilon_{r\,(KTN)}$ = 200				Agilité T_S (%)
	F_r (GHz)	S_{11} (dB)	S_{21} (dB)	PG_S @ F_r	F_r (GHz)	S_{11} (dB)	S_{21} (dB)	PG_S @ F_r	
A (référence)	7,6	-5,3	-19,9	0,69	12,1	-5,2	-18,0	0,68	59
B	7,5	-0,9	-22,2	0,18	11,9	-1,6	-17,3	0,29	58
C	7,5	-1,0	-20,5	0,21	11,9	-1,7	-17,0	0,32	58
D	7,4	-1,0	-20,7	0,21	11,7	-1,6	-17,4	0,28	58

Quelles que soient les configurations *B*, *C* et *D* simulées, l'agilité est conservée. Le coefficient de réflexion, et par conséquent les pertes globales, sont significativement réduits après confinement de la couche de KTN. Nous avons choisi de réaliser la configuration *C* pour des contraintes purement technologiques : positionnement et alignement plus aisés du masque sur le ruban restant de KTN lors de l'étape de photolithogravure.

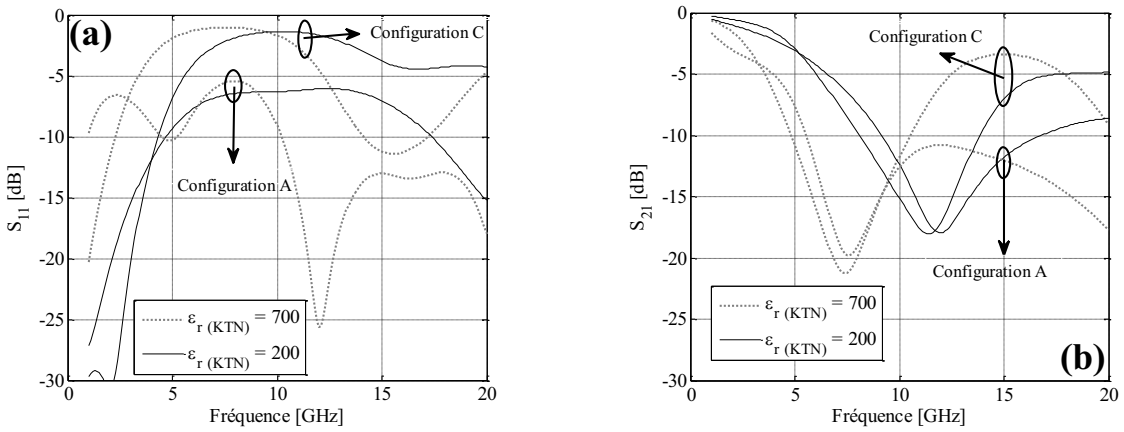


Figure IV.41. Evolution des paramètres de répartition (a) S_{11} et (b) S_{21} du résonateur à stub imprimé sur le film de KTN de 1100 nm d'épaisseur en fonction de la fréquence. Configuration *A* (avant localisation du film de KTN) et configuration *C* (après localisation du film de KTN)

IV.4.2 Réalisation des dispositifs

Dans cette partie, nous allons présenter le principe de la microgravure par ablation laser ainsi que les différentes étapes suivies pour obtenir le confinement du matériau ferroélectrique KTN.

IV.4.2.1 Principe de la microgravure par ablation laser

Ce procédé permet d'enlever localement un matériau d'une surface solide [22, 23]. Pour cela, un faisceau laser de densité d'énergie élevée est focalisé à la surface du matériau à graver. La surface absorbe une partie de l'énergie du faisceau, cette dernière dépendant du coefficient d'absorption du matériau à la longueur d'onde du faisceau laser. L'énergie des photons absorbés par les électrons du matériau est convertie en excitation électronique. Les électrons excités atteignent des états d'énergie élevés et augmentent leurs fréquences d'oscillations dans la matrice. Ils relaxent cette énergie cinétique par collision avec les atomes de la matrice, entraînant des vibrations du réseau puis une production d'une quantité de chaleur qui se propage dans une zone limitée du matériau. Le temps de dissipation de cette quantité de chaleur par conduction thermique étant nettement plus élevé que la durée d'impulsion laser (quelques dizaines de nanosecondes), la température de la zone située sous l'impact laser va croître rapidement conduisant à une éjection explosive de la matière plus communément appelée "ablation" (**Figure IV.42**). Les lasers à excimères sont couramment utilisés pour ces travaux. Leurs longueurs d'onde appartiennent au domaine des ultraviolets et dépendent du mélange gazeux utilisé.

Figure IV.42. Photo de l'instant précis de l'ablation laser d'un échantillon

IV.4.2.2 Etapes de fabrication

Nous avons utilisé dans cette étude, un laser à excimères KrF ($\lambda = 248$ nm ; durée d'impulsion = 20 ns) de la marque Lambda Physik LP100 (**Figure IV.43a**), similaire à celui utilisé à l'Institut des Sciences Chimiques de Rennes pour la croissance des couches minces. En effet, le matériau KTN interagit efficacement à cette longueur d'onde, de par les valeurs de sa bande interdite (Eg = 4,1 eV) et de son coefficient d'absorption (α > 200000/cm à $\lambda = 248$ nm). Le laser est couplé à une station de travail motorisée *Optec* à déplacement micrométrique. Le mouvement de ces tables *X-Y* est piloté par ordinateur et permet le déplacement de l'échantillon sous le faisceau laser avec une précision de 2 µm sur une amplitude de déplacement de 100 mm × 100 mm. A l'aide d'un dispositif optique (ensemble de miroirs et de lentilles), le faisceau laser est focalisé sur la surface de l'échantillon (**Figure IV.43b**). Précisons que l'impact du faisceau laser est fixe. L'échantillon en déplacement micrométrique sous cet impact permet la gravure localisée du matériau suivant une géométrie définie.

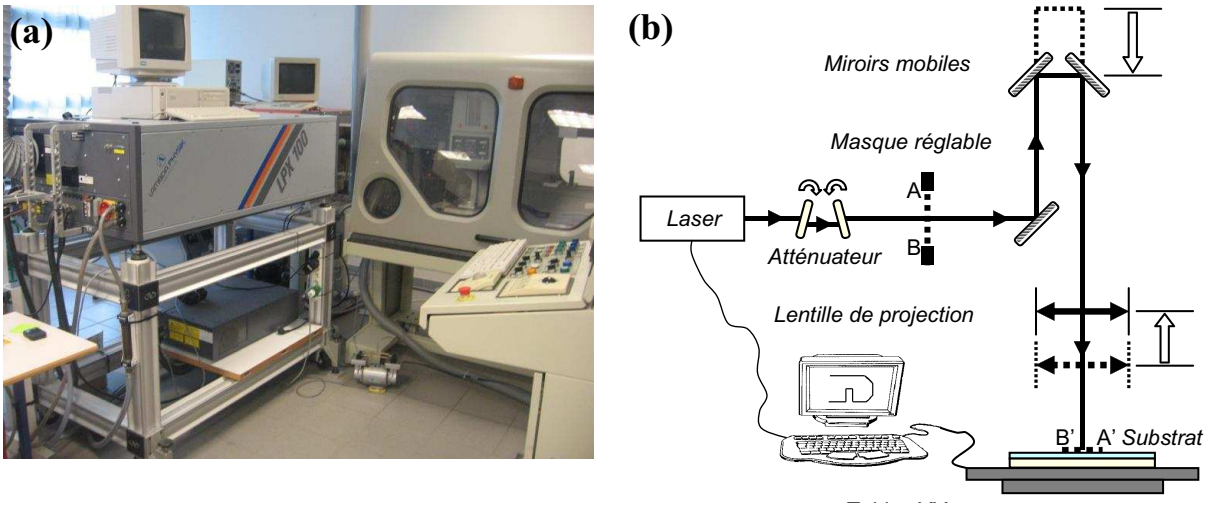


Figure IV.43. (a) Laser à excimères (KrF) couplé à sa station de travail *Optec* ; (b) schéma du trajet optique du faisceau laser

La fluence laser (F) exprimée en J/cm^2, est un paramètre primordial dans l'interaction laser/matière. Elle correspond à l'énergie interagissant avec le matériau par unité de surface. La valeur de la fluence laser est calculée dans notre cas via la formule suivante :

$$F(J/cm^2) = 0{,}928 \times E \times A \times m \times I \times R^2 \qquad \text{(IV.7)}$$

avec, E : l'énergie en sortie du laser ; A : le taux d'atténuation, contrôlé par un atténuateur ; m : coefficient déterminé par l'ouverture de la fente du diaphragme posé sur la trajectoire du faisceau ; I : le taux de transmission, qui prend en considération les pertes au niveau de la lentille de projection ; et R : le taux de réduction, qui prend en considération la focalisation du faisceau laser sur l'échantillon. Les pertes dues aux autres éléments optiques fixes sont incluses dans le coefficient 0,928.

Trois échantillons de KTN, d'épaisseur 400 nm, 600 nm et 1100 nm ont été utilisés. Ces échantillons, préalablement caractérisés en hyperfréquences (configuration A) ont ensuite subi une gravure par voie humide afin de supprimer la métallisation constituant les dispositifs coplanaires. Après optimisation des paramètres de microgravure laser, une fluence de 1,5 J/cm^2 a été utilisée. Les dimensions du spot laser ont été fixées à 500 µm×500 µm. Le nombre de tirs par zone a été ajusté selon l'épaisseur de la couche de KTN à ablater : 30 tirs, 40 tirs et 40 tirs laser pour les films de 400 nm, 600 nm et 1100 nm respectivement. Une microgravure nette du KTN a été obtenue et ce, sans altération de la surface du substrat de saphir R (**Figure IV.44**).

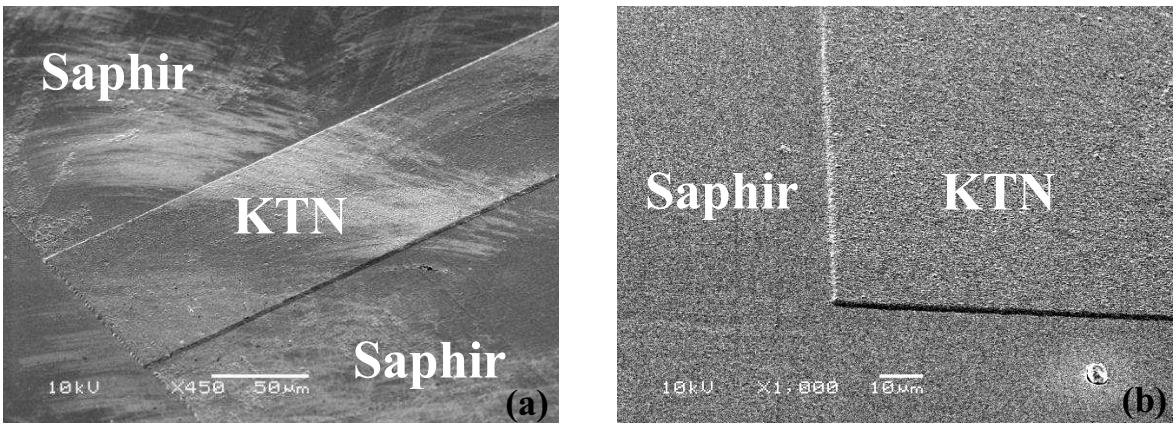


Figure IV.44. Observation par MEB (a) du ruban de KTN (film de 600 nm d'épaisseur) et (b) d'un détail après microgravure laser

Par la suite, les échantillons dotés du ruban de KTN ont suivi le même procédé de fabrication que celui des échantillons de la configuration *A* présenté dans le paragraphe **III.2** : une métallisation par pulvérisation cathodique RF (5 nm de titane et 2 µm d'argent), une photolithographie suivie d'une gravure humide standard et finalement l'intégration des ponts à air. Une attention particulière est nécessaire afin d'assurer le parallélisme du stub et son centrage sur le ruban de KTN. Des observations par microscopie électronique à balayage (MEB) du stub réalisé suivant la configuration *C* sont présentées **Figure IV.45**.

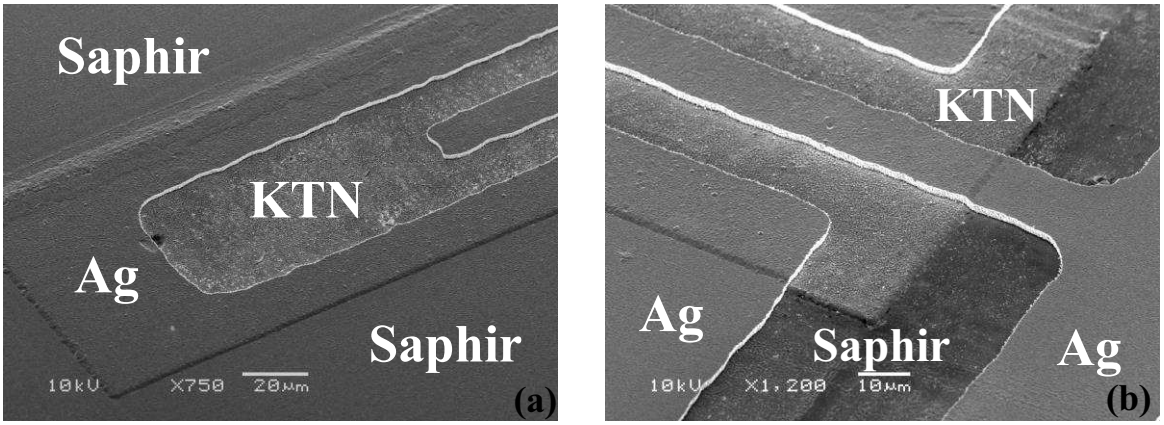


Figure IV.45. Observation par MEB, (a) de l'extrémité et (b) de la base du résonateur à stub après microgravure laser du film de KTN de 600 nm d'épaisseur, métallisation et photolithogravure Configuration *C*

IV.4.3 Mesures hyperfréquences

Les échantillons dans la configuration *C* ont été mesurés avec la même station sous pointes *Karl Süss* utilisée précédemment (paragraphe **III.2.4**) et en les soumettant à 5 valeurs de tension bias. La **Figure IV.46** présente l'évolution des paramètres de répartition (S_{11} et S_{21}) du résonateur à stub imprimé sur l'échantillon de KTN de 1100 nm d'épaisseur, avant et après localisation du film ferroélectrique par microgravure laser. Le coefficient de réflexion S_{11}, après localisation, présente une valeur proche de -1 dB à la fréquence de résonance (7,2 GHz et 10,6 GHz sans et avec E_{bias}, respectivement). Par ailleurs, le coefficient de transmission S_{21} présente une amplitude de déplacement en fréquence sous l'action du champ E_{bias} très similaire, avant et après localisation du matériau ferroélectrique (**Figure IV.46b**). Notons que la dissymétrie du paramètre S_{21} est réduite à hautes fréquences (supérieures à 15 GHz) après microgravure laser. Ce résultat est dû à la suppression du film de KTN sous les lignes d'alimentation du stub.

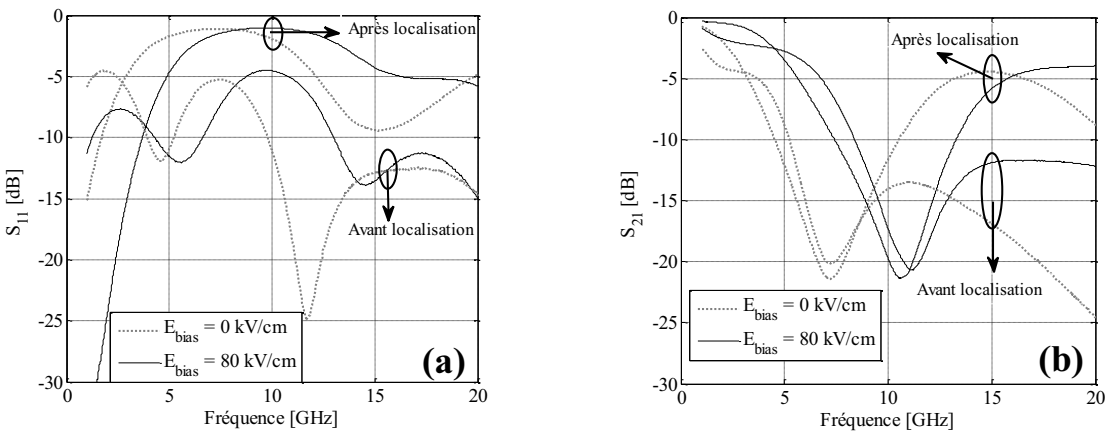


Figure IV.46. Evolution des paramètres de répartition (a) S_{11} et (b) S_{21} du résonateur à stub imprimé sur le film de KTN de 1100 nm d'épaisseur en fonction de la fréquence, avant et après localisation de la couche de KTN par microgravure laser

L'agilité en fréquence T_S des deux configurations (*A* et *C*) présente la même évolution en fonction du champ jusqu'à la valeur de $E_{bias} = 40$ kV/cm. Au-delà, et probablement en raison du confinement de la couche de KTN, la configuration *C* présente une agilité un peu moins élevée (**Figure IV.47**). Des pertes globales nettement plus faibles sont obtenues sur toute la gamme de fréquence pour la configuration *C* (**Figure IV.48**), et ce grâce au confinement du matériau KTN dans la zone active du résonateur à stub.

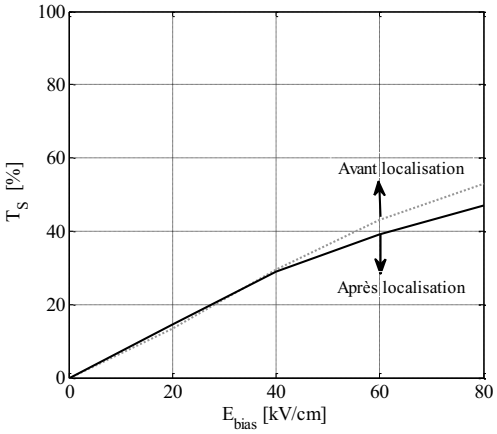


Figure II.47. Evolution de l'agilité en fréquence (T_S) du résonateur à stub imprimé sur le film de KTN de 1100 nm d'épaisseur en fonction du champ E_{bias} appliqué, avant et après localisation de la couche de KTN par microgravure laser

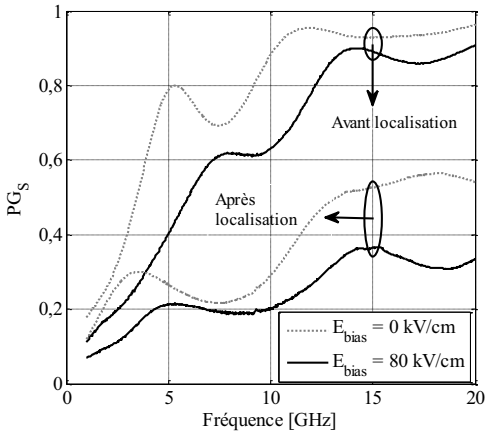


Figure II.48. Evolution des pertes globales (PG_S) du résonateur à stub imprimé sur le film de KTN de 1100 nm d'épaisseur en fonction de la fréquence, avant et après localisation de la couche de KTN par microgravure laser

Les résultats expérimentaux (**Tableau IV.9**) sont en accord avec les résultats de simulations numériques (**Tableau IV.8**). L'amplitude de variation de la fréquence de résonance est peu affectée après la localisation du film de KTN et ce, quelle que soit

l'épaisseur du film ferroélectrique. Après ablation laser, la diminution de l'agilité est moins importante pour les faibles épaisseurs de KTN, en raison du plus faible impact de la localisation du KTN sur la valeur de ε_{eff}. Une diminution maximale (sous champ $E_{bias\ max}$) de l'agilité de 7% en relatif est observée après microgravure laser de l'échantillon de 1100 nm d'épaisseur. Une agilité égale à 47% est cependant atteinte sous E_{bias} = 80 kV/cm (**Figure IV.49**). Comme attendu, une réduction des pertes globales du dispositif résonant est systématiquement obtenue après le confinement du film de KTN, et ce quelle que soit son épaisseur. Cette réduction atteint un facteur ~ 3 à la fréquence de résonance pour le film de KTN de 1100 nm sans champ de commande appliqué (**Tableau IV.9** et **Figure IV.50**). Ainsi, le résonateur à stub imprimé sur la plus forte épaisseur de KTN localisé présente les pertes globales (PG_S) les plus faibles, même par rapport à celles du résonateur à stub imprimé sur saphir R nu (voir paragraphe **IV.2.1**). Ce résultat aurait deux origines : (i) une meilleure adaptation est obtenue lorsque l'épaisseur de KTN localisé augmente (le coefficient de réflexion se rapproche de 0 dB, **Tableau IV.9**) ; (ii) la longueur du résonateur à stub imprimée sur saphir R nu est le double (3,2 mm) de celle imprimée sur KTN (1,52 mm).

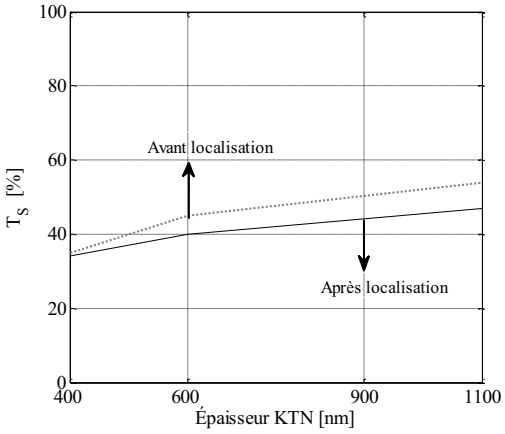


Figure IV.49. Evolution de l'agilité en fréquence (T_S) de résonateurs à stub en fonction de l'épaisseur de la couche de KTN, avant et après sa localisation par microgravure laser

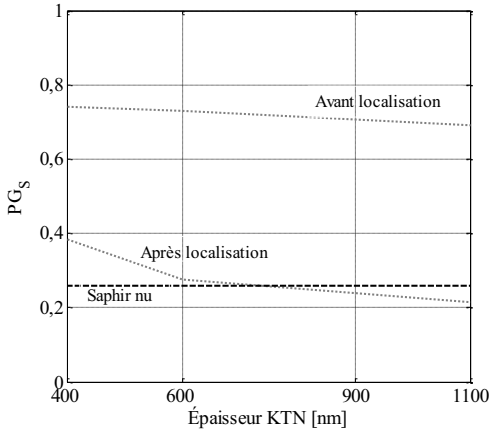


Figure IV.50. Evolution des pertes globales (PG_S) avec E_{bias} = 0 kV/cm de résonateurs à stub en fonction de l'épaisseur de la couche de KTN/Saphir R, avant et après sa localisation par microgravure laser. Un résonateur à stub imprimé sur substrat de saphir R nu est aussi présenté pour référence

Le **Tableau IV.9** regroupe les différentes caractéristiques des résonateurs à stub imprimés sur les films de KTN de 400 nm, 600 nm et 1100 nm, suivant les configurations *A* et *C*. Un résonateur imprimé sur substrat de saphir R nu est aussi présenté pour comparaison.

Tableau IV.9

Fréquences de résonance (F_r), coefficients de réflexion (S_{11}), coefficients de transmission (S_{21}), pertes globales (PG_S) et agilités en fréquence (T_S) des résonateurs à stub, avant et après localisation des films de KTN par microgravure laser

Echantillon (Epaisseur)	Configuration	E_{bias} = 0 kV/cm				$E_{bias\ max}$				Agilité T_S (%)
		F_r (GHz)	S_{11} (dB)	S_{21} (dB)	PG_S @ F_r	F_r (GHz)	S_{11} (dB)	S_{21} (dB)	PG_S @ F_r	
L694 (400 nm)	*A (référence)*	11,7	-6,3	-15,9	0,74	15,8	-4,5	-18,2	0,63	36
	C	11,7	-2,4	-13,5	0,38	15,5	-2,4	-13,5	0,38	32
L702 (600 nm)	*A (référence)*	9,4	-6,0	-17,2	0,73	13,5	-5,8	-17,7	0,72	44
	C	9,4	-1,5	-19,2	0,28	13,1	-1,6	-25,8	0,30	40
L688 (1100 nm)	*A (référence)*	7,2	-5,2	-20,9	0,69	11,1	-5,4	-19,4	0,70	54
	C	7,2	-1,1	-24,2	0,22	10,6	-1,1	-24,2	0,22	47
Saphir nu	--	9,9	-1,4	-18,1	0,26	--	--	--	--	--

Le compromis (FoM_S) est utilisé comme indicateur de performances de nos structures résonantes. La **Figure IV.51** présente l'évolution du FoM_S en fonction de l'épaisseur de la couche de KTN, avant et après localisation du film ferroélectrique. Le meilleur FoM_S est obtenu avec l'échantillon de 1100 nm d'épaisseur. Pour cette épaisseur, les valeurs, avant et après localisation, sont égales à 76 et 214 respectivement (à la fréquence de résonance sous $E_{bias\ max}$). L'augmentation relative de cet indicateur est moins importante pour les deux autres échantillons de plus faibles épaisseurs car les pertes diminuent d'une façon moins importante. Après localisation du KTN, le FoM_S évolue de 62 à 129 et de 55 à 89 pour les films de KTN de 600 nm et 400 nm d'épaisseur, respectivement.

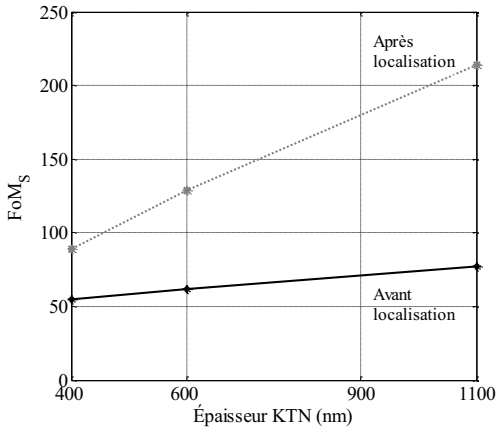


Figure IV.51. Evolution du FoM_S de résonateurs à stub en fonction de l'épaisseur de la couche de KTN, avant et après localisation par microgravure laser

La non-altération de la qualité du film ferroélectrique par les différentes étapes du procédé de réalisation (métallisation + photolithogravure + mesures hyperfréquences

(configuration *A*) puis gravure humide + microgravure laser + métallisation + photolithogravure + mesures hyperfréquences (configuration *C*)) a été vérifiée. Pour cela, les caractéristiques diélectriques (ε_r, $tan\delta_r$) du matériau KTN ont été extraites des mesures hyperfréquences sur les lignes de transmission à l'issue de la fabrication de la configuration *C* et comparées aux valeurs extraites en début de procédé (dans la configuration *A*). Pour rappel, seule la surface de l'échantillon autour du résonateur à stub subit la microgravure laser (**Figure IV.40**). La surface de l'échantillon où sont localisées les trois lignes de transmission (de longueur 3 mm, 5 mm et 8 mm) est exempte de toute interaction avec le faisceau laser. Les résultats montrent une faible évolution de la valeur de ε_r (inférieure à 8%) sans champ de commande appliqué et une évolution inférieure à 3% avec champ de commande (**Figure IV.52a**). Les variations observées sur les valeurs de $tan\delta_r$ sont, quant à elles, non significatives (**Figure IV.52b**), ce qui démontre l'innocuité du procédé de réalisation des dispositifs sur les caractéristiques diélectriques du matériau KTN.

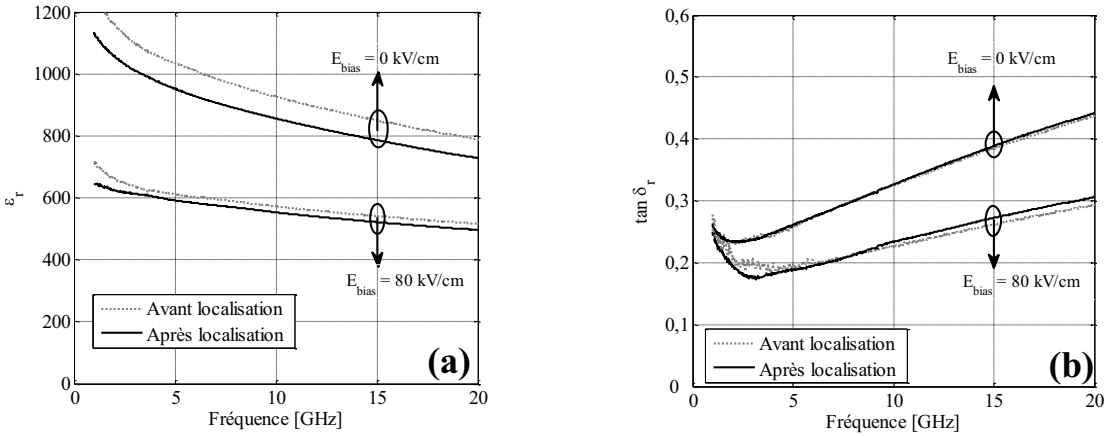


Figure IV.52. Evolution des constantes diélectriques ((a) permittivité relative (ε_r) et (b) tangente de pertes ($tan\delta_r$)) du film de KTN de 1100 nm d'épaisseur en fonction de la fréquence, avant et après localisation par microgravure laser

Ces derniers résultats démontrent donc la pertinence de la localisation du film ferroélectrique dans les zones actives des dispositifs, permettant une réduction considérable de leurs pertes globales, tout en conservant leur forte accordabilité. Les performances des dispositifs sont ainsi améliorées.

Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les caractéristiques diélectriques du matériau BZN déposé sur deux substrats différents ($LaAlO_3$ $(100)_{pc}$ et saphir R). Les films présentent des valeurs de permittivité relative moyennes (entre 40 et 140 à 10 GHz) et des pertes intrinsèques faibles. Leurs valeurs n'ont pas pu être extraites analytiquement en raison de la limite de la méthode par Transformation Conforme, mais elles semblent être voisines de 10^{-2} à 10 GHz (**Annexe III**).

Suite à l'obtention des constantes diélectriques du matériau BZN, des études numériques ont été engagées afin de déterminer l'impact de son intégration dans des dispositifs à base de films ferroélectriques KTN. Deux configurations en structure bicouche ont été étudiées. Pour la première, le matériau BZN est déposé à la surface du matériau ferroélectrique (BZN/KTN/Saphir) et pour la seconde, le KTN est déposé à la surface de BZN (KTN/BZN/Saphir). Les études numériques de ces deux configurations ont montré une diminution du Facteur de Mérite (FoM_S) au fur et à mesure de l'augmentation de l'épaisseur de la couche de BZN. Cette diminution du FoM_S s'explique par une faible réduction des pertes globales associée à une réduction plus importante de l'agilité des dispositifs. Notons que l'hétérostructure KTN/BZN/Saphir permet de limiter la réduction de T_S. Expérimentalement, cette dernière configuration n'a pas été élaborée en raison de la croissance de la phase pyrochlore (non agile) de KTN déposé à la surface de BZN. Pour de faibles champs externes appliqués (~ 20 kV/cm) la configuration de BZN/KTN/Saphir R présente une agilité en fréquence (T_S = 12,6%) semblable à celle de la configuration de référence (KTN/Saphir R, avec T_S = 12,8%). Par contre, sous fortes valeurs de champ E_{bias}, elle présente une agilité moins importante (T_S = 36% sous E_{bias} = 70 kV/cm, contre 44% pour la référence). Les pertes globales n'ayant pas été réduites de manière conséquente (PG_S = 0,65 et 0,72 avec et sans BZN), le compromis associé à la structure bicouche présente une valeur plus faible (FoM_S = 55) que celle de la structure monocouche (FoM_S = 60).

Une deuxième voie à été étudiée dans ce chapitre, pour réduire les pertes dans les dispositifs hyperfréquences : l'utilisation d'une couche tampon de $KNbO_3$, cette dernière permettant d'améliorer la structure cristallographique du film ferroélectrique (épitaxie). Une meilleure qualité cristalline des couches de KTN a bien été observée (diminution des valeurs

de *rocking-curve* et épitaxie de l'un des échantillons). Cependant, les dispositifs fabriqués sur ces films n'ont pas présenté les performances attendues. Une agilité maximale en fréquence $T_S = 30\%$ a été obtenue avec le résonateur à stub imprimé sur KTN/$KNbO_3$/Saphir R, valeur inférieure à l'agilité de l'échantillon de référence ($T_S = 44\%$). Les pertes globales sont bien réduites par l'insertion de la couche tampon ($PG_S = 0{,}62$ contre 0,72 sans $KNbO_3$) mais de manière insuffisante pour augmenter la valeur du FoM_S ($FoM_S = 42$ contre 60 sans $KNbO_3$).

Une dernière étude a été menée afin de réduire spécifiquement les pertes globales (PG_S) des dispositifs résonants. La technique utilisée consiste à localiser le matériau ferroélectrique KTN dans la zone active du résonateur à stub. Cette localisation est réalisée avec une grande précision par microgravure laser (KrF, $\lambda = 248$ nm). Une étude numérique a été engagée suivant 3 confinements différents du matériau KTN. Les résultats obtenus étant identiques, le choix de la configuration a été imposé par les contraintes technologiques. Expérimentalement, les échantillons présentent une faible réduction de leur agilité en fréquence après la localisation du film de KTN (7% au maximum pour le film de KTN de 1100 nm d'épaisseur). Concernant les pertes globales (PG_S), elles ont été réduites d'une manière significative de 0,70 (avant localisation à 10 GHz et sous $E_{bias\ max}$) à 0,22 (après localisation à 10 GHz et sous $E_{bias\ max}$) pour le film de 1100 nm d'épaisseur. La faible limitation de l'agilité associée à la forte réduction des pertes globales provoque l'augmentation importante du FoM_S ($FoM_S = 76$ et 214 avant et après localisation du film de KTN, respectivement). Nous avons aussi démontré que les différentes étapes associées à la procédure de fabrication des dispositifs n'ont pas d'impact significatif sur les caractéristiques diélectriques des films de KTN. Une variation inférieure à 8% de la permittivité relative a été obtenue et aucune modification de la tangente de pertes n'a été constatée.

Références Bibliographiques

[1] **K. F. Astafiev, V. O. Sherman, A. K. Tagantsev, and N. Setter**, *Can the Addition of a Dielectric Improve the Figure of Merit of a Tunable Material?,* J. Eur. Ceram. Soc., vol. 23, no. 14, pp. 2381-2386, **Août 2003**

[2] **S. Gevorgian, A. Vorobiev, and J. Berge**, *Electromechanical Modelling and Reduction of the Electroacoustic Losses in Parallel-Plate Ferroelectric Varactors*, 36th Eur. Microw. Conf., pp. 851-853, **Sep. 2006**

[3] **L. Pei, M. Li, J. Liu, B. Yu, J. Wang, and X. Zhao**, *Improvements of the Ferroelectric Properties of High-Valence Tb-Doped $Bi_4Ti_3O_{12}$ Thin Film Grown by Sol–Gel Method*, Mater. Lett., vol. 64, no. 3, pp. 364-366, **Fév. 2010**

[4] **X. Sun, B. Zhu, T. Liu, M. Li, and X.-Z. Zhao**, *Dielectric and Tunable Properties of K-doped $Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO_3$ Thin Films Fabricated by Sol-Gel Method*, J. Appl. Phys., vol. 99, no. 8, pp. 084103–1-6, **Avr. 2006**

[5] **J.-Y. Ha, J.-W. Choi, C.-Y. Kang, J.-S. Kim, S.-J. Yoon, D.-J. Choi, and H.-J. Kim**, *Improvement of Dielectric Loss of $(Ba,Sr)(Ti,Zr)O_3$ Ferroelectrics for Tunable Devices*, J. of the Eur. Ceram. Soc., vol. 27, no. 8-9, pp. 2747-2751, **Déc. 2006**

[6] **A. Khalfallaoui, G. Vélu, L. Burgnies, and J-C. Carru**, *Characterization of Doped BST Thin Films Deposited by Sol-Gel for Tunable Microwave Devices*, IEEE Trans. Ultrason., Ferroelectr., Freq. Control, vol. 57, no. 5, pp. 1029-1033, **Mai 2010**

[7] **F. A. Miranda, G. Subramanyam, F. W. Keuls, R. R. Romanofsky, J. D. Warner, and C. H. Mueller**, *Design and Development of Ferroelectric Tunable Microwave Components for Ku- and K-Band Satellite Communication Systems*, IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 48, no. 7, pp. 1181-1188, **Juil. 2000**

[8] **G. Houzet, X. Melique, D. Lippens, L. Burgnies, G. Velu, and J.-C. Carru**, *Microstrip Transmission Line Loaded By Split-Ring Resonators Tuned By Ferroelectric Thin Film*, Progr. Electromagn. Res. C, vol. 12, pp. 225-236, **2010**

[9] **Q. Simon, V. Bouquet, W. Peng, J.-M. Le Floch, F. Houdonougbo, S. Députier, S. Weber, A. Dauscher, V. Madrangeas, D. Cros, and M. Guilloux-Viry**, *Reduction of Microwave Dielectric Losses in $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ Thin Films by MgO-Doping*, Thin Solid Films, vol. 517, no. 20, pp. 5940-5942, **Août 2009**

[10] **J. -M. Le Floch, F. Houndonougbo, V. Madrangeas, D. Cros, M. Guilloux-Viry, and W. Peng**, *Thin Film Materials Characterization Using TE Modes Cavity*, J. Electromagn. Waves Appl., vol. 23, no. 4, pp. 549-559, **Fév. 2009**

[11] **J. Ryu, K.-Y. Kim, J.-J. Choi, B.-D. Hahn, W.-H. Yoon, D.-S. Park, and C. Parky**, *High Dielectric Properties of $Bi_{1.5}Zn_{1.0}Nb_{1.5}O_7$ Thin Films Fabricated at Room Temperature*, J. Am. Ceram. Soc., vol. 91, no. 10, pp. 3399-3401, **Mai 2008**

[12] **M. Valant, and P. K. Davies**, *Crystal Chemistry and Dielectric Properties of Chemically Substituted $(Bi_{1.5}Zn_{1.0}Nb_{1.5})O_7$ and $Bi_2(Zn_{2/3}Nb_{4/3})O_7$ Pyrochlores*, J. Am. Ceram. Soc., vol. 83, no. 1, pp. 147-153, **Jan. 2000**

[13] **X. Zhang, W. Ren, P. Shi, X. Chen, and X. Wu**, *Effect of Oxygen Pressure on Structure and Properties of $Bi_{1.5}Zn_{1.0}Nb_{1.5}O_7$ Pyrochlore Thin Films Prepared by Pulsed Laser Deposition*, App. Surf. Sci., vol. 256, no. 6, pp. 1861-1866, **Jan. 2010**

[14] **A. Le Febvrier**, *Couches Minces et Multicouches d'Oxydes Ferroélectrique (KTN) et Diélectrique (BZN) pour Applications en Hyperfréquences, Thèse de l'Université de Rennes 1*, **15 Oct. 2012**

[15] **E. Carlsson, and S. Gevorgian**, *Conformal Mapping of the Field and Charge Distributions in Multilayered Substrate CPW's*, IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 47, no. 8, pp. 1544-1552, **Août 1999**

[16] **S. Gevorgian,** *Ferroelectrics in Microwave Devices, Circuits and Systems*: *Physics, Modelling, Fabrication and Measurements*, 1ère Edition **2009**, Springer, chapitre 8

[17] **Q. Simon**, *Croissance et Caractérisations de Couches Minces Ferroélectriques de $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ pour des Applications Hyperfréquences : Contribution à la Diminution des Pertes Diélectriques***,** Thèse de l'Université de Rennes 1, **19 Nov. 2009**

[18] **A.-K. Tagantsev, J. Lu, and S. Stemmer**, *Temperature Dependence of the Dielectric Tunability of Pyrochlore Bismuth Zinc Niobate Thin Films*, Appl. Phys. Lett., vol. 86, no. 3, pp. 032901–1-3, **Jan. 2005**

[19] **V. Laur, A. Moussavou, G. Tanné, P. Laurent, V. Bouquet, S. Deputier, M. Guilloux-Viry, and F. Huret**, *Tunable DBR Resonators Using KTN Ferroelectric Thin-Films*, Int. Microw. Symp., pp. 2059-2062, **Juin 2007**

[20] **L. Y. Zhang,** *Dispositifs Agiles à Base de Couches Minces Ferroélectriques de $KTa_1xNb_xO_3$ pour les Applications Hyperfréquences Multistandards : Contribution à la Diminution des Pertes Diélectriques, Thèse de l'Université de Bretagne Occidentale*, **07 Oct. 2010**

[21] **C. H. Mueller, F. W. VanKeuls, R. R. Romanofsky, G. Subramanyam, and F. A. Miranda**, *Tunable Microstrip Filters Using Selectively Etched Ferroelectric Thin-Film Varactors for Coupling*, Integr. Ferroelectr. : Int. J., vol. 112, no. 1, pp. 8-23, **Nov. 2010**

[22] **G. Legeay, X. Castel, R. Benzerga, and J. Pinel**, *Ecimer Laser Beam/ITO Interaction: From Laser Processing to Surface Reaction,* Phys. Status Solidi (c), vol. 5, no. 10, pp. 3248-3254, **Juil. 2008**

[23] **P. Mello, M. A. Bari, and P. J. Prendergast**, *A Comparison of Excimer Laser Etching and Dry Etching Process for Surface Fabrication of Biomaterials*, J. Mater. Process. Technol., vol. 124, no. 3, pp. 284-292, **Avr. 2002**

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Dans ce travail, nous avons conçu, réalisé et caractérisé des dispositifs hyperfréquences agiles en fréquence. Ces dispositifs sont une solution répondant à la problématique de l'encombrement et de la complexité des chaînes émission/réception dans les terminaux. De nombreux travaux associés aux dispositifs hyperfréquences accordables ont été présentés dans la littérature. La majorité d'entre eux est basée sur l'utilisation des diodes PIN, varicaps, transistors, MEMS (*Micro Electro Mechanical System*), NEMS (*Nano Electro Mechanical System*) ou bien encore de matériaux agiles tels que ceux appartenant à la famille $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ (BST). Nous avons choisi de travailler avec le matériau ferroélectrique $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ (KTN) en imposant x = 0,5 en raison de ses caractéristiques prometteuses en hyperfréquences.

L'outil de simulation utilisé dans ce travail (HFSS^{TM}) n'ayant pas été développé spécifiquement pour la simulation des films diélectriques (et/ou ferroélectriques) de très faibles épaisseurs, une étude numérique a tout d'abord été entreprise afin de vérifier la validité des résultats obtenus. Cette étude a démontré la cohérence de ces résultats et ce, même avec des films de très faibles épaisseurs (~ 200 nm). Malheureusement, leur exactitude nécessite l'utilisation de ressources informatiques très importantes. C'est pourquoi, l'outil de *de-embedding* a été employé systématiquement afin de limiter le temps de calcul. Après validation du paramétrage du logiciel, la simulation des dispositifs hyperfréquences à structure coplanaire et imprimés sur différentes épaisseurs de films de KTN (entre 250 nm et 10 µm) a été engagée.

Les résultats des simulations réalisées sur les lignes de transmission coplanaires ont montré l'augmentation de la permittivité effective (ε_{eff}) de la structure en fonction de l'épaisseur du film de KTN déposé sur substrat de saphir. L'agilité effective (η_{eff}) associée à la variation relative de ε_{eff} augmente très rapidement pour atteindre une valeur seuil (η_{eff} = 22%) pour une épaisseur de KTN de 1000 nm. Au-delà de cette épaisseur, η_{eff} évolue peu. Concernant les pertes d'insertion de ces lignes, elles augmentent de manière monotone en fonction de l'épaisseur de KTN. Ces deux évolutions distinctes ont nécessité la recherche du meilleur compromis agilité effective / pertes d'insertion (ou Facteur de Mérite, FoM_L). La valeur maximale de ce FoM_L (FoM_L = 3,2) est atteinte avec une épaisseur de KTN égale à 1000 nm. En parallèle, les simulations engagées sur la structure résonante (résonateur à stub imprimé sur film de KTN) ont montré une croissance monotone de l'agilité de la fréquence de résonance avec l'épaisseur du matériau KTN sans pour autant atteindre une valeur maximale dans l'intervalle étudié (500 nm < $ép_{KTN}$ < 5000 nm). En revanche, les pertes globales de la structure résonante augmentent rapidement jusqu'à une épaisseur de KTN de 1000 nm, puis

saturent. C'est pourquoi, la recherche du meilleur compromis agilité en fréquence/pertes globales de la structure résonante n'a pas fourni d'épaisseur optimale pour les films minces de KTN. Ces différents résultats de simulation ont donc permis d'établir les évolutions théoriques des nombreux facteurs caractérisant les structures imprimées étudiées (lignes de transmission et résonateurs à stub) avant de procéder à leur réalisation respective.

Expérimentalement, les paramètres de répartition S_{ij} des lignes de transmission imprimées sur les films de KTN/Saphir R de différentes épaisseurs (125 nm < ép_{KTN} < 1460 nm) ont été mesurés, puis exploités afin d'extraire les constantes effectives des hétérostructures. A l'aide de méthodes analytiques, nous avons obtenu les constantes diélectriques de ces films. Les résultats montrent une valeur élevée de permittivité relative du matériau KTN déposé en couche mince ($\varepsilon_r = 930$ à 10 GHz et sans champ électrique appliqué pour le film de 1100 nm d'épaisseur). Sous champ E_{bias}, et même de faible intensité, la valeur de ε_r chute de façon conséquente ($\varepsilon_r = 570$ à 10 GHz sous $E_{bias} = 26$ kV/cm pour $\text{ép}_{\text{KTN}} = 1100$ nm), impliquant une agilité importante en permittivité relative : $\eta_r = 39\%$ (toujours à 10 GHz sous $E_{bias} = 26$ kV/cm et avec $\text{ép}_{\text{KTN}} = 1100$ nm). Comme attendu, l'agilité effective de la structure est plus modérée : $\eta_{eff} = 29\%$ (à 10 GHz sous $E_{bias} = 26$ kV/cm avec $\text{ép}_{\text{KTN}} = 1100$ nm). Parallèlement, les pertes intrinsèques du matériau KTN déposé en couche mince restent conséquentes, et ce quelque soient les épaisseurs étudiées. Les valeurs de tangente de pertes sont situées entre 0,3 (à 10 GHz sans champ E_{bias}) et 0,2 (à 10 GHz et sous $E_{bias} \sim 25$ kV/cm).

Concernant les structures résonantes, une agilité de la fréquence de résonance très élevée est observée et ce, sous champ E_{bias} modéré ($T_s = 54\%$ sous $E_{bias} = 80$ kV/cm avec $\text{ép}_{\text{KTN}} = 1100$ nm). Cependant, les pertes globales des structures résonantes augmentent avec l'épaisseur du film de KTN déposé. Un Facteur de Mérite (FoM_S) a été calculé afin de déterminer le meilleur compromis agilité en fréquence / pertes globales en fonction de l'épaisseur déposé. La plus forte valeur de FoM_S ($FoM_S = 77$) a été relevée avec le film de KTN de 960 nm. Notons que pour le film de 1100 nm, $FoM_S = 76$.

En raison des pertes intrinsèques conséquentes du matériau KTN, des études complémentaires ont été engagées afin d'améliorer encore les performances des dispositifs hyperfréquences accordables réalisés.

En premier lieu, l'intégration du matériau diélectrique $Bi_{1,5}Zn_{0,9}Nb_{1,5}O_{7-\delta}$ (BZN) dans des hétérostructures de type BZN/KTN/Saphir R a été réalisée et étudiée. Ce matériau BZN est

caractérisé par une permittivité relative moyenne ($\varepsilon_r \approx 100$) et de faibles pertes diélectriques ($tan\delta_r \approx 10^{-2}$) en bande *X*. Les simulations numériques réalisées ont démontré que l'hétérostructure BZN(200 nm)/KTN(600 nm)/Saphir R réduit légèrement l'agilité en fréquence de la structure résonante imprimée à sa surface (T_S évolue de 54% sans BZN à 45% après insertion de 200 nm de BZN) sans pour autant limiter les pertes globales ($PG_S = 0{,}64$ et 0,62, sans et avec 200 nm de BZN, respectivement). Une réduction du FOM_S est par conséquent observée (FOM_S évolue de 76 sans BZN à 66 après insertion du BZN). Ces hétérostructures ont cependant été réalisées, en espérant bénéficier d'une amélioration de l'interface film métallique/BZN. Une épaisseur plus faible de BZN a été déposée ($ép_{BZN} = 80$ nm et malheureusement non modélisable par simulation) afin de conserver la forte permittivité effective de l'hétérostructure. Les résultats expérimentaux ont montré une réduction de l'agilité en fréquence après l'insertion de la couche de BZN (T_S évolue de 44% sans BZN à 36% au maximum avec 80 nm de BZN). Parallèlement, les pertes globales ont bien été réduites (PG_S évolue de 0,72 sans BZN à 0,65 avec 80 nm de BZN) mais insuffisamment pour atteindre un effet probant sur la valeur du FOM_S (le FOM_S évolue de 60 à 55 après intégration du BZN).

Une étude complémentaire a été réalisée en insérant des couches tampon de $KNbO_3$ (d'épaisseurs égales à 25 nm et 35 nm) entre les films de KTN et le substrat de saphir R. L'utilisation de cette couche tampon permet de générer l'épitaxie du film ferroélectrique déposé (d'épaisseur 600 nm dans notre cas). Malheureusement, les résultats ont montré une chute de la permittivité relative du matériau KTN (ε_r évolue de 870 à moins de 500 à 10 GHz sans E_{bias} après insertion de la couche tampon). L'agilité en fréquence de la structure résonante est évidement réduite (T_S évolue de 44% à moins de 30% après l'insertion de la couche tampon). Point intéressant, l'amélioration de la qualité cristalline du film de KTN limite les pertes globales (la valeur de PG_S évolue de 0,72 à 0,62 après insertion de $KNbO_3$), mais de manière insuffisante concernant la valeur du Facteur de Mérite. Cette dernière diminue avec l'utilisation de la couche tampon (FoM_S évolue de 60 à 42).

Enfin, une dernière étude a été mise en œuvre avec, pour objectif, la limitation des pertes globales des structures résonantes. Pour cela, le matériau ferroélectrique a été localisé par microgravure laser dans la zone active de nos dispositifs. Après localisation du film de KTN de 1100 nm d'épaisseur, une faible diminution de l'agilité en fréquence est observée (T_S évolue de 54% à 47%). Parallèlement, les pertes globales chutent de manière drastique (PG_S évoluent de 0,70 à 0,22) provoquant l'augmentation conséquente du Facteur de Mérite (FoM_S évolue de 76 à 214 après localisation du film de KTN).

Les travaux présentés dans ce manuscrit ont donc démontré les très fortes potentialités du matériau $KTa_{1-x}Nb_xO_3$ déposé en couche mince pour les applications en hyperfréquences. Ce matériau se présente comme une alternative sérieuse et concurrentielle au matériau $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$. Cependant, en vue d'un éventuel transfert dans l'industrie, des efforts devront être encore consacrés à la réduction des pertes : (1) des pertes intrinsèques en dopant le matériau KTN ; (2) des pertes globales des dispositifs en localisant le matériau ferroélectrique dans la(es) zone(s) active(s) ; (3) ou encore par une combinaison des solutions (1) et (2).

L'ensemble de ces travaux servira de base à la future réalisation d'antennes à ondes de fuite accordables. La finalisation de l'étude numérique de ces antennes ou *leaky-wave antennas* sera déjà un premier pas dans la conception de ces nouveaux dispositifs.

Les antennes *leaky-wave* peuvent être décrites comme une ligne de transmission permettant la fuite de puissance (ou rayonnement) tout au long de son axe. Deux types d'antennes existent : les antennes *leaky-wave* uniformes et celles périodiques. Les premières présentent une géométrie invariante tout au long de leur axe principal alors que les secondes présentent des discontinuités périodiques le long de leur axe. La première antenne de type uniforme a été présentée par W. Hansen en 1940 [1], mais c'est à partir des années 50 qu'elles ont été massivement étudiées [2, 3]. Les premières antennes *leaky-wave* étaient des guides d'onde rectangulaires présentant une ouverture sur l'un de leurs cotés, ouverture qui permettant le rayonnement. Actuellement, des nombreuses géométries sont décrites dans la littérature [4, 5]. Nous nous sommes intéressés à ce type d'antennes car elles présentent une largeur étroite de faisceau de rayonnement, et leur largeur de bande, généralement importante, est souvent limitée par les dimensions de l'antenne. Des avantages, comme une alimentation aisée, les rendent attractives pour certaines applications millimétriques. Par ailleurs, comme son diagramme de rayonnement évolue avec la fréquence de travail, ceci peut être un avantage pour des applications à balayage en fréquence, mais cela devient un inconvénient pour des communications de type point à point.

Les antennes *leaky-wave* uniformes présentent un rayonnement vers l'avant (*forward*). L'angle de rayonnement peut varier (balayage en fonction de la fréquence) entre $\theta_m = 0°$ (perpendiculaire à l'axe de l'antenne) jusqu'à $\theta_m = 90°$ (axe de l'antenne). Expérimentalement, ces deux cas limites sont difficilement atteints. Des éléments supplémentaires doivent alors être utilisés (matériaux diélectriques, par exemple).

Avec l'intégration d'un matériau ferroélectrique, une antenne *leaky-wave* pourrait générer un balayage du rayonnement (θ_m) à une même fréquence de travail tout en conservant

une largeur de faisceau invariante ($\Delta\theta_m$). D'autre part, une même direction de rayonnement (θ_m) pourrait être obtenue à deux fréquences de travail différentes.

Cependant, le matériau ferroélectrique de KTN présentant des pertes intrinsèques non négligeables, il sera nécessaire de le confiner dans les zones critiques de l'antenne étudiée, en s'appuyant sur les résultats obtenus dans le **Chapitre IV** (confinement du matériau ferroélectrique) de ce manuscrit.

[1] **W. W. Hansen**, *Radiating Electromagnetic Waveguide*, U.S. Patent No. 2.402.622, **Nov. 1940**
[2] **L. Goldstone, and A. Oliner**, *Leaky-Wave Antennas I: Rectangular Waveguides*, Trans. Antennas Propag., vol 7, no. 4, pp. 307-319, **Oct. 1959**
[3] **P. Lampariello, and A. Oliner,** *A new Leaky Wave Antenna for Millimeter Waves Using an Asymmetric Strip in Groove Guide, Part I: Theory*, IEEE Trans. Antennas Propag., vol. 33, no. 12, pp. 1285-1294, **Déc. 1985**
[4] **K. W. Kam, and E. K. Yung,** *An innovative Leaky-Wave Antenna for Indoor Cellular Mobile Communications*, Microw. Opt. Technol. Lett., vol. 24, no. 1, pp. 19-20, **Jan. 2000**
[5] **F. P. Miranda, C. C. Peñalosa, and C. Caloz**, *High-Gain Active Composite Right/Left-Handed Leaky-Wave Antenna*, IEEE Trans. Antennas Propag., vol. 54, no. 8, pp. 2292-2300, **Août 2006**

Publications dans des revues internationales à comité de lecture

[2] A. Le Febvrier, A.C. Galca, **Y. Corredores**, S. Députier, V. Bouquet, V. Demange, X. Castel, R. Sauleau, R. Lefort, L.Y. Zhang, G. Tanné, L. Pintilie, and M. Guilloux-Viry, *Structural, Optical, and Dielectric Properties of* $Bi_{1.5-x}Zn_{0.92-y}Nb_{1.5}O_{6.92-\delta}$ *Thin Films Grown by PLD on R-plane Sapphire and* $LaAlO_3$ *Substrates*, **ACS Applied Materials and Interfaces**, vol. 4 (2012) pp. 5227-5233

[1] Q. Simon, Y. Corredores, X. Castel, R. Benzerga, R. Sauleau, K. Mahdjoubi, A. Le Febvrier, S. Députier, M. Guilloux-Viry, L. Zhang, P. Laurent et G. Tanné, *Highly tunable microwave stub resonator on ferroelectric* $KTa_{0.5}Nb_{0.5}O_3$ *thin film*, **Applied Physics Letters,** vol. 99 (2011) pp. 092904

Prix scientifique

[1] 2ème prix Accessit au Symposium J ''*Laser Materials Processing for Micro and Nano Applications*'' du congrès international E-MRS 2011 Spring Meeting "European Material Research Society", 9-13 mai 2011, Nice, France pour mon poster intitulé : *Influence of the thickness of pulsed laser deposited* $KTa_{0.5}Nb_{0.5}O_3$ *ferroelectric films on frequency tunable devices*

Conférences internationales à comité de lecture

[9] Y. Corredores, Q. Simon, X. Castel, R. Benzerga, R. Sauleau, K. Mahdjoubi, A. Le Febvrier, S. Députier, M. Guilloux-Viry, L. Zhang, P. Laurent, G. Tanne, *Performance of frequency-agile CPW resonators on thin film ferroelectric material*, **European Conference on Antennas and Propagation (EuCAP 2012),** 26 – 30 Mars 2012, Prague – République Tchèque + Acte de colloque associé (4 pages) **(communication orale)**

[8] Y. Corredores, Q. Simon, A. Le Febvrier, L. Zhang, R. Benzerga, X. Castel, R. Sauleau, S. Députier, P. Laurent, G. Tanné, M. Guilloux-Viry, K. Mahdjoubi, *Tunable stub resonators on* $KTa_{0.5}Nb_{0.5}O_3$ *(KTN) films: impact of the thickness and localization of KTN on the device performances*, **European Meeting on Ferroelectricity (EMF 2011)**, 26 Juin – 2 Juillet 2011, Bordeaux – France + Acte de colloque associé (2 pages) **(communication orale)**

[7] A. Le Febvrier, Y. Corredores, L. Zhang, S. Députier, V. Demange, V. Bouquet, X. Castel, R. Lefort, R. Sauleau, G. Tanné, M. Guilloux-Viry, *Ferroelectric and dielectric multilayer heterostructures based on KTN and BZN grown by PLD and CSD on microwave substrates*, **European Meeting on Ferroelectricity (EMF 2011)**, 26 Juin – 2 Juillet 2011, Bordeaux – France + Acte de colloque associé (2 pages) **(communication orale)**

[6] Y. Corredores, Q. Simon, L. Y. Zhang, R. Benzerga, X. Castel, R. Sauleau, S. Députier, P. Laurent, G. Tanné, M. Guilloux-Viry, K. Mahdjoubi, *Loss reduction on tunable stub resonator after laser micro-etching of ferroelectric layer*, **1er Workshop NIMS - Université de Rennes 1 "Materials and Sustainable development : Issues and Challenges of the 21st Century**, 15 – 17 Mai 2011, Rennes – France **(communication par affiche)**

[5] Y. Corredores, Q. Simon, A. Le Febvrier, L. Y. Zhang, X. Castel, R. Benzerga, R. Sauleau, S. Députier, P. Laurent, G. Tanné, M. Guilloux-Viry, K. Mahdjoubi, *Impact of the ferroelectric film thickness on the performances of a tunable stub resonator in X-band*, **1er Workshop NIMS - Université de Rennes 1 "Materials and Sustainable development : Issues and Challenges of the 21st Century**, 15 – 17 Mai 2011, Rennes – France **(communication par affiche)**

[4] Y. Corredores, Q. Simon, A. Le Febvrier, L. Zhang, X. Castel, R. Benzerga, R. Sauleau, S. Députier, N. Martin, G. Tanné, M. Guilloux-Viry, K. Mahdjoubi, *Characterization of $KTa_{0.5}Nb_{0.5}O_3$ ferroelectric thins films at microwaves and their application to highly-tunable resonators*, **European Materials Research Society (EMRS-ICAM 2011),** 9 – 13 Mai 2011, Nice – France **(communication orale)**

[3] A. Le Febvrier, Y. Corredores, L. Zhang, S. Députier, V. Demange, V. Bouquet, X. Castel, R. Lefort, G. Tanné, M. Guilloux-Viry, *Substrate effect on BZN dielectric thin films grown by PLD for tunable devices*, **European Materials Research Society (EMRS-ICAM 2011),** 9 – 13 Mai 2011, Nice – France **(communication orale)**

[2] Q. Simon, Y. Corredores, A. Le Febvrier, L. Zhang, X. Castel, R. Benzerga, R. Sauleau, S. Députier, P. Laurent, G. Tanné, M. Guilloux-Viry, K. Mahdjoubi, *Influence of the thickness of pulsed laser deposited $KTa_{0.5}Nb_{0.5}O_3$ ferroelectric films on frequency tunable devices*, **European Materials Research Society (EMRS-ICAM 2011)**, 9 – 13 Mai 2011**,** Nice – France **(communication par affiche)**

[1] Y. Corredores, Q. Simon, L. Zhang, R. Benzerga, X. Castel, R. Sauleau, S. Députier, P. Laurent, G. Tanné, M. Guilloux-Viry, K. Mahjoubi, *Laser processing on KTN thin films for tunable micro-electronic devices*, **European Material Research Society (EMRS 2010),** 7 – 11 Juin 2010, Strasbourg – France **(communication orale)**

Conférences nationales à comité de lecture

[9] Y. Corredores, Q. Simon, A. Le Febvrier, L. Y. Zhang, X. Castel, R. Benzerga, R. Sauleau, S. Députier, P. Laurent, N. Martin, M. Guilloux-Viry, K. Mahdjoubi, *Performances en hyperfréquences de structures agiles imprimées sur films ferroélectriques de $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$,* MMS 2012 "3ème journée Scientifique des Jeunes Chercheurs", 21 juin 2012, Rennes – France **(communication par affiche)**

[8] Y. Corredores, Q. Simon, A. Le Febvrier, L. Y. Zhang, X. Castel, R. Benzerga, R. Sauleau, S. Députier, P. Laurent, N. Martin, M. Guilloux-Viry, K. Mahdjoubi, *Caractéristiques diélectriques et performances en hyperfréquences de films minces ferroélectriques de KTN*, **12èmes Journées de Caractérisation Microondes et**

Matériaux (JCMM 2012), 28 – 30 Mars 2012, Chambéry – France + Acte de colloque associé (4 pages / ID26) **(communication par affiche)**

[7] A. Le Febvrier, Y. Corredores, L. Zhang, S. Députier, V. Demange, V. Bouquet, R. Lefort, A.C. Galca, X. Castel, R. Sauleau, P. Laurent, G. Tanné, L. Pintilie, M. Guilloux-Viry, *Croissance et caractérisations diélectriques et optiques de couches minces de* $Bi_{1,5-x}Zn_{1-y}Nb_{1,5}O_{6-1,5x-y}$ *(BZN)*, **12èmes Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux (JCMM 2012)**, 28 – 30 Mars 2012**,** Chambéry – France + Acte de colloque associé (4 pages / ID49) **(communication orale)**

[6] Y. Corredores, Q. Simon, A. Le Febvrier, L. Y. Zhang, R. Benzerga, X. Castel, R. Sauleau, S. Députier, P. Laurent, G. Tanné, M. Guilloux-Viry, K. Mahdjoubi, *Influence de l'épaisseur et de la localisation des films de KTN sur les performances d'un résonateur hyperfréquence*, **12èmes Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux (JCMM 2012)**, 28 – 30 Mars 2012, Chambéry – France + Acte de colloque associé (4 pages / ID25) **(communication orale)**

[5] Y. Corredores, *Caractérisation diélectrique de couches minces ferroélectriques de* $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$**, 5ème Journée des Doctorants de l'IETR**, 9 Juin 2011, Rennes – France **(communication par affiche)**

[4] Y. Corredores, Q. Simon, L. Zhang, A. Le Febvrier, X. Castel, R. Benzerga, R. Sauleau, S. Députier, P. Laurent, N. Martin, M. Guilloux-Viry, K. Mahdjoubi, *Résonateur à stub agile en fréquence sur film ferroélectrique de* $KTa_{0,5}Nb_{0,5}O_3$ *et caractérisations diélectriques associées*, **17èmes Journées Nationales Microondes (JNM 2011)**, 18 – 20 Mai 2011, Brest – France + Acte de colloque associé (4 pages / 7F-4) **(communication par affiche)**

[3] Y. Corredores, Q. Simon, L. Zhang, R. Benzerga, X. Castel, R. Sauleau, S. Deputier, P. Laurent, G. Tanné, M. Guilloux-viry, K. Mahdjoubi, *Laser micro-etching of ferroelectric layers for insertion loss reduction of tunable resonators*, **Journée National sur des Technologies Emergentes en Micro-Nanofabrication (JNTE 2010)**, 24 – 26 Novembre 2010 Paris – France + Acte de colloque associé (2 pages) **(communication par affiche)**

[2] Y. Corredores, *Microgravure laser de films KTN pour dispositifs hyperfréquences accordables : Impact sur l'agilité et les pertes globales*, **4ème Journée des Doctorants de l'IETR**, 16 Juin 2010, Rennes – France **(communication orale)**

[1] Y. Corredores, L. Zhang, Q. Simon, X. Castel, R. Benzerga, R. Sauleau, S. Députier, P. Laurent, G. Tanné, M. Guilloux-Viry, K. Mahdjoubi, *Optimisation des performances d'un résonateur à stub par microgravure localisée de films minces de KTN*, **11èmes Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux (JCMM 2010),** 31 Mars – 2 Avril 2010, Brest – France + Acte de colloque associé (4 pages / O7-3) **(communication orale)**

Annexe I : Diffraction de rayons X

La diffraction des rayons X est basée sur le phénomène de diffusion cohérente et élastique du rayonnement X interagissant avec la matière organisée. L'onde diffractée résulte de l'interférence cohérente des ondes diffusées par chacun des atomes constituant la matière. Ils existent plusieurs configurations en diffraction de rayons X. Nous en présenterons trois, celles utilisées lors de ces travaux sur les couches minces de $KTa_{1-x}Nb_xO_3$.

Configuration θ - 2θ : le détecteur se déplace d'un angle 2θ et dans le même temps, l'échantillon se déplace de l'angle $\omega = 2\theta/2$. Seuls les plans perpendiculaires à la direction de croissance du film vont diffracter. Dans ce mode, la première loi de Descartes (angle d'incidence du faisceau de RX et angle du faisceau diffracté égaux) et la loi de Bragg (**Equation A1.1**) doivent être respectées pour obtenir la diffraction :

$$2 \times d_{hkl} \times \sin(\theta) = \lambda \qquad \text{(A1.1)}$$

avec : λ, la longueur d'onde du rayonnement X utilisé ; θ, l'angle de diffraction ; d_{hkl}, la distance inter-réticulaire du plan cristallographique (*hkl*) correspondant. La valeur d_{hkl} permet de remonter au paramètre de maille a_m.

Configuration *ω-scan* ou *rocking-curve* : la valeur de l'angle 2θ est fixée à l'une des réflexions obtenues avec le mode θ-2θ et un balayage en ω est réalisé. Ce mode permet d'évaluer la qualité de l'orientation des cristallites hors du plan. La mesure permet, entre autres, d'obtenir une distribution statistique de la quantité de grains orientés suivant cette direction, avec la dispersion angulaire des cristallites autour de l'axe de croissance.

Configuration *φ-scan* : dans les deux mouvements précédents, la géométrie du système est invariante excepté la rotation autour de l'axe de croissance. Par conséquent, cette configuration ne permet pas de différencier un film texturé d'un film épitaxié. Afin d'étudier l'ordre de la couche mince dans le plan du substrat, il est donc nécessaire de travailler sur un plan oblique (*hkl*) par rapport au plan de croissance du film observé en mode θ-2θ. De ce fait, l'échantillon est basculé grâce au mouvement χ défini par l'angle entre la normale au plan de croissance et celle au plan oblique. Une fois ce mouvement effectué, le plan oblique (*hkl*) est

dans le plan de diffraction et l'échantillon est ensuite mis en rotation autour de sa normale suivant le mouvement φ. Lors du balayage en φ, la présence de pics de diffraction à des azimuts précis est la signature d'un ordre des cristallites dans le plan et donc d'une croissance épitaxiale. La position des pics sur le diagramme permet de déterminer l'agencement de la couche mince dans le plan du réseau par rapport à celui du substrat.

Via la collaboration avec l'ISCR de l'Université de Rennes 1, deux diffractomètres de rayons X ont été utilisés pour ces travaux : pour le mode θ-2θ, le modèle *D8 Advanced Bruker AXS* équipé d'un détecteur *Bruker LynxEye* et pour les modes ω-*scan* et φ-*scan*, le modèle *D8 Discover (Bruker)* équipé également d'un détecteur *LynxEye*. (**Figure A1.1**)

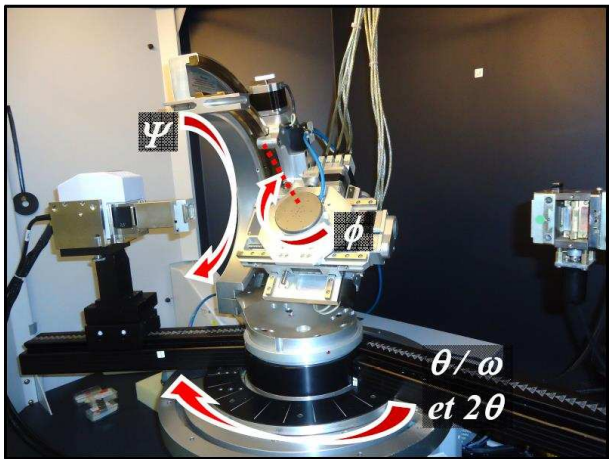


Figure A1.1. Diffractomètre de rayons X modèle *D8 Discover (Bruker)* localisé à l'ISCR de l'Université de Rennes 1

Annexe II : Microscopie

Microscope Electronique à Balayage (MEB)

Le principe du MEB (Microscope Électronique à Balayage) est basé sur des interactions entre des électrons incidents et la matière étudiée. Les électrons incidents sont thermoémis par le chauffage d'un filament de tungstène, puis accélérés par une anode et focalisés à la surface de l'échantillon par un système de lentilles électromagnétiques. Le faisceau balaie la surface de l'échantillon grâce à un système de bobines de déviation. Le balayage est synchronisé à celui de l'écran de visualisation. Lors des interactions avec la matière étudiée, différents signaux sont émis : électrons secondaires de basse énergie (de l'ordre de la dizaine d'eV), électrons rétrodiffusés de haute énergie (quelques KeV), rayonnement électromagnétique (photons X). Ces signaux collectés par des détecteurs spécifiques fournissent des nombreuses informations. L'observation d'échantillons avec le MEB implique d'avoir une surface conductrice. A défaut, les électrons incidents implantés dans la surface sous observation, provoqueront un phénomène de charge. L'observation de surface isolante pourra cependant être réalisée en abaissant la tension d'accélération des électrons incidents. Un autre moyen est de métalliser la surface isolante avec une couche ultramince (≈ 50 Å) d'or-palladium. Cette technique n'a pas été utilisée lors de cette étude.

La topographie de l'échantillon est donnée grâce aux électrons secondaires. Ils correspondent aux électrons des couches externes des atomes qui sont éjectés lors de la collision avec les électrons du faisceau incidents. Un détecteur capte les électrons secondaires émis par la surface du matériau et, selon la quantité mesurée, fait varier la brillance du spot parcourant l'écran de visualisation, reproduisant ainsi la topographie. Le rendement des électrons secondaires, proportionnel à l'angle d'incidence du faisceau d'électrons, dépend donc du relief de l'échantillon. Les photos des films minces ont été prises par le modèle *JEOL JSM 6301 F* via la collaboration avec l'ISCR de l'Université de Rennes 1. Pour les photos des dispositifs hyperfréquences finaux, un modèle *JEOL JSM 5600* localisé à l'IUT de Saint Brieuc a été utilisé (**Figure A2.1**).

Figure A2.1. Microscope Electronique à Balayage *JEOL JSM 5600* localisé à l'IUT de Saint Brieuc

Microscope Optique

Le microscope optique utilisé est un modèle LEICA DM2500M (**Figure A2.2**) doté d'un micromètre objet et d'une caméra LEICA DFC295 relié à un poste informatique pour l'acquisition des photos.

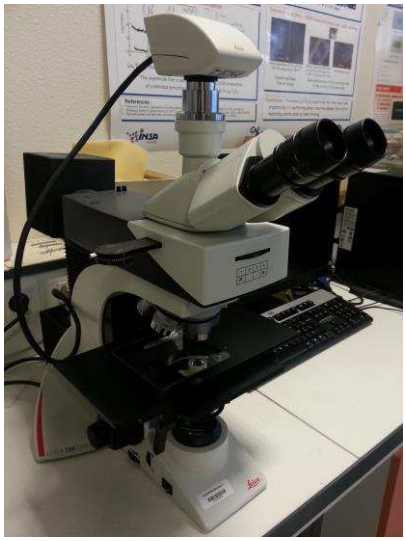


Figure A2.2. Microscope optique localisé à l'IUT de Saint Brieuc

Ce microscope est constitué d'un oculaire (×10) et de 5 objectifs différents (×5, ×10, ×20, ×50 et ×100). En plus de l'éclairage direct (éclairage épiscopique avec observation de l'échantillon par réflexion), il dispose d'un éclairage diascopique permettant l'observation de

l'échantillon par transmission. Enfin, avec les trois plus gros grossissements, nous pouvons réaliser des observations en fond noir, qui fournissent une indication qualitative de la rugosité de l'échantillon (noir = lisse et blanc = rugueux). Le micromètre objet possède 100 divisions et est calibré pour chaque objectif. L'échelle de lecture selon l'objectif utilisé est :

×5: 1 division = 19,63 µm
×10: 1 division = 10 µm
×20: 1 division = 4,92 µm
×50: 1 division = 1,98 µm
×100: 1 division = 1 µm

Cet instrument permet l'observation de la morphologie de surface des échantillons et de réaliser des mesures de longueur (largeur de ligne et ouverture de gap).

Annexe III : Retrosimulations pour validation des pertes diélectriques du matériau BZN

Des valeurs de permittivité relative (ε_r) du matériau BZN et des pertes effectives des lignes de transmission ($tan\delta_{eff}$) ont été extraites par la méthode analytique de "*Conformal Mapping*". Nous avons observé que ε_r évolue entre 110 à 1 GHz et 75 à 40 GHz ($\varepsilon_r = 90$ à 10 GHz) pou un film de BZN de 500 nm d'épaisseur. De plus, $tan\delta_{eff} = 0{,}03$ à 10 GHz sur la ligne de transmission de 8 mm de longueur. Comme montré dans le **Chapitre IV**, la méthode de "*Conformal Mapping*" ne permet pas d'extraire les pertes diélectriques ($tan\delta_r$) du matériau diélectrique BZN. De ce fait, des rétrosimulations ont été réalisées sur le résonateur à stub. Ces rétrosimulations ont pour objectif de faire correspondre les paramètres de répartition S_{ij} des simulations à ceux des mesures expérimentales. Pour ceci, nous avons fait varier les caractéristiques diélectriques (permittivité relative et tangente de pertes diélectriques) assignées au modèle du film de BZN introduit dans le logiciel de simulation HFSS. Dans un premier temps, nous avons assigné comme valeur de permittivité relative du film, celle qui a été extraite par la méthode de "*Conformal Mapping*" et à la valeur des pertes diélectriques ($tan\delta_r$), nous avons assigné la valeur des pertes effectives de la ligne de transmission ($tan\delta_{eff}$). Puis, nous avons fait varier ces valeurs pour obtenir la meilleure concordance rétrosimulations/mesures. Les valeurs utilisées lors des rétrosimulations son regroupées ci-après :

(S1) $\varepsilon_r = 90$ (extrait), $tan\delta_r = 0{,}03$ ($tan\delta_{eff}$ extraite) et $ép_{BZN} = 500$ nm ;
(S2) $\varepsilon_r = 115$, $tan\delta_r = 0{,}03$ et $ép_{BZN} = 500$ nm ;
(S3) $\varepsilon_r = 115$, $tan\delta_r = 0{,}02$ et $ép_{BZN} = 500$ nm ;

Les valeurs de paramètres de répartition S_{ij} en fonction de la fréquence pour les différentes simulations et la mesure sont regroupées **Figure A3.1**.

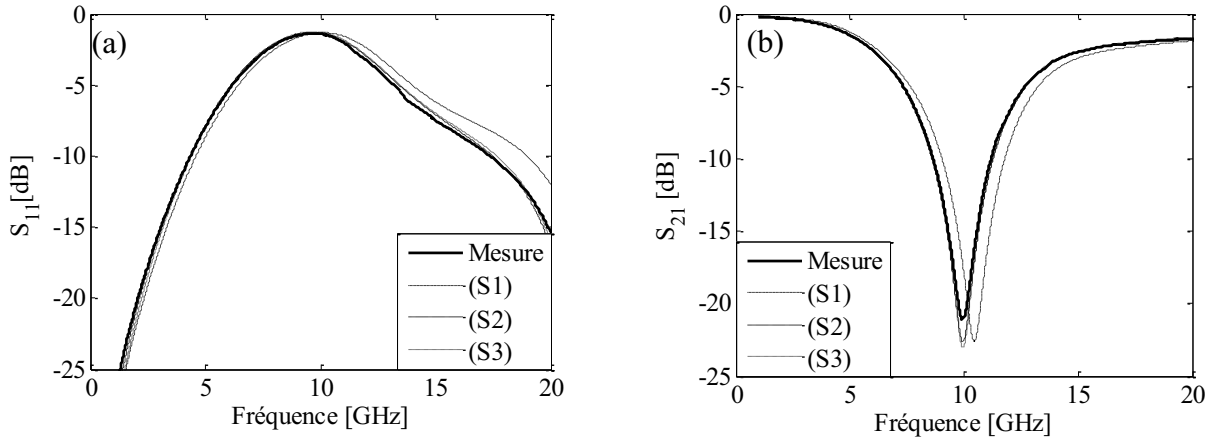


Figure A3.1. Paramètres de répartition S_{11} (a) et S_{21} (b) des mesures expérimentales et des retrosimulations

Comme le montre les résultats, nous pouvons conclure que la valeur de $tan\delta_r$ est dans la gamme 10^{-2} à 10 GHz et que celle de la permittivité relative ε_r est voisine de 100. Ces pertes restent cependant difficiles à déterminer avec précision car elles restent masquées en partie par les pertes métalliques. Le **Tableau A3.1** regroupe les valeurs des fréquences de résonance F_r (S_{21}), coefficients de réflexion (S_{11} à F_r) et pertes globales du stub (PG_S à F_r) des mesures et rétrosimulations des résonateurs à stub testées.

Tableau A3.1

Fréquence de résonance (F_r), paramètre de réflexion (S_{11}) et pertes globales (PG_S) des mesures et retrosimulations avec le film de BZN (L37)

	F_r (S_{21}) (GHz)	S_{11} à F_r (dB)	PG_S à F_r
Mesure $ép_{BZN}$ = 500 nm	9,93	-1,36	0,26
Simulation (S1) $ép_{BZN}$ = 500 nm ; ε_r = 90 ; $tan\delta_r$ = 0,03	10,44	-1,35	0,26
Simulation (S2) $ép_{BZN}$ = 500 nm ; ε_r = 115 ; $tan\delta_r$ = 0,03	9,95	-1,34	0,26
Simulation (S3) $ép_{BZN}$ = 500 nm ; ε_r = 115 ; $tan\delta_r$ = 0,02	9,95	-1,27	0,25

Résumé

Les dispositifs hyperfréquences reconfigurables sont une solution pertinente pour la réduction de l'encombrement et de la complexité des chaines d'émission/réception dans les terminaux. Les travaux de ce manuscrit concernent l'étude de dispositifs hyperfréquences coplanaires accordables en fréquence à base de films minces ferroélectriques de KTN, matériau prometteur à forte agilité mais doté de pertes conséquentes. Des études numériques et expérimentales ont été engagées afin d'obtenir le meilleur compromis accordabilité/pertes. Dans un premier temps, les constantes diélectriques (ε_r, $tan\delta_r$) des films de KTN de différentes épaisseurs ont été mesurées sur une large bande de fréquence (de 1 GHz à 40 GHz). Des résonateurs à stub ont ensuite été imprimés sur les échantillons et caractérisés en bande *X*. Enfin, des solutions permettant la réduction de leurs pertes globales sans altérer leur accordabilité en fréquence (54% en bande *X* et sous champ bias modéré (~75 kV/cm)) ont été proposées et étudiées. Elles concernent, (1) l'intégration du matériau diélectrique BZN à faibles pertes intrinsèques, (2) l'intégration de la couche tampon $KNbO_3$, et (3) la localisation du matériau KTN par microgravure laser dans les zones actives des dispositifs réalisés. Cette dernière solution permet de conserver la forte accordabilité en fréquence du dispositif résonant (47%) tout en réduisant d'un facteur ~3 ses pertes globales.

Mots clés : Dispositifs microondes, Résonateurs, Couches minces, Matériaux diélectriques, Matériaux ferroélectriques, $KTa_{1-x}Nb_xO_3$, Agilité, Ablation laser.

Abstract

Reconfigurable devices are an attractive solution to reduce the complexity of radio front-ends in microwave wireless systems. In this framework, the objective of this work is to characterize coplanar tunable resonators printed on ferroelectric KTN thin films. In particular, the best trade-off between frequency tunability and insertion loss is investigated numerically and experimentally in *X*-band. Moreover, the main features of the KTN layer (relative permittivity and loss tangent) are determined up to 40 GHz for various KTN thickness values. Three original solutions are proposed to reduce the global loss of the resonators, *i.e.* to increase their figure of merit. They consist either in using a two-layer BZN/KTN or KTN/$KNbO_3$ heterostructures, or in confining the KTN layer only in regions of interest through laser microetching. The KTN confinement enables to divide the global loss by a factor ~3 while keeping up the high frequency tunability (47%, against 54% before KTN localizing) under a moderate applied electric field (~75 kV/cm).

Keywords: Microwave devices, Resonators, Thin films, Dielectric materials, Ferroelectric materials, $KTa_{1-x}Nb_xO_3$, Tunability, Laser etching.