



HAL
open science

Croissance de films minces piézoélectriques de $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ par pulvérisation cathodique pour la réalisation de dispositifs à ondes élastiques confinées, destinés à des applications haute-température

Florian Bartoli

► **To cite this version:**

Florian Bartoli. Croissance de films minces piézoélectriques de $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ par pulvérisation cathodique pour la réalisation de dispositifs à ondes élastiques confinées, destinés à des applications haute-température. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. CentraleSupélec, 2019. Français. NNT : 2019CSUP0015 . tel-02872215

HAL Id: tel-02872215

<https://theses.hal.science/tel-02872215>

Submitted on 17 Jun 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.



CentraleSupélec

N° d'ordre : 2019-04-TH



CentraleSupélec

Ecole Doctorale C2MP

« Chimie Mécanique. Matériaux Physique »

Laboratoire Matériaux Optiques, Photoniques et Systèmes, Institut Jean Lamour

THÈSE DE DOCTORAT

Spécialité : PHYSIQUE

Soutenue le 5 avril 2019

Par :

Florian BARTOLI

Croissance de films minces piézoélectriques de $Sc_xAl_{1-x}N$ par pulvérisation cathodique pour la réalisation de dispositifs à ondes élastiques confinées, destinés à des applications haute-température

Composition du jury :

Directeur de thèse :	Thierry AUBERT	Enseignant-Chercheur HDR, CentraleSupélec
Co-directeur de thèse :	Omar ELMAZRIA	Professeur des Universités, Université de Lorraine
Présidente du jury :	Marta CLEMENT	Professeur, Universidad Politécnica de Madrid (Espagne)
Rapporteurs :	Thomas BARON Laurent LE BRIZOUAL	Ingénieur de recherche HDR, ENSMM Professeur des Universités, Université de Rennes 1
Examineur :	Cinzia CALIENDO	Professeur, CNR (Italie)

A mes parents, Arlette et Claude

Remerciements

Les travaux effectués lors de cette thèse ont débuté lors de mon stage de ma deuxième année de Master au laboratoire LMOPS, et à l'Institut Jean Lamour (IJL). De nombreuses compétences ont été nécessaires pour les mener à bien, et la progression effectuée dans notre étude n'a été rendue possible que via l'intervention de nombreuses personnes. Je tiens donc tout d'abord à exprimer ma gratitude envers toutes ces personnes qui m'ont suivi et épaulées pendant ces quatre années de travaux.

Je remercie tout d'abord toutes les personnes de la direction de CentraleSupélec et du laboratoire LMOPS qui m'ont vivement aidé et épaulé sur tous les aspects administratifs lié à la vie au laboratoire. Je remercie plus particulièrement monsieur Nicolas Fressengeas, directeur du laboratoire LMOPS, madame Fabienne Munier, secrétaire du campus messin de CentraleSupélec, et madame Stéphanie Vergerio, responsable administrative du laboratoire LMOPS.

Un grand merci à toutes les personnes qui m'ont prêtées leurs compétences, qui m'ont permis d'avancer à la fois dans la compréhension de mon sujet de thèse, et dans l'avancée de nos travaux :

- Madame Ouarda Legrani, ma co-encadrante de stage de master de M2, qui fait partie des qui m'ont initié à la recherche en laboratoire.
- Monsieur Philippe Pigeat, qui m'a épaulé sur la quasi-intégralité des aspects liés à mon sujet de thèse. Il fait partie du cercle de personnes qui m'ont donné envie de continuer la recherche universitaire.
- Monsieur Jérémy Streque, qui m'a fortement aidé sur la fabrication des dispositifs SAW utilisés et étudiés lors ces travaux.
- Monsieur Mohammed Moutaouekkil, qui a produit les simulations COMSOL présents dans ce manuscrit.

- Messieurs Jean-Georges Mussot et Emmanuel Vatoux, de l'atelier mécanique de l'IJL, dont les compétences techniques ont été d'une grande aide.
- Madame Sylvie Robert, et monsieur Pascal Boulet, respectivement membre et responsable du centre de compétences X-Gamma de l'IJL, qui m'ont formé à la diffraction des rayons X.
- Monsieur Jaafar Ghanbaja et mesdames Sandrine Mathieu, Sylvie Migot-Choux, et Christine Gendarme, du centre de compétences MEM de l'IJL, pour les mesures TEM, MEB et EDXS effectuées lors de ces travaux.
- Monsieur Laurent Badie et madame Gwladys Lengaigne du centre de compétences MiNaLor de l'IJL, qui m'ont formé à la sécurité salle blanche, ainsi qu'à quelques machines s'y trouvant.
- Madame Ninel Kokanyan, experte de la spectroscopie Raman du laboratoire LMOPS, qui nous a fourni de précieuses informations, et avec qui des nombreuses collaborations sont à venir.
- Monsieur Alexandre Bouché de l'équipe 104 *nanomatériaux* de l'IJL, travaillant activement au centre de compétences Dapm, dont les compétences techniques sur l'ultra-vidé ont été et seront encore, d'une grande aide.
- Monsieur Thomas Easwarakhanthan l'équipe 104 de l'IJL dont les mesures d'ellipsométrie ont été très appréciées.

Je remercie tout le personnel de l'équipe 405 *micro et nanosystèmes* de l'IJL, madame Hanna Riahi-Moll, et messieurs Sami Hage-Ali, Denis Beyssen, Didier Rouxel, Mourad Oudich, Frédéric Sarry, Hamid M'Jahed, et Stefan Mc Murtry, qui m'ont épaulé que ce soit de manière technique, administrative ou morale.

Je tiens aussi à remercier tous les collègues doctorants, avec qui un soutien mutuel à tous les niveaux s'est installé. Je remercie plus particulièrement madame Cécile Fløer, messieurs Alaa Eldin Abdel Azi Giba et Harshad Mishra de l'IJL, et messieurs Amine Taguett, Alban Maertens, Chi-Hak Uy, Florian Denis et Thomas Bouchet de CentraleSupélec.

Je remercie M. Koffi Moïse Kouamé Déroh, stagiaire ayant travaillé sur les dépôts de Al_2O_3 , ayant fourni des informations très utiles.

Je remercie tous les intervenant extérieurs aux laboratoires LMOPS et IJL qui ont apporté leurs compétences théoriques et techniques : messieurs Pascal Nicolay, Sergei Zhgoon, Abdelkrim Talbi et madame Natalya Naumenko.

Un grand merci à mon jury de thèse, Messieurs Thomas Baron et Laurent Le Brizoual, rapporteurs et mesdames Cinzia Caliendo et Marta Clement, examinatrices, de m'avoir fait l'honneur d'évaluer nos travaux.

Enfin, je tiens à remercier mes deux directeurs de thèse, messieurs Thierry Aubert et Omar Elmazria, pour ces quatre années de travaux (stage de Master 2 compris) qui se sont très bien déroulées en partie grâce à eux. Merci à eux pour leur patience, leurs conseils, et pour l'ambiance qu'ils ont apportés lors de déplacements à l'étranger, notamment à Washington et à Kobe.

« La pensée ne doit jamais se soumettre, ni à un dogme, ni à un parti, ni à une passion, ni à un intérêt, ni à une idée préconçue, ni à quoi que ce soit, si ce n'est aux faits eux-mêmes, parce que, pour elle, se soumettre, ce serait cesser d'être. »

Henri Poincaré, Fêtes du 75e anniversaire de L'Université libre de Bruxelles (ULB),
le 21 novembre 1909

Table des matières

Introduction.....	1
Chapitre 1. Généralités sur les dispositifs à ondes élastiques de surface.....	5
1. Qu'est-ce qu'un dispositif à ondes élastiques de surface ?.....	6
1.1 Création et développement.....	6
1.2 La piézoélectricité.....	11
1.2.1 Généralités.....	11
1.2.2 Les matériaux piézoélectriques.....	13
1.3 Les ondes élastiques de surface.....	15
1.3.1 Les ondes de Rayleigh.....	19
1.3.2 Les ondes de Sezawa.....	20
1.3.3 Les High Velocity Surface Acoustic Wave (HVSAW).....	20
1.4 Description d'un signal SAW.....	21
1.4.1 Réponse fréquentielle d'un IDT.....	21
1.4.2 Réponse d'un dispositif SAW de type « ligne à retard ».....	23
1.4.3 Dispositif SAW de type « ligne à retard réfléchive ».....	27
1.4.4 Dispositif SAW de type « résonateur ».....	28
1.4.5 Les dispositifs SAW pour les applications capteurs sans-fil.....	30
1.5 Choix des matériaux piézoélectriques.....	32
1.5.1 Grandeurs caractéristiques.....	32
1.5.2 Les angles d'Euler.....	35
2. La technologie SAW pour les mesures de très hautes températures.....	36
2.1 Technologies usuelles pour les mesures de température.....	36
2.2 Les substrats pour les capteurs SAW destinés aux hautes températures.....	40
2.2.1 Le quartz.....	40
2.2.2 Le niobate et le tantalate de lithium.....	41
2.2.3 La langasite.....	42
2.3 Les couches minces pour les capteurs SAW destinés aux hautes températures.....	45
2.4 Les matériaux pour des IDT fonctionnels à haute température.....	48
2.5 Le <i>packaging</i> et ses limites.....	49
3. Vers un capteur à ondes acoustiques auto-protégé.....	51
3.1 Passivation du dispositif.....	51
3.2 Le dispositif à ondes acoustiques guidées.....	54
3.3 Les matériaux pour dispositif à ondes acoustiques guidées, dans l'optique d'une application capteur haute température sans-fil.....	56
3.3.1 Le substrat.....	57
3.3.2 Les IDT.....	58
3.3.3 La couche protectrice.....	59
3.3.4 La couche guidante.....	60
4. Conclusion et objectif de la thèse.....	63
Références bibliographiques.....	65

Chapitre 2. Techniques utilisées pour la fabrication d'un capteur WLAW.....	71
1. Croissance de couches minces cristallines.....	72
1.1 Les différentes techniques de croissance.....	72
1.2 La pulvérisation cathodique réactive magnétron radiofréquence.....	76
1.3 Influence des paramètres de dépôt.....	80
1.4 Réacteurs de dépôt utilisés.....	83
2. Caractérisations matériaux.....	86
2.1 Réflectométrie interférentielle <i>in-situ</i>	86
2.2 Diffraction des rayons X.....	90
2.2.1 Loi de Bragg.....	90
2.2.2 Configuration θ - 2θ	92
2.2.3 Configuration rocking-curve.....	94
2.2.4 Diffractomètres utilisés.....	97
2.3 Microscopie électronique en transmission.....	99
2.3.1 Principe de fonctionnement.....	99
2.3.2 Contraste de diffusion : champ clair et champ sombre.....	102
2.3.3 Mode diffraction électronique.....	104
2.3.4 Haute résolution.....	106
2.3.5 Microscope électronique en transmission utilisé.....	107
2.4 Spectromètre de dispersion d'énergies des photons X (EDXS).....	108
3. Fabrication des IDT, et caractérisation électrique.....	109
3.1 Photolithographie UV.....	109
3.2 Caractérisation électrique ex-situ sous pointes.....	111
4. Modélisation COMSOL Multiphysics.....	112
Références bibliographiques.....	114

Chapitre 3. Croissance et caractérisation des matériaux choisis pour la structure WLAW.....115

1. Etat de l'art du matériau $Sc_xAl_{1-x}N$	116
2. Protocole de dépôt mis en place.....	132
3. Résultats expérimentaux.....	138
3.1 Point de référence : croissance d'AlN.....	138
3.2 Croissance du $Sc_xAl_{1-x}N$	149
3.2.1 Composition $Sc_{0.09}Al_{0.91}N$	149
3.2.2 Composition $Sc_{0.18}Al_{0.82}N$	157
3.3 Croissance de la couche protectrice.....	166
3.3.1 L' Al_2O_3 comme couche protectrice.....	166
3.3.2 L'AlN comme couche protectrice.....	171
4. Conclusion du chapitre.....	174
Références bibliographiques.....	175

Chapitre 4. Intégration des matériaux aux dispositifs à ondes élastiques guidées.....	179
1. Etude de la structure AlN/IDT/GaN/Saphir.....	180
1.1 Détermination de constantes élastiques.....	180
1.1.1 Choix des matériaux composant la structure.....	180
1.1.2 Courbes de dispersion en vitesse de propagation simulées et expérimentales à température ambiante, pour les structures SAW Al/AlN/Saphir et Al/GaN/Saphir.....	183
1.1.3 Courbes de dispersion en TCF simulées et expérimentales jusqu'à 100°C pour les structures SAW Al/AlN/Saphir et Al/GaN/Saphir.....	188
1.2 La structure AlN/Al/GaN/Saphir.....	191
1.2.1 Etude à température ambiante.....	191
1.2.2 Etude en température.....	202
2. Intégration des films $Sc_xAl_{1-x}N$ aux dispositifs à ondes élastiques de surface.....	208
2.1 Mesures expérimentales sur des dispositifs SAW à base de $Sc_{0,09}Al_{0,91}N$	208
2.2 Mesures expérimentales sur des dispositifs SAW à base de $Sc_{0,18}Al_{0,82}N$	218
3. Détermination de constantes élastiques pour le $Sc_{0,09}Al_{0,91}N$	220
4. Conclusion du chapitre.....	222
Références bibliographiques.....	223
Conclusion.....	225
Glossaire.....	231
Liste des communications.....	233

Introduction

Etudiée depuis le milieu des années 60, la technologie des dispositifs à ondes élastiques de surface, appelés plus communément dispositifs SAW (pour *Surface Acoustic Waves*), fait toujours l'objet d'intenses travaux à l'heure actuelle. Cela s'explique par la capacité des dispositifs SAW à être utilisés comme filtres passe-bande, fonctionnant à des fréquences de l'ordre du Mégahertz, voire du Gigahertz. Couplée à leur encombrement très limité, de l'ordre du mm³, cette propriété induit une utilisation massive des dispositifs SAW dans l'industrie des télécommunications. Ils sont notamment un composant indispensable dans la fabrication des téléphones mobiles.

Un des problèmes de la technologie SAW dans le cas des filtres, est que les dispositifs sont relativement sensibles aux conditions environnementales : la fonction de transfert des filtres SAW peut par exemple, être relativement sensible à la température. Cependant, certaines applications voient cette sensibilité comme une qualité. En effet la modification du signal ayant les variations des conditions environnementales pour cause, n'a pas de caractère aléatoire. Il est donc possible de mesurer ces variations. Un champ de développement est donc apparu ces trente dernières années, où les dispositifs SAW sont développés en tant que capteurs, et ce pour des mesures de température, de pression, de concentrations d'espèces chimiques etc. Le principe de fonctionnement des dispositifs SAW, en fait des composants fonctionnant de manière passive, avec la possibilité d'une utilisation sans-fil sans électronique, ni source d'énergie embarquée. C'est là leur principal atout. Ces deux propriétés font des dispositifs SAW de sérieux candidats pour une utilisation en environnement hostile (températures supérieures à 300°C, atmosphères corrosives etc.), où l'électronique embarquée actuelle ne peut fonctionner, empêchant l'utilisation de capteurs sans-fil conventionnels. De nombreuses industries différentes possèdent ce type d'environnement, et sont demandeuses de capteurs y fonctionnant, notamment pour surveiller et optimiser leurs procédés de production.

Citons comme exemple de secteurs intéressés, la métallurgie, la verrerie, le nucléaire, l'automobile, la pétrochimie etc.

Cette thèse s'inscrit dans la continuité de longs travaux, menés l'équipe *matériaux* du *Laboratoire Matériaux Optiques, Photonique et Systèmes* (LMOPS), et par l'équipe 405 *micro et nanosystèmes* de l'*Institut Jean Lamour* (IJL), qui ont pour but la réalisation de capteurs de température sans-fils et passifs, fonctionnant dans des environnements présentant des températures très élevées, proches de 1000°C, et une atmosphère chargée en oxygène. La réalisation de ce type de capteurs impose une réflexion poussée sur chaque composant du système de mesure complet (dispositif SAW, antenne, système d'interrogation à distance).

L'état de l'art montre qu'aucun matériau usuel utilisé pour les dispositifs SAW, ne permet un bon fonctionnement du capteur en environnement hostile. Soit le matériau perd ses propriétés piézoélectriques à haute température, soit il subit une agression chimique qui détériore ses propriétés SAW. Actuellement, les dispositifs SAW sont protégés des agressions chimiques et mécaniques via une encapsulation du capteur dans un boîtier. On appelle ces techniques le *packaging*. Le packaging est très utilisé dans l'industrie des capteurs SAW, mais il souffre de certains désavantages. Plus particulièrement, cette méthode augmente considérablement les dimensions du capteur, et des problèmes d'herméticité apparaissent au-delà de 300°C. Il faut donc développer une structure ne nécessitant aucun packaging (*packageless*) qui protège le matériau piézoélectrique des agressions chimiques, et déterminer des matériaux qui supportent les hautes températures.

Les équipes du LMOPS et de l'IJL concernés par ces travaux ont néanmoins montré que la structure bicouche AlN/Saphir est apte à servir de capteur de température jusque 700°C dans l'air. Cependant, à partir de ce point, l'AlN s'oxyde rapidement, compromettant ainsi le bon fonctionnement du capteur (ce point sera détaillé par la suite). Il s'agit donc de déterminer une structure correspondant aux exigences d'une

application capteur de température dans l'air, et pouvant remplacer l'AlN/Saphir. Malheureusement, on verra qu'aucune configuration présente dans l'état de l'art ne peut se substituer à l'AlN/Saphir. Notre objectif est donc d'identifier une nouvelle structure pouvant dépasser cette limite de 700°C dans l'air.

Les travaux effectués lors de cette thèse se placent exactement dans ce contexte. Le but de cette thèse est tout d'abord, de tester la viabilité fonctionnelle d'une structure packageless à trois couches, appelée structure WLAW (*Waveguided Layer Acoustic Waves*), qui aura pour but de confiner l'onde dans la couche centrale, protégeant ainsi le matériau central (piézoélectrique dans notre cas) des agressions chimiques, et l'onde des perturbations extérieures. Il s'agira aussi de déterminer le potentiel du matériau piézoélectrique $Sc_xAl_{1-x}N$, déposé sous forme de films minces, à résister aux hautes températures. Ce matériau servira de couche centrale guidant l'onde. Pour cela, plusieurs méthodes de caractérisation seront utilisées pour optimiser la microstructure de nos couches de $Sc_xAl_{1-x}N$, l'objectif étant aussi de développer un savoir-faire dans la croissance de ces films minces.

Ce manuscrit sera divisé en quatre parties. Le premier aura pour objectif d'apporter les connaissances des principes de base de fonctionnement des dispositifs SAW. Ceci permettra d'expliquer le choix de la structure, et des matériaux la composant. Le deuxième chapitre servira à présenter les méthodes expérimentales utilisées lors de nos travaux.

Dans le troisième chapitre on exposera les résultats de croissance d'AlN/Saphir, de ScAlN/Saphir, et d' Al_2O_3/Si . On cherchera tout d'abord un jeu de paramètres de croissance permettant l'obtention d'un film mince d'AlN hétéro-épitaxié. Les paramètres de croissance pour l'AlN serviront de point de départ pour les dépôts de $Sc_{0.09}Al_{0.91}N$ et de $Sc_{0.18}Al_{0.82}N$. On y verra que l'étude de la croissance de ScAlN s'arrêtera à ce point, les paramètres de dépôt approchant rapidement les limites fixées par le bâti de pulvérisation. Ce chapitre traitera aussi du choix entre l'AlN et l' Al_2O_3 comme couche protectrice.

Le quatrième et dernier chapitre, est scindé en deux parties. La première traitera de la détermination d'un jeu de constantes physiques permettant de simuler efficacement la structure WLAW AlN/IDT/GaN/Saphir. Cette structure sera ensuite réalisée expérimentalement. On testera le confinement de l'onde dans la structure, et la sensibilité du dispositif à la température. La seconde partie de ce chapitre présentera les résultats SAW obtenus sur les films minces de $\text{Sc}_{0.09}\text{Al}_{0.91}\text{N}$ et de $\text{Sc}_{0.18}\text{Al}_{0.82}\text{N}$. On regardera les modes de propagation obtenus, ainsi que leurs propriétés. On montrera aussi dans ce chapitre, le potentiel du ScAlN comme matériau piézoélectrique pour les capteurs de température.

Chapitre 1

Généralités sur les dispositifs à ondes élastiques de surface

Ce premier chapitre a pour objectif de sommairement présenter les principes de base indispensables pour la compréhension du fonctionnement des dispositifs à ondes élastiques de surface. Dans ce chapitre, nous introduirons, après un bref rappel historique, les concepts de piézoélectricité, et de propagation d'ondes élastiques de surface. Cela permettra de comprendre en quoi la technologie SAW peut notamment, être utilisée comme capteur de température sans-fil pour les environnements hostiles, tels que de fortes températures ($\geq 700^{\circ}\text{C}$), ou des atmosphères nocives.

Dans un deuxième point, ce chapitre portera sur les matériaux utilisables pour constituer un capteur SAW, et les problèmes liés à l'application visée. Le lecteur y trouvera un descriptif des technologies actuelles de mesure de haute température, pour comprendre l'intérêt de la technologie SAW dans ce domaine. Une description très brève de ces matériaux actuels utilisés pour les dispositifs SAW sera ensuite donnée. Nous verrons donc en quoi le panel de matériaux actuellement présents ne permet pas la réalisation d'un capteur SAW sans-fil opérant en environnement hostile. A la fin de ce chapitre, le lecteur pourra appréhender les difficultés inhérentes à un fonctionnement sans-fil à haute température.

La troisième partie de ce chapitre présentera la solution proposée, étudiée et développée dans cette thèse, ainsi que le cheminement qui conduit à cette solution. On y trouvera ainsi l'objectif de cette thèse, et on discutera de la manière dont nous allons aborder cette étude.

1. Qu'est-ce qu'un dispositif à ondes élastiques de surface ?

1.1 Création et développement

Le développement de la technologie des dispositifs à ondes élastiques de surface remonte au milieu des années 60. Cette technologie est le fruit d'études effectuées après la seconde guerre mondiale, dans le domaine des radars. Après la guerre, les industries des communications et des systèmes de défense demandent une augmentation de la résolution spatiale des radars, pour pouvoir détecter des petits objets sur une grande surface¹. Or, à cette époque, les techniques utilisées (par filtres RC ou par câbles) sont beaucoup trop encombrantes pour être acceptées par ces industries².

La solution est venue de la technologie des sonars développée lors de la première guerre mondiale, grâce aux travaux du physicien français Paul Langevin. Les sonars utilisent la génération d'ondes au sein de matériaux piézoélectriques. Un matériau piézoélectrique a la particularité de générer une tension électrique lorsqu'on le soumet à une déformation mécanique. Ce phénomène est remarqué en 1880 par les frères Jacques et Pierre Curie³. Le phénomène inverse (une soumission à un champ électrique entraîne une déformation mécanique du matériau) est rapidement observé⁴. En 1965, Richard. M. White et Fred. W. Voltmer proposent ingénieusement, de générer des ondes élastique en surface de matériaux piézoélectriques, grâce à un système d'électrodes en forme de peignes interdigités (Fig. 1.1), aussi appelées *IDT (InterDigital Transducers)*, situés en surface du matériau⁵. Ces ondes élastiques sont à cette époque, d'ores et déjà connues, puisqu'elles sont étudiées dès 1885 par Lord Rayleigh, qui montre que les séismes se propagent en volume (sous forme d'ondes longitudinales et transversales) et aussi via des ondes de surfaces⁶.

Ces ondes présentent des composantes longitudinales et transversales, qui engendrent un déplacement elliptique des particules. Ce type d'ondes élastiques de surface est appelé *onde de Rayleigh*. Le mécanisme de propagation de ces ondes, ainsi que le phénomène de piézoélectricité, seront détaillés plus tard dans ce chapitre.

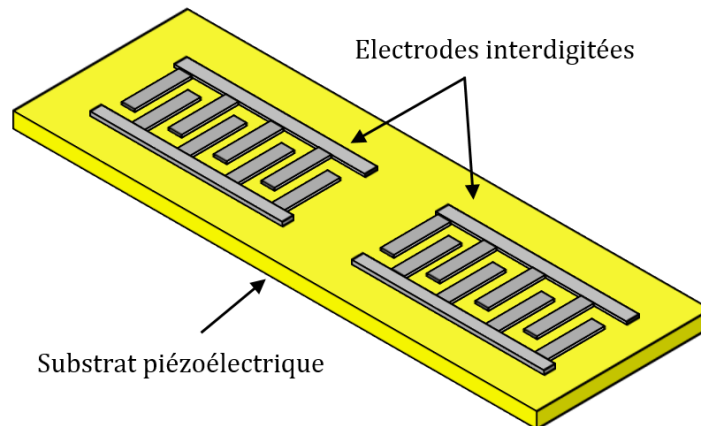


Figure 1.1 : Schéma d'un dispositif à ondes élastiques de surface de type ligne à retard.

La technologie SAW présentée en 1965 par White et Voltmer, est utilisée pour la première fois en 1969, par Hartemann et Dieulesaint pour accroître la performance des radars⁷. Ces premiers pas dans l'insertion de cette technologie dans des systèmes de télécommunications, furent l'origine de l'importante expansion des dispositifs SAW. En effet, en 1969, les éléments nécessaires pour l'étude et le développement de la technologie SAW, étaient mis en évidence et en place⁷ :

- Les substrats piézoélectriques, tels que le quartz ou le niobate de lithium (LiNbO_3) étaient déjà bien étudiés et disponibles. Leur processus de croissance cristalline étaient maîtrisés, et leurs caractéristiques en termes de piézoélectricité et de propagation des ondes étaient connues, et adaptés aux besoins de la technologie SAW.

- Les techniques de fabrication par lithographie étaient mises en place. De plus, certaines de ces techniques permettent un transfert technologique rapide vers l'industrie. En effet, quelques-unes de ces méthodes permettent une fabrication dite « en parallèle », ce qui permet de fabriquer de nombreux dispositifs en même temps, et donc diminue drastiquement les coûts de production.
- Les électrodes interdigitées, que l'on appellera maintenant IDT, faisaient déjà l'objet de nombreux travaux fondamentaux, et la compréhension de leur comportement, bien qu'incomplète, s'améliorait rapidement⁸.

L'industrie comprend alors l'intérêt de cette technologie. Elle a pour avantage son haut niveau de performances (due aux structures utilisées), et sa capacité à être utilisée comme filtres fonctionnant à des fréquences d'une centaine de MHz⁹. Les dimensions réduites des dispositifs SAW (quelques mm²), les rendent très facile à intégrer dans toutes sortes de systèmes (Fig. 1.2).

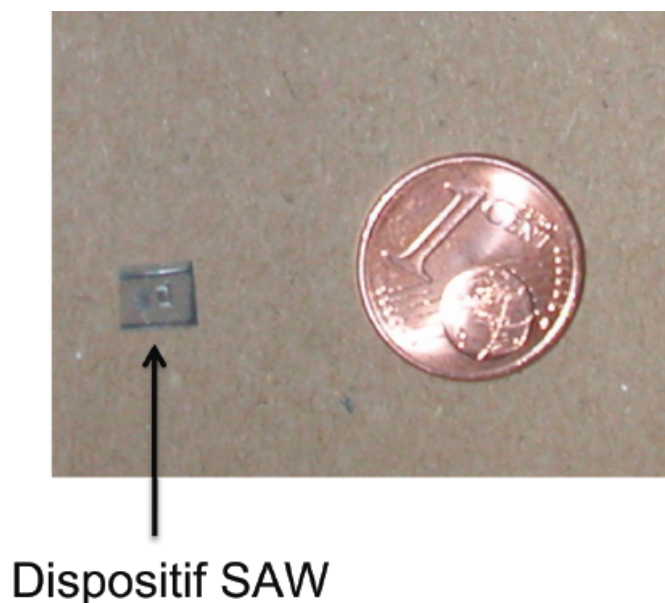


Figure 1.2 : Photographie d'un dispositif SAW. On y compare ses dimensions à celle d'une pièce de 1 centime d'euro.

Les années 70 deviennent la décennie où le développement de la technologie SAW s'accélère. Les recherches sur ces dispositifs s'orientent vers des applications militaires, et de télécommunications. L'optimisation de la technologie SAW vers les applications désirées, s'exécute dans des domaines variés :

- La recherche de matériaux montrant des propriétés piézoélectriques, et des propriétés de propagation des ondes adéquates.
- La recherche des meilleurs matériaux pour les IDT, leur comportement affectant la propagation des ondes. Le design et la forme donnés à ces IDT doivent aussi être optimisés pour contrôler les caractéristiques des filtres réalisés, et éviter la perturbation du signal.
- La compréhension théorique du comportement des dispositifs. Ces études ont pour objectif de permettre le développement de modèles numériques, qui aideront dans l'optimisation des structures.

A la fin du 20^{ème} siècle, l'augmentation exponentielle des systèmes de communication, engendre l'explosion du marché des dispositifs SAW. Cette technologie est un élément clé dans le développement du module RF de la téléphonie mobile, et pour les téléviseurs de l'époque. Les dimensions réduites des systèmes SAW sont tout à fait compatibles avec la tendance actuelle de diminution du volume dans les appareils électroniques, tout en augmentant le nombre de fonctions possibles. Les faibles coûts de production attirent aussi ces industries (entre 0.5 et 1.6 euros par dispositif). Finalement, la production mondiale était d'environ 3 milliards d'unités au début des années 2010².

Un autre domaine de recherche s'intéresse aussi à la technologie SAW. Les ondes élastiques sont sensibles à toutes les perturbations susceptibles de modifier l'élasticité du matériau. Les dispositifs SAW peuvent donc voir leurs signaux varier avec l'apparition de telles perturbations. Il devient donc possible, via une grande maîtrise des matériaux et du design de la structure, de mesurer certains paramètres de l'environnement, tels que la

température, ou la pression. On peut envisager le développement des dispositifs SAW, qui serviraient cette fois de capteurs environnementaux. Si on couple ces capteurs à des antennes qui permettent une interrogation sans-fil, on peut imaginer la fabrication d'un capteur environnemental sans-fil et passif. La passivité signifie que le dispositif n'a besoin d'aucune énergie, ni d'électronique embarquée. Une électronique embarquée est un facteur limitant pour une utilisation dans des environnements nocifs (la température maximale d'utilisation est d'environ 300°C, et elle est très sensible aux atmosphères corrosives). Si on choisit judicieusement la structure du capteur, il est aussi possible de le rendre résistant à des environnements très hostiles (fortes températures par exemple). Or, au sein de tels environnements, les capteurs sans-fil conventionnels ne survivent pas¹⁰.

Ce type de dispositif intéresse de nombreuses industries (automobile, militaire, nucléaire etc.) qui rencontrent ces environnements hostiles. Par exemple, l'augmentation de la demande de produits sophistiqués et résistants, entraîne l'essor de procédés de productions de plus en plus complexes. Ces industries ont un besoin d'un contrôle précis de leurs procédés de fabrication. Ces processus peuvent se dérouler en plusieurs étapes, situées sur des chaînes de production automatisées, où certaines étapes présentent des conditions environnementales sévères. Il est donc nécessaire pour ces industries de contrôler, via des mesures, les conditions dans lesquelles se trouve le produit, et cela en chaque point de la chaîne de production. La technologie SAW, pouvant être résistante à ces environnements, et présentant une possibilité d'utilisation sans-fil, est tout indiquée pour répondre à ces besoins. Cette thèse s'inscrit complètement dans ce cadre.

1.2 La piézoélectricité

1.2.1 Généralités

En 1880, les frères Jacques et Pierre Curie montrent que certains matériaux (notamment le quartz) se polarisent électriquement (ce qui conduit à la génération d'une tension électrique) lorsqu'ils sont soumis à une déformation mécanique³. Aujourd'hui, on appelle ce phénomène *l'effet piézoélectrique direct*. Cet effet est indissociable de sa réciproque, *l'effet piézoélectrique inverse*⁴, aussi découvert par les frères Curie. La première technologie usant de la piézoélectricité est le sonar lors de la première guerre mondiale. Cet effet est maintenant bien plus répandu dans le quotidien, puisqu'on le retrouve dans le principe de fonctionnement des capteurs de pression de pneus, des montres à quartz, dans des briquet etc¹¹. Les systèmes de caractérisation AFM (*Atomic Force Microscope*) et STM (*Scanning Tunneling Microscope*) utilisent aussi l'effet piézoélectrique.

La piézoélectricité résulte de la distribution non uniforme des charges au sein d'une maille cristalline. Initialement, lorsque le matériau n'est soumis à aucune contrainte mécanique, les barycentres des charges positives et négatives sont confondus. Ainsi, le matériau est globalement neutre, et aucune polarisation n'est observable. Si le matériau en question est soumis à une contrainte mécanique alors deux options sont possibles selon la classe cristalline auquel le matériau appartient (Fig. 1.3) :

- Cas n°1 : la maille se déforme mais les barycentres restent confondus : rien ne se passe. C'est le cas des matériaux isotropes, et de certaines classes cristallines, dont les classes centro-symétriques.
- Cas n°2 : la maille se déforme et les barycentres des charges positives et négatives se séparent. Une polarisation \vec{P} au sein de la maille est ainsi générée. On observe alors une polarisation macroscopique (résultant de la polarisation de chaque maille) dans le matériau. Des charges apparaissent en surface (le matériau doit

donc être un isolant), et on mesure une tension électrique. Le matériau reste cependant globalement neutre. Ce phénomène est la piézoélectricité directe. Ce phénomène est d'ailleurs parfaitement réciproque. Ainsi, tout matériau montrant de la piézoélectricité directe, peut montrer la piézoélectricité inverse.

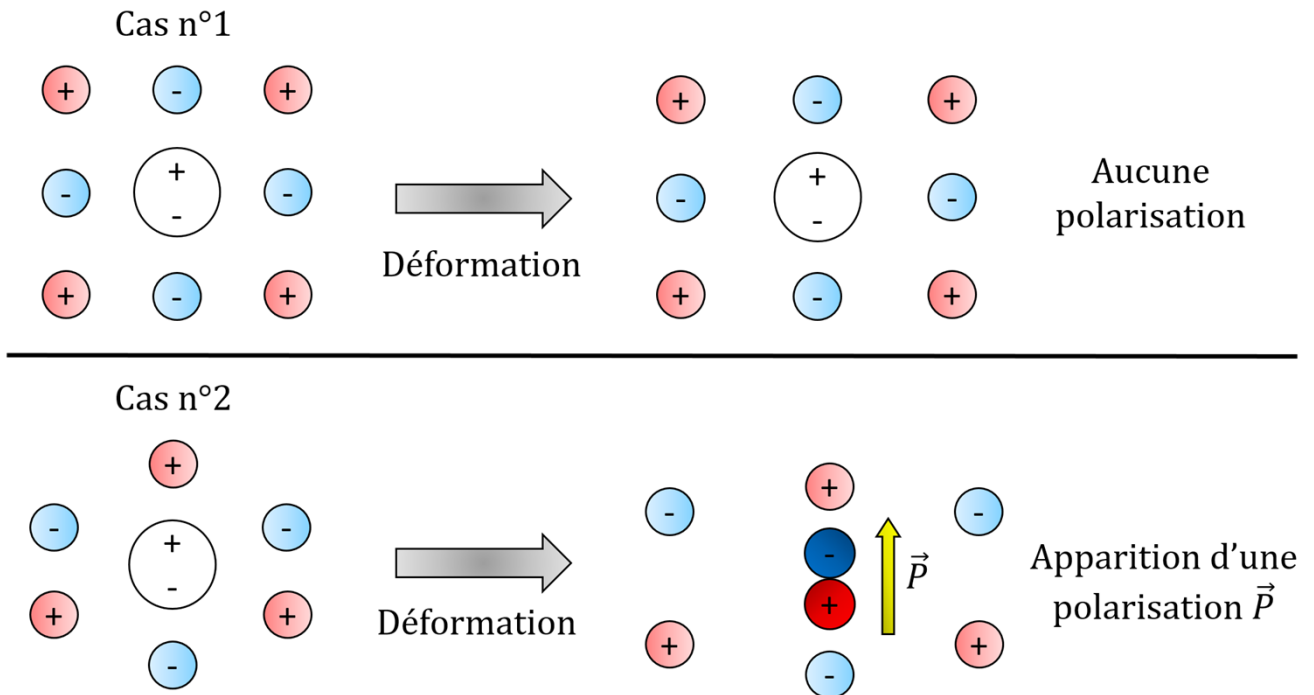


Figure 1.3 : Déformation d'une maille d'un cristal. Dans le cas n°1, les barycentres des charges positives et négatives restent confondus : pas de polarisation électrique. Dans le cas n°2, les barycentres se dissocient : apparition d'une polarisation électrique \vec{P} .

On peut noter l'importance de la structure cristalline pour l'observation d'une polarisation macroscopique. La polarisation d'une maille étant mathématiquement représentée par un vecteur, on devine que la polarisation macroscopique est maximisée si toutes les mailles sont orientées de telle sorte que, chaque vecteur polarisation « pointe » dans la même direction, par exemple un film mince où les cristallites sont orientées dans la même direction (on parlera de film hautement texturé). A l'inverse, si la microstructure du matériau donne une distribution de directions de vecteurs polarisation très large (film peu texturé), alors la tension électrique mesurée sera très faible, voire inexistante. Donc, pour tous les systèmes se basant sur l'effet piézoélectrique, il est très

important d'optimiser la texture (au sens cristallin) du matériau, pour maximiser l'effet piézoélectrique (d'où l'idée initiale d'utiliser des monocristaux comme base de dispositifs SAW).

La piézoélectricité d'un matériau est caractérisée mathématiquement par le tenseur piézoélectrique. Ce tenseur apparaît dans la détermination du tenseur de déformation mécanique lors de l'application d'une contrainte. Dans le cas d'un cristal piézoélectrique, la déformation S_{ij} est déterminée par la loi de Hooke, à laquelle on ajoute un terme représentant la déformation due à l'application d'un champ électrique extérieur \vec{E} . On obtient :

$$S_{ij} = s_{ijkl}T_{kl} + d_{ijm}E_m$$

Le tenseur s_{ijkl} étant l'inverse du tenseur des constantes élastique C_{ijkl} , T_{kl} le tenseur des contraintes mécaniques, et d_{ijm} le tenseur piézoélectrique, pour l'effet piézoélectrique inverse. Pour la version directe, on utilise le tenseur de constantes piézoélectriques e_{ijm} .

1.2.2 Les matériaux piézoélectriques

Dans un solide, les atomes cherchent à se mettre dans un état le plus stable possible. Il en résulte la disposition des atomes au sein d'un matériau dans des formes géométriques. Finalement, on peut classer les matériaux dans des groupes ponctuels cristallins (ou classes cristallines), au nombre de 32, regroupés dans 7 systèmes réticulaires. On définit un groupe ponctuel comme contenant les opérations de symétrie qui laissent invariants la morphologie et les propriétés physiques du cristal. Si on le combine avec un des 14 modes de Bravais, qui représentent la périodicité de la distribution atomique dans un cristal, on obtient un groupe décrivant l'ensemble des symétries laissant la structure invariante. Ces groupes, au nombre de 230, sont appelés *groupes d'espaces*.

Chaque groupe ponctuel cristallin est caractérisé par ses symétries. La piézoélectricité n'est possible que pour les matériaux non centro-symétriques. 21 groupes entrent dans ce cadre, et parmi eux, le groupe nommé 432 (dans la notation d'Hermann-Mauguin) n'est pas piézoélectrique. Sur les 20 classes restantes, 10 sont pyroélectriques. Ces classes pyroélectriques se décomposent en un groupe ferroélectrique et un groupe non-ferroélectrique. La figure 1.4 résume cette répartition :

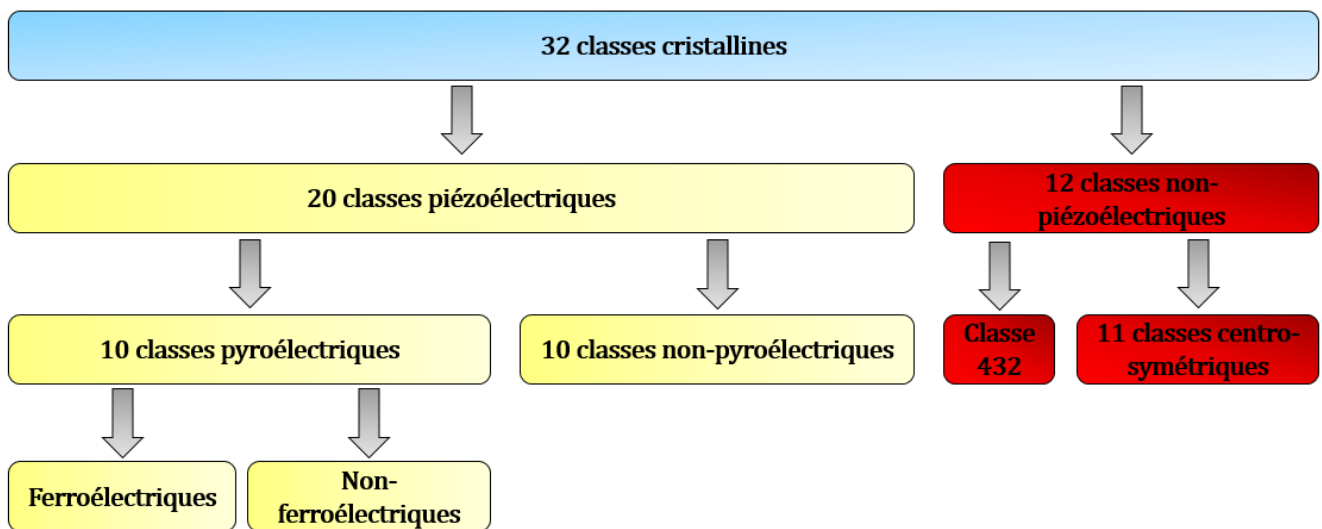


Figure 1.4 : Répartition des classes cristallines.

Notons qu'un matériau (au sens chimique du terme) peut se cristalliser de différentes manières, et donc appartenir à plusieurs classes cristallines, et par extension, plusieurs groupes d'espace. Par l'exemple, bien que le nitrure d'aluminium (AlN) appartienne généralement au groupe d'espace $P6_3mc$, il est possible de le faire croître dans une structure cubique $F\bar{4}3m$ métastable¹².

Bien évidemment, seules les classes piézoélectriques nous intéressent ici, elles seules étant susceptibles de servir de base aux dispositifs SAW. Il faut néanmoins, se méfier des matériaux faisant parties des groupes pyroélectriques, puisque la charge en électricité d'un matériau pyroélectrique avec la température, peut générer des arcs électriques qui peuvent endommager les IDT. Certains matériaux pyroélectriques sont tout de même très utilisés dans la technologie SAW, comme le LiNbO_3 .

1.3 Les ondes élastiques de surface

Une onde élastique est la propagation d'une déformation mécanique dans un milieu élastique. Dans ce type de milieu, une déformation en un point entraîne la génération de force de rappel autour du point d'impact, le matériau cherchant à revenir à son état initial. L'énergie donnée au matériau via le point d'impact, est donc transmise vers la matière voisine du point d'entrée. La déformation se déplace donc vers la matière voisine, ce qui génère d'autres forces de rappel. La perturbation se propage ainsi de proche en proche dans le milieu. Durant la propagation, seule l'énergie est transférée, la matière ne l'est pas. Après le passage de la perturbation, le matériau élastique revient à son état initial. La figure 1.5 illustre ce phénomène :

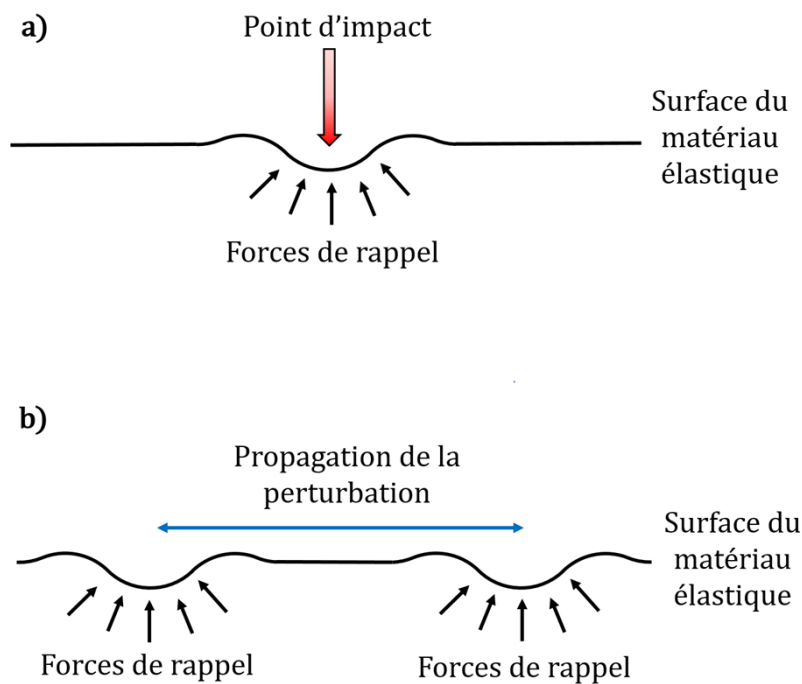


Figure 1.5 : Action d'une déformation mécanique d'un matériau élastique. La figure a) montre les forces de rappels engendrées par la contrainte mécanique. La figure b) montre la propagation de la déformation sur la surface du matériau. On voit qu'au niveau du point d'impact, le matériau est revenu à son état initial.

De manière générale, un impact quelconque peut créer deux types d'ondes élastiques : des ondes élastiques de volume, et des ondes élastiques de surface. La technologie SAW ne repose que sur les ondes de surface. Nous ne nous intéresserons donc qu'à celles-ci. Les ondes élastiques de surface se propagent parallèlement à la surface du solide, le vecteur d'onde étant parallèle à la propagation (ou avec une légère inclinaison). Elles sont guidées par la surface.

Mathématiquement, la propagation d'une onde dans un matériau élastique piézoélectrique est régie par l'équation d'onde dans ce type de milieu. Or, le type de structure rencontrée (substrat simple, structure bicouche ou multicouches) influe sur la résolution de cette équation, notamment au niveau des conditions aux limites. Il existe donc autant d'ondes différentes que de solutions possibles pour une structure donnée. Les différences entre ces ondes viennent pour la plupart de leur polarisation, *i.e.* de la

manière dont les particules se déplacent lors du passage de l'onde. Parmi toutes ces ondes de surface, certaines montrent des composantes de propagation dans le volume. On les appelle *pseudo-ondes de surface*. Le tableau 1.1 comprend une liste non-exhaustive des différentes ondes de surface qui peuvent être rencontrées :

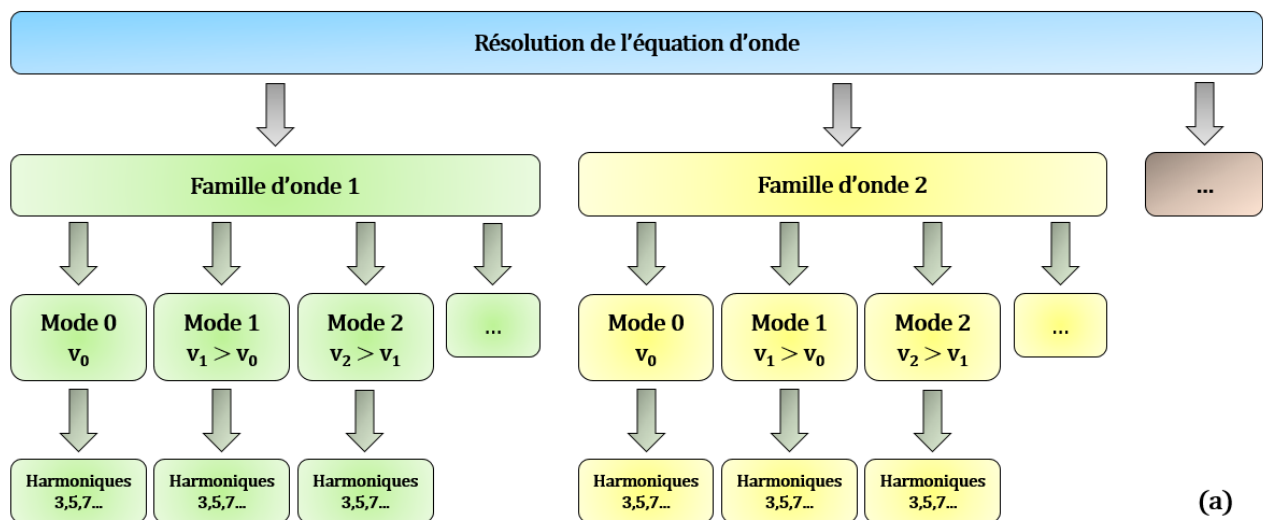
Nom du mode	Type d'onde	Structure nécessaire
Rayleigh	Surface	Matériaux massifs et multicouches
Sezawa	Surface	Multicouches
Lamb	Surface	Onde Rayleigh dans une membrane
Love	Surface	Multicouches (couche guidante)
Bleustein-Gulyaev	Surface	Matériaux piézoélectriques massifs et multicouches
Shear Horizontal (SH)	Surface	Matériaux massifs et multicouches
Surface Transverse Waves (STW)	Surface	Matériaux massifs et multicouches
Pseudo-SAW (PSAW)	Pseudo-surface	Multicouches
High Velocity SAW (HVSAW)	Pseudo-surface	Multicouches
Leaky	Pseudo-surface	Matériaux massifs et multicouches
Surface Skimming Bulk Waves (SSBW)	Pseudo-surface	Matériaux massifs

Tableau 1.1 : Liste des ondes de surfaces et des pseudo-ondes de surfaces communes¹³.

Comme dit précédemment, chaque type correspond à une solution de l'équation d'onde dans un cas donné. Or, pour une structure donnée, il est possible d'obtenir plusieurs solutions (donc plusieurs ondes) présentant une même polarisation, mais différentes par la vitesse de propagation, et par le nombre de nœuds de vibration. Ces solutions proches sont alors regroupées dans une *famille d'ondes*, et les solutions différenciées sont appelés *modes de propagation*. Par suite, on dira plus simplement « mode ». Ces modes sont donc des manifestations différentes d'une même famille d'ondes.

Chaque solution donnant un mode précis est de plus, mathématiquement juste à un facteur près. Ce facteur est un multiple de la fréquence fondamentale. Ces solutions à fréquence supérieures sont appelées *harmoniques* de l'onde si le facteur est entier, ou *pseudo-harmoniques* dans le cas contraire (on trouve ces pseudo-harmoniques dans des structures multicouches). Ces harmoniques sont aussi différenciées par le nombre de nœuds de vibration. Nous verrons dans le point suivant, que pour les dispositifs SAW, seules les harmoniques impaires peuvent être générées. Lors de ces travaux seuls trois de ces familles ont été observées : les ondes de Rayleigh, Sezawa et HVSAW. Nous nous focaliserons donc sur ces trois types d'onde.

La figure 1.6 schématise la répartition des modes et des harmoniques. Cette illustration présente aussi des figures de déplacement d'onde SAW, simulées grâce au logiciel *COMSOL Multiphysics*. On y voit le nombre de nœuds de vibration différent, en fonction du mode et de l'harmonique observé.



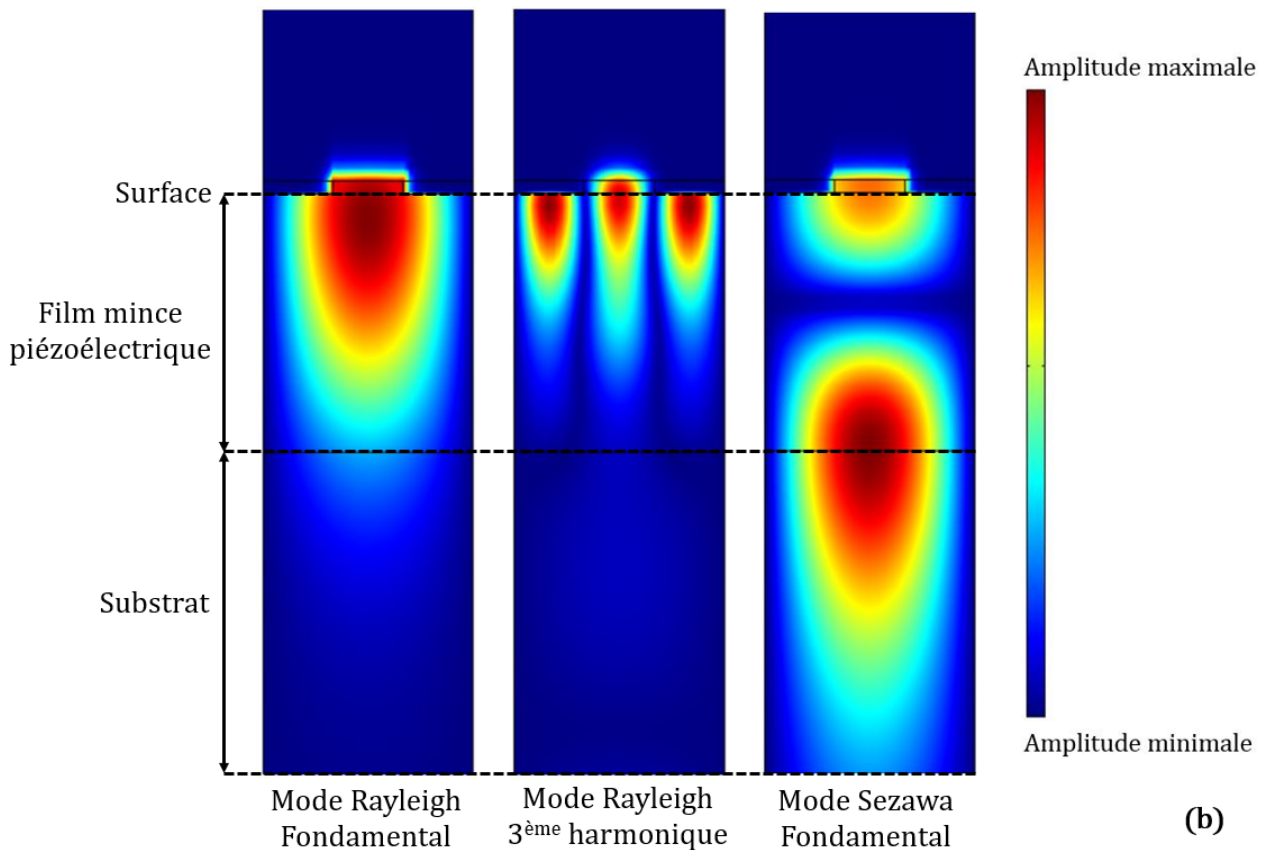


Figure 1.6 : (a) Description schématique de la classification des familles d'onde, des modes et des harmoniques. (b) Images tirées du logiciel COMSOL Multiphysics, montrant deux modes différents d'une même famille. On y voit les nœuds de vibration supplémentaires entre une onde vibrant à sa fréquence fondamentale et sa 3^{ème} harmonique, et entre un mode 0 (Rayleigh) et son mode supérieur (Sezawa).

1.3.1 Les ondes de Rayleigh

Les ondes de Rayleigh ont été découvertes lors d'études sur les ondes sismiques par Lord Rayleigh en 1885⁶. C'est une onde guidée par la surface du matériau. Lors de la propagation, les particules se déplacent de manière elliptique dans le plan sagittal, c'est-à-dire, une combinaison de composantes longitudinales (selon l'axe \vec{x}) et transverse (selon l'axe \vec{z}). La figure 1.7 résume ces déplacements :

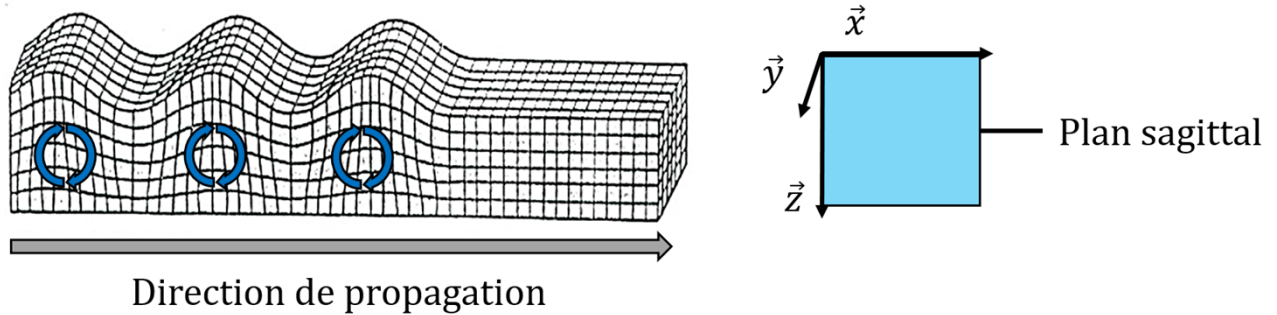


Figure 1.7 : Schéma du déplacement des particules pour une onde Rayleigh.

1.3.2 Les ondes de Sezawa

Les ondes de Sezawa font partie de la même famille d'ondes que les ondes de Rayleigh. Plus précisément, l'onde Sezawa est le mode supérieur de l'onde de Rayleigh. Cependant, elles n'apparaissent que dans des structures multicouches, contrairement au mode Rayleigh. Le déplacement des particules du mode Sezawa est donc similaire à celui d'une onde de Rayleigh (Fig. 1.7)¹⁴.

1.3.3 Les High Velocity Surface Acoustic Wave (HVSAW)

Les HVSAW sont des pseudo-ondes de surface, c'est-à-dire qu'elles possèdent une composante non-nulle en volume, l'énergie étant localisée près de la surface. Elles existent dans des structures multicouches de type lent/rapide, comme pour les structures couches minces déposées sur un substrat¹⁵. Ces ondes possèdent des vitesses très élevées pour des ondes de surface (proche de la vitesse longitudinale du volume), et montrent une polarisation longitudinale¹⁶. Ce sont donc des ondes de compression.

1.4 Description d'un signal SAW

1.4.1 Réponse fréquentielle d'un IDT

Les dispositifs SAW sont composés de matériaux piézoélectriques, sous forme de substrats ou de couches minces, sur lesquels sont déposées les IDT. Ces électrodes sont déposées en fines couches métalliques (typiquement d'une centaine de nanomètre d'épaisseur). Lorsqu'on envoie une onde électromagnétique de type radiofréquence sur ces IDT, une différence de potentiel apparaît entre deux doigts successifs. Cette tension est détectée par le matériau piézoélectrique, et une onde de surface est générée. De plus, si une onde se propage dans un matériau piézoélectrique jusqu'à l'IDT, cette dernière va ressentir la polarisation du matériau, et une différence de potentiel va être générée entre les doigts, puis renvoyer un signal. Dans ce cas, l'IDT sert de récepteur. Les IDT sont donc les éléments des dispositifs SAW qui génèrent et détectent les ondes élastiques. Ce sont des transducteurs

De nombreuses géométries d'IDT différentes existent suivant les applications visées¹⁷. Nous ne nous intéresserons dans cette partie qu'à la géométrie la plus simple permettant de générer les ondes élastiques. L'IDT sera donc uniforme, et caractérisée par la longueur d'un doigt l , et par la distance entre deux doigts portés à la même tension d (fig. 1.8). Cette tension sera par ailleurs, sinusoïdale.

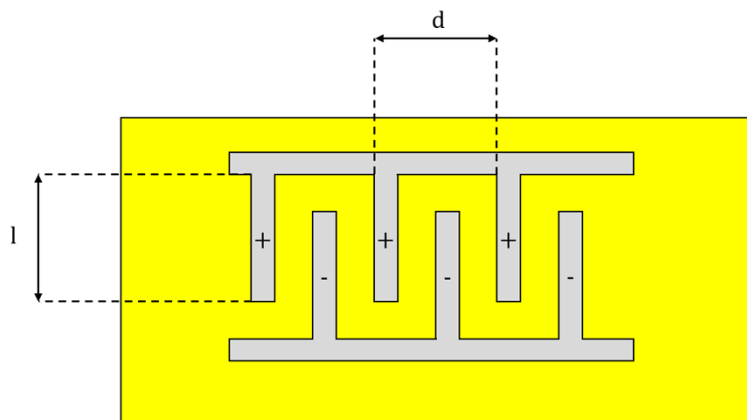


Figure 1.8 : Représentation schématique d'un IDT, et ses grandeurs caractéristiques.

Nous allons maintenant utiliser le modèle dit des *fonctions delta*¹⁷, qui consiste à supposer les sources des ondes élastiques de surface se situent entre deux doigts successifs, portés à des tensions différentes, et à mi-chemin entre ces doigts. On finit donc par résoudre un problème d'interférences entre des ondes de même fréquence. Certaines de ces interférences seront destructives, et d'autres constructives. Ce sont ces dernières qui feront le signal. Dans une superposition d'ondes sinusoïdales, les ondes sont constructives si le décalage d entre les deux ondes, est égal à un nombre entier de longueurs d'onde λ , soit :

$$d = m\lambda \text{ avec } m \text{ entier non nul}$$

Or, dans notre cas, deux doigts d'IDT successifs sont toujours en opposition de phase, puisqu'ils sont portés à des tensions opposées. Donc le cas des interférences constructives est valable pour un décalage égal à un nombre impair de demi-longueurs d'onde :

$$\frac{d}{2} = (2n + 1)\frac{\lambda}{2} = n\lambda + \frac{\lambda}{2} \text{ (n entier)}$$

$$d = (2n + 1)\lambda \text{ (n entier)}$$

Finalement, les interférences ne sont constructives que si la distance d est un multiple impair de la longueur d'onde.

Si on exprime la longueur d'onde en fonction de la fréquence d'excitation fondamentale f_0 et de la vitesse de propagation de l'onde élastique de surface v_{SAW} par la formule :

$$\lambda = \frac{v_{SAW}}{f_0}$$

On obtient des interférences constructives pour des fréquences égales à :

$$f_n = (2n + 1)\frac{v_{SAW}}{d} \text{ (n entier)}$$

Donc l'opposition de phase entre deux doigts successifs amène à ce que seules les harmoniques impaires sont possibles.

Le calcul présenté ne prend pas en compte le nombre de doigts N des IDT. Ce nombre influe sur la largeur de la bande passante, dans le sens où plus N est grand, plus il y aura d'interférences entre les sources. Les interférences constructives apparaîtront dans une gamme de fréquence plus restreinte. Ainsi, la bande passante sera plus fine. La figure 1.9 montre la fonction de transfert d'un IDT constitué de 13 doigts. On remarque que cette fonction adopte la forme d'un sinus cardinal, l'intensité du signal étant proportionnelle à N .

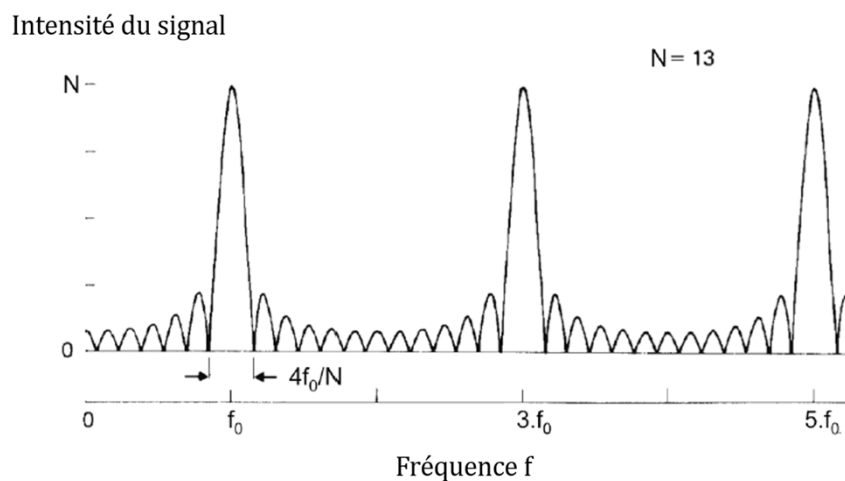


Figure 1.9 : Fonction de transfert d'un IDT obtenue via le modèle des fonctions-delta¹⁷.

1.4.2 Réponse d'un dispositif SAW de type « ligne à retard »

Ici, nous étudierons un dispositif SAW de type « ligne à retard », c'est-à-dire un dispositif composé de deux IDT identiques, l'une émettrice et l'autre réceptrice (voir la figure 1.1). L'idée de cette structure est d'injecter un signal d'entrée $U_e(t)$ au niveau de l'IDT émetteur. Ce signal va atteindre l'IDT récepteur avec un retard, le temps que l'onde y arrive. Ce signal électrique est transformé au niveau de l'IDT récepteur en signal de sortie $U_s(t)$. Mathématiquement, cette transformation s'effectue dans l'espace fréquentiel par une fonction de transfert $H(\omega)$, de telle sorte que :

$$U_s(\omega) = H(\omega)U_e(\omega)$$

Car un tel dispositif est linéaire (jusqu'à un certain point) et constitue donc un système à convolution. Les tensions $U_e(\omega)$ et $U_s(\omega)$ sont les représentations des tensions $U_e(t)$ et $U_s(t)$ dans l'espace fréquentiel.

La valeur de la tension émise $U_e(\omega)$ et la fonction de transfert de l'IDT émetteur $h(\omega)$ influent sur l'amplitude des SAW de la manière suivante :

$$\varphi_{SAW}(\omega) = h(\omega)U_e(\omega)$$

On a le même phénomène côté réception, où la tension de sortie est donnée par le produit entre l'amplitude des ondes et la fonction de transfert de l'IDT récepteur (qui est identique à celle de l'IDT émetteur puisqu'on suppose deux IDT identiques) :

$$U_s(\omega) = h(\omega)\varphi_{SAW}(\omega)$$

On obtient donc pour la tension de sortie :

$$U_s(\omega) = h^2(\omega)U_e(\omega)$$

On en déduit :

$$h^2(\omega) = H(\omega)$$

La fonction de transfert d'un dispositif SAW de type « ligne à retard » est donc égale au produit des fonctions de transfert de chaque IDT prise séparément. Si chaque fonction $h(\omega)$ est un sinus cardinal, alors $H(\omega)$ est égal au carré du sinus cardinal.

La forme de la réponse fréquentielle étant imposée par la fonction de transfert $H(\omega)$, elle est de la forme sinc^2 pour un IDT régulier. La réponse impulsionnelle est déterminée en calculant la transformée de Fourier de la réponse fréquentielle.

$$TF(\text{sinc}^2) = TF(\text{sinc})TF(\text{sinc})$$

Or la transformée de Fourier d'un sinus cardinal est une fonction porte. La réponse impulsionnelle est donc le produit de convolution de deux fonctions porte, c'est-à-dire, une fonction triangle.

On peut comprendre ce résultat de manière physique : l'IDT émetteur est source d'un train d'onde SAW. A ce moment-là, l'IDT récepteur ne « voit » rien. S'en suit la propagation de ce train d'onde. Lorsque ce dernier atteint les premiers doigts de l'IDT récepteur, le signal est « vu » par l'IDT et la tension de sortie $U_s(t)$ augmente. Au fur et à mesure que le train d'onde pénètre « dans » l'IDT, $U_s(t)$ augmente linéairement. Lorsque le SAW est complètement dans l'IDT récepteur, le signal est à son maximum. Puis le train d'onde « quitte » l'IDT, la tension de sortie diminue linéairement, jusqu'à devenir nulle lorsque le SAW est complètement hors de l'IDT. La figure 1.10 schématise ce phénomène :

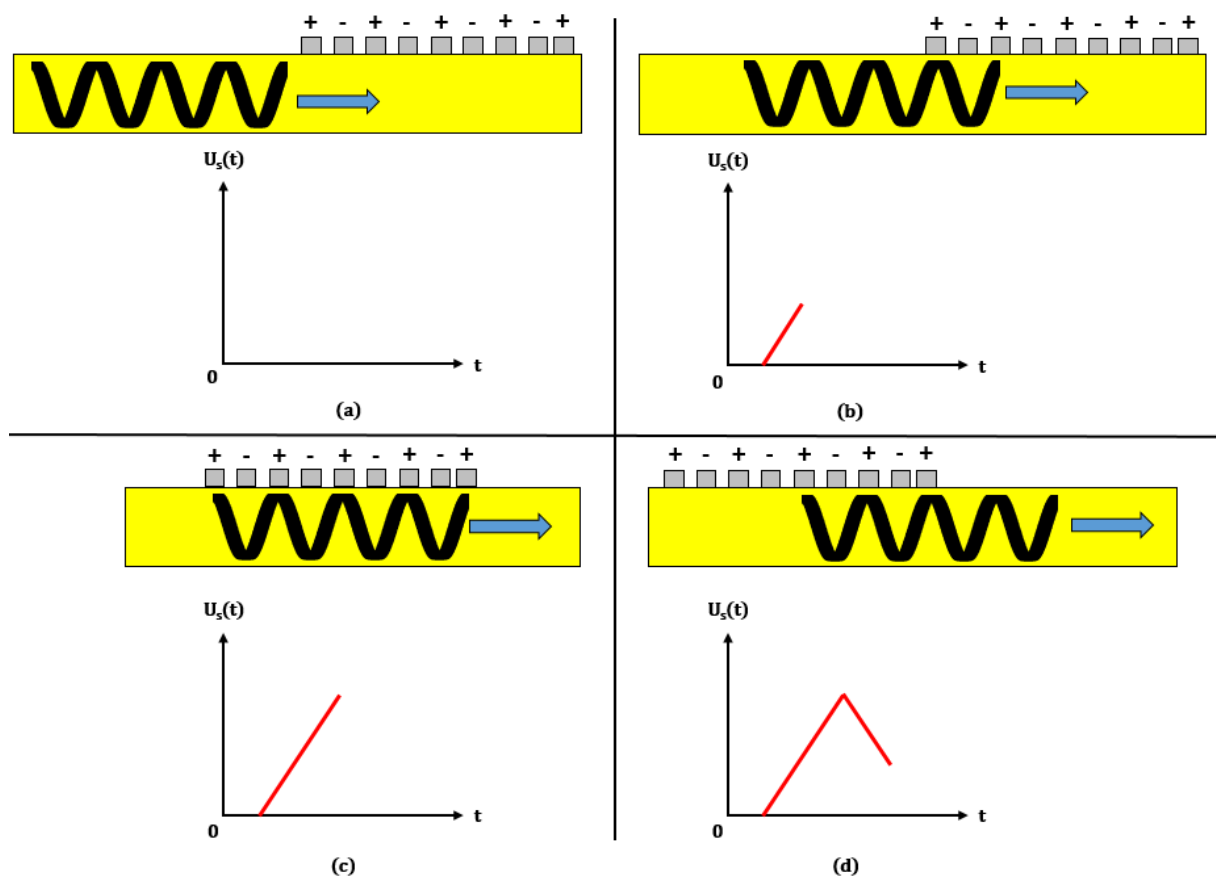


Figure 1.10 : Schéma présentant l'évolution de la réponse impulsionnelle en fonction du temps, pour un dispositif SAW de type « ligne à retard ».

En tenant compte de la vitesse de propagation de l'onde concernée dans le matériau piézoélectrique, et de la distance entre les IDT, on peut estimer le temps nécessaire au signal pour arriver à l'IDT récepteur (de l'ordre de la centaine de ns, voire de la μ s). Il devient possible de discerner le signal proprement dit de certains signaux parasites :

- *L'electromagnetic feedthrough*. C'est un signal transmis par voie hertzienne depuis l'IDT émetteur et l'IDT récepteur. Il se propage donc à la vitesse de la lumière, et traverse l'espace entre les IDT en un temps très court, de l'ordre de la nanoseconde.
- *Le triple transit echo*. Ce signal apparaît à cause du coefficient de réflexion non-nul des IDT (dépendant entre autres du métal utilisé), fait qu'une partie de l'onde est renvoyée vers l'IDT émetteur (en perdant de l'amplitude), puis vers l'IDT récepteur par le même phénomène. On appelle τ le temps d'arrivée du signal principal. Ce triple transit echo arrive avec un retard 3τ égal au temps nécessaire pour faire l'aller-retour. On observe donc un autre signal SAW, moins intense que le signal principal, et plus tardif. Ce phénomène de réflexion peut se reproduire plusieurs fois, et donc induire plusieurs signaux SAW tous retardés successivement de 5τ , 7τ etc.

1.4.3 Dispositif SAW de type « ligne à retard réflexive »

La description précédente permet de comprendre facilement le principe de fonctionnement d'un dispositif SAW. Or, dans le cadre de dispositifs SAW fonctionnant de manière sans-fil, les lignes à retard simples ne sont pas adaptées. On peut néanmoins, modifier facilement ce design. Il suffit de supprimer un IDT, et de relier l'autre à une antenne, celui restant servant donc à la fois d'émetteur et de récepteur. Ensuite, on dispose des réflecteurs métalliques sur le trajet de l'onde SAW (figure 1.11). La réflexion

de l'onde SAW est assurée par une différence d'impédance acoustique entre le substrat et les réflecteurs.

Le fonctionnement d'un dispositif SAW sans-fil est simple : un système d'interrogation placé hors de l'environnement mesuré, envoie périodiquement des impulsions électromagnétiques de type hertzien, qui sont captées par l'antenne. Ces impulsions sont converties par l'IDT en ondes SAW, qui se réfléchissent sur les réflecteurs pour revenir sur l'IDT. Les ondes SAW sont ensuite converties en signaux hertziens par l'IDT, et renvoyées vers le système d'interrogation via l'antenne.

Malheureusement, ce phénomène de réflexion existe aussi entre les doigts de l'IDT. Il se forme donc une cavité résonante très imparfaite, qui constitue un signal parasite.

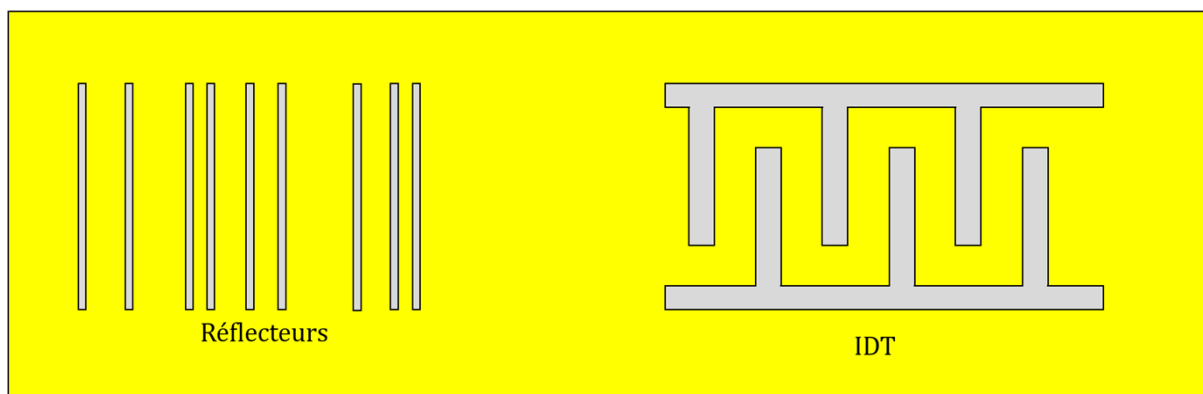


Figure 1.11 : Schéma d'un dispositif SAW de type ligne à retard réflexive.

1.4.4 Dispositif SAW de type « résonateur »

L'existence des signaux parasites mentionnés plus haut, notamment le triple transit echo dans le cas des lignes à retard, et les réflexions intra-IDT dans le cas des lignes à retard réfléchives, limitent les performances du dispositif. En effet, ces types de design exigent que l'énergie récupérée après deux transformations énergie électrique \leftrightarrow énergie mécanique, soit suffisante pour que le signal puisse être détectable. La portion d'énergie récupérée après cette double conversion, est exprimée à travers le *coefficient de*

conversion électromécanique K^2 (en %). Une description plus précise de ce paramètre sera fournie plus tard dans cette thèse.

Dans le cas d'une ligne à retard ou d'une ligne à retard réflexive, ce facteur K^2 doit donc être le plus élevé possible, ce qui limite grandement le choix des matériaux utilisables. Il existe néanmoins d'autres types de dispositif, chacun ayant leurs avantages suivant l'application visée. L'un d'entre eux permet de limiter le besoin en K^2 du matériau, et permet donc d'utiliser certains matériaux, qui seraient peu ou pas adaptés pour une ligne à retard. Ce type de dispositif est appelé *résonateur*¹⁸.

Un résonateur SAW simple port est un dispositif constitué d'un seul IDT, et de deux miroirs de Bragg acoustiques (en métal) disposés de chaque côté de l'IDT¹⁹ :

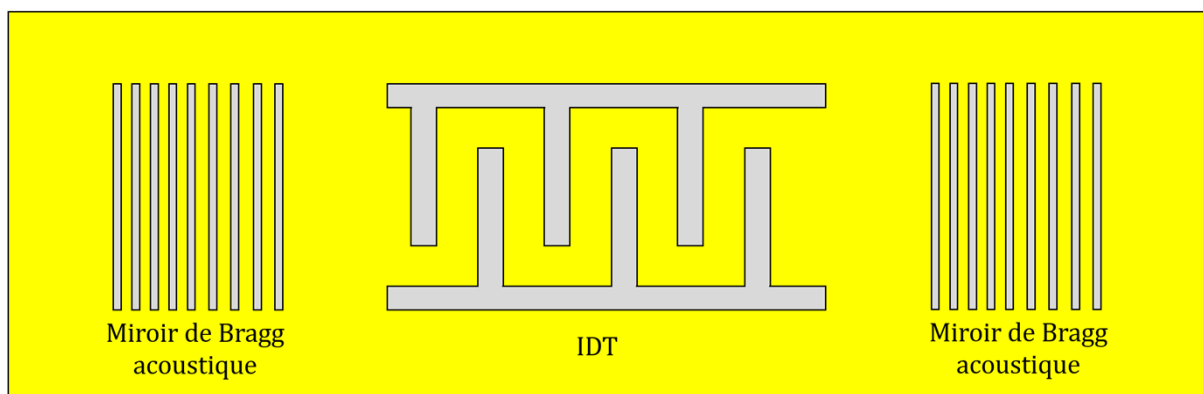


Figure 1.12 : Schéma d'un dispositif SAW de type résonateur.

Les miroirs de Bragg servent à renvoyer l'onde émise par l'IDT vers elle-même, ce qui a pour effet de piéger l'énergie dans la région de l'IDT, grâce à des réflexions multiples. Il se crée donc une cavité résonante à haut facteur de qualité, où l'énergie de l'onde est conservée en majeure partie. Le phénomène de réflexion des ondes qui parasitent les lignes à retard est donc mis à contribution dans le cas des résonateurs. Le besoin de matériaux à fort couplage électromécanique est finalement moins important pour les résonateurs que pour les lignes à retard. Les résonateurs SAW sont aujourd'hui très utilisés dans les applications radiofréquences, telles que les filtres RF. Ils sont donc massivement utilisés dans l'industrie des télécommunications.

1.4.5 Les dispositifs SAW pour les applications capteurs sans-fil

De manière générale, les matériaux ont la propriété de réagir à certaines perturbations, telles que la température, la pression, les espèces chimiques etc. Mathématiquement, cette réaction est exprimée par la modification des paramètres caractérisant les propriétés des matériaux. Par exemple, chauffer un substrat va avoir, entre-autres, pour effet de modifier les constantes élastiques dudit matériau. Cela va entraîner une variation de la vitesse de propagation des ondes à la surface, et par extension un changement de la réponse fréquentielle du dispositif SAW (la dilatation thermique du matériau va également modifier la distance parcourue dans le cas d'un dispositif de type ligne à retard). On devine donc, qu'on peut se servir des dispositifs SAW comme capteurs de température.

Le choix des matériaux pour la « partie température » de l'objectif sera détaillé plus tard. La « partie sans-fil » de l'application visée rejoint ce qui a été dit précédemment sur les différents designs possibles pour les IDT. En effet, le design du capteur SAW est important puisque chacun a ses avantages et limitations en regard d'une application sans-fil, et cela va aussi nous guider vers le choix de structures et de matériaux particuliers.

Les dispositifs de type ligne à retard réflective permettent une utilisation sans-fil. L'avantage de ce design, est qu'il permet de jouer sur le nombre et l'espacement géométrique des réflecteurs. On construit donc une signature en « code-barres » qui permet l'identification du capteur SAW au sein d'un réseau constitué de plusieurs capteurs. L'inconvénient de cette technologie est la nécessité d'impulsions SAW courtes, ce qui implique une bande passante d'IDT assez large. Cette configuration demande donc un K^2 très élevé, d'environ 2 ou 3%, pour permettre son fonctionnement, et pour diminuer l'influence des parasites dus aux réflexions intra-IDT. Ce type de capteur est utilisé et commercialisé principalement avec la coupe Y-128° du LiNbO₃, qui présente un K^2 d'environ 5%, et permet une utilisation jusqu'à 400°C²⁰.

Grâce à sa cavité résonante, la configuration en résonateur ne montre pas la nécessité d'avoir un fort K^2 pour fonctionner efficacement. Or, dans le cas d'une utilisation sans-fil, le résonateur est excité par voie hertzienne par le système d'interrogation à une fréquence proche de la fréquence de résonance de l'IDT (que l'on ne connaît pas précisément, puisque cette fréquence dépend des conditions environnementales que l'on cherche à mesurer). On coupe ensuite l'excitation. Le résonateur continue librement à osciller, mais cette fois, à sa fréquence propre, puis renvoie le signal vers le système d'interrogation par voie hertzienne. Les oscillations du résonateur étant amorties, le signal finit, avec le temps, par devenir trop faible pour être capté. Ce temps pendant lequel le signal SAW est visible est relié au *facteur de qualité* Q du dispositif, dans le sens où plus Q est grand, plus le signal est détectable pendant une longue durée. Or, le renvoi du signal par voie hertzienne induit des parasites venant des réflexions sur des surfaces proches (des murs par exemple). Le temps caractéristique d'apparition de ces parasites est de l'ordre de la μs . Donc, pendant le « début » de la captation du signal, ce dernier est noyé dans les parasites. Or, dans ce temps, l'amplitude du signal commence déjà à diminuer. Il faut donc avoir un K^2 assez fort pour que l'amplitude du signal reste assez grande, et ainsi permettre la détection après le passage des parasites. La figure 1.13 résume le principe de mesure sans-fil d'un résonateur :

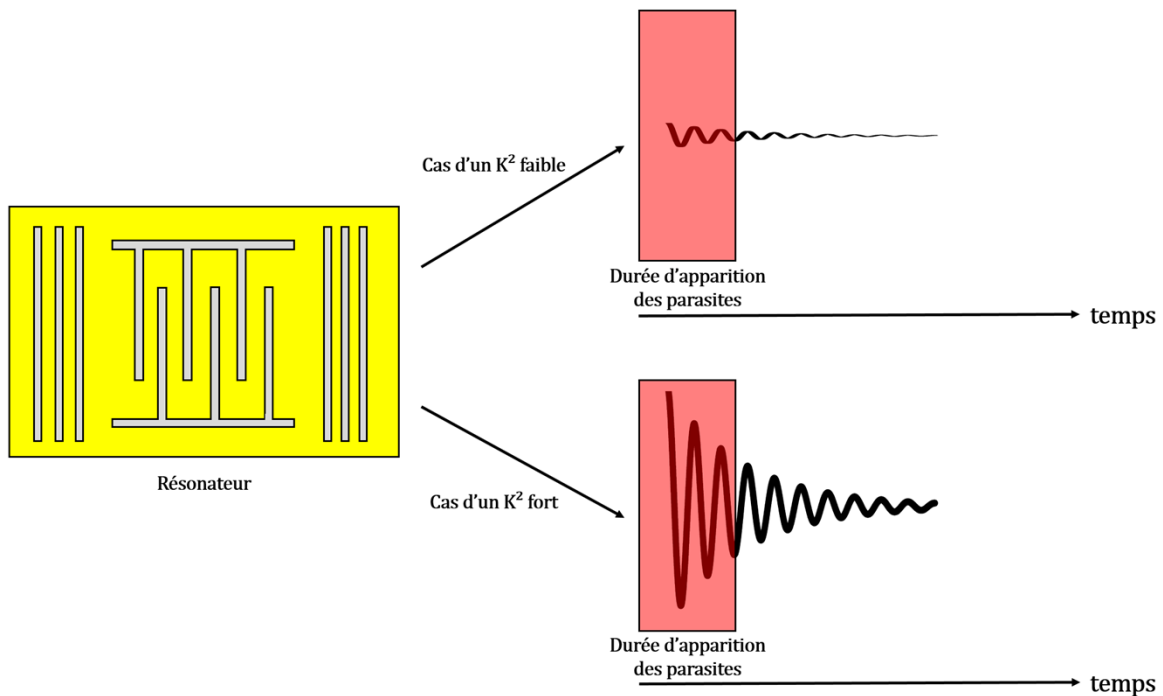


Figure 1.13 : Mesure sans-fil d'un dispositif SAW de type résonateur, dans le cas d'un K^2 faible, et dans celui d'un K^2 fort.

Finalement, dans le cadre de mesures sans-fil, le choix d'un matériau présentant un K^2 fort devient nécessaire. Cette thèse s'inscrit complètement dans ce cadre.

1.5 Choix des matériaux piézoélectriques

1.5.1 Grandeurs caractéristiques

La technologie SAW, reposant sur différents phénomènes physiques (piézoélectricité, propagation d'ondes élastiques etc.), a connu de nombreux développements au fil du temps. Il en a résulté une différenciation de la technologie en fonction des applications visées, induisant l'apparition de plusieurs types de structures de design. Le développement des dispositifs de type résonateur, pour compenser l'exigence en K^2 des lignes à retard, en est un exemple. On peut ainsi deviner qu'une application utilisant la technologie SAW ne va pas demander les mêmes « performances » qu'une autre. Le choix des matériaux est donc crucial pour optimiser l'efficacité du

dispositif dans l'optique visée. Notre objectif étant le développement d'un capteur de température, nous allons sélectionner nos matériaux piézoélectriques grâce aux trois grandeurs suivantes :

- La vitesse de propagation des ondes élastiques de surface v_{SAW} (déjà évoquée précédemment). Cette grandeur découle de la densité, et des constantes élastiques C_{ijkl} du matériau concerné, et est donc proportionnelle avec la rigidité du matériau. Elle définit la fréquence de fonctionnement du dispositif par la formule :

$$f_0 = \frac{v_{SAW}}{\lambda}$$

- Le coefficient de couplage électromécanique K^2 (aussi évoqué précédemment). Le fonctionnement d'un dispositif SAW repose sur la succession des phénomènes de piézoélectricité inverse et directe (dans ce sens), induisant une transformation d'énergie électrique en énergie mécanique au niveau de l'IDT émetteur, puis d'énergie mécanique vers électrique au niveau de l'IDT récepteur. Le coefficient de couplage électromécanique K^2 donne la partie d'énergie récupérée après ces deux transformations. On le calcule à partir de la formule suivante²¹ :

$$K^2 = 2 \frac{v_{SAW_0} - v_{SAW_m}}{v_{SAW_0}}$$

Où v_{SAW_0} et v_{SAW_m} sont respectivement les vitesses de propagation des ondes SAW lorsque la surface est libre, et lorsque la surface est métallisée.

- Le coefficient de température (*TCF: Temperature Coefficient of Frequency*), exprimé en ppm/°C. Cette grandeur traduit le décalage fréquentiel de la réponse du dispositif SAW avec une variation de température dT. Ce décalage vient de la modification des constantes élastiques du matériau piézoélectrique, qui entraîne une variation de la vitesse de propagation, et de la dilatation de ce matériau, qui induit en surface une variation de la période spatiale des IDT. Mathématiquement,

le TCF est calculé en dérivant la relation liant fréquence, vitesse de propagation, et longueur d'onde, par rapport à la température :

$$\frac{d}{dT}f = \frac{d}{dT}\left(\frac{v_{SAW}}{\lambda}\right)$$

$$\frac{d}{dT}f = \frac{\lambda \frac{d}{dT}v_{SAW} - v_{SAW} \frac{d}{dT}\lambda}{\lambda^2}$$

En multipliant de chaque côté par l'inverse de la fréquence, soit λ/v_{SAW} , on obtient :

$$\frac{1}{f} \frac{d}{dT}f = \frac{1}{v_{SAW}} \frac{d}{dT}v_{SAW} - \frac{1}{\lambda} \frac{d}{dT}\lambda$$

Le terme à gauche de l'égalité est le TCF . Il est égal à la différence entre *Temperature Coefficient of Velocity TCV*, qui traduit la modification de la vitesse de propagation des SAW en fonction de la température, et le *coefficient de dilatation thermique* α , qui exprime la déformation du matériau avec la température, entraînant une modification de la longueur d'onde. On peut donc écrire :

$$TCF = TCV - \alpha$$

Les matériaux composant la structure seront principalement déterminés par ces trois grandeurs. D'autres paramètres peuvent entrer en compte suivant l'application visée. Bien évidemment, dans le cas de mesures en environnement hostile, on ne prend en compte que les matériaux qui résistent à ces conditions. En premier-lieu, on ne présélectionnera que les matériaux ne présentant aucune modification d'ordre structurelle ou chimique, comme un changement de phase, ou une décomposition chimique. Cette étape de pré-sélection est manifestement valable pour les IDT. Le choix de notre structure sera expliqué et détaillé plus tard dans cette thèse.

1.5.2 Les angles d'Euler

Les grandeurs caractéristiques des matériaux qui nous sont utiles dépendent de leurs constantes physiques : élastiques, piézoélectriques, diélectriques etc. Or les matériaux piézoélectriques utilisés comme base pour les dispositifs SAW sont évidemment anisotropes (sans cela, ils ne sont pas piézoélectriques). Les grandeurs physiques importantes dans notre cas, sont donc dépendantes de la direction de propagation de l'onde. Il est donc important de bien déterminer les axes cristallographiques du matériau.

Dans le cas des substrats, la coupe utilisée est repérée par les trois angles d'Euler, notés $(\varphi ; \theta ; \psi)$. Dans le cadre de la technologie SAW, ces angles servent à faire coïncider la direction de propagation des SAW avec certains axes cristallographiques.

Les deux angles φ et θ servent à définir l'orientation de la surface du substrat par rapport aux axes cristallographiques, définis par le repère (XYZ) . Pour cela, deux rotations φ puis θ vont être appliquées au repère (XYZ) . On va donc obtenir en premier lieu un repère intermédiaire $(X'Y'Z')$, puis le repère $(X''Y''Z'')$. Le but est de faire coïncider le plan $(OX''Y'')$ avec le plan qui correspond à la surface du substrat :

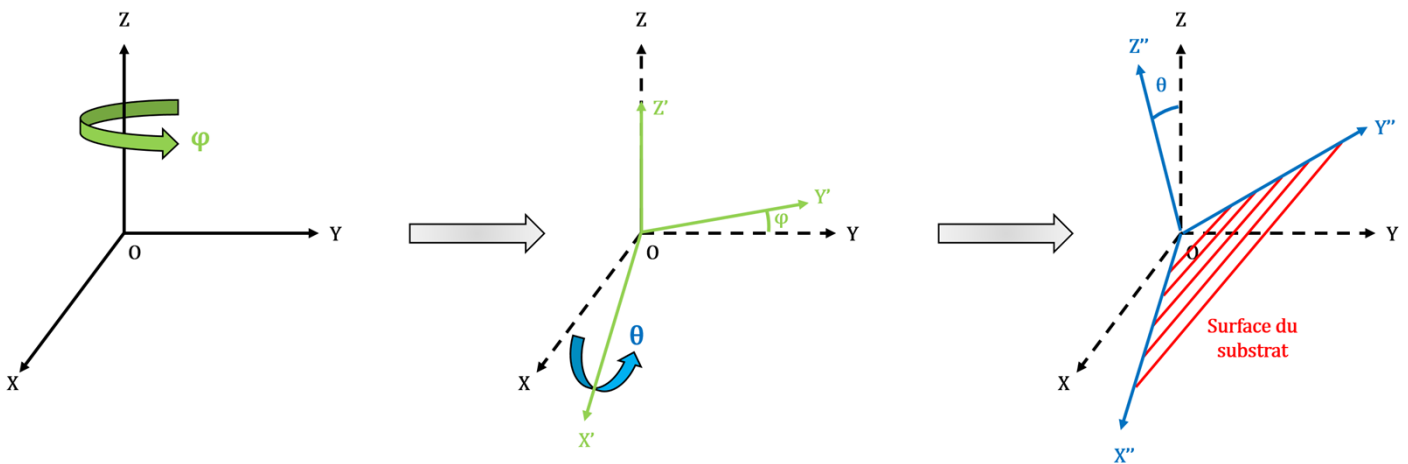


Figure 1.14 : Définition de l'orientation de la surface du substrat grâce aux angles d'Euler.

Dans le cas où le plan considéré est perpendiculaire à un axe cristallographique, on n'utilise pas les angles d'Euler. On nomme simplement ce plan comme l'axe auquel il est perpendiculaire. Par exemple, le plan correspondant aux angles d'Euler ($\varphi = 90^\circ$; $\theta = 90^\circ$) est appelé plan X. De la même manière, les plans (0° ; 90°) et (0° ; 0°) sont respectivement appelés plans Y et Z.

L'angle d'Euler ψ correspond à la rotation du plan ($OX''Y''$) autour de l'axe (OZ''). L'idée est de faire correspondre la direction de propagation des SAW à l'axe (OX'') dans le plan ($OX''Y''$). Si cette direction est selon un axe cristallographique, on utilisera alors le nom de l'axe.

Ces angles d'Euler sont très utiles pour les substrats communément rencontrés dans la technologie SAW, tels que le LiNbO_3 , et la langasite ($\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$), que l'on appellera par la suite LGS.

2. La technologie SAW pour les mesures de très hautes températures

2.1 Technologies usuelles pour les mesures de température

Nous l'avons dit : la technologie SAW est utilisable en tant que capteur de températures. Selon les matériaux et la structure envisagée, il est possible de réaliser un capteur de très hautes températures. Cependant, ces mesures existent déjà dans l'industrie, par le biais d'autres technologies. Il faut donc passer en revue ces techniques, leurs principes, leurs avantages et leurs inconvénients, pour comprendre l'intérêt des dispositifs SAW, en ce qui concerne les mesures de hautes températures. Voici les trois techniques les plus utilisées actuellement pour ces mesures :

- Les thermocouples, qui utilisent l'effet Seebeck. Ce phénomène exprime l'apparition d'une différence de potentiel à la jonction de deux matériaux, soumis à deux températures différentes. Les thermocouples sont constitués de deux fils en métaux différents formant une boucle ouverte (où le courant ne circule pas). Lorsque les deux jonctions sont soumises à deux températures différentes, la tension électrique créée dépend de la différence entre les températures :

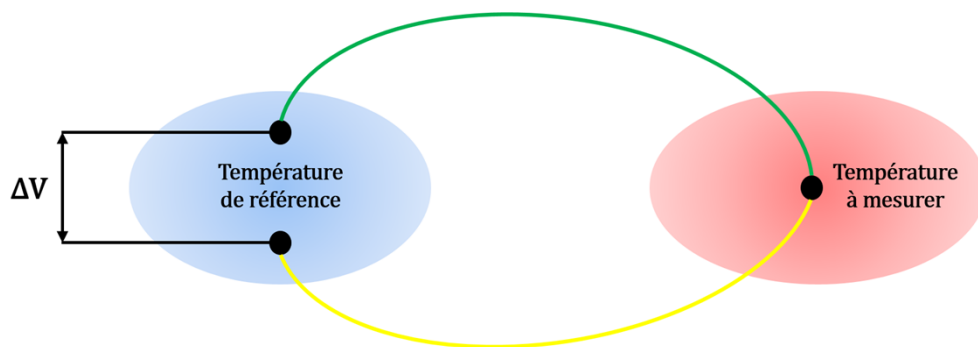


Figure 1.15 : Principe de fonctionnement d'un thermocouple.

Il existe plusieurs types de thermocouples, différenciés par les métaux utilisés pour les fils. On choisit le couple suivant la plage de température à mesurer, et suivant l'atmosphère en présence. Les thermocouples présentent de nombreux avantages :

- Les thermocouples de type K, très bon marché, permettent un usage continu jusqu'à 1100°C. Ils sont constitués d'un couple chromel (alliage Ni-Cr) / alumel (alliage Ni-Al).
- Les thermocouples à base des métaux nobles (types R, S et B) sont constitués d'alliages Pt-Rh/Pt ou Pt-Rh/Pt-Rh de composition différentes. Ces thermocouples permettent une utilisation continue jusqu'à 1600°C en moyenne.

- Les thermocouples basés sur les métaux réfractaires W et Re (types C, G et D), peuvent mesurer aisément des températures jusqu'à 1800°C, voire 2300°C. Ils présentent aussi l'avantage d'une force électromotrice élevée, et donc une forte variation de la tension électrique avec la température. Ils sont par contre, très chers.
- Leur utilisation, et mise en place est très simple.
- Ils ont un temps de réponse très court (moins d'une seconde).

Néanmoins, les thermocouples souffrent de quelques faiblesses :

- Leur précision est faible (0.1°C au mieux).
 - Ils peuvent présenter de fortes dérives en température après quelques heures de fonctionnement.
 - Ils nécessitent un contact filaire, et ne sont donc pas adaptés pour contrôler la température des systèmes en mouvement.
- Les thermomètres à résistance variables (RTD pour *Resistance Temperature Detectors*) : basés de manière générale sur le platine, ils utilisent l'augmentation de la résistivité des métaux avec la température. Il existe plusieurs modèles dont le Pt100, constitué d'un fil de Pt ayant une résistance de 100 Ω à 0°C, et de 138,5°C à 100°C. On peut donc, en mesurant la résistance du Pt, remonter à la température. Ils fournissent des mesures de température bien plus précises que les thermocouples (de l'ordre de 0,01°C), tout en étant plus stables dans le temps. Cependant, ils sont plus chers, offrent un temps de réponse plus élevé (de l'ordre de la seconde), et ne peuvent pas être utilisés à plus de 700°C.
 - Les pyromètres : cet appareil repose sur la mesure de l'intensité lumineuse rayonnée par un corps, qui varie avec la température via l'émissivité thermique ϵ du matériau. La mesure pyrométrique est donc une mesure sans contact, qui présente un avantage pour certaines applications sur les thermocouples, et sur les

RTD. Cependant, il est épineux de bien connaître l'émissivité ε , puisqu'elle dépend elle-même de la température, et dans des conditions de très haute température, l'environnement du corps à mesurer peut être aveuglant pour le pyromètre.

Les trois techniques présentées sont aujourd'hui très utilisées, en raison de leurs performances, et de leurs avantages respectifs. Or, dans certains cas, aucune de ces trois technologies n'offre une efficacité optimale. Par exemple, les thermocouples et RTD utilisant des métaux pour fonctionner, sont souvent sensibles aux atmosphères corrosives. Les pyromètres sont délicats à utiliser puisque le résultat de la mesure dépend de l'émissivité ε du matériau (qui varie avec la température), et peut être affecté par l'atmosphère. De plus aucune de ces techniques ne permet de mesure sans-fil pour monitorer la température d'un système en mouvement. Dans le cas d'un thermocouple ou d'un RTD, une mesure sans fil nécessite une électronique embarquée dont la température de fonctionnement est limitée à 300°C.

C'est ici que la technologie SAW entre en jeu, dans les situations où l'utilisation de câbles électriques est proscrite, et où les pyromètres ne sont pas adaptés aux besoins. Par exemple, une mesure « continue » de la température d'une pièce métallique placée sur une chaîne mobile, et effectuant des passages dans des enceintes fermées (des fours par exemple), ne pourra pas être faite par les techniques conventionnelles. De telles situations sont régulièrement rencontrées dans de nombreux corps industriels (métallurgie, industries automobile, du verre, nucléaire, pétrolières etc.)²².

En choisissant judicieusement les matériaux constituant le dispositif, il est possible de réaliser un capteur SAW fonctionnant jusqu'à 1000°C²³. La possibilité d'utilisation sans-fil en fait par ailleurs, une alternative aux techniques usuelles, la mesure de systèmes mobile devenant envisageable.

2.2 Les substrats pour les capteurs SAW destinés aux hautes températures

Il existe une grande variété de matériaux piézoélectriques qui peuvent être intéressants dans la cadre de la technologie SAW. On peut scinder ces matériaux en deux classes distinctes :

- Les substrats. Ce sont des matériaux monocristallins. Ils sont issus d'un wafer, qui est obtenu par une découpe d'un cristal massif. Les propriétés piézoélectriques et élastiques vont donc être déterminées par l'angle de coupe du wafer. On va repérer cette coupe par les angles d'Euler (voir point 1.5.2).
- Les films minces piézoélectriques. Ils consistent en un dépôt de matériaux piézoélectriques sur un substrat, qui peut lui-même être piézoélectrique. Ils ouvrent des perspectives puisqu'il devient possible d'utiliser certains matériaux qui sont difficiles, voire impossibles, de faire croître sous forme de cristaux massifs.

Ici, nous allons nous intéresser aux substrats piézoélectriques envisagés dans la réalisation d'un capteur SAW sans-fil pour les températures supérieures à 700°C.

2.2.1 Le quartz

Un des substrats les plus utilisés dans l'industrie des dispositifs SAW est le quartz (SiO_2). Il est notamment très utilisé comme résonateur de précision grâce à son fort facteur de qualité dans l'industrie des télécommunications^{9, 17}. C'est un matériau présentant une vitesse élastique relativement lente (v_{SAW} proche de 3160 m/s), et possédant un faible K^2 entre 0,1 et 0,2% suivant la coupe observée. Certaines coupes, tel que la coupe ST, présentent un TCF nul ce qui le rend très attractif pour les applications nécessitant une grande stabilité thermique (horloge, sources de références etc.). D'autres coupes montrent un TCF suffisamment élevé qui permet une utilisation comme capteur

de température. Certaines propriétés du quartz sont données dans le tableau 1.3. Cependant, le quartz, sous sa forme α (système réticulaire rhomboédrique de groupe d'espace $P3_221$) à température ambiante, subit une transition de phase réversible à 573°C . Il se restructure alors en sa phase β (système réticulaire hexagonal de groupe d'espace $P6_222$), perdant ainsi une grande partie de ses propriétés piézoélectriques^{24, 25}. De plus, à l'approche de la transition de phase vers 500°C , l'intensité du signal de dispositifs SAW basés sur du quartz diminue. Ceci est dû à l'augmentation du désordre cristallin dans cette gamme de température²⁶. Il est donc impossible d'utiliser le quartz comme capteur de température au-delà de 500°C . De plus, son K^2 faible compromet une application sans-fil de type ligne à retard réflexive, bien qu'il soit possible d'obtenir des facteurs de qualité Q élevés pour des résonateurs à base de quartz. Le tableau 1.3, en fin de cette partie fournit quelques propriétés SAW de plusieurs coupes de quartz²⁷.

2.2.2 Le niobate et le tantalate de lithium

L'industrie des dispositifs SAW ne se sont pas limités au quartz. Deux autres substrats sont très utilisés. Le premier d'entre eux est le tantalate de lithium, de formule LiTaO_3 . Son K^2 peut atteindre 3%²⁸, ce qui permet une utilisation sans-fil en ligne à retard réflexive. Cependant, il montre une température de Curie entre 575 et 660°C suivant la composition Ta/Li du substrat²⁹. Cette faible valeur de T_c limite son utilisation à très haute température et explique également pourquoi on trouve peu de travaux publiés dans la littérature concernant l'étude du LiTaO_3 en températures élevées. Ces études se limitent à la détermination des constantes élastiques jusqu'à la température de Curie³⁰ ou à celles des propriétés électriques jusqu'à 700°C ^{31, 32}, mais ne concernent pas des dispositifs fonctionnels. Les études se sont donc concentrées sur le niobate de lithium (LiNbO_3 ou LN). Le LN montre une température de Curie comprise entre 1070 et 1190°C pour des ratios Li/Nb allant de 0,8 à 1,2³³, ce qui est plus approprié pour une utilisation à haute température. Le niobate de lithium se présente comme un cristal ferroélectrique du

système réticulaire rhomboédrique de groupe d'espace $R3c$ à température ambiante³⁴. Les plaquettes du LN commercialement disponibles sont de type congruent (cLN). La composition la plus répandue et communément utilisée dans l'industrie des SAW présente un ratio proche de 0,97. On peut également le trouver sous sa version appelée stœchiométrique, notée sLN et caractérisée par un rapport Li/Nb valant 1³⁵.

Malgré sa température de Curie élevée, le LN dans sa configuration congruente présente une diminution drastique de la résistivité avec la température, atteignant la valeur de $10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ à 600°C ³⁶. Une valeur qui induit des courants de fuite, ce qui dégrade les signaux SAW. De ce fait, les études sur une utilisation du LN dans des applications haute température sont peu nombreuses. Le cLN est tout de même étudié pour ces applications, puisque des SAW Pt/cLN restent stables jusque 500°C ²⁶ (ensuite la résistivité augmente). La durée de vie de dispositifs SAW basés sur des cristaux de cLN est de quelques heures à 450°C ³⁷. Des lignes à retard réfléchives se révèlent fonctionnelles sur du cLN à 400°C aussi pendant quelques heures²⁰. Ainsi, il est peu probable de pouvoir utiliser le cLN comme substrat pour les SAW au-delà de 500°C . En ce qui concerne le sLN, aucune étude n'a été publiée dans le cadre de dispositifs SAW. Comme pour le quartz, les propriétés SAW du cLN dépendent de la coupe utilisée (Tab. 1.3)^{38, 39}.

2.2.3 La langasite

La langasite ($\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_4$ ou LGS) est un substrat qui s'est peu à peu imposé dans la communauté des capteurs SAW pour les hautes températures. C'est un cristal de système rhomboédrique, de groupe d'espace $P321$ ⁴⁰. Ce matériau ne présente aucune transition de phase jusqu'à sa température de fusion (1470°C)⁴¹. Plusieurs coupes thermiquement stables ont été identifiées, et son couplage est inférieur à 0,5%. Il est utilisé entre-autres, pour réaliser des filtres passe bande⁴², et peut avantageusement remplacer le quartz en conditions sévères. Ce matériau a donc suscité l'engouement de la part des industries des télécommunications, et de larges études ont démarré sur ce cristal. Certains résultats très

intéressants ont été publiés ces 20 dernières années, notamment la présence d'un signal SAW à une température de 1085°C⁴¹. D'après les auteurs, cette limite de 1085°C était due au packaging utilisé, et non au substrat de langasite. Par ailleurs, la LGS est un matériau qui vieillit très bien puisque des capteurs SAW sont restés stables pendant près de 6 mois à 800°C, démontrant une excellente stabilité à la température⁴³. Le tableau 1.3 résume les caractéristiques SAW pour certaines coupes^{9,44}.

Ces propriétés font de la LGS un candidat très sérieux comme base d'un capteur SAW haute température, avec même une possibilité d'utilisation sans-fil comme résonateur, son K^2 faible excluant toute application à base de lignes à retard réfléchives. Malheureusement, ce cristal souffre de faiblesses qui sont aussi de taille. Tout d'abord sa résistivité diminue avec la température, pour atteindre $10^6 \Omega.cm$ vers 650°C⁴⁵, ce qui est un minimum pour un résonateur SAW sans-fil. De plus, la LGS montre des pertes en propagation qui augmentent énormément avec la fréquence à haute températures. Ces pertes indiquent le caractère exponentiellement amorti de l'onde élastique au cours de sa propagation. Donc la LGS limite son utilisation haute température à des fréquences de fonctionnement de quelques centaines de MHz, jusqu'à 1GHz maximum selon certains auteurs.

Cette limitation est problématique dans le cadre de capteurs SAW sans-fil. En effet, l'Union Européenne autorise le fonctionnement des capteurs industriels, scientifiques, domestiques et médicaux dans des gammes de fréquences bien précises. On appelle ces gammes *bandes ISM*. Le tableau 1.2 résume ces bandes :

Fréquence centrale	433,92 MHz	869 MHz	2,45 GHz
Bande passante autorisée	± 0,87 MHz	± 1 MHz	± 50 MHz

Tableau 1.2 : Bandes ISM.

A cause de ses pertes de propagations augmentant avec la fréquence de fonctionnement, la LGS est cantonnée, dans le cadre d'une utilisation sans-fil, à la bande 434 MHz. Malheureusement, la bande passante autorisée ayant la fréquence centrale de 434 MHz est de $\pm 0,87$ MHz. Malheureusement, une bande-passante très restreinte ne permet pas de réaliser des mesures sur une plage de températures importante, puisque la détection d'une variation de température se traduit par un décalage fréquentiel. Finalement, pour un dispositif fonctionnant à 434 MHz, et ayant un TCF de 40 ppm/°C, la variation de température est de 50°C, ce qui est bien évidemment trop faible pour les applications haute température. Notons également que dans une configuration résonateur, l'interrogation de n capteurs simultanément, nécessite de diviser la bande ISM en plusieurs sous-bandes, ce qui limite d'autant la précision, et/ou la gamme de mesure à considérer. Finalement, le capteur LGS le plus évolué a atteint une température de 700°C avec un dispositif fonctionnant à 434 MHz⁴⁶.

Matériau	Angles d'Euler	K^2 (%)	TCF (ppm/°C)	v_{SAW} (m/s)
Quartz ²⁷	(0°, 160°, 80°)	0.03	-56	3677
	(90°, 104°, -168°)	0.22	33	3185
LiNbO ₃ ^{35, 36}	(0°, 90°, 90°)	4,817	-93,4	3488
	(0°, 218°, 0°)	5,34	-72,02	3995
LGS ^{2, 41}	(0°, 90°, 0°)	0.4	40	2340
	(0°, 139°, 24°)	0,39	-32,2	2729
	(0°, 142°, 21°)	0,5	-29,36	2729

Tableau 1.3 : Propriétés dites « SAW » de plusieurs coupes de quartz, LiNbO₃, et LGS.

Bien que la LGS soit le candidat le plus sérieux pour les mesures SAW opérant à haute température, ce substrat n'est pas adapté pour la réalisation d'un capteur SAW de température fonctionnant sans-fil jusqu'à des températures supérieures à 700°C. Par ailleurs, aucun substrat usuel (ou non) n'est utilisable dans le développement de cette technologie. Il faut donc se tourner du côté des couches minces, qui montrent plus de versatilité.

2.3 Les couches minces pour les capteurs SAW destinés aux hautes températures

Les matériaux piézoélectriques sous forme de substrats massifs tels que le LiNbO_3 et la LGS, présentent comme on l'a vu, de bonnes propriétés pour l'application SAW. Cependant, aucun d'entre eux ne permet une application capteurs sans-fil pour des températures supérieures à 700°C (ou environnement hostile). Il est donc essentiel de chercher des matériaux piézoélectriques sous forme de couches minces. Les propriétés des couches, ou films minces ne sont pas repérées via les angles d'Euler. On se servira dans ces cas, des orientations des grains par rapport à la surface du substrat. Par exemple, un film mince d'AlN dont les grains présentent leurs axes c perpendiculaires à la surface du substrat, sera noté AlN (001), puisque les plans cristallins (001) sont parallèles à cette même surface. Une explication plus détaillée sera fournie lors du chapitre suivant, lorsque le principe des mesures de diffraction des rayons X sera éclairci. Dans ce point, seule une présentation sommaire de certaines couches minces sera faite. Ces matériaux seront développés plus tard dans cette thèse.

L'oxyde de zinc ou ZnO , est un matériau piézoélectrique très étudié pour la technologie SAW. C'est un cristal présentant un système hexagonal, de groupe d'espace $P6_3mc$. Ce groupe est aussi appelé *wurtzite*. Le ZnO peut aussi se présenter sous deux systèmes réticulaires cubiques de type *zinc blende* $F\bar{4}3m$ ⁴⁷, ou *rock-salt* $Fm\bar{3}m$ ⁴⁸. Sous des conditions normales de température et de pression, le ZnO privilégie tout de même la structure wurtzite, qui est par ailleurs, la seule des structures possibles du ZnO qui soit piézoélectrique. Un de ses avantages est qu'il est peu cher à produire, puisque les matières premières nécessaires sont bon marché (zinc et oxygène). Une difficulté est d'obtenir des films hautement texturés (difficulté récurrente pour les films minces piézoélectriques).

Le ZnO est notamment exploité dans des applications optoélectroniques, mais aussi dans la technologie SAW en remplacement des filtres LC dans les téléviseurs⁴⁹. Il montre d'ailleurs de bons $K^2 \geq 1\%$, ce qui autorise une application résonateurs sans-fil⁴⁹.

⁵⁰. De plus son TCF permet une application capteur⁵¹. Ses propriétés SAW sont résumées dans le tableau 1.4. Le ZnO souffre cependant d'une énorme faiblesse : il devient conducteur à partir de 400°C¹¹. Ce matériau n'est donc pas envisageable pour des applications hautes températures.

Les nitrures de gallium et d'aluminium, ou respectivement GaN et AlN, sont des matériaux étudiés par la communauté scientifique depuis plusieurs décennies. Ces deux cristaux se présentent sous une structure wurtzite comme le ZnO, et possèdent aussi une phase cubique de type zinc blende métastable^{12, 52}. Le GaN est aussi très étudié et utilisé en optoélectronique, notamment dans l'élaboration de LEDs et de diodes^{53, 54}. Il est aussi utilisé comme capteur de gaz, et sert de base à des technologies HEMT et MESFET^{53, 55}. A la fin des années 90, le GaN est étudié comme film mince piézoélectrique pour les dispositifs SAW⁵⁶. Il montre une vitesse de propagation d'environ 3700 m/s⁵⁷, une utilisation haute fréquence devient donc permise⁵⁸. Cependant son K^2 est relativement faible pour être viable en regard d'une application sans-fil en configuration ligne à retard réflective (Tab. 1.4).

Tout comme le GaN, l'AlN est un matériau piézoélectrique étudié à la base pour des applications optoélectroniques, cette fois dans le domaine des UV⁵⁹. Cependant, l'AlN est identifié comme matériau piézoélectrique intéressant pour des applications capteurs SAW de haute température²⁶. C'est un matériau qui présente une grande vitesse élastique (la plus grande pour un matériau piézoélectrique), ce qui favorise son utilisation en haute fréquence, voire très haute fréquence suivant le substrat choisi². Sa stabilité avec la température est excellente jusqu'à plus de 1000°C, et ce matériau montre des TCF avantageux⁶⁰, et une variation linéaire de la fréquence avec la température. Sa résistivité est de plus très grande, atteignant $10^{10} \Omega \cdot \text{cm}$ à 1000°C⁶¹. L'AlN, et plus particulièrement la structure AlN/Saphir est donc très prometteuse comme remplaçant de la LGS, dans le cadre des applications haute température et haute fréquence. Cependant, l'AlN souffre aussi de plusieurs faiblesses. Premièrement, il montre des K^2 relativement faibles

(Tab. 1.4) pour envisager une application sans-fil en configuration ligne à retard réfléchive. De plus, l'AlN a la fâcheuse tendance à s'oxyder en surface à partir de 700°C dans l'air⁶², la couche d'oxyde pouvant atteindre une épaisseur de 127 nm avec un recuit de 2h à 950°C. Cette oxydation a pour effet de détruire le caractère piézoélectrique à la surface de l'AlN. La structure AlN/Saphir en tant que telle, n'est donc pas adaptée pour une application capteur de températures dépassant les 700°C.

Au cours de cette thèse, les matériaux GaN et AlN seront tout de même considérés pour d'autres raisons. Ces dernières seront expliquées plus tard dans ce chapitre.

Matériau	K^2 (%)	V_{SAW} (m/s)	TCF (ppm/°K)
ZnO	≥ 1 ⁴⁹	2700 ⁶³	-40 ²
GaN	0,3	3700 ⁵⁷	-30
AlN	0,3 ⁶⁴	5600 ⁶⁴	25 ⁶⁵

Tableau 1.4 : Propriétés dites « SAW » de plusieurs couches minces piézoélectriques.

Après ce tour non-exhaustif des matériaux piézoélectriques utilisables dans la technologie SAW, on peut conclure qu'il n'existe à l'heure actuelle aucun cristal, sous forme de substrat ou de couche mince, qui peut convenir à une application capteur de très haute température sans-fil, et sous air. Pourtant dans certains cas, notamment celui de l'AlN, il suffirait d'une protection du matériau piézoélectrique pour fonctionner à haute température. La protection actuellement utilisée dans l'industrie du SAW consiste à mettre le composant dans un boîtier de protection hermétique (packaging). Cependant, à haute température, un tel packaging présente plusieurs limitations, et une technologie spécifique doit être développée.

2.4 Les matériaux pour des IDT fonctionnels à haute température

Avant de parler du packaging, et de la protection d'un dispositif SAW en général, il serait judicieux de finir de passer en revue les matériaux disponibles pour les capteurs SAW dans des environnements hostiles. Le matériau constituant les IDT du dispositif SAW doit, dans le cadre d'une application haute température, respecter les consignes suivantes :

- Il doit être un bon conducteur électrique, pour maximiser l'intensité du signal SAW. C'est vital dans le cadre d'une application sans-fil, où les pertes électriques sont très importantes (voir la figure 1.13). De manière générale seuls les métaux (et alliages), correspondent à cette description. Quelques céramiques peuvent aussi convenir.
- Il doit posséder une température de fusion supérieure à la plage de température visée.
- Il doit être chimiquement inerte à haute température, et dans les atmosphères présentes.

Voici un tableau regroupant les propriétés physiques qui nous intéressent pour plusieurs métaux conventionnels, ainsi que quelques céramiques :

Matériau	Température de fusion (°C)	Résistivité ($\mu\Omega.cm$)	
Métaux	Al	600	2,7
	Cu	1083	1,7
	W	3380	5,5
Métaux nobles	Au	1063	2,3
	Pt	1769	10,6
	Rh	1960	4,7
	Ir	2443	5,3
	Pd	1550	10,5
	Ru	2334	7,7
Alliages (pourcentages massiques)	CuAl (95,5/4,5)	350	11,2
	NiCr (80/20)	1150	110
	PtIr (90/10)	1800	23,6
Céramiques	CoSi ₂	1326	16,5
	TiN	2950	24
	WC	2800	5,6

Tableau 1.5 : Propriétés physiques de plusieurs matériaux susceptibles de servir comme IDT du capteur^{26, 66}.

Dans le cadre d'une application haute température, l'aluminium est à proscrire puisque sa température de fusion n'est que de 600°C. Il montre de plus des phénomènes d'électromigration à partir de 300°C⁶⁷ (déplacement des atomes dans un matériau conducteur solide, induit par un flux d'électrons). Le cuivre et le tungstène sont trop réactifs avec l'oxygène à haute température. C'est aussi le cas des céramiques, et de la plupart des alliages. Les métaux nobles et leurs alliages sont plus résistants à l'oxydation. Cependant ils y sont tout de même soumis entre 700 et 800°C.

Seul le platine constitue une exception concernant sa réactivité chimique. En effet, il existe une couche d'oxyde de platine PtO native en surface du platine, mais celle-ci disparaît pour une température de 400°C, et ne réapparaît pas au moins jusque 1000°C⁶⁸. Il tend cependant à former des agglomérats à partir de 700°C, perdant ainsi la continuité de l'IDT²³. Ce phénomène a pour effet de rompre les IDT, et donc de détruire le signal SAW.

Finalement, nous nous retrouvons avec les mêmes problématiques que pour les matériaux piézoélectriques, à savoir qu'aucun matériau pour les IDT ne remplit les conditions minimales d'une application en environnement hostile. Le défaut majeur de ces matériaux étant leur réactivité chimique. Il faut donc, tout comme pour les matériaux piézoélectriques, trouver un moyen de les protéger des agressions chimiques.

2.5 Le *packaging* et ses limites

Les dispositifs SAW sont aujourd'hui très ancrés dans le domaine industriel, aussi bien en tant qu'objet d'étude, ou en tant que produit commercialisable. Ces dispositifs doivent satisfaire toutes les contraintes industrielles, notamment en termes de résistance. La nécessité est donc que les dispositifs SAW résistent aux problématiques de la fabrication (contraintes thermiques, mécaniques, chocs etc.), de la distribution (transport, stockage etc.), et de l'usage (température, pression, atmosphère, poussières etc.)¹¹. Dans le cadre de cette thèse, on a notamment besoin d'un dispositif SAW résistant à de très hautes températures, et aux atmosphères non-inertes. Par exemple, l'AlN chauffé à plus de 700°C s'oxyde via l'oxygène se trouvant dans l'air (Fig. 1.16). Ce constat est valide pour la majorité des produits électroniques ou microélectroniques. Pour pallier à ces problèmes, ces produits peuvent être encapsulés dans des systèmes de protection. Ces systèmes sont les packagings.

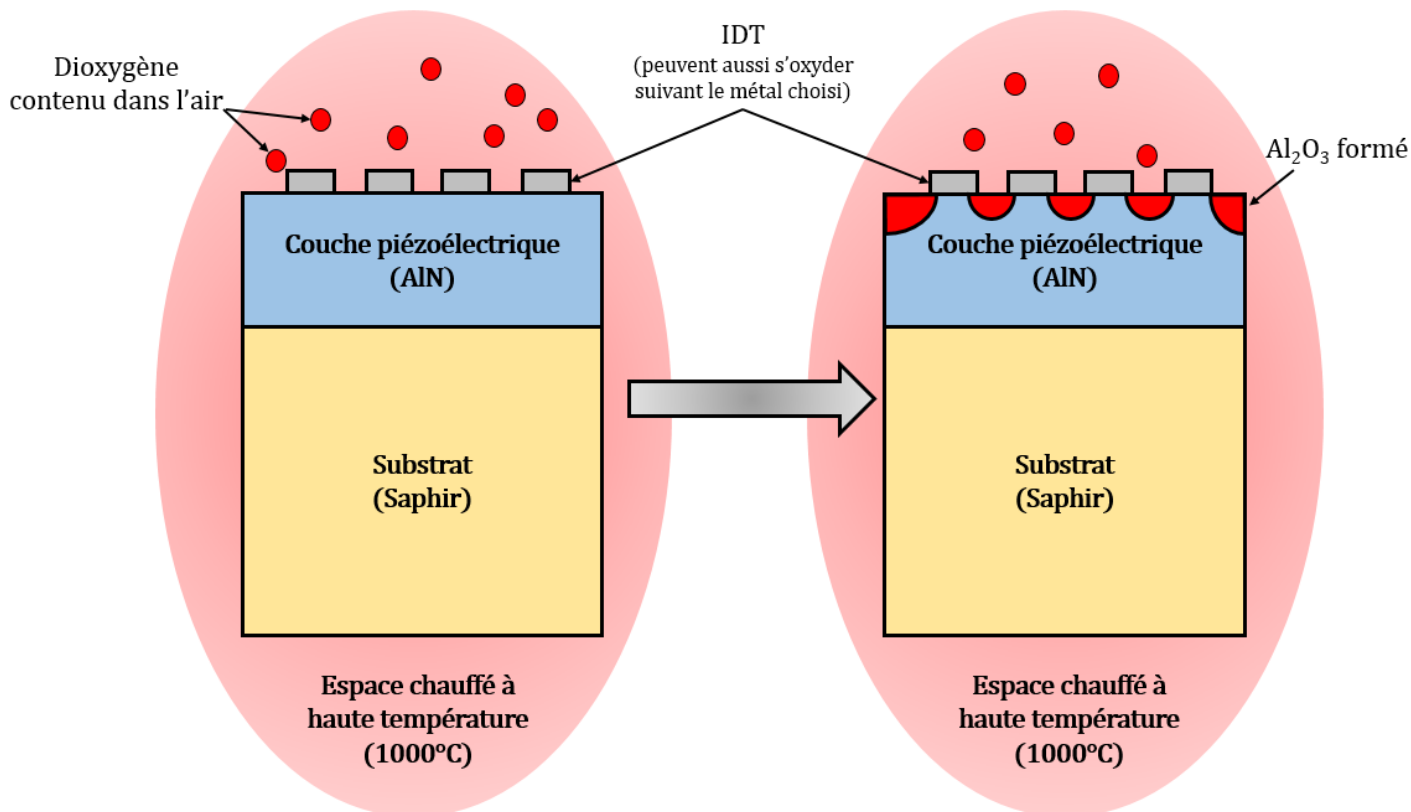


Figure 1.16 : Oxydation d'une couche mince d'AlN placée dans un espace fortement chauffé, et sous atmosphère normale.

Il existe plusieurs grands types de packaging appliqués aux dispositifs SAW, mais ils reposent tous sur l'encapsulation du dispositif dans un boîtier. Ces techniques sont aujourd'hui bien optimisées, et minimisent la diminution des performances du dispositif. Malgré cela, aucun type de packaging n'arrive à répondre à toutes les attentes. En premier lieu, une encapsulation dans un boîtier augmente considérablement la taille du dispositif, pour finalement constituer l'essentiel de l'encombrement. Ce fait contraste beaucoup trop avec la tendance de la microélectronique, qui est de réduire les dimensions des objets connectés. De plus, les techniques d'encapsulation hermétiques ne répondent pas à toutes les problématiques des environnements hostiles, la température maximale autorisée étant en général de 300°C. Au-delà, l'herméticité du packaging est compromise.

Il est donc nécessaire de développer une nouvelle méthode de protection qui permette une utilisation en environnements hostiles, tout en autorisant une application sans-fil, et sans augmenter les dimensions du dispositif. Nous nous sommes donc tournés vers la réalisation d'un dispositif à ondes élastiques auto-protégé (ou *packageless*)¹¹. Le point suivant traitera de ce type de structure.

3. Vers un capteur à ondes acoustiques auto-protégé

3.1 Passivation du dispositif

Résumons la situation. Pour obtenir un capteur SAW de température fonctionnel dans des conditions hostiles, nous avons donc besoin de composants présentant certaines caractéristiques :

- Un substrat piézoélectrique. Le matériau choisi doit conserver ses propriétés diélectriques et piézoélectriques, dans les environnements hostiles. Citons comme exemple une température de 700°C et une atmosphère contenant de l'oxygène.
- On peut remplacer le substrat piézoélectrique par une structure bicouche, avec un film mince piézoélectrique déposé sur un substrat. Le film mince a les mêmes obligations que le substrat piézoélectrique décrit ci-dessus. Le substrat supportant le film doit aussi être inerte chimique, et résistant à la température visée, mais n'a pas besoin d'être piézoélectrique.
- Un matériau conducteur pour constituer les IDT. Ce matériau doit, comme pour le matériau piézoélectrique, avoir une température de fusion supérieure à la température maximale visée, et une résistance aux atmosphères en présence (oxygène).

Comme nous l'avons vu, pour une température au-delà de 700°C, et dans l'air, aucun matériau ou structure ne remplit complètement une de ces trois conditions. D'où l'idée de protection du capteur par encapsulation. Or, le packaging n'est pas une solution viable pour les environnements visés. Il faut donc envisager une autre solution protectrice. On peut remarquer que le plus important souci des matériaux présentés, est la tendance à l'oxydation dans une atmosphère fortement chauffée.

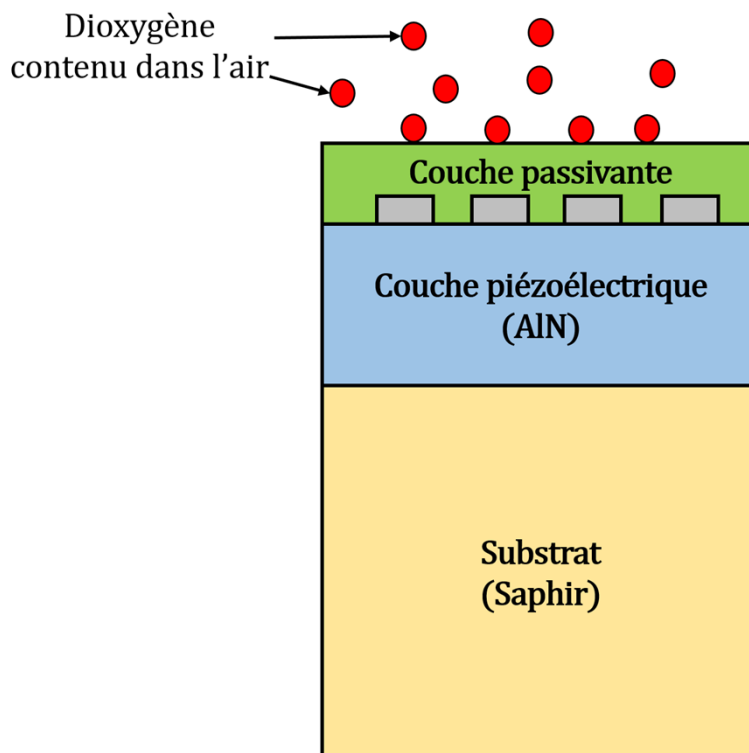


Figure 1.17 : Schéma d'une structure AlN/Saphir avec une couche passivante en surface de l'AlN.

Comme on le voit, l'oxygène est bloqué par la couche de protection.

Prenons pour exemple, la structure la plus prometteuse pour une application haute température, que nous avons déjà présenté dans la partie 2.3 de ce chapitre sur les couches minces, c'est-à-dire la structure bicouche AlN/Saphir. Le seul problème de cette structure en regard d'une application haute température, est l'oxydation de l'AlN à partir de 700°C. Si aucun package ne peut pallier cette difficulté, on peut imaginer qu'une couche passivante déposée au-dessus du film d'AlN et des IDT le puisse, à condition que cette couche soit capable de servir de barrière de diffusion contre l'oxygène (Fig. 1.17).

Remarquons que cette couche passivante peut elle-même s'oxyder en surface. Ce n'est pas interdit à condition que l'oxyde formé à la surface fasse lui-même barrière de diffusion. Autre point important : la présence de cette couche passivante va modifier les propriétés élastiques de la structure. Le comportement du signal SAW sera donc influencé par l'ajout d'une troisième couche. Ce phénomène doit, bien évidemment, être pris en compte.

De manière générale, l'ajout d'un matériau passivant à la surface du dispositif SAW peut protéger de toute agression chimique, si le matériau est bien choisi. Cette solution a déjà été imaginée par la communauté scientifique, et montre déjà un certain succès, en termes de faisabilité et de performances⁶⁹. Cependant, un problème subsiste. L'épaisseur des couches de passivation sont de quelques centaines de nanomètres. Cela peut être suffisant pour protéger le dispositif de l'atmosphère, mais l'onde se propage toujours à la surface du dispositif. Malgré la présence d'un matériau passivant, l'onde reste sensible aux perturbations à la surface⁷⁰. C'est prohibitif dans le cas d'un capteur de température. Il faut donc améliorer la protection du dispositif pour qu'il résiste aux environnements hostiles, tout en étant sensible seulement à la température.

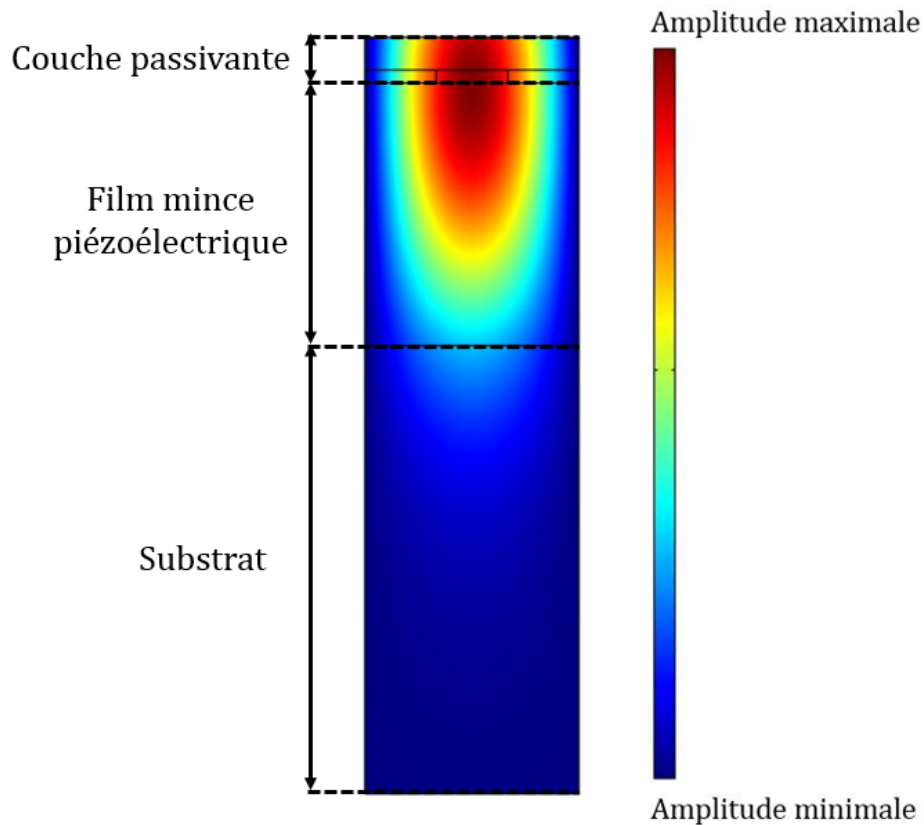


Figure 1.18 : Profil 2D du déplacement des particules selon l'axe Y montrant la propagation d'une onde dans une structure multicouche. Modélisation réalisée à l'aide du logiciel COMSOL Multiphysics.

3.2 Le dispositif à ondes acoustiques guidées

Pour qu'un dispositif SAW puisse opérer dans un environnement néfaste, tout en restant sensible uniquement à la température, il faut développer une nouvelle méthode de protection. Bien que la technique de passivation ne permette pas une protection optimale, on peut s'en inspirer pour développer une méthode plus appropriée pour notre application. Une solution potentielle est apparue récemment, en 2007⁷¹. L'idée est proche de la passivation, c'est-à-dire déposer une couche de protection en surface d'un dispositif SAW en film mince déposé sur un substrat. Cependant, cette couche est beaucoup plus épaisse, de l'ordre du μm , voire de la dizaine de μm . On réalise donc une structure à trois couches (sans compter les IDT car elles sont très fines). Dans notre cas, la couche centrale

sera le film mince piézoélectrique. On va choisir le matériau pour chaque strate du dispositif de la manière suivante : on va chercher à obtenir une grande différence de vitesses de propagation des ondes entre la couche centrale (plus lente), et les couches externes (plus rapides). Dans cette configuration, l'onde est piégée dans la couche centrale, qui devient la couche guidante. On réalise ainsi, un dispositif à ondes acoustiques guidées (*Waveguided Layer Acoustic Waves*), ou dispositif WLAW :

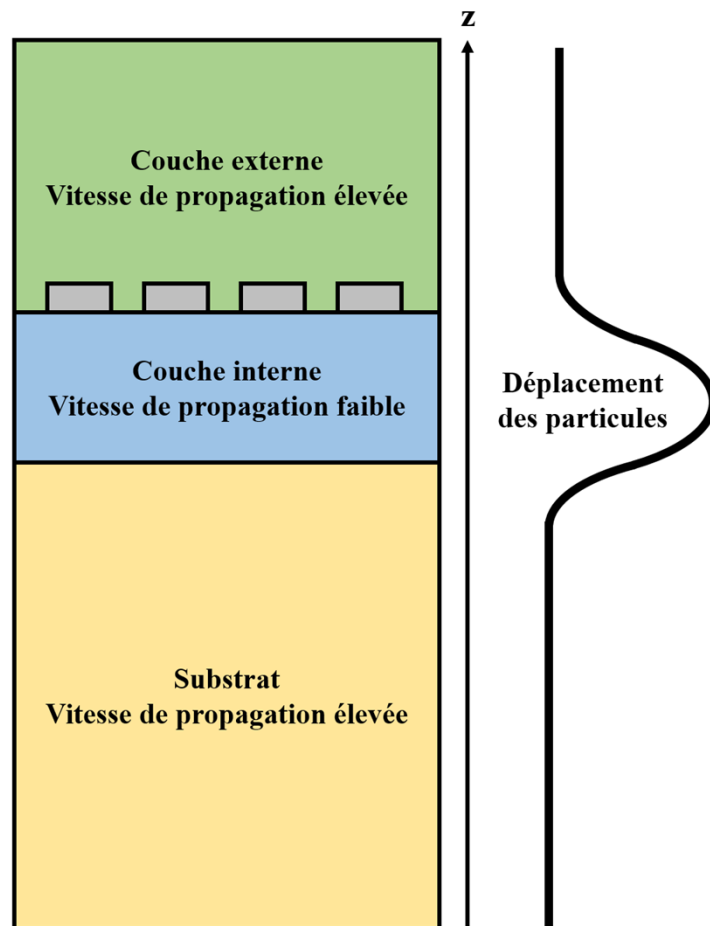


Figure 1.19 : Schéma d'un dispositif WLAW.

Cette configuration semble idéale pour notre application. Elle protège bien évidemment les IDT et la couche centrale des agressions chimiques, mais isole aussi l'onde dans la couche guidante. Ainsi, les perturbations survenant à la surface du dispositif (ou à la surface de la couche externe) ne sont pas ressenties par l'onde. Le signal est donc inchangé par une quelconque déstabilisation. Finalement, le capteur est sensible uniquement à la température.

Cette solution est théoriquement et expérimentalement démontrée par des combinaisons de matériaux lents tels que le SiO_2 ou le Pyrex (verre borosilicate), et de matériaux rapides, les niobate ou tantalate de lithium (LiNbO_3 ou LiTaO_3) en substrat, et l'alumine (Al_2O_3) ou le nitrure de silicium (Si_3N_4) en couche protectrice⁷¹. Depuis, d'autres structures WLAW ont été testées^{51, 72, 73}.

3.3 Les matériaux pour dispositif à ondes acoustiques guidées, dans l'optique d'une application capteur haute température sans-fil

Pour le moment, la solution du dispositif à ondes acoustiques guidées, ou dispositif WLAW, semble montrer toutes les caractéristiques recherchées pour une application capteur haute température sans-fil. Il permet une utilisation sans-fil, tout en protégeant le matériau piézoélectrique et les IDT des agressions chimiques, et isole l'onde des perturbations survenant à la surface. Cette structure tri-couche est donc la configuration qui sera envisagée et développée dans cette thèse.

Cependant, le capteur WLAW rajoute une contrainte sur les matériaux constituant les trois couches du dispositif. En effet, pour isoler l'onde dans la couche guidante, il faut adopter des matériaux ayant des vitesses de propagation des ondes différentes, pour obtenir *in fine* une structure rapide/lent/rapide. Il faut donc repenser le choix de matériaux, en prenant en compte cette nouvelle contrainte. Toutes les couches doivent être stables en température, et la structure complète doit présenter les propriétés acoustiques requises (K^2 , TCF etc.) pour un bon fonctionnement du capteur.

Le principe du dispositif WLAW permet de préserver la couche centrale des attaques chimiques. Dans le principe, on peut choisir n'importe quelle couche comme matériau piézoélectrique. Cependant, si on choisit la couche guidante centrale comme strate piézoélectrique, alors ce matériau sera chimiquement protégé (dans notre cas, on ne peut pas choisir le substrat comme matériau piézoélectrique, puisque aucun ne

présentera à la fois un fort K^2 , une vitesse de propagation élevée, et une forte stabilité à haute température). Il n'est donc plus nécessaire que la couche piézoélectrique soit résistante aux attaques chimiques. En revanche, pour cette strate, il faut maintenant que la vitesse de propagation des ondes dans ce matériau, soit inférieure aux deux autres couches. Donc les matériaux piézoélectriques à grande vitesse élastique (comme l'AlN) sont donc à éviter car ils nécessiteront l'utilisation de matériaux encore plus dur tel que le diamant ce qui compliquera la structure et la rendre moins pratique à réaliser. La figure suivante résume les contraintes sur les matériaux pour un dispositif WLAW. Dans le cadre d'une application capteur de température, il faut aussi que la structure dans son ensemble, montre un TCF qui permet une mesure de température précise.

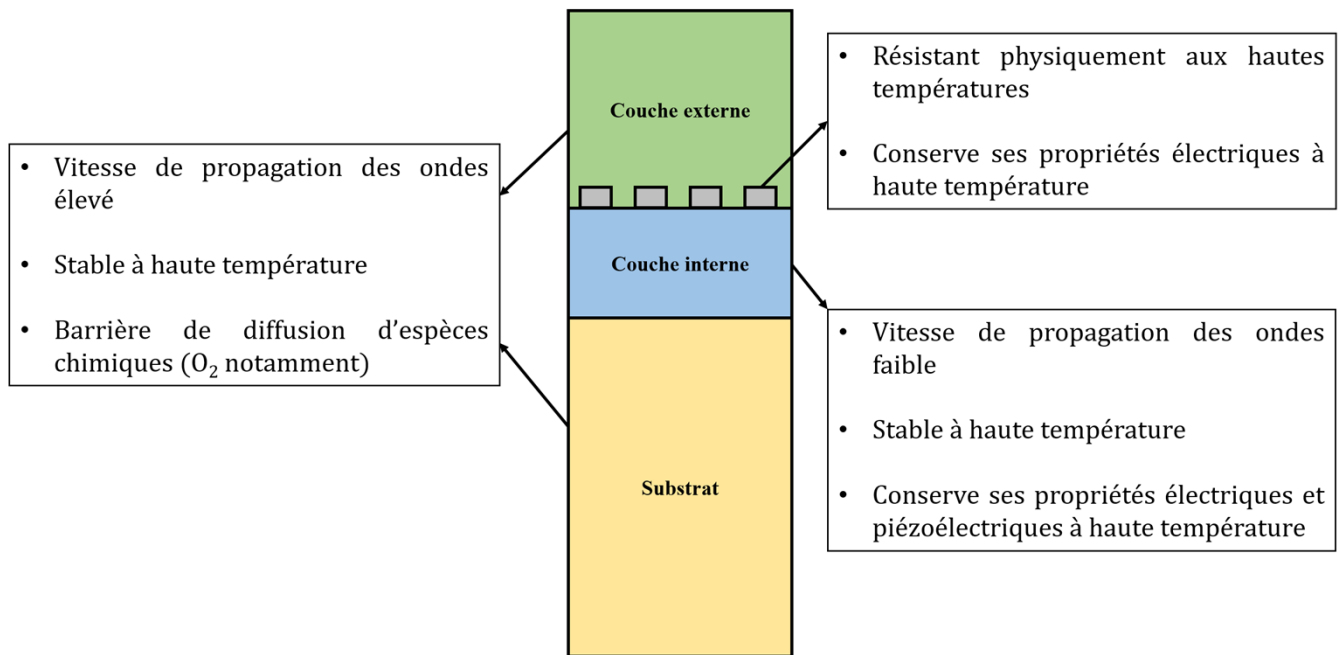


Figure 1.20 : Schéma d'un dispositif WLAW, résumant les exigences pour chaque couche.

3.3.1 Le substrat

Le substrat doit être très stable à haute température, d'une vitesse de propagation très élevée, et servant de barrière de diffusion à l'oxygène contenu dans l'air. Il peut être piézoélectrique mais dans notre cas, aucun substrat piézoélectrique ne fera l'affaire. Il sera donc surtout la base pour accueillir la couche piézoélectrique qui sera déposée, puis les IDT et la couche protectrice. En tant que base, il doit montrer une microstructure la plus parfaite possible. Il est donc préférable qu'il soit monocristallin et de rugosité de surface très faible (< 1 nm). Il doit si possible, montrer une structure cristalline avantageuse pour favoriser la croissance de la couche centrale.

Un cristal qui correspondrait à ces caractéristiques, est le saphir. Le saphir est une phase particulière de l'alumine (Al_2O_3). L'alumine ou oxyde d'aluminium est un matériau qui présente plusieurs polymorphes, le saphir étant la phase $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Le saphir se présente dans le groupe d'espace $R\bar{3}c$, qui appartient au système réticulaire rhomboédrique⁷⁴. Cependant comme tout cristal appartenant au système réticulaire rhomboédrique, il fait partie de la famille cristalline hexagonale (les familles cristallines regroupent les réseaux cristallins présentant des propriétés de symétries communes). Le saphir est donc souvent décrit avec les indices de Miller-Bravais du réseau hexagonal⁷⁵.

Le saphir possède de nombreux atouts en regard de notre application capteur WLAW. Il est très stable à la température⁷⁶, et montre une vitesse de propagation des ondes de Rayleigh très élevée. Cette dernière est comprise entre 5550 m/s et 5700 m/s suivant la direction considérée, par rapport à l'orientation (0001)⁶⁴. Par ailleurs, cette orientation (0001) permet de déposer des films minces de façon hétéro-épitaxiée⁷⁷, ce qui va maximiser le comportement piézoélectrique de la couche guidante. Il existe de plus des wafers de saphir monocristallins d'excellente qualité dans le commerce. Tous ces atouts font que le saphir a été choisi comme substrat pour notre capteur WLAW.

3.3.2 Les IDT

Les IDT sont, dans une structure WLAW, protégés des attaques chimiques par la couche de protection. Ils doivent donc simplement ne montrer aucun changement physique et garder une résistivité convenable à la température. Si on se reporte à la partie 2.4 de ce chapitre, on voit que peu de métaux peuvent faire l'affaire pour plus de 700°C, puisque beaucoup d'entre eux souffrent de phénomènes physiques, se produisant à haute température, ce qui est handicapant pour une utilisation en IDT. Cependant, il y a quelques candidats potentiels pour une application capteur WLAW haute température. On peut penser par exemple à l'iridium. Cependant, nous devons avancer pas à pas dans nos travaux, et il est judicieux de fabriquer un capteur WLAW fonctionnel pour des températures relativement faibles, pour commencer. Dans ce cas, certains métaux usuels, comme l'aluminium ou l'or, sont de bons candidats.

3.3.3 La couche protectrice

La couche de protection doit répondre aux mêmes exigences que le substrat, à un détail près. Le substrat étant la base du capteur, il doit montrer une structure monocristalline pour favoriser les dépôts ultérieurs. Ce n'est pas le cas de la couche de protection, qui sera déposée en dernier lieu, ce que l'on verra dans le chapitre suivant. Cette dernière strate doit plutôt être facile à déposer par des méthodes de croissance cristalline conventionnelles.

Deux options se présentent alors. La première est tout simplement d'utiliser le même matériau que le substrat, *i.e.*, le saphir. En effet, on a vu que le saphir montre toutes les caractéristiques voulues : une bonne stabilité à la température, et une vitesse SAW élevée. Cependant, il est difficile d'obtenir une croissance d'alumine dans sa phase α par des méthodes de croissance conventionnelles (comme celle qui sera utilisée dans cette thèse). Une étude préliminaire devra donc être opérée pour justifier ce choix.

Le second candidat est un matériau dont on a déjà parlé, il s'agit de l'AlN. En effet, lui aussi possède une haute vitesse de propagation SAW, et une bonne stabilité à la température. On avait écarté ce matériau comme film piézoélectrique à cause de sa couche d'oxyde AlO:N, qui se forme à partir de 700°C, pour mesurer une centaine de nm à plus de 950°C. Or, pour un dispositif WLAW, la couche protectrice doit avoir une épaisseur de l'ordre de plusieurs μm (au moins de l'ordre de la longueur d'onde considérée) pour guider correctement l'onde, et pour la protéger des perturbations à la surface. Ainsi, l'oxydation de l'AlN ne pose pas de problème dans ce cas, d'autant plus qu'il est toujours possible d'épaissir la couche protectrice pour prendre en compte cette éventuelle oxydation.

Cette thèse traitera donc parallèlement les deux matériaux mentionnés, saphir et AlN, comme solution pour une couche de protection.

3.3.4 La couche guidante

Dans le cadre de cette thèse, la couche guidante fera office de matériau piézoélectrique. Cette couche est la plus compliquée à définir, puisqu'elle réclame beaucoup de propriétés, dans le cadre d'une application capteur WLAW sans-fil haute température :

- Une bonne stabilité à haute température.
- La conservation des propriétés piézoélectriques à haute température.
- Un fort K^2 pour une application sans-fil multi-capteurs.
- Une faible vitesse de propagation des ondes pour l'application dispositif WLAW.

Or, parmi tous les matériaux déposables en film minces cités, aucun ne répond à toutes ces exigences. Le ZnO est lent (2700 m/s) et possède un très bon K^2 , pouvant aller jusque 3%, mais ne résiste pas à des températures supérieures à 500°C. L'AlN est très

stable à la température, mais son K^2 est bien trop faible (0,3%), et c'est un matériau rapide (5600 m/s). Le GaN est lent (3700 m/s), mais montre aussi un K^2 faible (0,3%). De plus, sa stabilité à des températures supérieures à 500°C n'est pas assurée, comme nous le verrons dans le quatrième chapitre de ce manuscrit. Il faut donc chercher du côté des matériaux piézoélectriques non-connus, pour trouver une solution.

Un candidat potentiel est apparu récemment en 2009. Une équipe japonaise a démontré qu'une substitution d'une grande partie des atomes d'aluminium de l'AlN par des atomes de scandium, a pour effet de fortement augmenter le coefficient piézoélectrique d_{33} du film⁷⁸. Ils forment ainsi le nitrure d'aluminium scandium, ou *ScAlN*. Cette équipe montre que ce paramètre d_{33} passe de 5,5 pC/N pour l'AlN à 27,6 pC/N pour un film présentant un ratio Sc/Al de 43/57. Depuis lors, plusieurs équipes à travers le monde étudient ce matériau pour des applications SAW. L'une d'entre elle montre que le coefficient de couplage électromécanique K^2 augmente avec le taux de scandium⁷⁹. Cette équipe mesure pour des structures AlN/Si des K^2 compris dans une gamme de 0,4 et 0,7%. Pour leurs films de $\text{Sc}_{0.27}\text{Al}_{0.73}\text{N}/\text{Si}$, ils mesurent des K^2 entre 2 et 2,2%. Cette augmentation est bien évidemment due à l'évolution des propriétés piézoélectriques du ScAlN. D'autres laboratoires observent le même comportement pour des dispositifs à ondes de volumes en couche minces (FBAR : *Film Bulk Acoustic Resonator*)⁸⁰, ou pour des dispositifs TFBAR⁸¹. Les valeurs de K^2 atteint par le ScAlN sont suffisant pour envisager une application sans-fil, y compris à base de ligne à retard réflective.

Une autre propriété du ScAlN particulièrement intéressante dans notre cas, est la diminution des valeurs des constantes élastiques du ScAlN avec l'augmentation de la composition en scandium du film^{82, 83}. Cette évolution entraîne aussi une diminution des vitesses acoustiques des films de ScAlN^{84, 85}. La vitesse de l'onde Rayleigh pour un film de $\text{Sc}_{0.43}\text{Al}_{0.57}\text{N}$ peut théoriquement être inférieure à 4000 m/s⁸⁶. C'est très avantageux pour une application dispositif WLAW.

Le seul aspect du ScAlN qui suscite encore une interrogation, est sa stabilité et ses performances à haute température. Ce que nous savons pour l'instant est que la température de Curie du $\text{Sc}_{0.27}\text{Al}_{0.73}\text{N}$ (qui est un matériau ferroélectrique) se situe au-delà de 1000°C ⁸⁷. On peut donc supposer que cette composition est stable jusqu'à cette température. Malheureusement, aucune donnée n'existe pour des compositions supérieures en scandium. Il existe cependant une étude qui montre une très bonne stabilité des propriétés piézoélectriques de trois compositions différentes de ScAlN, après des recuits allant jusqu'à 985°C ⁸⁸. Dans cet article, le coefficient piézoélectrique d_{33} des trois compositions que sont l'AlN, le $\text{Sc}_{0.20}\text{Al}_{0.80}\text{N}$ et le $\text{Sc}_{0.40}\text{Al}_{0.60}\text{N}$, est mesuré avant et après le recuit. L'équipe observe une faible variation de la réponse piézoélectrique après le traitement thermique. Donc si des phénomènes physiques se passent pour ces compositions avant 985°C , ils sont totalement réversibles, ce qui permet de supposer que la température de Curie est au moins de 1000°C pour une composition à 40% de Sc.

Cependant, la bande interdite du ScAlN diminue avec l'augmentation du taux de scandium. Le bandgap direct de l'AlN est $6,03\text{ eV}$ ⁸⁹, tandis qu'il vaut $4,37\text{ eV}$ pour 20% de Sc, et $2,94\text{ eV}$ pour 34% de Sc⁹⁰. Nous ne savons donc pas pour quelle température le ScAlN devient conducteur, et ce pour chaque composition $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$. Ce comportement devra être étudié. Nous n'avons de plus, aucune information expérimentale sur le *TCF* du ScAlN. Il reste donc plusieurs points d'ombre sur le ScAlN, qui doivent être éclaircis.

Néanmoins, le ScAlN montre beaucoup trop d'avantages en termes de K^2 , de vitesse acoustique, et de stabilité à la température, pour être négligé. Nous opterons alors pour le ScAlN en tant que couche centrale piézoélectrique. Un problème se pose alors. Bien que le ScAlN devienne de plus en plus répandu dans la communauté scientifique, il est peu représenté dans l'industrie. Il n'existe donc aujourd'hui pas de ScAlN en production et en vente dans le commerce. Il faudra donc développer nos propres films de ScAlN sur des substrats de saphir.

4. Conclusion du chapitre, et objectif de la thèse

La technologie des ondes acoustiques est, par son fonctionnement, tout indiquée pour une application capteur de température sans-fil pour environnements hostiles (températures supérieures à 700°C sous air). Une présentation sommaire des matériaux piézoélectriques, et des métaux utilisables comme composants pour ces capteurs, a montré les difficultés liées à une application haute température sous atmosphère sans-fil. En effet, chaque matériau piézoélectrique présente au moins une des trois caractéristiques prohibitives : un faible K^2 , une mauvaise stabilité à haute température, ou une forte réactivité chimique. De la même manière, les métaux pour composer les IDT sont aussi limités pour la haute température sous atmosphère. La technique de l'encapsulation n'étant pas non plus adaptée, l'ajout d'une couche protectrice devient la solution la plus envisageable. On réalise alors un dispositif WLAW.

Le principe de fonctionnement d'un capteur WLAW exige la présence de certaines propriétés pour les matériaux constitutifs. Il devient plus aisé de trouver les matériaux qui vont servir de substrat, d'IDT et de couche protectrice. Néanmoins, aucun matériau usuel ne peut servir de couche à la fois guidante et piézoélectrique. Il a donc fallu chercher du côté des matériaux non-usuels. Parmi ceux-là, le ScAlN semble être le candidat le plus approprié. La structure finale choisie sera donc AlN/IDT/Sc_xAl_{1-x}N/Saphir.

Cependant, déterminer les paramètres de croissance qui amèneront à un ScAlN de bonne qualité n'est pas chose facile. Cela peut prendre beaucoup de temps, et un succès n'est pas assuré. Pour rester le plus proche possible de la structure finale, on remplacera le ScAlN par un autre matériau lent, le GaN. La suite de cette thèse se déroulera de la manière suivante :

- Le deuxième chapitre traitera de la manière dont on réalise un dispositif SAW, puis WLAW. Les méthodes expérimentales de croissance et de caractérisation de matériaux, les procédés de fabrication d'IDT, ainsi que les techniques de caractérisation SAW et WLAW seront présentés et expliqués.
- Le troisième chapitre présentera le matériau ScAlN. On commencera ce chapitre par un état de l'art de l'AlN. Après cette étude bibliographique, nous discuterons de la recherche de paramètres optimaux pour la croissance de ScAlN. On parlera aussi des travaux effectués sur le choix de la couche protectrice, sa croissance.
- Le dernier chapitre de cette thèse traitera en premier lieu de la structure AlN/IDT/GaN/Saphir. On aura pour but de développer les techniques de fabrication et de caractérisation de la technologie WLAW. On y étudiera notamment l'influence de la couche protectrice sur le confinement de l'onde, et sur les mesures de température. On étudiera ensuite les propriétés SAW tout d'abord à température ambiante, puis à haute température du $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$.

Références bibliographiques

- 1 J.R. Klauder, A.C. Price, S. Darlington and W.J. Albersheim; *The theory and design of chirp radars*; The Bell System Technical Journal, 39:4, 745-808 (1960)
- 2 P. Nicolay; Thèse de doctorat; *Les capteurs à ondes élastiques de surface : applications pour la mesure des basses pressions et des hautes températures*; Université de Nancy, Nancy, France (2007)
- 3 P. et J. Curie; *Développement, par pression, de l'électricité polaire dans les cristaux hémihédres à faces inclinées*; Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des sciences, 91, 294 (1880)
- 4 P. et J. Curie; *Contractions et dilatations produites par des tensions électriques dans les cristaux hémihédres à faces inclinées*; Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des sciences, 93, 1137 (1881)
- 5 R.M. White and F.W. Voltmer; *Direct Piezoelectric Coupling to Surface Elastic Waves*; Applied Physics Letters, 7, 314-316 (1965)
- 6 Lord Rayleigh; *On Waves Propagated along the Plane Surface of an Elastic Solid*; Proceedings of the London Mathematical Society, 17:4 (1885)
- 7 D.P. Morgan; *History of SAW devices*; Proceedings of the 1998 IEEE International Frequency Control Symposium, 439 (1998)
- 8 S.G. Joshi and R.M. White; *Excitation and detection of surface elastic waves in piezoelectric crystals*; The Journal of the Acoustical Society of America, 46, 17-27 (1969)
- 9 C.K. Campbell; *Surface acoustic wave devices for mobile and Wireless communications*; Academic Press (1998)
- 10 L.M. Reindl and I.M. Sheena; *Wireless measurement of temperature using surface acoustic waves sensors*; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, 51, 1457-1463 (2004)
- 11 O. Legrani; Thèse de doctorat; *Étude, élaboration et caractérisation d'hétérostructures «auto-protégées» à base d'ondes élastiques*; Université de Lorraine, Nancy, France (2012)
- 12 I. Petrov, E. Mojab, R.C. Powell, J.E. Greene, L. Hultman and J.-E. Sundgren; *Synthesis of metastable epitaxial zinc-blende-structure AlN by solid-state reaction*; Applied Physics Letters, 60, 2491 (1992)
- 13 P.J.-C. Kirsch; Thèse de doctorat; *Etude et réalisation par lithographie électronique de dispositifs à ondes acoustiques de surface à structure multicouche : Des filtres pour la bande X aux capteurs de liquide*; Université Henri Poincaré, Nancy I, Nancy, France (2007)
- 14 M.R. Melloch, R.L. Gunshor and R.F. Pierret; *Conversion of Sezawa to Rayleigh waves in the ZnO-SiO₂-Si configuration*; 1981 Ultrasonics Symposium, 1, 765-768 (1981)
- 15 N.F. Naumenko and I.S. Didenko; *High-velocity surface acoustic waves in diamond and sapphire with zinc oxide film*; Applied Physics Letters, 75, 19 (1999)
- 16 M.P. da Cunha and E.L. Adler; *High velocity pseudo surface waves (HVPSAW)*; 1994 Proceedings of IEEE Ultrasonics Symposium, 1, 281-286 (1994)
- 17 D.P. Morgan; *Surface-wave devices for signal processing*; Elsevier (1991)

- 18 H. Campanella; *Acoustic Wave and Electromechanical Resonators: Concept to Key Applications*. Artech House (2010)
- 19 P. Varshney, B.S. Panwar, P. Rathore, S. Ballandras, B. François, G. Martin, J.-M. Friedt and T. Rétonnaz; *Theoretical and experimental analysis of high Q SAW resonator transient response in a wireless sensor interrogation application*; 2012 IEEE International Frequency Control Symposium Proceedings, 1-6 (2012)
- 20 R. Fachberger, G. Bruckner, R. Hauser and L. Reindl; *Wireless SAW based high-temperature measurement systems*; 2006 IEEE International Frequency Control Symposium and Exposition, 358-367 (2006)
- 21 K.A. Ingebrigtsen; *Surface Waves in Piezoelectrics*; Applied Physics Letters, 40, 2681 (1969)
- 22 J.A. Thiele and M.P. da Cunha; *Platinum and palladium high-temperature transducers on langasite*; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, 52:4, 545-549 (2005)
- 23 M.P. da Cunha, T. Moonlight, R. Lad, G. Bernhardt and D.J. Frankel; *P4L-1 Enabling Very High Temperature Acoustic Wave Devices for Sensor & Frequency Control Applications*; 2007 IEEE Ultrasonics Symposium Proceedings, 2107-2110 (2007)
- 24 A.F. Wright and M.S. Lehmann; *The structure of quartz at 25 and 590°C determined by neutron diffraction*; Journal of Solid State Chemistry, 36:3, 371-380 (1981)
- 25 R.K. Cook and P.G. Weissler; *Piezoelectric Constants of Alpha- and Beta-Quartz at Various Temperatures*; Physical Review Journals Archive, 80:4, 712 (1950)
- 26 J. Hornsteiner, E. Born, G. Fischerauer and E. Riha; *Surface acoustic wave sensors for high-temperature applications*; Proceedings of the 1998 IEEE International Frequency Control Symposium, 615-620 (1998)
- 27 S. Zhgoon, A. Shvetsov, I. Ancev, S. Bogoslovsky, G. Sapozhnikov, K. Trokhimets, and M. Derkach; *SAW Temperature Sensor on Quartz*; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, 62:6, 1066-1075 (2015)
- 28 S. Zhgoon, A. Shvetsov, I. Antcev, S. Bogoslovsky, G. Sapozhnikov and M. Derkach; *Achieving ultimate Q-factors in SAW resonators on commercial LiNbO₃ and LiTaO₃ substrates*; 2016 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), 1-4 (2016)
- 29 T. Yamada, N. Niizeki and H. Toyoda; *Curie Point and Lattice Constants of Lithium Tantalate*; Japanese Journal of Applied Physics, 7:3, 298-299 (1968)
- 30 T. Yamada, H. Iwasaki and N. Niizeki; *Piezoelectric and elastic properties of LiTaO₃: temperature characteristics*; Japanese Journal of Applied Physics, 8:9, 1127-1132 (1969)
- 31 M.N. Palatnikov, V.A. Sandler, A.V. Yatsenko, N.V. Sidorov, S.V. Evdokimov and O.V. Makarova; *Anisotropic Electrical Conductivity and Dielectric Properties of LiTaO₃ Crystals in the Temperature Range 290-900 K*; Inorganic Materials, 51:7, 685-695 (2015)
- 32 D.C. Sinclair and A. R. West; *Electrical properties of a LiTaO₃ single crystal*; Physical Review B, 39:18, 13486-13492 (1989)
- 33 S.C. Abrahams, J.M. Reddy and J.L. Bernstein; *Ferroelectric lithium niobate. 3. Single crystal X-ray diffraction study at 24°C*; Journal of Physics and Chemistry of Solids, 27:6-7, 997-1012 (1966)
- 34 S.C. Abrahams and P. Marsh; *Defect Structure Dependence on Composition in Lithium Niobate*; Acta Crystallographica Section B, 42, 61-68 (1986)

- 35 J.G. Bergman, A. Ashkin, A.A. Ballman, J.M. Dziedzic, H.J. Levinstein, and R.G. Smith; *Curie Temperature, birefringence, and phase-matching temperature variation in LiNbO₃ as a function of melt stoichiometry*; Applied Physics Letters, 12:3, 92 (1968)
- 36 Y.Q. Li, Y.Q. Zheng, X.N. Tu, K.N. Xiong, Q.M. Li and E.W. Shi; *The high temperature resistivity of lithium niobate and related crystals*; Proceedings of the 2014 Symposium on Piezoelectricity, Acoustic Waves, and Device Applications, 283-286 (2014)
- 37 R. Hauser, L. Reindl and J. Biniashch; *High-temperature stability of LiNbO₃ based SAW devices*; IEEE Symposium on Ultrasonics, 2003, 1, 192-195 (2003)
- 38 E. Dieulesaint et D. Royer; *Propagation et génération des ondes élastiques*; Encyclopédie des Techniques de l'Ingénieur (2001)
- 39 P. Defranould et P. Wright; *Filtres à ondes de surface*; Encyclopédie des Techniques de l'Ingénieur (2000)
- 40 J. Bohm, R.B. Heimann, M. Hengst, R. Roewer and J. Schindler; *Czochralski growth and characterization of piezoelectric single crystals with langasite structure: La₃Ga₅SiO₁₄ (LGS), La₃Ga_{5.5}Nb_{0.5}O₁₄ (LGN), and La₃Ga_{5.5}Ta_{0.5}O₁₄ (LGT)*; Journal of Crystal Growth, 204:1-2, 128-136 (1999)
- 41 J. Hornsteiner, E. Born and E. Riha; *Langasite for High Temperature Surface Acoustic Wave Applications*; Physica Status Solid (a), 163, R3 (1997)
- 42 M. Kadota, J. Nakanishi, T. Kitamura and M. Kumatoriya; *Properties of Leaky, Leaky Pseudo, and Rayleigh Surface Acoustic Waves on Various Rotated Y-cut Langasite Crystal Substrates*; Japanese Journal of Applied Physics, 38:1:5B (1999)
- 43 M. Pereira da Cunha, R.J. Lad, T. Moonlight, G. Bernhardt and D.J. Frankel; *High temperature stability of langasite surface acoustic wave devices*; 2008 IEEE Ultrasonics Symposium, 205-208 (2008)
- 44 X.J. Ji, T. Han, W.K. Shi and G.W. Zhang; *Investigation on SAW properties of LGS and optimal cuts for high-temperature applications*; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, 52:11, 2075-2080 (2005)
- 45 H. Takeda, J. Yamaura, T. Hoshina and T. Tsusurumi; *Growth, structure and electrical properties of aluminum substituted langasite family crystals*; IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 18:6, 092020 (2011)
- 46 B. François, D. Richter, H. Fritze, Z.J. Davis, C. Droit, B. Guichardaz, V. Pétrini, G. Martin, J.-M. Friedt and S. Ballandras; *Wireless and Passive Sensors for High Temperature Measurements*; SENSORDEVICES 2012 The Third International Conference on Sensor Device Technologies and Applications, 46-51 (2012)
- 47 A. Ashrafi and C. Jagadish; *Review of zincblende ZnO: Stability of metastable ZnO phases*; Journal of Applied Physics, 102, 071101 (2007)
- 48 S. Desgreniers; *High-density phases of ZnO: Structural and compressive parameters*; Physical Review B, B 58, 14102 (1998)
- 49 H. Ieki and M. Kadota; *ZnO thin films for high frequency SAW devices*; 1999 IEEE Ultrasonics Symposium Proceedings International Symposium, 1, 281-289 (1999)
- 50 H. Jin, J. Zhou, X. He, W. Wang, H. Guo, S. Dong, D. Wang, Y. Xu, J. Geng, J.K. Luo and W.I. Milne; *Flexible surface acoustic wave resonators built on disposable plastic film for electronics and lab-on-a-chip applications*; Scientific Reports, 3, 2140 (2013)

- 51 C. Floer, S. Hage-Ali, S. Zhgoon, M. Moutaouekkil, F. Bartoli, H. Mishra, S. Mc Murtry, P. Pigeat, T. Aubert, O. Bou Matar, A. Talbi and O. Elmazria; *AlN/ZnO/LiNbO3 packageless structure as a low-profile sensor for potential on-body applications*; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, 65:10, 1925-1932 (2018)
- 52 A.F. Wright; *Elastic properties of zinc-blende and wurtzite AlN, GaN, and InN*; Journal of Applied Physics, 2833 (1997)
- 53 S. Pearton; *GaN and ZnO-based Materials and Devices*; Springer (2012)
- 54 M.S. Shur and R. Gaska; *Deep-ultraviolet light-emitting diodes*; IEEE Transactions on Electron Devices, 57:1, 12-25 (2010)
- 55 M. Asif Khan, J.N. Kuznia, A.R. Bhattarai, and D.T. Olson; *Metal semiconductor field effect transistor based on single crystal GaN*; Applied Physics Letters, 62, 1786 (1993)
- 56 D. Ciplys, R. Rimeika, R. Gaska, M.S. Shur, A. Khan and J.W. Yang; *Effect of metallisation on surface acoustic wave velocity in GaN-on-sapphire structures*; Electronics Letters, 36:6, 591-592 (2000)
- 57 J. Justice, K. Lee and D. Korakakis; *Harmonic surface acoustic waves on gallium nitride thin films*; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, 59:8, 1806-1811 (2012)
- 58 A. Müller, G. Konstantinidis, I. Giangu, V. Buiculescu, A. Dinescu, A. Stefanescu, A. Stavrinidis, G. Stavrinidis and A. Ziaei; *GaN-based SAW structures resonating within the 5.4–8.5 GHz frequency range, for high sensitivity temperature sensors*; 2014 IEEE MTT-S International Microwave Symposium (IMS2014), 1-4 (2014)
- 59 Y. Taniyasu, M. Kasu and T. Makimoto; *An aluminium nitride light-emitting diode with a wavelength of 210 nanometres*; Nature, 441, 325-328 (2006)
- 60 T. Aubert, O. Elmazria, J. Bardong, G. Bruckner and B. Assouar; *Is AlN/Sapphire bilayer structure an alternative to langasite for ultra-high-temperature SAW applications?*; 2011 IEEE International Ultrasonics Symposium, 2082-2085 (2011)
- 61 T. Kim, J. Kim, R. Dalmau, R. Schlessler, E. Preble and X. Jiang; *High-temperature electromechanical characterization of AlN single crystals*; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, 62:10, 1880-1887 (2015)
- 62 T. Aubert, O. Elmazria, B. Assouar, A. Hamdan and D. Genève; *Reliability of AlN/Sapphire bilayer structure for high-temperature SAW applications*; 2010 IEEE International Ultrasonics Symposium, 1490-1493 (2010)
- 63 M.B. Assouar; Thèse de doctorat; *Etude de dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) à structure multicouche nitrure d'aluminium diamant : croissance de matériaux en couches minces et technologie de réalisation*; Université de Nancy, Nancy, France (2001)
- 64 C. Caliendo; *Theoretical and experimental investigation of gigahertz-band, temperature-compensated electromechanical coupling configurations based on AlN films*; Applied Physics Letters, 92, 033505 (2008)
- 65 C. Caliendo; *Gigahertz-band electroacoustic devices based on AlN thick films sputtered on Al₂O₃ at low temperature*; Applied Physics Letters, 83, 4851 (2003)
- 66 <http://www.goodfellow.com>
- 67 M. Pekarcikova, M. Hofmann, S. Menzel, H. Schnridt, T. Gemming and K. Wetzig; *Investigation of high power effects on Ti/Al and Ta-Si-N/Cu/Ta-Si-N electrodes for SAW devices*; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, 52, 5 (2005)

- 68 J.C. Chaston; *Reactions of Oxygen with the Platinum Metals*; Platinum Metals Review, 9:2, 51-56 (1965)
- 69 S.C. Moulzolf, D.J. Frankel, G.P. Bernhardt, B. Nugent and R.J. Lad; *Thin film electrodes and passivation coatings for harsh environment microwave acoustic sensors*; Proceedings Volume 8066, Smart Sensors, Actuators, and MEMS V, 806606 (2011)
- 70 P. Nicolay, F. Moreira, F. Sarry and O. Elmazria; *Theoretical, Numerical and Experimental Investigations of Gas Vapour Effects on a ZnO/Quartz SAW Gas Sensor*; Ferroelectrics Section A: Piezoelectric Properties and Devices, 351:1, 225-235 (2007)
- 71 K. Bhattacharjee, A. Shvetsov and S. Zhgoon; *Packageless SAW Devices with Isolated Layer Acoustic Waves (ILAW) and Waveguiding Layer Acoustic Waves (WLAW)*; 2007 IEEE International Frequency Control Symposium Joint with the 21st European Frequency and Time Forum, 135-140 (2007)
- 72 K. Bhattacharjee, A. Shvetsov and S. Zhgoon; *P3I-2 Cavityless Wafer Level Packaging of SAW Devices*; 2007 IEEE Ultrasonics Symposium Proceedings, 1886-1889 (2007)
- 73 O. Legrani, O. Elmazria, P. Pigeat, A. Bartasyte, S. Zhgoon and A. Talbi; *Deposition of crack-free 30 μm AlN on IDT/ZnO/Si for wave guiding layer acoustic wave applications*; 2011 IEEE International Ultrasonics Symposium, 2313-2316 (2011)
- 74 W.E. Lee and K.P.D. Lagerlof; *Structural and electron diffraction data for sapphire ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)*; journal of Electron Microscopy Technique banner, 2:3, 247-258 (1985)
- 75 M.L. Kronberg; *Plastic deformation of single crystals of sapphire: Basal slip and twinning*; Acta Metallurgica, 5:9, 507-524 (1957)
- 76 *High-temperature oxidation-resistant coatings*; National Academy of Sciences, Washington D.C., USA (1970)
- 77 M-A. Dubois and P. Mural; *Stress and piezoelectric properties of aluminum nitride thin films deposited onto metal electrodes by pulsed direct current reactive sputtering*; Journal of Applied Physics, 89, 6389 (2001)
- 78 M. Akiyama, T. Kamohara, K. Kano, A. Teshigahara, Y. Takeuchi and N. Kawahara; *Enhancement of Piezoelectric Response in Scandium Aluminum Nitride Alloy Thin Films Prepared by Dual Reactive Cosputtering*; Advanced Materials, 21:5, 593-596 (2009)
- 79 W. Wang, P.M. Mayrhofer, X. He, M. Gillinger, Z. Ye, X. Wang, A. Bittner, U. Schmid and J.K. Luo; *High performance AlScN thin film based surface acoustic wave devices with large electromechanical coupling coefficient*; Applied Physics Letters, 105, 133502 (2014)
- 80 M. Moreira, J. Bjurström, I. Katardjev and V. Yantchev; *Aluminum scandium nitride thin-film bulk acoustic resonators for wide band applications*; Vacuum, 86:1, 23-26 (2011)
- 81 R. Matloub, A. Artieda, C. Sandu, E. Milyutin and P. Mural; *Electromechanical properties of $\text{Al}_{0.9}\text{Sc}_{0.1}\text{N}$ thin films evaluated at 2.5 GHz film bulk acoustic resonators*; Applied Physics Letters, 99:9, 092903 (2011)
- 82 T. Yanagitani and M. Suzuki; *Electromechanical coupling and gigahertz elastic properties of ScAlN films near phase boundary*; Applied Physics Letters, 105:12, 122907 (2014)
- 83 S. Zhang, W.Y. Fu, D. Holec, C.J. Humphreys, and M.A. Moram; *Elastic constants and critical thicknesses of ScGaN and ScAlN*; Applied Physics Letters, 114:24, 243516 (2013)

- 84 H. Ichihashi, T. Yanagitani, M. Suzuki, S. Takayanagi, M. Kawabe, S. Tomita, and M. Matsukawa; *Acoustic-Wave Velocities and Refractive Indices in an m-Plane GaN Single-Crystal Plate and c-Axis-Oriented ScAlN Films Measured by Brillouin Scattering Techniques*; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, 63:5, 717-725 (2016)
- 85 M. Gillinger, K. Shaposhnikov, T. Knobloch, M. Schneider, M. Kaltenbacher and U. Schmid; *Impact of layer and substrate properties on the surface acoustic wave velocity in scandium doped aluminum nitride based SAW devices on sapphire*; Applied Physics Letters, 108:23, 231601 (2016)
- 86 K. Hashimoto, T. Fujii, S. Sato, T. Omori, C. Ahn, A. Teshigahara, K. Kano, H. Umezawa and S. Shikata; *High Q surface acoustic wave resonators in 2-3 GHz range using ScAlN/single crystalline diamond structure*; 2012 IEEE International Ultrasonics Symposium, 1-4 (2012)
- 87 P.M. Mayrhofer, P.O.Å. Persson, A. Bittner and U. Schmid; *Properties of $Sc_xAl_{1-x}N$ ($x = 0.27$) thin films on sapphire and silicon substrates upon high temperature loading*; Microsystem Technologies, 22:7, 1679-1689 (2016)
- 88 A. Teshigahara, K. Hashimoto and M. Akiyama; *Scandium Aluminum Nitride Highly Piezoelectric Thin Film for RF SAW Devices in multi GHz Range*; 2012 IEEE International Ultrasonics Symposium, 1-5 (2012)
- 89 E. Silveira, J.A. Freitas, S.B. Schujman and L.J. Schowalter; *AlN bandgap temperature dependence from its optical properties*; Journal of Crystal Growth, 310:17, 4007-4010 (2008)
- 90 R. Deng, S.R. Evans and D. Gall; *Bandgap in $Al_{1-x}Sc_xN$* ; Applied Physics Letters, 102:11, 112103 (2013)

Chapitre 2

Techniques utilisées pour la fabrication d'un capteur WLAW

Rappelons que la problématique de cette thèse peut être résumée de la façon suivante : Nous cherchons à développer un capteur de température opérant dans des environnements hostiles. Dans notre cas, un environnement hostile est défini par une forte température ($> 700^{\circ}\text{C}$), et une forte présence d'oxygène (air ambiant). Pour cela, nous avons décidé d'utiliser une technologie basée sur les ondes élastiques de surface, et les ondes élastiques guidées par un film mince (WLAW). Cependant, il faut adapter la structure de ces dispositifs, ainsi que les matériaux utilisés pour leur élaboration. Une étude expérimentale est donc nécessaire pour arriver à nos fins. La fabrication d'un capteur WLAW ayant la structure présentée dans le chapitre précédent, se fait en plusieurs étapes : obtenir un substrat (par croissance ou par achat) \rightarrow dépôt du film mince piézoélectrique \rightarrow formation des IDT à partir du film métallique \rightarrow dépôt de la couche protectrice. Des caractérisations de contrôle seront effectuées entre chaque étape.

Seront décrites dans ce chapitre, les techniques expérimentales envisagées lors de cette thèse. On y apprendra les méthodes de fabrication et de caractérisation utilisés pour cette étude. Ces techniques ayant pour but final la maîtrise théorique et expérimentale du comportement des constituants du dispositif, et du capteur dans sa globalité. Pour éviter un aspect « catalogue », les techniques seront présentées dans « l'ordre », en regard de la fabrication et du contrôle de la qualité du dispositif.

1. Croissance de couches minces cristallines

1.1 Les différentes techniques de croissance

Il existe de nombreuses techniques de croissance de couches minces cristallines. Elles sont généralement classées dans deux catégories. La première de ces catégories est le dépôt chimique en phase vapeur (*CVD : Chemical Vapor Deposition*). Pour cette catégorie, le dépôt est créé par une réaction chimique localisée à la surface du substrat. On trouve plusieurs types de procédés CVD dont^{1, 2, 3, 4}:

- La technique CVD dite « classique » : cette technique consiste en l'acheminement de précurseurs chimiques, contenant les éléments à déposer, vers un réacteur (contenant le substrat accueillant la couche mince) par le biais d'un gaz vecteur. Les précurseurs diffusent dès lors en phase gazeuse vers le substrat, où la réaction chimique commence. S'en suit une adsorption des éléments à la surface du substrat. Ces éléments adsorbés diffusent sur la surface du substrat jusqu'à atteindre un site préférentiel, la croissance commence alors. Les produits volatils (déchets) sont désorbés, et repartent vers la phase gazeuse. La CVD classique est très intéressante pour plusieurs points :
 - Bonnes vitesses de dépôt, allant jusqu'à 1 $\mu\text{m}/\text{min}$ dans certains cas.
 - Contrôle aisé de la stœchiométrie des dépôts. Possibilité de dopage.
 - Recouvrement uniforme de la surface.
 - Bonne adhérence entre la couche mince et le substrat.
 - Possibilité de déposer des films minces monocristallins.

Cette technique souffre cependant de points faibles :

- Cinétique des réactions complexes.
 - Difficultés à manipuler dues à la toxicité des précurseurs. Cette toxicité peut aussi contaminer le dépôt lors de la réaction.
 - Engendre des contraintes, souvent d'ordre thermique, à l'interface entre le substrat et le film mince.
 - Obligation de chauffer le substrat entre 800 et 1000°C, pour décomposer les précurseurs, et pour aider à la diffusion des espèces à la surface du substrat. Le choix des substrats et des matériaux à déposer devient donc limité.
- La CVD faible pression (*LPCVD : Low pressure CVD*). L'idée de cette technique est d'opérer une croissance CVD sous faible pression (environ 100 Pa), pour augmenter le coefficient de diffusion des espèces à la surface du substrat. La LPCVD permet donc une croissance cristalline pour des températures de substrat inférieures à celles requises pour la CVD. Cette technique permet aussi une meilleure uniformité de la couche mince, et limite la contamination du produit final. Cependant, la limite inférieure de température d'utilisation reste tout de même de 600°C. Les contraintes peuvent donc rester présentes dans les couches minces.
- La CVD organométallique (*MOCVD : Metalorganic CVD*). Cette méthode de croissance consiste en l'utilisation de composés organiques (présentant des liaisons C-M) en tant que précurseurs chimiques. Ces composés sont plus réactifs que les précurseurs utilisés dans la CVD classique, rendant possible une croissance pour une gamme de température plus faible (descendant jusqu'à 300°C dans certains cas). Cependant le coût de ces précurseurs organométalliques (OM) est très élevé, ce qui peut devenir un handicap du point de vue de l'industrie. La

MOCVD engendre aussi des contaminations du produit final. De plus, malgré la présence des précurseurs OM, certains matériaux, tels que l'AlN, nécessitent toujours une forte température du substrat (supérieure à 1000°C) pour obtenir une couche mince épitaxiée⁵.

De par leurs faiblesses, notamment en termes de coût à l'usage et de température de dépôt, les techniques CVD sont peu adaptées dans notre cas. On se penchera donc vers les méthodes de dépôt physique en phase vapeur (PVD : *Physical Vapor Deposition*). Il existe aussi dans cette catégorie, plusieurs techniques différentes^{3, 4, 6, 7, 8, 9}:

- La *Pulse Laser Deposition* ou *PLD*, est une technique de dépôt sous vide consistant en l'évaporation d'une cible du matériau à déposer, via un laser pulsé et de forte puissance. Le fonctionnement est assez simple. Le faisceau laser est focalisé directement sur la cible. L'énergie absorbée par le matériau, et restituée sous forme de chaleur, n'a pas le temps de diffuser. Il en résulte la sublimation de la cible au point d'impact, et l'éjection prend la forme d'un panache unidirectionnel. La PLD montre plusieurs avantages. Elle est simple à mettre en œuvre, la stœchiométrie est aisément contrôlable, et propose des vitesses de croissance relativement rapides (environ 10 nm/s). Cependant, le panache unidirectionnel rend difficile un dépôt sur une grande surface. Cette méthode peut aussi être très coûteuse. En effet, dans le cas d'un dépôt d'AlN, il faut une cible céramique d'AlN très chère dans le commerce.
- L'épitaxie par faisceaux (ou jets) moléculaires (*MBE : Molecular Beam Epitaxy*), est une technique ultravide permettant d'obtenir une croissance épitaxiée. Pour cela, on place les constituants dans des cellules, puis sont évaporés sous forme de jets moléculaires voire atomiques. Les atomes ou molécules arrivent une par une sur la surface du substrat, permettant ainsi une croissance optimale, et d'une rugosité très faible. La croissance très lente permet par ailleurs l'incorporation très maîtrisée de dopants. Malheureusement, cette méthode nécessite un vide très

poussé dans la chambre (10^{-10} Torr typiquement). Cette nécessité de l'ultravide entraîne des coûts d'équipement et des temps de préparation très importants. On reste donc sur une technique chère à mettre en œuvre.

- *L'évaporation sous vide* est une méthode sous vide qui peut être qualifiée de « low cost ». L'idée est de chauffer un matériau jusqu'à obtenir son évaporation. Les atomes en phase vapeur se propagent au sein de la chambre jusqu'au prochain obstacle, substrat ou un autre atome (d'où l'utilisation sous vide pour optimiser le trajet jusqu'au substrat). Suivant le matériau, un dépôt à basse température de substrat est donc envisageable. Un autre avantage est aussi la vitesse de dépôt, allant jusqu'à 100 nm/mn. Cependant, il est difficile d'obtenir des films texturés par cette méthode de croissance.

Les techniques de croissance cristalline citées montrent de nombreuses qualités mais souffrent aussi de faiblesses rédhibitoires dans notre cas. Les techniques CVD sont soit soumises à de trop hautes températures, ce qui limite les matériaux utilisables, soit bien trop lourdes et chères à l'utilisation. Les techniques PVD citées sont quant à eux soit aussi chères (MBE ou PLD dans le cas de dépôts de matériaux céramiques), soit trop limitées pour obtenir une bonne texture du film (Evaporation sous vide). Il existe néanmoins une technique de croissance qui offre un bon compromis entre coût à l'utilisation, possibilité d'un transfert technologique, et d'obtention de couches minces cristallines montrant de bonnes réponses piézoélectriques. Cette technique est appelée pulvérisation cathodique réactive magnétron, et est l'objet du point suivant.

1.2 La pulvérisation cathodique réactive magnétron radiofréquence

La pulvérisation cathodique est une technique PVD avec un coût de fonctionnement raisonnable. Elle est très utilisée aussi bien dans la recherche que dans le domaine industriel. Cette méthode consiste à bombarder une cible du matériau à déposer via les ions d'un plasma créé dans une chambre^{3, 4, 6, 10, 11, 12, 13, 14}. Pour cela, cette chambre est préalablement mise sous un vide poussé (environ 10^{-7} Torr) pour éviter des contaminations venant des molécules présentes dans l'air ambiant, puis remplie par un gaz généralement inerte (gaz nobles principalement) de basse pression (de l'ordre du mTorr). L'application d'une différence de potentiel entre une cathode (au niveau de la cible) portée à un potentiel négatif $-V$, et une anode située au niveau du substrat reliée à la masse, ou étant constituée des parois intérieures de la chambre, entraîne l'accélération des électrons libres présents initialement dans le gaz. Ces électrons entrent en collision avec les atomes du gaz, l'ionisation partielle du gaz se produit et un plasma est généré. Le plasma est considéré comme stable dès qu'il y a équilibre entre les processus de recombinaison (des électrons rencontrant des ions, reformant des atomes neutres) et d'ionisation. Les collisions entre les électrons et les atomes ont aussi pour effet d'exciter électroniquement ces derniers, leur désexcitation passant par l'émission d'un photon dont la longueur d'onde se trouve dans le domaine visible. Un plasma est donc lumineux, et la couleur observée peut être utilisée comme indice sur la qualité du vide avant entrée des gaz. Par exemple, un plasma à base d'argon sera violacé, tandis qu'un plasma à base d'azote sera plutôt orangé.

Puisque la cible est portée à une tension négative via l'anode, les ions positifs (Ar^+ , Kr^+ etc.) présents dans le plasma sont attirés et accélérés vers la cible, ce qui provoque un bombardement de cette dernière. Les chocs conduisent à l'expulsion par transfert d'énergie cinétique, des atomes situés au point d'impact. Ces atomes voyagent dans la chambre dans une direction aléatoire, certains allant jusqu'au substrat, formant ainsi la couche mince.

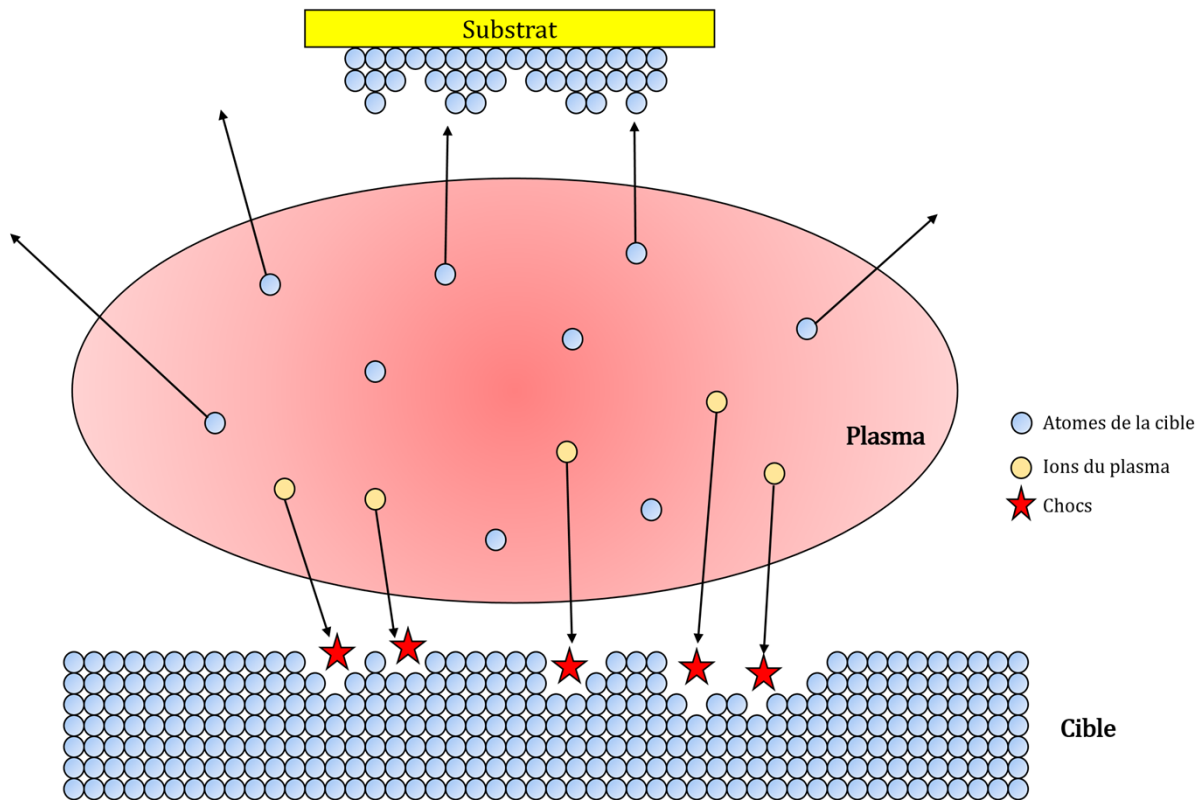


Figure 2.1 : Schéma du principe de pulvérisation d'une cible.

Le cas précédent traite du cas d'un gaz inerte. Le film obtenu possède donc la même composition que la cible. Il est possible d'injecter dans la chambre un gaz cette fois non-inerte, dont le plasma présentera des ions réactifs. Ces ions se lieront avec les éléments de la cible lors du choc. Le film formé aura donc une composition différente de la cible. Prenons par exemple, une chambre dans laquelle on aura placé une cible d'aluminium pure baignant dans un gaz d'azote et d'argon (N_2/Ar). La différence de potentiel dans ce gaz engendrera un plasma composé d'ions Ar^+ , N^+ et N_2^+ . Si les ions à base d'Ar sont inertes, ce n'est pas le cas des ions à base d'azote, qui réagissent avec les atomes d'aluminium, formant ainsi des molécules d'AlN. Dans le cas d'une pulvérisation via un plasma non-inerte on parle de *pulvérisation cathodique réactive*.

Un problème de la pulvérisation cathodique est que le temps de pulvérisation dépend de la densité de plasma au niveau de la cible. Pour augmenter cette densité, on peut disposer des aimants sous la cible. Ces derniers créent un champ magnétique sous

formes de lignes de champ (Fig. 2.2), qui vont piéger les électrons près de la cible. Le taux d'ionisation va augmenter, et donc la densité de plasma autour de la cible aussi, et le bombardement va s'intensifier. Finalement, la vitesse de dépôt augmente. On parle alors de *pulvérisation cathodique réactive magnétron*. La zone d'érosion principale est dépendante de la forme du magnétron, mais elle est en générale en forme de couronne.

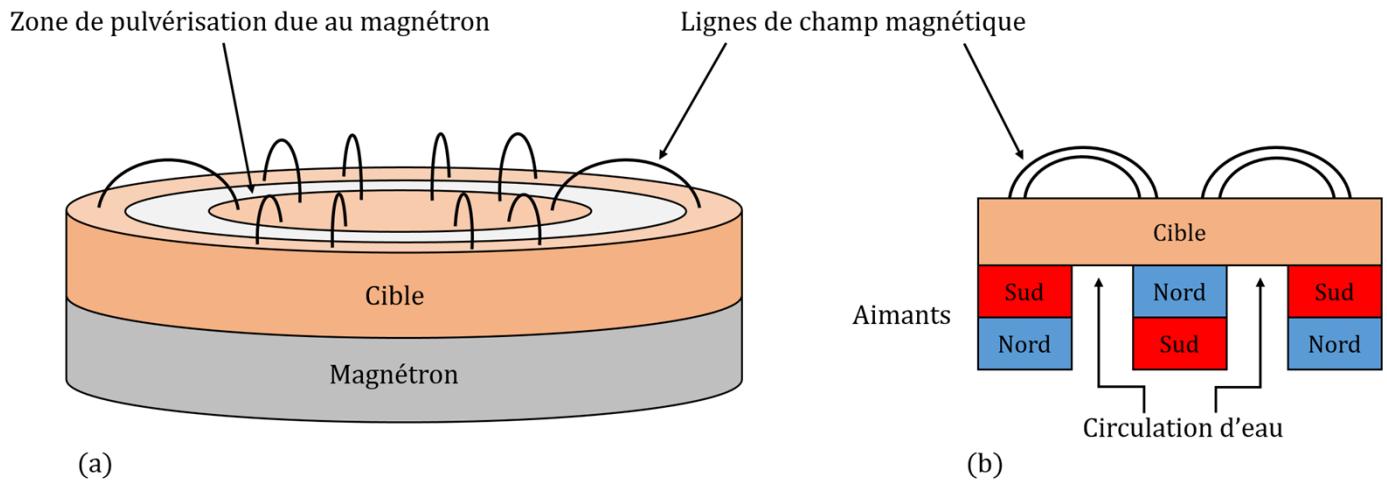


Figure 2.2 : Schéma d'un magnétron plane (a) et de sa composition (b).

Il existe plusieurs modes de génération de plasma pour la technique de pulvérisation :

- Dans le mode DC (*direct-current*) le champ électrique nécessaire pour la génération du plasma est apporté par un courant continu. L'utilisation de ce type de décharge entraîne soit une surpopulation d'électrons au niveau de l'anode, conduisant à un potentiel électrique au niveau de l'anode plus faible que le potentiel du plasma. Si l'anode est reliée à la masse, alors son potentiel est nul. Dans tous les cas, le potentiel du plasma V_p sera positif. Le profil de potentiel au sein de la chambre est reporté sur la figure suivante :

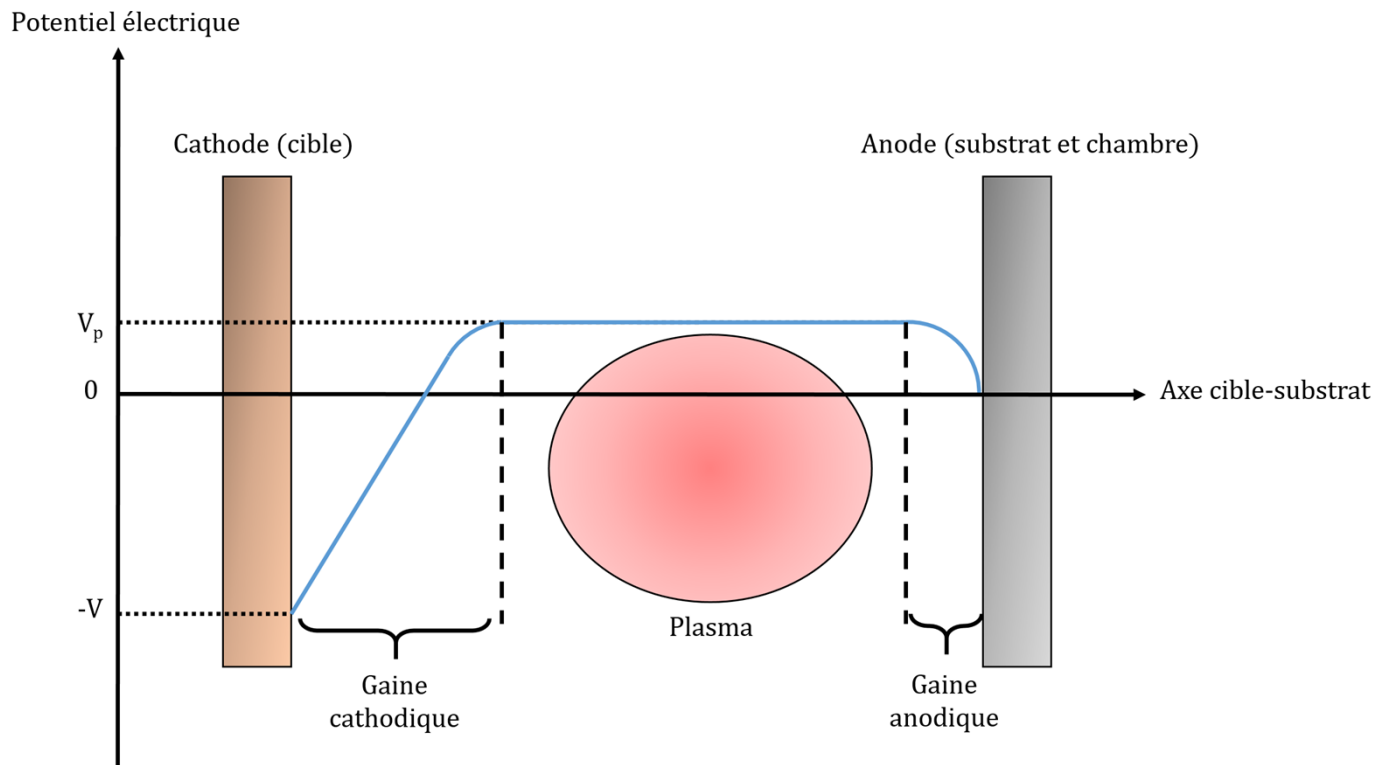


Figure 2.3 : Profil du potentiel électrique au sein de la chambre.

La gaine cathodique est une zone où les électrons sont accélérés vers le plasma (du fait du potentiel négatif de la cathode) jusqu'à y rencontrer un atome neutre, la collision entraînant l'ionisation de ce dernier. La gaine anodique est une zone où les électrons sont décélérés à cause de la chute de potentiel. Cependant, ce profil de potentiel dans la gaine anodique provoque un bombardement du film par les ions du plasma. Si ce bombardement est trop important, il est possible de pulvériser le film. De plus l'utilisation de courants continus entraîne l'obligation d'utiliser des substrats conducteurs. Dans le cas d'un substrat de saphir, matériau isolant, le mode DC est donc proscrit.

- Le mode DC pulsé, consiste à basculer périodiquement le potentiel $-V$ de la cathode vers une valeur positive pendant un temps très court. Ces courts basculements permettent de décharger le substrat (à l'anode) qui voit son potentiel décroître, via l'accumulation des électrons à sa surface (si le substrat est isolant) pendant la période négative.

- Le mode radiofréquence, ou *RF*, consiste à remplacer le courant continu par un courant alternatif de fréquence 13,56 MHz. En mode RF, les ions sont trop lourds pour suivre les cycles du champ électrique, ce qui n'est pas le cas des électrons. Les ions se comportent donc comme en mode DC, et le profil de potentiel de la figure 2.3 reste inchangé. De plus, tout comme le mode DC pulsé, le potentiel de la cathode devient positif pendant une très courte durée. Donc le substrat peut se décharger de l'accumulation des électrons à sa surface, ce qui permet l'utilisation de substrats isolants. C'est ce mode qui sera utilisé lors de cette thèse.

1.3 Influence des paramètres de dépôt

Pour une croissance de film mince par pulvérisation cathodique réactive magnétron RF, certains paramètres doivent être fixés. Chaque paramètre influe sur la croissance, et certains changements peuvent être redondants. Il est donc judicieux de discuter de chaque paramètre, et de voir leurs effets sur le dépôt :

- **La tension présente dans le plasma** : cette tension, que nous avons appelée V_p lors de la description du mode de génération de plasma DC, influe sur l'énergie cinétique des ions présents dans le plasma, et allant vers la cible. Lors du bombardement de la cible par les ions, l'énergie cinétique acquise par les atomes éjectés de la cible dépend directement de l'énergie des ions. Finalement, plus la tension est élevée, plus les atomes (ou les molécules) arrivent sur le substrat avec une énergie élevée. Si cette énergie est faible au moment où l'atome arrive sur le substrat, cet atome ne peut plus se mouvoir sur la surface, et il aura peu de chances de trouver un site qui le stabilise. Le film obtenu sera peu cristallin, voire amorphe. Au contraire, si l'énergie de l'atome est trop élevée, alors il aura comme action de pulvériser le film, ce qui donnera une microstructure très désordonnée. Pour obtenir une microstructure parfaitement (ou presque) ordonnée, avec peu de

défaut, il faut trouver une tension intermédiaire qui donne assez d'énergie (mais pas trop). Cette dernière analyse est applicable à tous les paramètres de dépôt.

- **La puissance électrique injectée dans le plasma** : exprimée en W, elle dépend de la tension du plasma et du courant. Elle va donc influencer sur l'énergie des atomes, et aussi sur le taux d'ionisation des atomes du gaz via le courant. Un courant plus important induit donc à un bombardement plus intense. Cependant, tout comme pour la tension, seule une valeur intermédiaire de courant conduira à une microstructure optimale. En effet, un courant fort induit un bombardement de la cible très intense, et donc le nombre d'éléments arrivant à la cible par unité de temps sera trop élevée pour laisser le temps aux atomes déjà présents sur la surface, de trouver un site qui les stabilise. Si le courant est trop faible, les éléments à la surface du substrat auront le temps de se placer, mais d'autres phénomènes pourront arriver comme une désorption de ces derniers. La puissance électrique influant sur les deux composantes courant et tension, il est crucial de l'étudier pour déterminer une valeur satisfaisante.
- **La pression des gaz dans la chambre** : elle va influencer sur le libre parcours moyen des espèces (et donc des atomes) dans le plasma. Pour les espèces plus rapides que la moyenne des espèces dans la région considérée (par exemple, des ions accélérés sous l'effet de la cathode) le libre parcours moyen (lpm) est donné par :

$$lpm = \frac{k_B T}{4\pi r^2 p}$$

Où k_B est la constante de Boltzmann ($k_B = 1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$), T la température en K, p la pression en Pa, et r le rayon effectif des espèces dans le gaz ($r \approx 1,5 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ pour un plasma N_2/Ar).

L'augmentation de la pression va donc diminuer le libre parcours moyen des atomes dans le plasma, et ces derniers auront une probabilité plus importante de subir une collision pendant leur trajet, perdant ainsi de l'énergie. En conséquence, les atomes vont arriver au substrat avec une énergie plus faible, ce qui va influencer sur la microstructure de la même manière qu'une variation de la tension. Ce raisonnement est réciproque, i.e. si on diminue la pression, alors les atomes arriveront au substrat sans perdre d'énergie, puisqu'ils n'auront subi aucun choc (ou très peu) pendant leur voyage.

- La réflexion précédente sur la pression n'a bien évidemment de sens que si on compare le libre parcours moyen avec la **distance entre la cible et le substrat** notée $d_{\text{cible-substrat}}$. Pour que les atomes arrivent avec toute leur énergie (si c'est ce que l'on veut), alors il suffit que le lpm soit nettement supérieur à la distance entre la cible et le substrat, ou $lpm \gg d_{\text{cible-substrat}}$. A l'inverse, si on veut partiellement thermaliser les atomes, alors il faut favoriser les collisions, et augmenter cette distance. Le choix de la pression des gaz réactifs nécessite donc de prendre en compte $d_{\text{cible-substrat}}$.
- **Les gaz utilisés pour produire le plasma** : les gaz utilisés et le ratio entre eux va avoir deux incidences. Premièrement, pour une pression donnée, la section efficace sera plus ou moins importante suivant les types de gaz utilisés. La probabilité de collisions entre les ions du plasma et les éléments voyageant vers le substrat va donc dépendre des gaz. L'autre influence vient de l'énergie dépensée pour exciter les modes de vibration et de rotation des éléments du gaz. Plus l'énergie requise pour exciter ces modes est importante, moins il en restera pour ioniser les atomes du gaz. Si le taux d'ionisation est plus faible, alors le plasma est plus résistif, ce qui va augmenter la tension V_p , et entraîner toutes les conséquences décrites auparavant.

- **La température du substrat** : La probabilité pour un atome ou une molécule de trouver un site qui optimise sa stabilité, est directement corrélée à leur mobilité à la surface du substrat. Cette mobilité étant liée à l'énergie de l'espèce, il suffit de leur en fournir pour l'augmenter. Un apport d'énergie thermique est une solution typique. La mobilité des éléments se voit alors accrue, et on augmente ainsi la qualité cristalline du dépôt. Il faut cependant ne pas trop chauffer le substrat. La conséquence directe serait l'incorporation d'impuretés présentes dans le plasma, et un stress dans le film peut apparaître sous l'effet d'une dilatation du substrat (le film et le substrat n'ayant généralement pas les mêmes coefficients d'expansion thermiques), comme pour la CVD.

1.4 Réacteurs de dépôt utilisés

Lors de cette thèse, nous serons amenés à déposer des films minces d'AlN, de $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ comme matériaux piézoélectriques, et d'Al ou d'Au pour les IDT. Le substrat de saphir sera acheté directement chez des industriels. Les films de ScAlN et d'AlN seront eux déposés par pulvérisation cathodique réactive magnétron RF. Pour les IDT, on déposera un film mince du métal utilisé en pleine plaque par la même méthode, et les IDT seront obtenus par photolithographie UV. Lors de ces travaux, deux réacteurs de pulvérisation différents seront utilisés. Ces réacteurs sont situés au sein de l'Institut Jean Lamour.

Le premier et principal réacteur utilisé au cours de cette thèse, est attaché à l'appareil principal du centre de compétences Daµm (Dépôt et Analyse sous Ultravide de nano Matériaux). Ce centre de compétence possède un appareil unique au monde appelé « tube ». Cet appareil long de 40 mètres, permet l'interconnexion sous ultravide de moyens d'élaboration, d'analyse et de nano-structuration et d'équipements environnants de caractérisation de matériaux à l'échelle nanométrique (microscopes, FIB, liquéfacteur, lasers). Sur les ramifications de ce tube on peut trouver 8 systèmes d'élaboration de

couches minces spécialisés par type de matériau (MBE, évaporateurs, CVD, pulvérisation, ablation laser) ; 8 systèmes d'analyse et de caractérisation de topologie de surface (RHEED, STM, AFM), chimie de surface (spectroscopie Auger, XPS, UPS), et de propriétés (effet Kerr, ellipsométrie) ; 2 systèmes de fonctionnalisation (gravure ionique, recuit sous champs). Le réacteur installé sur le tube du centre Daum est un appareil conçu et fabriqué au laboratoire, qui permet l'accès à des gaz réactifs tels que le diazote, ou le dioxygène, ainsi qu'à un gaz d'argon. Les flux de gaz sont contrôlés par un contrôleur de flux MKS. Quant à la pression des gaz, elle est contrôlée par leur pression partielle qui résulte d'un équilibre entre les flux injectés, et la puissance de pompage (laminage). Des vides atteignant 10^{-8} Torr (10^{-6} Pa) sont aisément obtenus via une pompe turbo BOC EDWARDS EXT 255HI, couplée à une pompe primaire mécanique. La décharge est assurée par un générateur Dressler CESAR RF power generator, qui comme son nom l'indique, donne accès au mode RF. La température de l'échantillon peut être augmentée via une résistance chauffante en tungstène placée à quelques mm du substrat, et qui agit par rayonnement. Le placement et l'orientation de l'échantillon est assuré grâce à 5 manipulateurs d'axes. On trouve sur cet appareil un spectromètre de masse permettant de déterminer les éléments gazeux en présence dans la chambre. Il est notamment utilisé pour vérifier l'origine des possibles fuites néfastes pour le vide. Un système de réflectométrie est installé pour le contrôle *in-situ* de l'épaisseur des films. Il sera détaillé plus tard dans ce chapitre. Ce réacteur sera utilisé pour les dépôts de ScAlN, et de la couche externe.

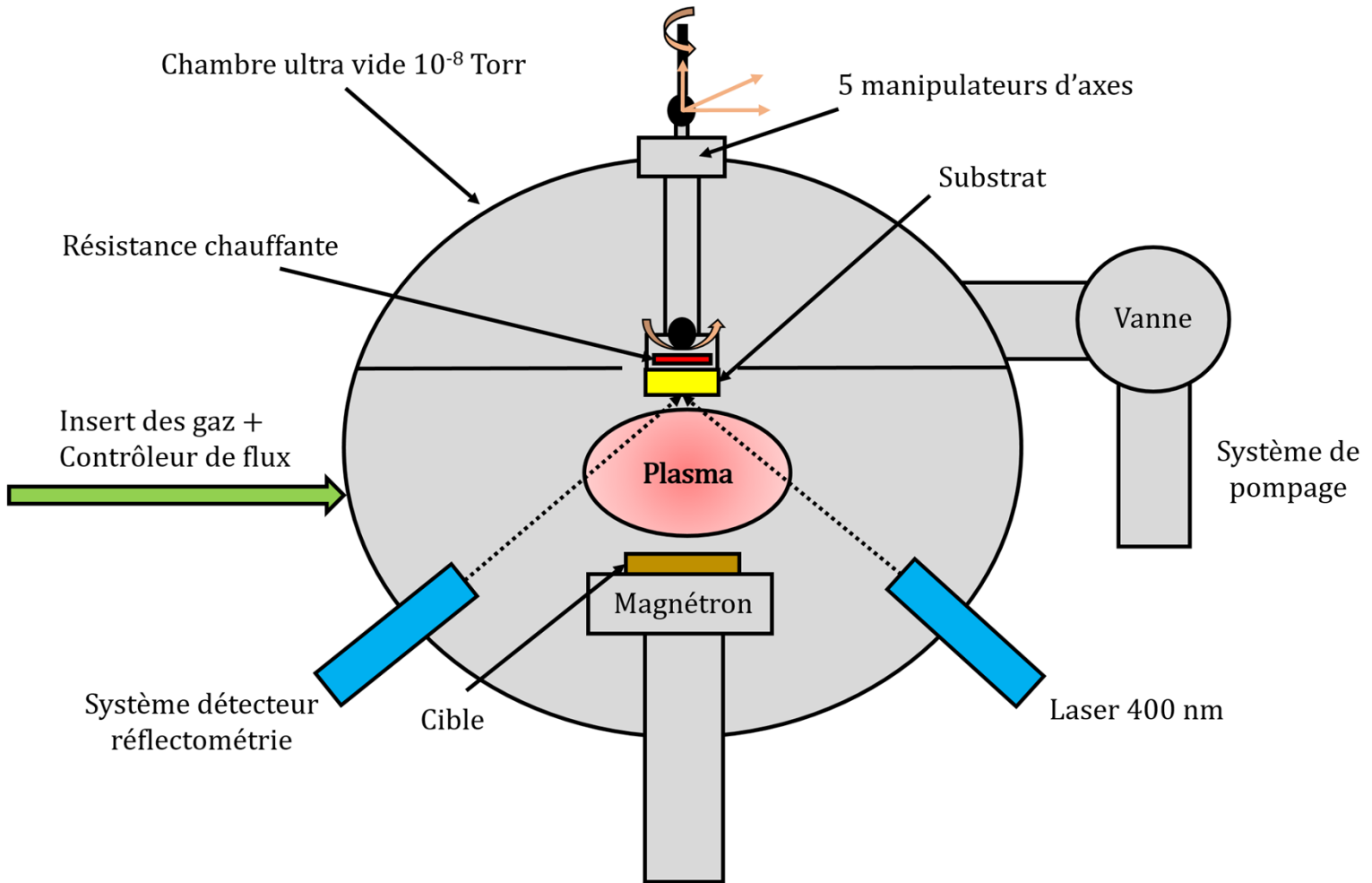


Figure 2.4 : Schéma du réacteur de pulvérisation installé sur le tube Daum.

Le second réacteur sera utilisé pour les dépôts de couches métalliques, destinées à la fabrication des IDT. L'appareil en question est situé au centre de compétences de micro et nanotechnologies MiNaLor, et est un modèle Alliance Concept AC450. C'est un équipement multi-chambre modulable, qui permet l'utilisation de cibles de 4" (10 cm) de diamètre. Il possède un porte-substrat chauffant jusqu'à 800°C, et offre l'accès aux polarisations DC, DC pulsé et RF.

2. Caractérisations matériaux

La pulvérisation cathodique réactive magnétron est une méthode qui offre un bon compromis coût-performances, et qui permet d'obtenir des films avec de bonnes microstructures, à condition de bien optimiser les paramètres de croissance. Cependant, ce n'est pas une technique parfaite et elle montre quelques limites. En effet le besoin d'effectuer le dépôt avec un jeu de paramètres bien précis, rend chaque perturbation dans le procédé néfaste pour la microstructure du film. Ainsi, une variation d'un des paramètres, ou une différence au niveau du substrat entre deux dépôts vont induire une différence de résultats. Autre problématique de la croissance de films minces : les phénomènes physico-chimiques mis en jeu sont si complexes qu'il n'existe pas de moyen de simulation permettant d'obtenir rapidement la microstructure désirée, en partant de zéro. Il faut donc essayer différents jeux de paramètres.

Finalement, pour déterminer quel jeu est le bon ou si un problème est apparu pendant le dépôt, il faut caractériser les films obtenus. La microstructure des films seront d'abord caractérisés par diffraction des rayons X, en configuration θ - 2θ , puis en rocking-curve. Chaque échantillon présentant une bonne microstructure sera approfondi par des mesures en configuration figures de pôles. La nanostructure sera observée via des mesures par microscopie électronique en transmission. L'épaisseur des films sera mesurée pendant le dépôt par réflectométrie interférentielle in-situ, et leur composition par EDXS. Dans la suite de ce chapitre, nous allons présenter plus précisément, les méthodes de caractérisation des matériaux utilisés dans cette thèse.

2.1 Réflectométrie interférentielle *in-situ*

La réflectométrie interférentielle *in-situ* est une technique de caractérisation optique qui permet de contrôler l'épaisseur du film pendant la croissance, et en temps réel. Lorsqu'elle est incluse au sein d'un réacteur de pulvérisation, cette mesure devient un réel avantage puisqu'elle rend inutile toute calibration d'épaisseur de film en fonction des paramètres de dépôt. Typiquement, il faut effectuer plusieurs expériences pour bien calibrer la vitesse de dépôt, ce qui prend du temps. La réflectométrie interférentielle *in-situ* montre tout son intérêt ici, puisqu'elle offre un gain de temps et de ressources.

Le principe est le suivant : un faisceau de photons d'une longueur d'onde visible, et d'intensité constante est envoyé via un laser sur l'échantillon, et ce pendant la croissance du film. Les photons incidents arrivant sur la surface du film voient une partie d'entre eux être réfléchi, et l'autre partie traverse le film. Les photons traversant le film se propagent jusqu'au substrat, où le même phénomène de transmission/réflexion se produit. La partie réfléchi se dirige donc maintenant vers la surface du film, et le phénomène de transmission/réflexion se reproduit, et ainsi de suite. Ce processus de réflexions successives engendre un rayonnement réfléchi appelé $R(t)$, et prend la forme d'un signal sinusoïdal amorti (en fonction du caractère constructif ou destructif des interférences, qui dépend de l'épaisseur du film), l'amortissement étant relié au coefficient d'absorption optique α du matériau. La distance entre les minimas et les maximas du signal $R(t)$ représentent une épaisseur de matière exprimée par la formule :

$$\Delta e = \frac{\lambda}{2n_{film}}$$

Dans cette formule, λ est la longueur d'onde des photons émis par le laser, et n_{film} l'indice de réfraction du matériau composant le film.

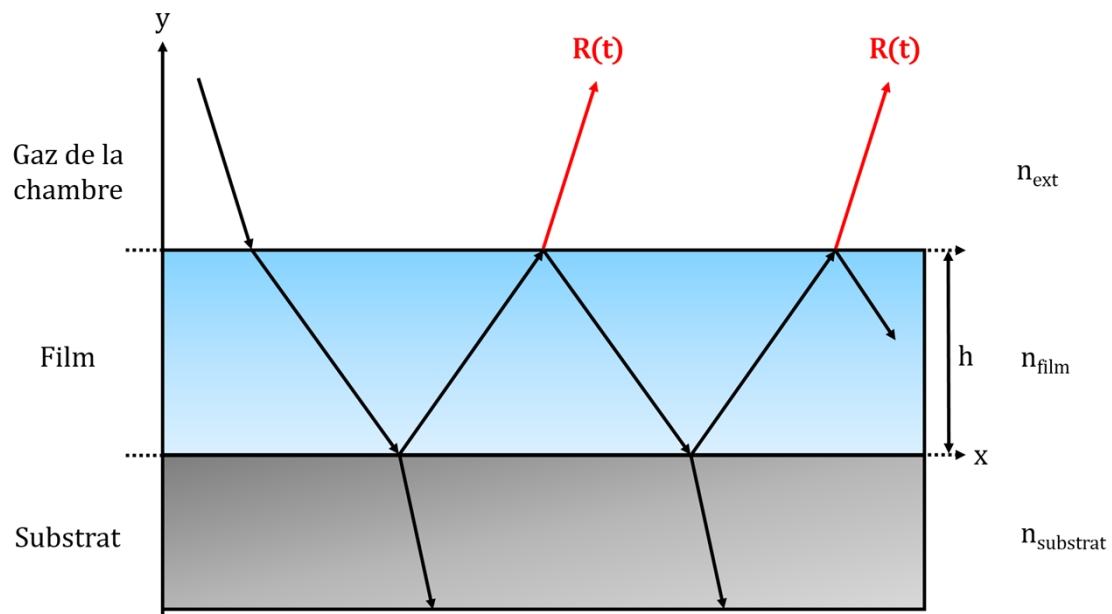


Figure 2.5 : Schéma du phénomène interférentiel dans une structure film/substrat.

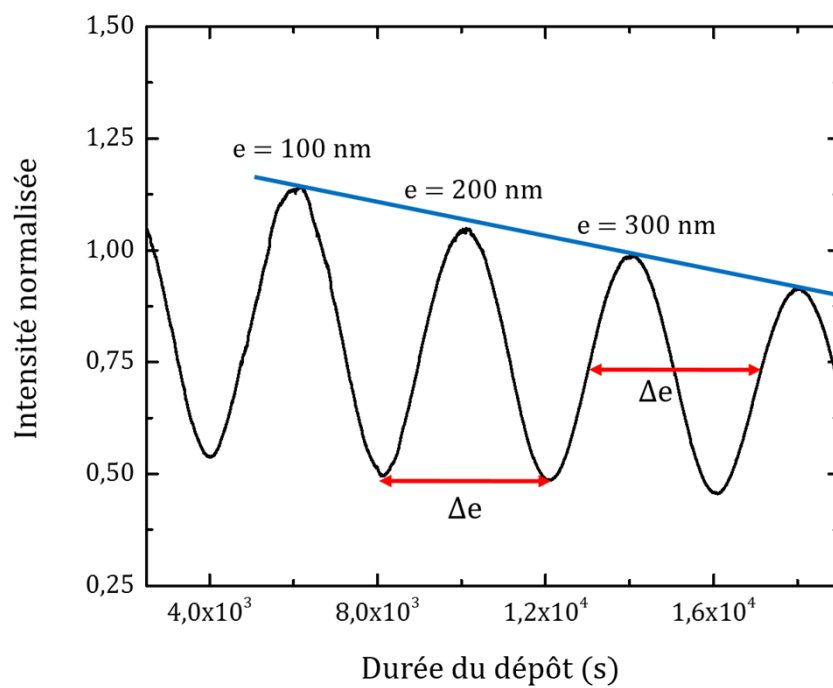


Figure 2.6 : Mesure réflectométrique qui permet de suivre l'épaisseur d'un film d'AlN en fonction du temps de dépôt.

Un écart entre l'épaisseur mesurée et l'épaisseur réelle du film peut exister. Lors de la croissance, les paramètres de dépôt peuvent faire varier la microstructure du film, et donc ses propriétés optiques. L'indice de réfraction peut donc varier légèrement, et l'écart sur une période du signal en devient aussi faiblement modifié.

Le réacteur de dépôt installé sur le Tube du centre de compétences Dapm, est équipé d'un système de réflectométrie interférentielle *in-situ*. La source est un laser émettant un faisceau lumineux d'une longueur d'onde de 400 nm (faisceau bleu). Le faisceau réfléchi est récupéré par une fibre optique, puis transféré à un photomultiplicateur qui amplifie le signal. Ce signal amplifié passe ensuite par une détection synchrone pour éviter une perturbation par les photons provenant du plasma.

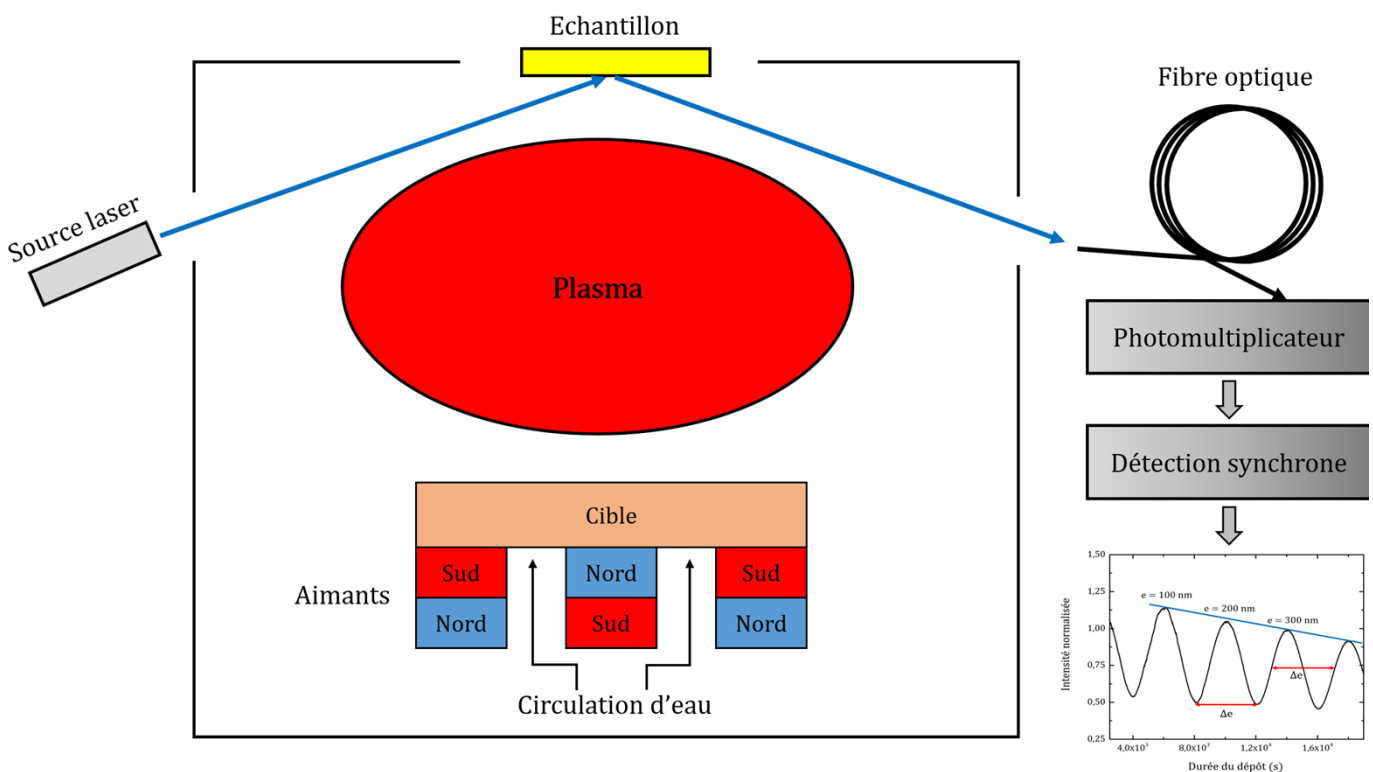


Figure 2.7 : Schéma du système de réflectométrie interférentielle in-situ installé sur le réacteur de pulvérisation du centre de compétences Dapm.

Notons que la mesure n'est possible que si le détecteur récupère le faisceau réfléchi. Il faut donc que le système optique « source-échantillon-détecteur » soit bien réglé. Pour plus de commodités, on réglera la position de l'échantillon dans la chambre, de telle sorte que l'intensité du signal de réflectométrie soit suffisante pour la mesure. Le porte-échantillon étant déplacé à chaque insertion de substrat, on doit le régler à chaque expérience.

2.2 Diffraction des rayons X

2.2.1 Loi de Bragg

La diffraction des rayons X (ou *DRX*) est une technique de caractérisation de matériaux qui permet de déterminer l'état cristallin d'un échantillon, ainsi que son orientation. Le phénomène physique mis en jeu est le suivant : un échantillon irradié par un faisceau de rayons X voit le cortège électronique de chaque atome se mettre en mouvement, sans déplacer les noyaux. Chaque électron accéléré va alors rayonner et l'onde incidente sera diffusée. Si l'échantillon est cristallin, alors les atomes sont rangés en plans cristallins. Dans ce cas, il y aura interférences entre les ondes diffusées par chaque atome du plan. Les interférences constructives de chaque plan atomique entraînent une réflexion du faisceau incident. Cependant dans un cristal, il y a un grand nombre de plans atomiques parallèles qui vont réfléchir les ondes incidentes. Ces réflexions vont aussi montrer des interférences, qui seront constructives si la distance entre chaque plan du réseau réciproque (hkl), notée d_{hkl} est reliée à l'angle d'incidence θ du faisceau par la relation suivante :

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

Ici, λ est la longueur d'onde du faisceau X incident, et n (un entier positif) l'ordre de diffraction du matériau. Cette relation est connue sous le nom de *loi de Bragg* (Fig. 2.8).

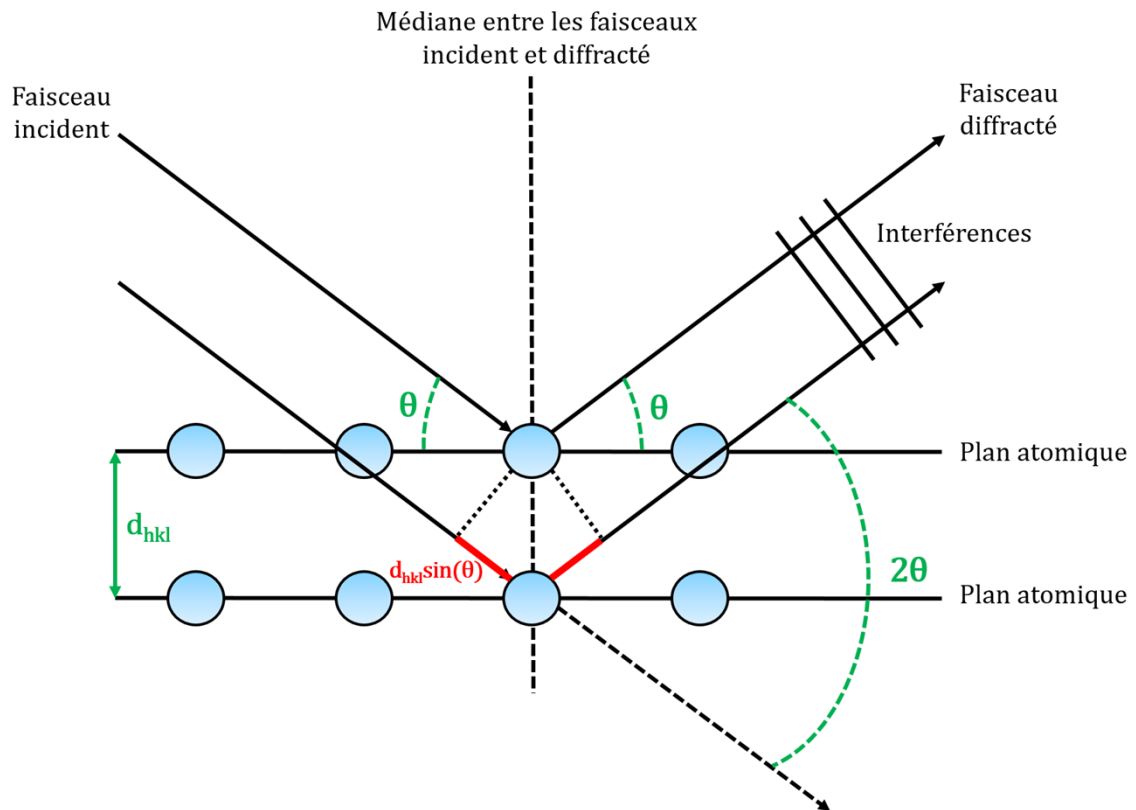


Figure 2.8 : Représentation schématique de la loi de Bragg.

La figure précédente montre que l'angle entre le plan atomique et le faisceau incident, vaut l'angle entre ce même plan et le faisceau réfléchi, angle que l'on note θ . Plus concrètement, un plan atomique diffracte parce qu'il est perpendiculaire à la médiane entre les vecteurs d'onde des deux faisceaux, incident et réfléchi. Par ailleurs, une autre condition de diffraction du réseau cristallin, est que la longueur d'onde du faisceau incident doit être plus faible que le double de la distance d_{hkl} soit $\lambda \leq 2d_{hkl}$. Il faut donc de faibles longueurs d'onde, comprises en 10^{-8} et 10^{-11} m, soit des rayons X.

2.2.2 Configuration θ - 2θ

Un intérêt du phénomène de diffraction des rayons X, est qu'il existe plusieurs configurations possibles, chacune fournissant des informations différentes. Une mesure en θ - 2θ , couramment utilisée pour caractériser les films minces, consiste à déplacer la source (ou l'échantillon) et le détecteur, de telle sorte que l'angle entre le faisceau incident et la surface physique de l'échantillon vaille θ et l'angle entre le faisceau incident et le détecteur 2θ . Le détecteur récupère ainsi le faisceau diffracté par les plans cristallins parallèles à la surface de l'échantillon. On détermine ainsi partiellement l'orientation du film.

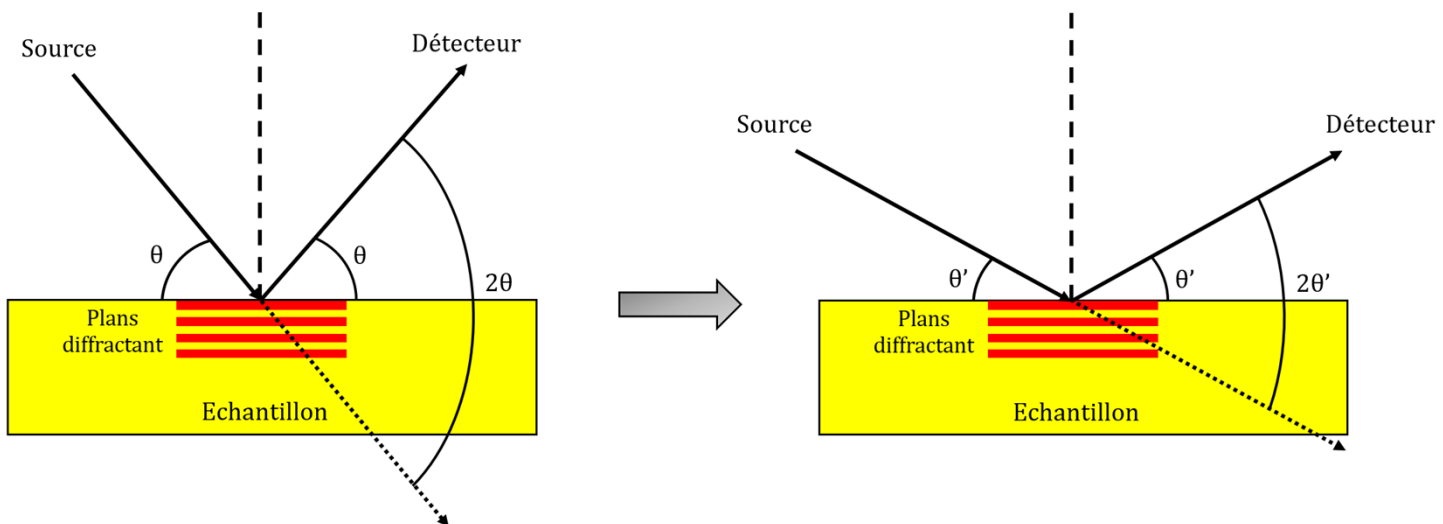


Figure 2.9 : Schéma de la configuration θ - 2θ .

Sur le diagramme θ - 2θ , apparaîtront donc les pics correspondant aux plans cristallins parallèles à la surface (Fig. 2.9). Si un grand nombre de pics sont observables, alors les cristallites ne sont pas orientées dans une direction unique, et l'échantillon est dit *polycristallin*. Si une seule orientation est visible, alors on parle d'*orientation préférentielle* (ou de film *texturé*). Si aucun pic n'apparaît, alors aucun plan n'est parallèle à la surface, ce qui indique généralement une structure amorphe.

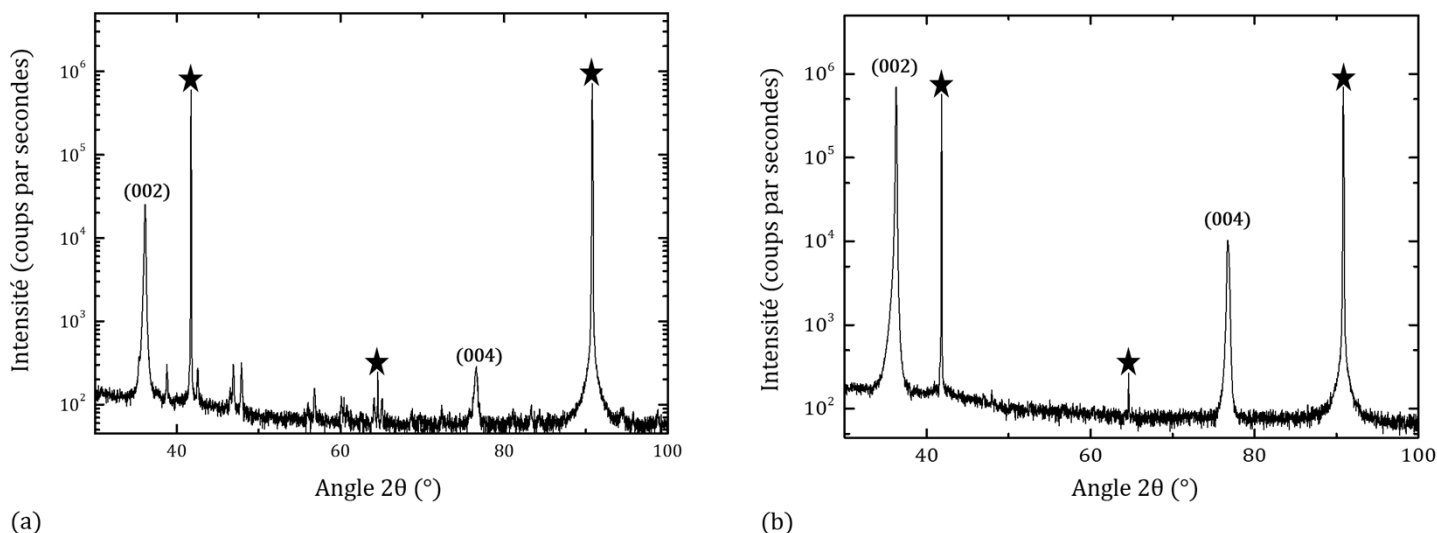


Figure 2.10 : Diagrammes θ - 2θ de deux films minces d'AlN déposés sur saphir. Le diagramme (a) présente de nombreux petits pics en plus de l'orientation (002), c'est un film polycristallin. Le diagramme (b) montre une orientation préférentielle en (002) pour le film. Les pics surmontés par des étoiles noires proviennent du substrat de saphir, orienté en (006).

Pour un film mince, montrer une unique orientation préférentielle signifie que toutes les cristallites sont orientées vers la même direction. C'est ce type de microstructure qui est recherchée, car elle privilégie une forte réponse piézoélectrique, et est donc bénéfique pour l'optimisation du couplage électromécanique K^2 dans un dispositif SAW (ou WLAW).

La configuration θ - 2θ permet d'obtenir une information supplémentaire sur le film, qui n'est autre que la présence de contraintes dans le film. En effet ces contraintes ont pour effet de modifier la distance interatomique d_{hkb} ce qui provoque un décalage du pic de diffraction par rapport à sa position théorique. Ce décalage est illustré sur la figure 2.18, où on observe l'orientation (002) d'un film d'AlN. Dans ce cas, la position du pic dépend uniquement du paramètre de maille c . On peut donc en déduire que la contrainte observée est influée sur c .

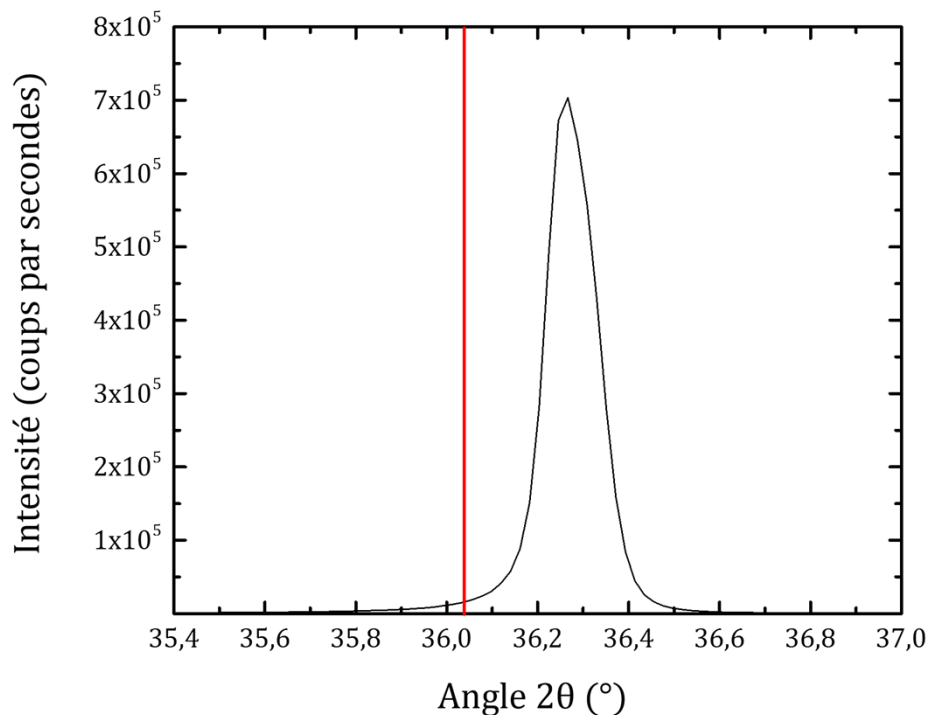


Figure 2.11 : Position d'un pic (002) d'AlN par rapport à sa position théorique (ligne rouge). Ce décalage signifie une différence de distance entre les plans atomiques, et donc une présence de contraintes dans le film.

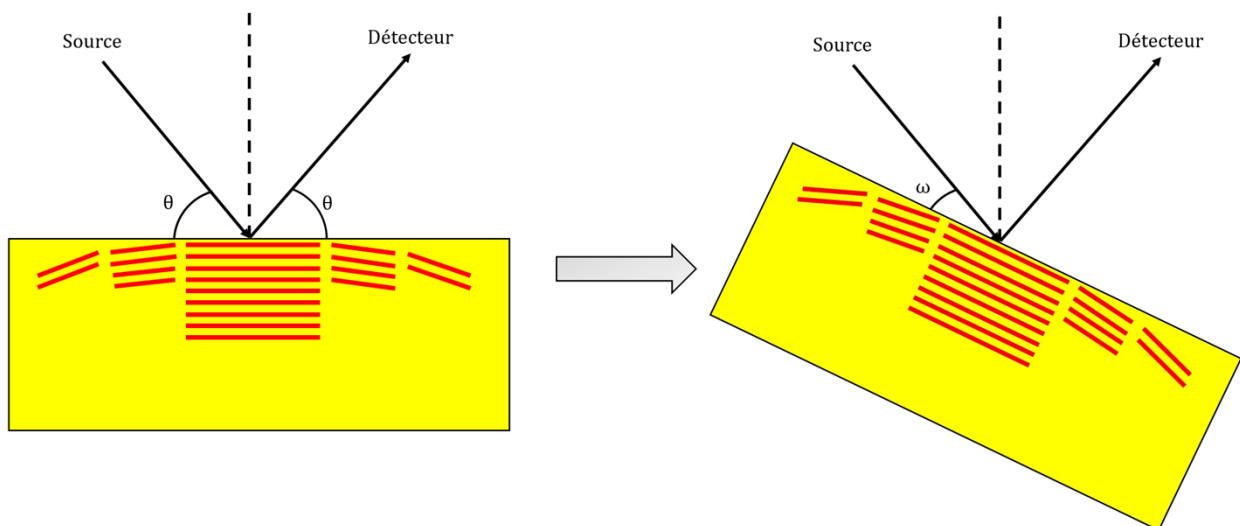
2.2.3 Configuration rocking-curve

La configuration θ - 2θ permet de déterminer l'orientation préférentielle des cristallites d'un film. Seulement, cette orientation n'est que « préférentielle », ce qui signifie que même pour un film orienté dans une unique direction, toutes les cristallites ne vont pas « pointer » dans la même direction. Il existera expérimentalement toujours une distribution des directions des cristallites, centrée sur l'orientation préférentielle. Autrement dit, tous les plans correspondants à l'orientation considérée ne seront pas parfaitement perpendiculaires à la médiane entre le faisceau incident et le faisceau réfléchi. Il existe donc une désorientation des cristallites au sein d'un film texturé (remarquons que les cristallites présentant un faible écart avec l'orientation préférentielle, participent tout de même à la construction du pic de diffraction à cause d'un phénomène de divergence du faisceau incident). Or, cette désorientation influe sur

la réponse piézoélectrique du film. Il est donc important de pouvoir mesurer cette désorientation pour essayer de la réduire, l'effacer totalement étant expérimentalement impossible. La configuration rocking-curve est prévue pour quantifier cette désorientation.

Le principe est très simple : il suffit de placer la source et le détecteur, de telle sorte que seuls les plans atomiques étudiés diffractent. Par exemple, on va placer la source et le détecteur pour faire diffracter l'orientation (002) du film d'AlN (Fig. 2.12). Ensuite, on va faire varier l'angle ω entre le faisceau incident et les plans (002) en faisant pivoter l'échantillon autour d'un axe perpendiculaire au plan incident. Ainsi, les plans désorientés vont à leur tour diffracter. L'angle 2θ reste donc inchangé, et seuls les plans (002) diffractent. La courbe obtenue, ou la *rocking-curve* du film, permet de déterminer la désorientation des cristallites via sa largeur à mi-hauteur. Plus la rocking-curve est fine, moins les cristallites sont désorientées, et réciproquement. Nous allègerons le texte en usant d'un abus de langage, en confondant la largeur à mi-hauteur de la rocking-curve en parlant simplement de « rocking-curve ».

(a)



(b)

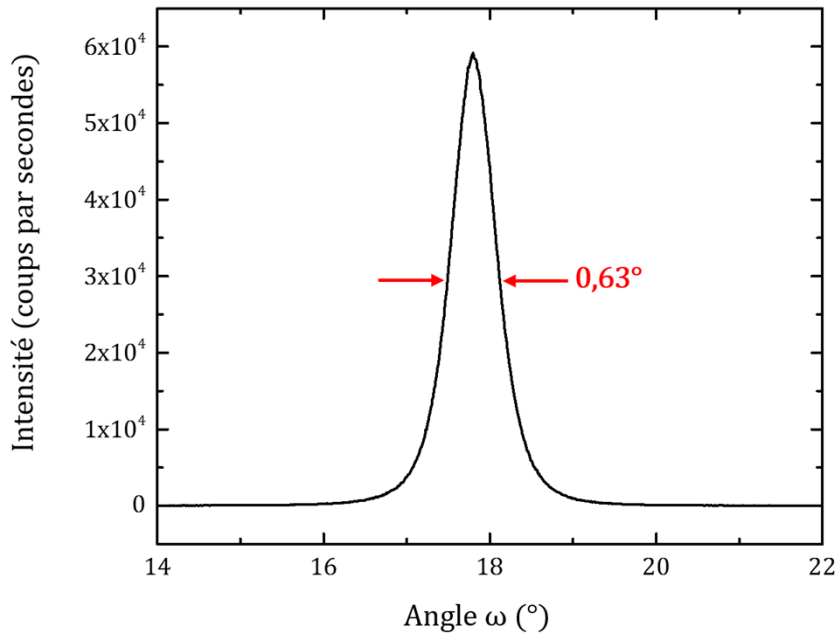


Figure 2.12 : Schéma d'une mesure en configuration rocking-curve (a). Rocking-curve d'un film d'AlN d'orientation préférentielle (002), déposé sur saphir (b). La FWHM vaut ici $0,63^\circ$. La majorité des cristallites sont donc désorientés de moins $0,315^\circ$ par rapport à l'orientation principale. Typiquement, une valeur de cet ordre est caractéristique d'une très bonne texture cristalline.

Notons qu'une mesure en configuration rocking-curve ne s'intéresse qu'à une seule direction, puisqu'elle ne fait varier qu'un seul angle. C'est donc une expérience en 1D. Cependant, cette mesure est effectuable en 2D. Cette configuration est appelée *figure de pôles* : elle consiste à effectuer la projection stéréographique de points appelés *pôles*. Dans le cas d'un cristal, ce pôle est choisi de telle sorte que le plan considéré soit à l'équateur de la projection, le pôle se retrouvant au centre de la figure (par exemple le plan (002) de l'AlN). On fait ensuite varier deux angles (que l'on appellera α et β) de telle sorte que la totalité de la surface de l'échantillon soit balayée. La figure 2.13 résume le principe d'une figure de pôles :

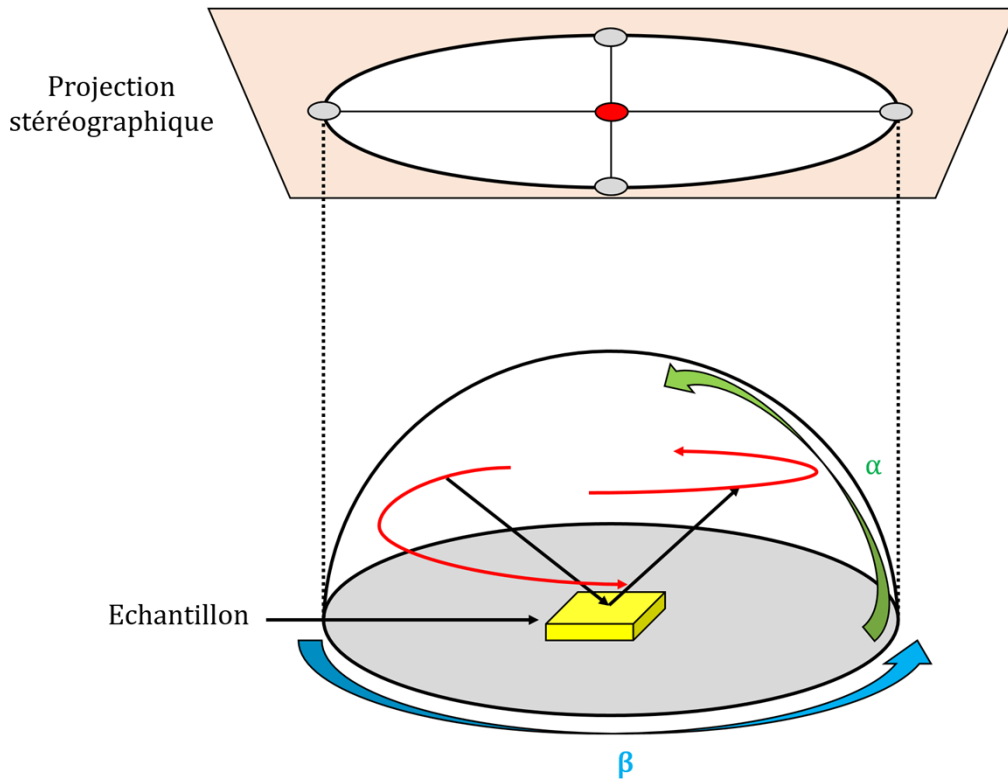


Figure 2.13 : Schéma d'une mesure en configuration figure de pôles.

2.2.4 Diffractomètres utilisés

Les diffractomètres utilisés lors de cette thèse se trouvent à l'Institut Jean Lamour, au sein du centre de compétences *X-Gamma (Diffraction-Diffusion-Imagerie X et Spectroscopie Mössbauer)*. En termes de diffraction des rayons X, cette structure possède 15 diffractomètres de configuration différentes, permettant un large éventail de mesures allant de caractérisations de matériaux polycristallins jusqu'à des mesures sur polymères. Certains diffractomètres permettent des mesures *in-situ* en température. Lors de cette thèse, trois modèles de diffractomètres seront utilisés :

- D8 Advance Bruker : cet appareil, équipé d'un monochromateur de Ge(111), effectue ses mesures via la longueur d'onde $K\alpha_1$ du cuivre ($\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$). Cet appareil est en configuration θ - 2θ qui fait diverger le faisceau incident, et donc offre une intensité supérieure à celle d'un faisceau fin. Cet appareil est donc très intéressant pour faire diffracter les orientations qui ne possèdent que peu de plans

diffRACTANT. L'échantillon est posé au centre du goniomètre sur un spinner pour éviter un effet de texturation lors des expériences sur poudre. Il est de plus, équipé d'un passeur d'échantillons de 90 places, et est relié à un logiciel permettant la programmation des mesures. Il est donc possible de programmer plusieurs échantillons à la fois, et ne nécessite aucune présence lors de la mesure. Ce diffractomètre est donc très utile pour contrôler l'évolution de la qualité des films suivant les paramètres de dépôt testés. Dans cette thèse, cet appareil sera utilisé pour effectuer des mesures en configuration θ - 2θ .

- X Pert Pro MRD PANalytical : cet appareil en géométrie d'Euler est équipé d'un goniomètre horizontal 4 cercles haute résolution. Il possède un système breveté de fixation des optiques, permettant de changer rapidement d'optiques primaires et secondaires, ainsi que de configuration et sans réalignement. La longueur d'onde utilisée est la $K\alpha_1$ du cuivre ($\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$), ou selon les optiques primaires choisies, la $K\alpha$ moyen du cuivre ($\lambda = 1,541874 \text{ \AA}$). Cet appareil possédant de nombreuses optiques différentes et permettant l'accès à plusieurs configurations, il est dédié à l'étude des couches minces. Ce diffractomètre sera utilisé pour deux configurations, en θ - 2θ et en rocking-curve. Pour cela on se servira en optique primaire une fente hybride $\frac{1}{2}^\circ$, et des fentes longues PPC (*Parallel Plate Collimator*) en tant qu'optiques secondaires.
- D8 Discover Bruker AXS : aussi en géométrie d'Euler, cet appareil utilise la $K\alpha$ du cobalt ($\lambda = 1,79026 \text{ \AA}$) pour limiter la fluorescence des échantillons riches en Fe. Il est principalement utilisé pour des études de contraintes ou de textures, mais permet d'autres types de mesure, comme des détecturations grâce à un spinner rapide, ou des mesures en incidence rasante via des fentes de Sollers longues. Ce diffractomètre est en configuration θ/θ avec un cercle goniométrique de 300 mm de diamètre équipé d'un cercle d'Euler, permettant d'utiliser des charges lourdes comme un four. Il est donc possible de réaliser des mesures *in-situ* en température

jusqu'à 1000°, via une chambre DHS1100. Ce diffractomètre sera utilisé pour des mesures en configuration rocking-curve, figure de pôles, et pour des mesures θ -2 θ en température.

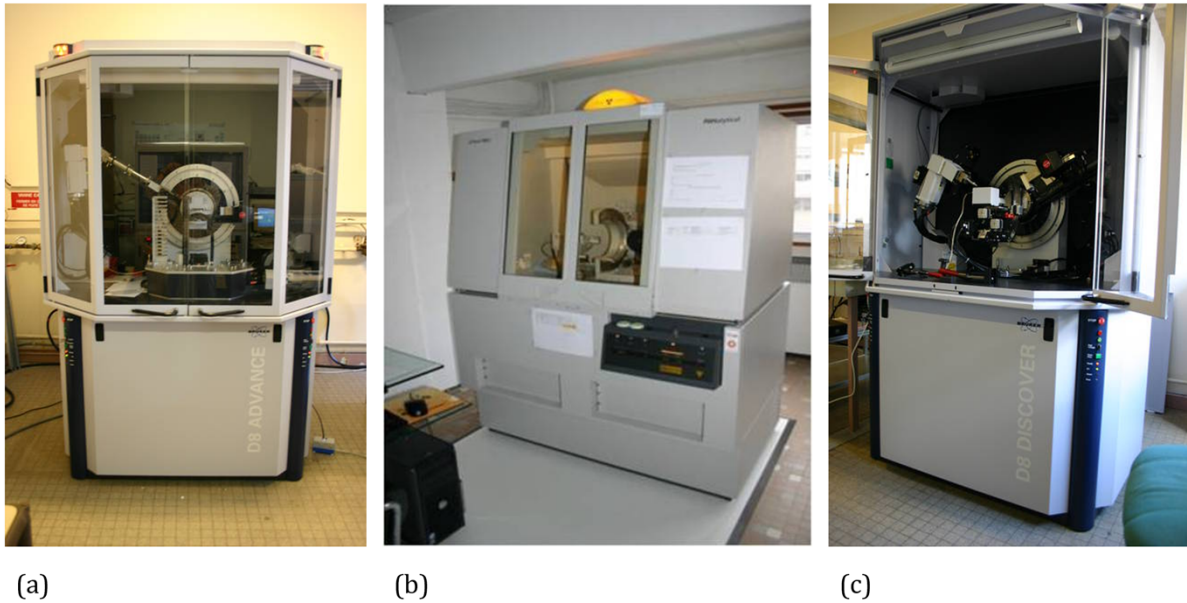


Figure 2.14 : Photographie des diffractomètres utilisés. (a) : D8 Advance Bruker ; (b) : X Pert Pro MRD PANalytical ; (c) : D8 Discover Bruker AXS.

2.3 Microscopie électronique en transmission

2.3.1 Principe de fonctionnement

La diffraction des rayons X est la méthode principale de caractérisation de films minces utilisée au cours de ces travaux, elle n'offre que des informations macroscopique (la taille des faisceaux X est de l'ordre du mm). Il est parfois intéressant d'obtenir des informations sur la structure à l'échelle micro-, voire nanométrique. La microscopie électronique en transmission, que l'on appellera *TEM* (*Transmission Electron Microscopy*), est une méthode de caractérisation qui permet d'observer de près la matière, grâce à des résolutions spatiales s'approchant de l'angström.

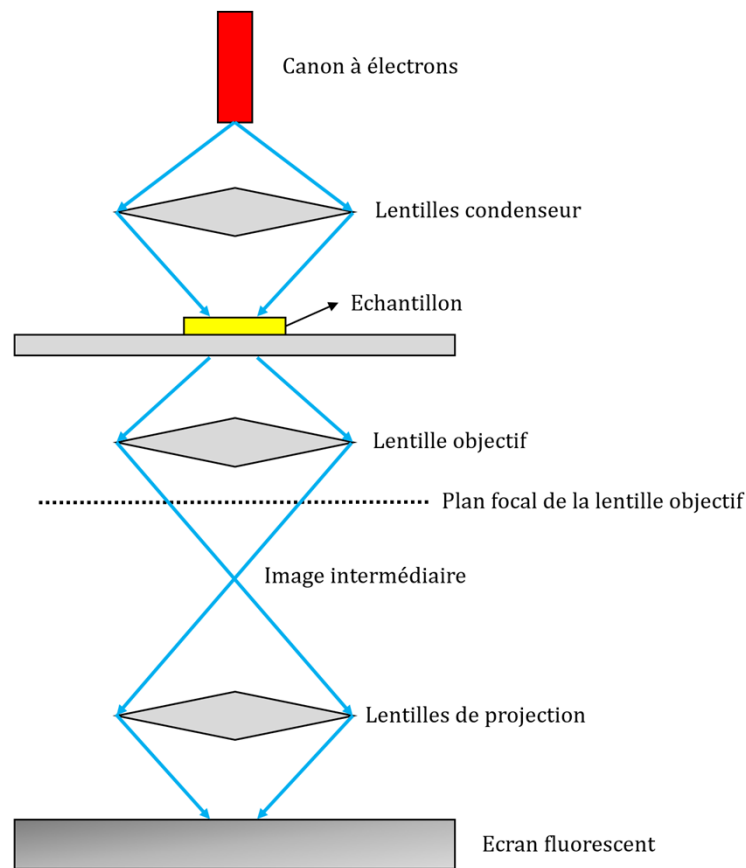


Figure 2.15 : Schéma de la structure d'un microscope électronique en transmission.

Un TEM est un appareil relativement semblable à un microscope optique. Il dispose d'un canon à électrons, qui va envoyer des électrons vers une série de lentilles, dont les fonctions sont analogues à celles de son cousin optique. Cet appareil se sert des travaux de Louis de Broglie sur la dualité onde-corpuscule : une particule en mouvement est associée à une onde, dont la longueur d'onde est directement reliée à l'énergie de la particule. Pour des énergies d'environ 50 à 100 keV, la longueur d'onde obtenue est proche des rayons X. On remarque qu'il n'est pas possible d'utiliser directement les rayons X, du fait qu'il n'existe pas de lentille permettant de les focaliser. Ce qui n'est pas le cas des électrons, dont la focalisation se fait via des lentilles électromagnétiques. La composition d'un TEM est illustrée sur la figure 2.15.

Les TEM comportent plusieurs éléments :

- Le canon à électrons : il a pour rôle de produire des électrons. Il existe plusieurs types de sources : les sources thermiques (les électrons sont émis par effet thermo-ionique) et les sources à effet de champ (une pointe en tungstène est soumise à une tension de 1 kV, ce qui arrache les électrons par effet tunnel). Les électrons extraits de la pointe sont accélérés par une anode, dont le potentiel est supérieur à celui du filament.
- Les lentilles condenseur : c'est un système de 2 à 4 lentilles qui permet de régler le mode d'éclairement parallèle ou convergent de l'objet.
- La lentille objectif : elle assure la mise au point sur l'échantillon (objet). Elle est responsable de la résolution spatiale du microscope, ce qui en fait une des pièces les plus importantes. La distance focale de cette lentille est généralement de 2 ou 3 mm. Cette lentille forme une image agrandie de l'objet, que l'on appelle *image intermédiaire*.
- Les lentilles de projection : 2 à 4 lentilles, qui projettent l'image de l'objet (ou son cliché de diffraction électronique) sur l'écran fluorescent. Le grandissement total de l'image vaut le produit des grandissements des lentilles de projection et objectif, et est compris entre 10^3 et 10^6 .
- Plusieurs diaphragmes permettant d'obtenir soit une image, soit un cliché de diffraction.

Si la source produit des électrons sous une centaine de kV, alors le faisceau obtenu a une longueur d'onde de l'ordre du picomètre, et donc une résolution de l'ordre de l'Å. On obtient donc des images à l'échelle atomique, ce qui permet une observation minutieuse de la matière. Le défaut principal de cette technique vient de la très forte interaction rayonnement-matière dans l'échantillon. Il faut donc limiter la quantité de matière de l'échantillon, et donc son épaisseur (200 nm au maximum).

2.3.2 Contraste de diffusion : champ clair et champ sombre

Le TEM permet d'acquérir des images avec deux types de contraste appelées *champ clair* et *champ sombre*.

En champ clair, l'écran est situé dans le plan image et le diaphragme d'objectif dans le plan focal. Un faisceau d'électrons est transmis, et l'image est formée par les électrons qui ne sont pas diffractés. Ce sont donc les parties qui transmettent bien les électrons (qui diffusent peu) qui constituent les zones claires de l'image. Ces parties peuvent être constituées d'éléments légers, de joints de grains, des bords des cristaux, ou des zones cristallines loin des positions de Bragg. Sans échantillon, le faisceau est totalement transmis et l'image est complètement claire.

En champ sombre, un faisceau diffracté est sélectionné par le diaphragme objectif, à une position hkl . Seules les parties du matériau en position de Bragg, et qui diffusent, forment une image claire. Les autres zones apparaissent sombres. Le contraste dans ce mode peut être supérieur à celui du champ clair. Cependant, l'intensité sera plus faible, puisqu'on utilise seulement une partie du faisceau. En champ sombre, l'image est formée à partir des électrons qui ont été diffractés par l'échantillon. Donc sans échantillon, l'image apparaît totalement sombre.

Le trajet des électrons donnant les images en champ clair, et en champ sombre, est représenté sur la figure suivante :

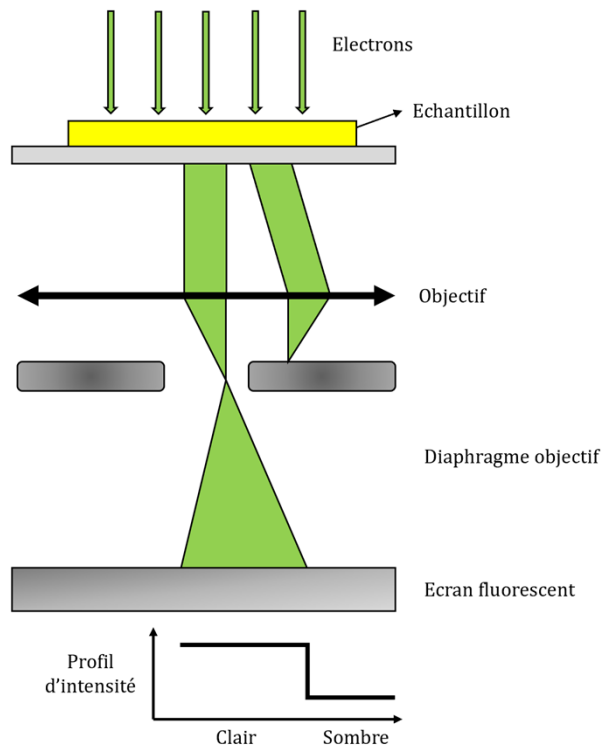
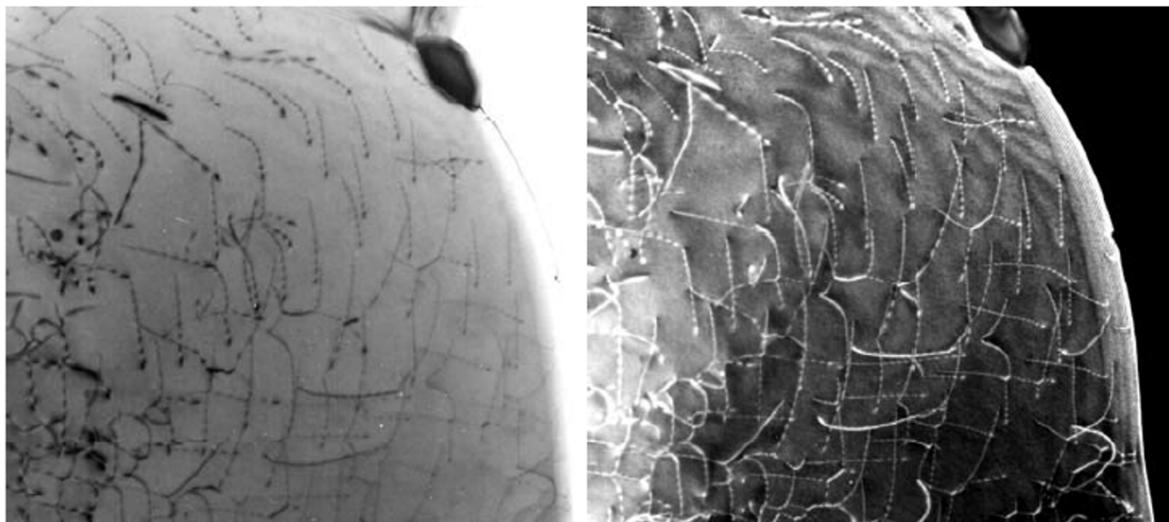


Figure 2.16 : Trajet des électrons diffractés par un échantillon cristallin, amenant à un contraste de diffusion.



(a)

(b)

Figure 2.17 : Micrographies champ clair (a) et champ sombre (b) de dislocations dans AlN.

2.3.3 Mode diffraction électronique

Ce mode est basé sur un principe de diffraction similaire à celui des rayons X. Ce phénomène résulte d'interférences constructives, ou destructives, d'ondes cohérentes. La diffraction n'est possible que lorsque la longueur d'onde rayonnée est du même ordre de grandeur que le pas du réseau. Dans le cas de diffraction électronique, la longueur d'onde associée aux électrons équivaut à celle des rayons X, qui justement diffractent via les réseaux cristallins. Cependant, comme les interactions électrons-matière sont très fortes, la diffraction des électrons ne peut s'appliquer qu'à des échantillons de très faible épaisseur. Les expériences de diffraction électronique sont généralement réalisées avec des microscopes électroniques en transmission. La figure 2.18 compare le trajet des électrons dans un TEM en mode image et en mode diffraction.

Un cliché de diffraction électronique est constitué d'un ensemble de tâches, qui correspondent aux nœuds du réseau réciproque du cristal (Fig. 2.19). On peut donc observer la symétrie du réseau cristallin. Si le matériau caractérisé est connu, alors l'indexation des tâches se fait par mesure des distances interréticulaires d_{hkl} , puis par comparaison avec les d_{hkl} établies dans les fiches ASTM (American Society for Testing and Materials ; appellation d'origine), qui regroupent les informations connues sur la microstructure des matériaux en question.

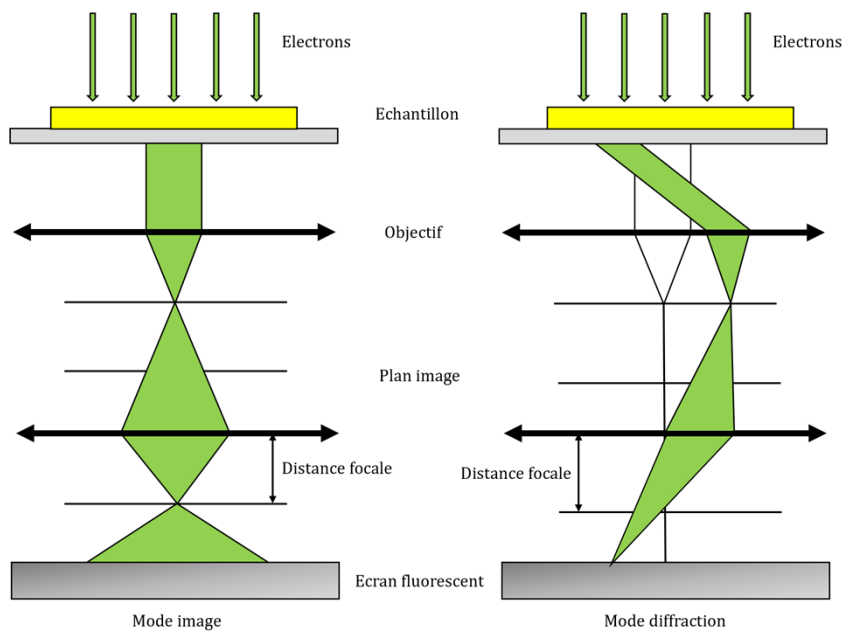


Figure 2.18 : Représentation schématique du trajet des électrons en modes image (a) et diffraction (b).



Figure 2.19 : Cliché de diffraction d'un monocristal.

2.3.4 Haute résolution

Ce mode consiste à centrer le diaphragme sur l'axe optique, de telle sorte que le faisceau d'électrons primaires transmis au travers de l'échantillon, et que certains faisceaux diffractés, puissent passer. Les interférences entre ces faisceaux diffractés, et le faisceau transmis, forment une image constituée de points alignés. Ces lignes représentent des plans atomiques. On peut donc observer l'échantillon à l'échelle atomique. Il est possible de sélectionner une zone de l'échantillon, et d'effectuer la transformée de Fourier rapide de cette zone. On obtient ainsi l'équivalent du cliché de diffraction. Il est possible de déterminer les plans atomiques visibles, via les distances interréticulaires d_{hkl}

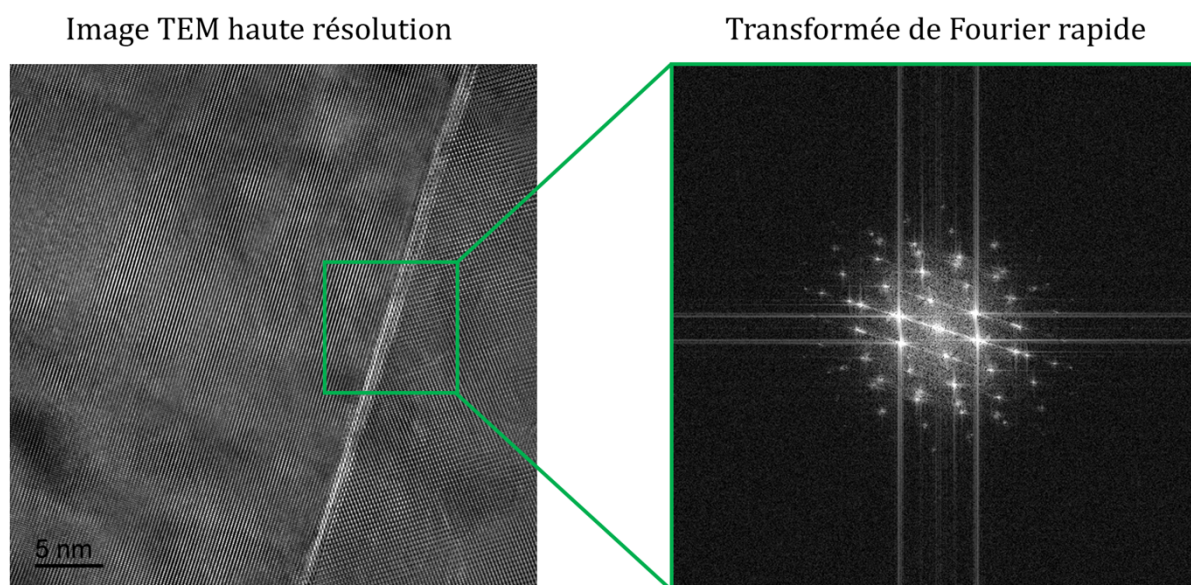


Figure 2.20 : Image TEM haute résolution, où l'on observe les plans atomiques, et donc les défauts dans la microstructure. La transformée de Fourier rapide permet de déterminer la distance d_{hkl} ainsi que les symétries cristallines.

2.3.5 Microscope électronique en transmission utilisé

Les mesures TEM qui seront présentés dans la suite de cette thèse, ont été effectuées par Jaafar Ghanbaja, docteur travaillant à l'Institut Jean Lamour, et responsable du centre de compétences CC3M (Centre de Compétences en Microscopies, Microsondes et Métallographie). Ce centre de compétences est spécialisé dans les techniques de caractérisation à base de microscopie électronique, et de microanalyses. On y trouve plusieurs équipements performants, tels que des microscopes électroniques à balayage (XL 30 FEG, et Quanta FEG), une microsonde électronique de Castaing JXA 8530F qui permet des mesures fines de compositions de matériaux, d'un spectromètre de masse d'ions secondaires (SIMS) IMS 7F, et de deux microscopes électroniques en transmission (CM200 et ARM 200F).

Le microscope utilisé est un Jeol ARM 200F cold FEG (TEM/STEM) analytique corrigé en sonde (Fig. 2.21). Ce TEM permet de réaliser des images haute résolution dans les deux modes TEM et STEM (*Scanning transmission Electron Microscopy*) :

- Résolution en TEM : Point par point : 0,19 nm, en ligne : 0,10 nm.
- Résolution en STEM : 0,08 nm à 200 kV.

Le module STEM est équipé d'un détecteur HAADF (*High Angle Annular Dark Field*) sensible au contraste chimique, et d'un détecteur ABF (*Annular Bright Field*) sensible aux éléments légers.

Ce TEM est aussi équipé de 2 spectromètres d'analyse chimique :

- Spectromètre de dispersion d'énergies des photons X (*Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy* ou *EDXS*).
- Spectroscopie des pertes d'énergie des électrons transmis (*Electron Energy Loss Spectroscopy* ou *EELS*).

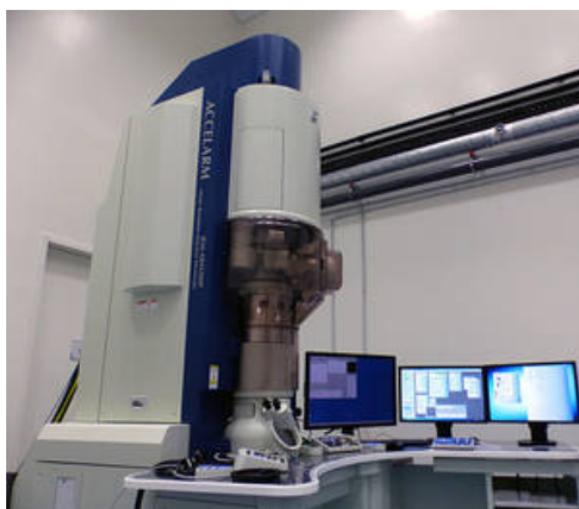


Figure 2.21 : Photographie du Jeol ARM 200F cold FEG (TEM/STEM) analytique corrigé en sonde.

Les échantillons présentés et caractérisés ont été préparés par le Dr Sylvie Migot-Choux, membre du centre de compétences CC3M, par une technique appelée *amincissement ionique*. Cette technique consiste à bombarder l'échantillon à amincir par un flux d'ions gallium Ga^+ , ce qui arrache les atomes à la surface. Le travail s'effectue à froid (azote liquide) pour limiter les effets thermiques et l'implantation des ions Ga^+ dans l'échantillon. Cette méthode de préparation est longue, de l'ordre de la dizaine d'heures, jusqu'à la cinquantaine d'heures, mais elle permet d'obtenir les lames très fines, qui optimise l'observation des échantillons au TEM.

2.4 Spectromètre de dispersion d'énergies des photons X (EDXS)

La technique dite EDXS est une méthode permettant de déterminer la composition atomique d'un échantillon. Elle utilise le phénomène d'émission de rayons X lors des diffusions inélastiques avec un important transfert d'énergie. Lorsqu'on ionise les niveaux électroniques profonds d'un matériau avec un transfert d'énergie compris entre 0,1 keV et 170 keV, une génération de photons X et d'électrons Auger est provoquée. Une raie d'émission de photon X correspond à l'énergie entre deux orbitales atomiques, et dépend donc de l'atome. Ces raies permettent la détermination des éléments en présence. Un

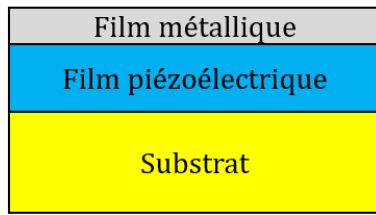
EDXS a donc pour but de récupérer les photons X émis par un échantillon irradié par un faisceau électronique, et de détecter les atomes en présence via leurs raies d'émission. Lors de cette thèse, la méthode EDXS a été utilisée pour déterminer les compositions Sc/Al présentes dans les films produits, ainsi que la présence ou non d'oxygène.

3. Fabrication des IDT, et caractérisation électrique

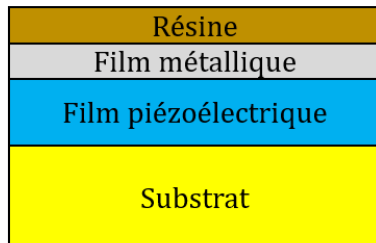
Résumons où nous en sommes avec la fabrication de notre dispositif : le matériau piézoélectrique est déposé par pulvérisation cathodique réactive magnétron RF. Sa microstructure et sa composition sont caractérisées par différentes méthodes d'analyse, et le métal servant à faire les IDT est déposé en plein plaque, toujours par pulvérisation. Il faut maintenant fabriquer ces IDT à partir du film mince métallique.

3.1 Photolithographie UV

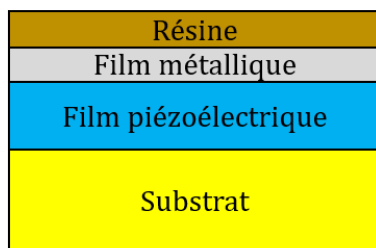
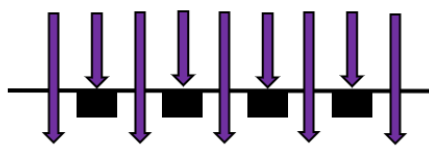
Il existe plusieurs méthodes de fabrication pour ces électrodes. Celle utilisée ici sera la photolithographie UV. Le principe est simple : on dépose de la résine positive photosensible sur le film mince métallique par spin-coating. Un masque déterminant la forme des IDT est placé au-dessus du film. Ce masque a pour effet de protéger les zones servant à fabriquer les IDT. On insole ensuite l'échantillon par des rayons UV, et la partie de la résine positive exposée à la lumière devient soluble au révélateur, alors que la partie non exposée reste insoluble. Après développement dans le révélateur, la résine restante prend l'image des motifs du masque. Les électrodes sont ensuite formées en plongeant l'échantillon dans une solution qui va attaquer le métal dans les zones où il n'est pas protégé par la résine restante. Il reste simplement à retirer la résine située sur les IDT. Ces différentes étapes sont illustrées sur la figure suivante :



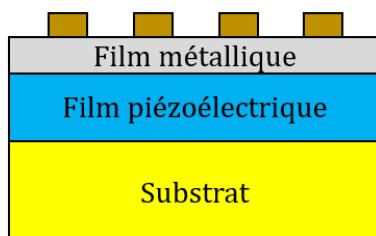
Dépôt de la couche métallique par pulvérisation cathodique magnétron RF.



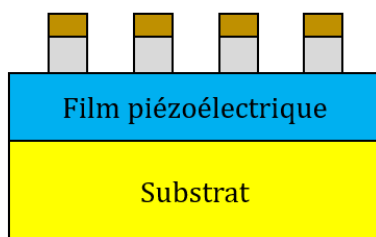
Dépôt de la résine photosensible par spin-coating (4000 tours/min). Recuit de la résine à 115°C pendant 120 s.



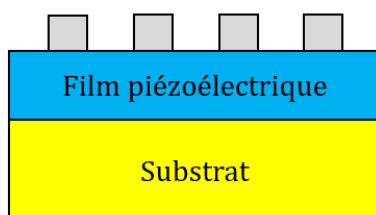
Masquage de l'échantillon, et insolation de la résine par rayons UV.



La résine photosensible a réagit avec le développeur aux endroits non protégés par le masque lors de l'insolation UV.



Dissolution du métal au niveau des zones sans résine, par un acide.



Retrait de la résine restante par nettoyage.

Les IDT sont prêts.

Figure 2.22 : Etapes de la fabrication d'IDT sur un film mince piézoélectrique.

La fabrication des dispositifs étudiés s'est faite à l'Institut Jean Lamour, au sein du centre de compétences MiNaLor - Plateforme pour les Micro et Nanotechnologies en Lorraine. Cette structure contient les salles blanches du laboratoire. L'appareil utilisé est une lithographie optique MJB4 de SüssMicroTec doté un aligneur manuel. Le développement de la résine se fait dans un développeur chimique MF319, suivi d'un rinçage à l'eau déionisée. La dissolution du métal se fera soit par une solution chimique, soit par attaque ionique (suivant le métal en présence).

3.2 Caractérisation électrique ex-situ sous pointes

Les réponses fréquentielles des dispositifs ont été testées sur un banc de mesure sous pointes (Signatone S-1160, Gilroy, CA), relié à un analyseur de réseau vectoriel (Agilent PNA 5230A, Santa Clara, CA). Dans le cas de dispositifs WLAW, il faut assurer la mesure après un dépôt d'une couche protectrice épaisse (une dizaine de μm). Cette mesure sera assurée grâce à la protection des zones de contact par un masquage mécanique. La technique de masquage sera développée plus tard dans cette thèse.

Étant relié à un système de chauffage pouvant aller jusqu'à 600°C et à un circuit de refroidissement des pointes, il offre la possibilité d'effectuer des mesures à haute température. Cela nous a permis de réaliser des mesures de *TCF* mais également des tests de résistance des dispositifs.

Les dispositifs produits dans cette thèse seront de type résonateur. Les mesures se feront donc via l'amplitude du paramètre S_{11} , et plus particulièrement par son module $|S_{11}|$, exprimé en dB, et qui indique la puissance électrique réfléchie par le résonateur. Par la suite, on confondra S_{11} et $|S_{11}|$ pour plus de légèreté.

Les travaux relatifs à la fabrication des IDT, et à la caractérisation des dispositifs ont été menées en collaboration avec le Dr. Jérémy Streque, en post-doctorat à l'Institut Jean Lamour pendant la période de la thèse.

4. Modélisation COMSOL Multiphysics

Toutes les techniques présentées jusqu'à maintenant ont pour point commun d'être expérimentales. Bien que ces méthodes soient bien évidemment extrêmement importantes, dans certains cas elles ne sont pas suffisantes pour une avancée optimale de l'étude. Dans notre cas, le problème survient au niveau de l'influence des épaisseurs des couches sur les propriétés SAW et WLAW (K^2 , TCF etc.). Si on veut déterminer expérimentalement les épaisseurs qui optimisent le comportement des dispositifs, en regard de notre application haute température, il faudrait tester des épaisseurs différentes pour chaque couche jusqu'à trouver la bonne structure. Il faut alors supposer que lorsqu'on a déterminé une structure (en termes d'épaisseurs) qui correspond à nos ambitions, il ne peut pas exister une autre structure encore plus performante. Or, rien ne nous permet d'affirmer cela. Une étude totalement expérimentale serait donc contre-productive dans notre cas.

Compte tenu des difficultés qu'amènerai une étude purement expérimentale, il semble judicieux de coupler les expériences par un travail de simulation. L'objet de ces simulations serait de déterminer théoriquement, la structure qui optimisera les performances du capteur WLAW. Les simulations seront faites via le logiciel COMSOL Multiphysics, par la méthode dite *des éléments finis* (*Finite Element Method* ou *FEM*).

La méthode des éléments finis a pour objectif de résoudre numériquement des équations aux dérivées partielles. On peut donc s'en servir pour l'étude de systèmes qui sont régies par ce type d'équations, comme la propagation d'une onde dans un matériau piézoélectrique par exemple. Pour cela, on transforme les équations aux dérivées partielles en un système d'équations algébriques.

Le logiciel COMSOL Multiphysics est un logiciel de calcul qui permet d'utiliser la méthode des éléments finis. Il permet d'obtenir toutes les informations utiles pour l'étude des structures visées : la fréquence de réponse du dispositif (qui permet de remonter à la vitesse de propagation de l'onde) ; la partie réelle de l'admittance du dispositif, qui donne

accès à son facteur de qualité (important pour une application sans-fil) ; la partie imaginaire de l'admittance, qui autorise le calcul du K^2 ; la polarisation et le déplacement des particules au sein de la structure pendant le passage de l'onde, ce qui confirmera la qualité du confinement dans la structure WLAW. Ces calculs nécessiteront plusieurs informations sur les matériaux utilisés. On aura besoin des constantes élastiques C_{ij} des constantes piézoélectriques e_{ij} , des constantes diélectriques ε_{ij} et de la densité ρ des matériaux. Il sera aussi possible d'estimer le TCF des structures si on ajoute au modèle les coefficients d'expansion thermique $\alpha_{ij}(T)$, et les constantes élastiques en température du premier ordre $C_{ij}(T)$.

Les travaux de simulation sont très laborieux, et nécessitent une excellente compréhension du modèle utilisé. Une bonne compréhension du modèle nécessitant du temps, et des compétences théoriques avancées, les travaux de simulations ont été menés en collaboration avec le Dr. Mohammed Moutaouekkil, contractuel ATER pendant la période de cette thèse.

Références bibliographiques

- 1 S. Sivaram; *Chemical Vapor Deposition Thermal and Plasma Deposition of Electronic Materials*; Springer (1995)
- 2 H. O. Pierson; *Handbook Of Chemical Vapor Deposition*; Elsevier (1999)
- 3 M. Ohring; *Materials Science of Thin Films - Deposition and Structure*; Elsevier India (2013)
- 4 K. Wasa; *Thin Film Materials Technology Sputtering of Compound Materials*; Springer (2004)
- 5 K. Tsubouchi and N. Mikoshiba; *Zero-Temperature-Coefficient SAW Devices on AlN Epitaxial Films*; IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics, 32:5, 634-644 (1985)
- 6 D. M. Mattox; *Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing*; Elsevier (2010)
- 7 R. Eason; *Pulsed laser deposition of thin films: applications-led growth of functional materials*; Wiley Interscience (2007)
- 8 R. F. C. Farrow; *The Technology and Physics of Molecular Beam Epitaxy*; Springer (1985)
- 9 R. F. C. Farrow; *Molecular Beam Epitaxy Applications to Key Materials*; Elsevier (1995)
- 10 M.B. Assouar; Thèse de doctorat; *Etude de dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) à structure multicouche nitrure d'aluminium diamant : croissance de matériaux en couches minces et technologie de réalisation*; Université de Nancy, Nancy, France (2001)
- 11 M. Link; Thèse de doctorat; *Etude et réalisation de résonateurs à ondes acoustiques de volume (FBAR) montés sur miroir acoustique et exploitant le mode de cisaillement dans les couches minces d'oxyde de zinc (ZnO) à axe c incliné : application aux capteurs gravimétriques en milieux liquides*; Université de Nancy, Nancy, France (2006)
- 12 F. Engelmark; Ph. D. Thesis; *AlN and High-K Thin Films for IC and Electroacoustic Applications*; Uppsala University, Uppsala, Suède (2002)
- 13 G. F. Iriarte; Ph. D. Thesis; *AlN Thin Film Electroacoustic Devices*; Uppsala University, Uppsala, Suède (2003)
- 14 J. Legrand; Thèse de doctorat; *Étude de la photoluminescence de films d'AlN dopé erbium (AlN-Er) déposés par PVD magnétron RF*; Université de Lorraine, Nancy, France (2013)

Chapitre 3

Croissance et caractérisation des matériaux choisis pour la structure WLAW

Comme dit précédemment, cette thèse est principalement composée de deux études menées en parallèles, puis de leur réunion. Bien que nos travaux aient été abordés de cette manière, les présenter de façon à respecter le déroulement historique peut apporter une confusion, puisque chaque étude, abordant des thématiques en commun, a eu une influence sur l'autre. Nous avons donc décidé, pour un aspect plus pédagogique, de séparer les résultats obtenus en fonctions des thématiques abordées, c'est-à-dire, des travaux orientés « matériaux », puis « dispositifs ». Ce chapitre traitera des résultats obtenus sur les matériaux étudiés au cours de cette thèse.

Dans un premier temps, on se consacrera à l'étude de croissance du matériau ScAlN sur saphir, que l'on a mentionné dans le premier chapitre, devant servir de couche piézoélectrique guidant l'onde dans la structure WLAW finale. On commencera ce chapitre par un état de l'art du ScAlN. S'en suivra l'étude de la croissance d'AlN sur saphir, pour avoir un point de référence. L'AlN est donc considéré en premier lieu comme ScAlN avec 0% de Sc. Ensuite, on se penchera sur la croissance de la couche protectrice. Dans ce dernier point, on fera au préalable un choix entre l'AlN et l' Al_2O_3 . Le matériau choisi sera ensuite déposé sur des substrats de GaN, dans l'intention de tester son intérêt en tant que couche de protection.

1. Etat de l'art du matériau $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$

On trouve l'origine de tous les travaux réalisés sur le ScAlN en 2009, grâce à un article publié dans la revue *Advanced Materials* par Akiyama *et al.* Cet article intitulé « *Enhancement of Piezoelectric Response in Scandium Aluminium Nitride Alloy Thin Films Prepared by Dual Reactive Cosputtering* »¹, présente une première étude de la croissance du ScAlN. Les auteurs étudient le comportement de la réponse piézoélectrique des films de ScAlN en fonction du taux de scandium présent dans le film, et montrent qu'une substitution des atomes d'aluminium par des atomes de scandium entraîne l'augmentation de la réponse piézoélectrique du film. L'étude est menée sur des films de $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ pour x allant de 0 à 1, c'est-à-dire, du pur AlN au pur ScN (nitride de scandium). Un résultat intéressant est que les propriétés piézoélectriques du ScAlN atteignent un maximum vers $x = 0,43$ (ou 43% de Sc). Les auteurs obtiennent pour cette composition un coefficient d_{33} de $24,6 \text{ pCN}^{-1}$ contre $5,5 \text{ pCN}^{-1}$ pour l'AlN, soit une augmentation de presque 400%. En revanche, la composition suivante montre une chute drastique de la réponse piézoélectrique. Une explication est fournie par les auteurs via une analyse TEM : pour un taux de Sc compris entre 0 et 41%, la structure cristalline du ScAlN est une phase wurtzite (Fig. 3.1), comme l'AlN, ce qui explique la piézoélectricité observée. Ensuite, entre 42% et 45%, une phase cubique de type rock-salt apparaît, et coexiste avec la phase hexagonale. D'après les résultats, cette nouvelle phase n'affecte pas les propriétés piézoélectriques dans les taux de scandium cités. A partir de 46% de scandium, le film cristallise dans une structure complètement cubique non-piézoélectrique. Les taux de Sc au-delà de 45% ne sont donc pas intéressants si on recherche un matériau piézoélectrique.

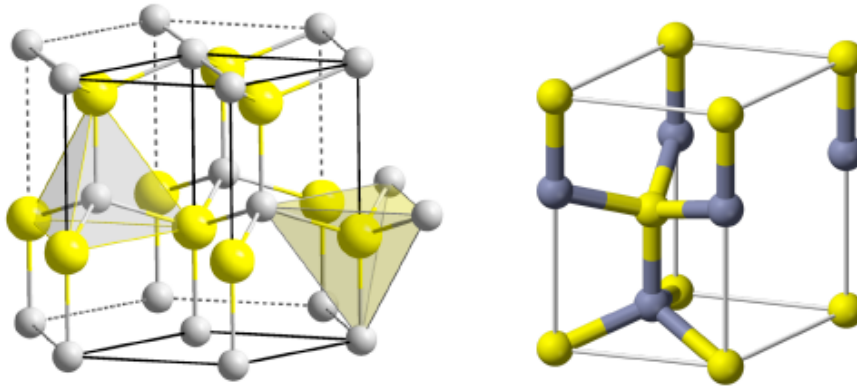


Figure 3.1 : Schéma de la structure wurtzite. A gauche se trouve la maille conventionnelle, et à droite la maille élémentaire.

L'origine de l'amélioration de la piézoélectricité avec le taux de scandium, est liée au comportement de la maille wurtzite de l'AlN, qui est modifiée par la présence de scandium. Au départ, dans l'AlN tous les atomes sont tétravalents, et le ratio des paramètres de maille c/a vaut 1,633¹. D'un autre côté, bien que le ScN cristallise en phase cubique type rock-salt, il existe théoriquement une phase hexagonale métastable du ScN, notée h-ScN. Cette phase a théoriquement été déterminée en 2002 à partir de calculs *ab initio* effectués par Farrer et Bellaïche². Dans cette phase, les atomes sont pentavalents, et le ratio c/a vaut 1,207. Chaque plan (0001) a le même nombre d'atomes de scandium et d'aluminium. Cette phase hexagonale métastable reste cependant centrosymétrique et donc, non-piézoélectrique. Or, en 2003 Ranjan, Bellaïche et Walter³ ont montré par leurs propres calculs, qu'un changement de phase cristalline peut-être opéré par compression de la maille dans le plan (0001). Avec un taux de compression de 3,4% le cristal effectue un changement de groupe d'espace, passant du groupe $P63/mmc$ au groupe $P6_3,mc$. Cette modification vient des atomes d'azote qui se décalent par rapport à leur position initiale. Pour un taux de compression de 3,4%, les liaisons Sc-N perpendiculaires aux plans (0001) deviennent dissymétriques. Si l'atome de scandium est « plus bas » que l'atome d'azote, alors la liaison devient plus courte. Elle est plus longue dans le cas contraire. Dans ce cas, ces déplacements induisent une polarisation électrique spontanée, et le h-ScN devient piézoélectrique. Les auteurs prédisent un coefficient piézoélectrique e_{33} dépassant les

12 Cm^{-2} , soit dix fois plus que l'AlN (1 Cm^{-2}). A ce moment-là, le ratio c/a augmente pour atteindre une valeur sous 1,3. A partir de ce point, l'augmentation du taux de compression entraîne l'affaiblissement de la réponse piézoélectrique. Pour un taux de 6,4%, soit pour un ratio c/a de 1,46, la liaison entre les atomes d'azote et de scandium dans le plan (0001) devient trop longue. La liaison rompt et les atomes de scandium deviennent tétravalents. Le ScN adopte alors la structure wurtzite. La figure 3.2 schématise la structure du ScN, et les modifications de sa morphologie via l'application de compressions.

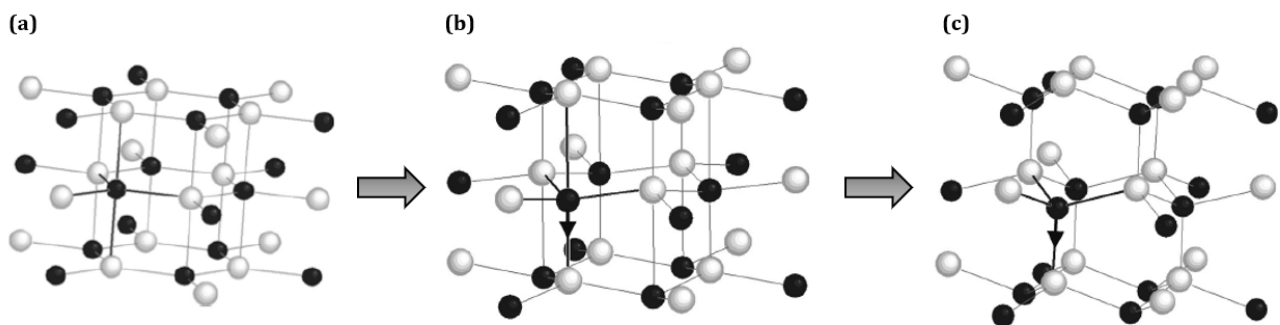


Figure 3.2 : Schéma de la structure cristalline du h-ScN pour un taux de compression de 0% (a), 3,4% (b) et 6,4% (c)³.

On peut voir dans cette étude une similarité avec le $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$. Dans leur article de 2009, Akiyama *et al.* mesurent l'évolution des paramètres c et a en fonction du taux de scandium x . Ils observent la figure suivante :

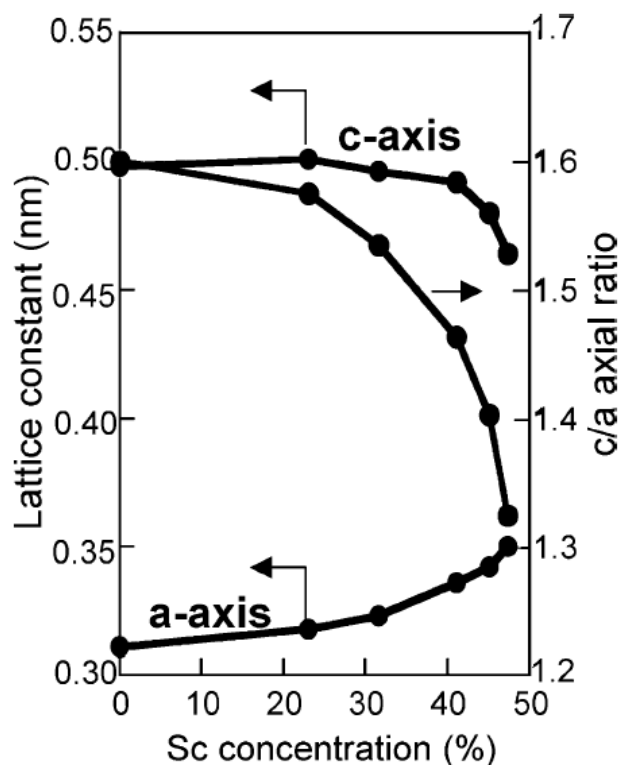


Figure 3.3 : Evolution des paramètres de maille a et c, ainsi que leur ratio, en fonction du taux de scandium du film¹.

L'augmentation du taux de scandium induit une diminution du ratio c/a du film, partant de 1,6 (AlN) jusqu'à 1,32 pour $x = 0,43$. Cette valeur de x correspond au d_{33} maximum mesuré par Akiyama *et al.* Selon les calculs de Ranjan, la réponse piézoélectrique maximale serait atteinte pour $c/a = 1,27$, soit pour un taux de scandium supérieur à 43%. Or, expérimentalement le ScAlN croît en phase cubique non-piézoélectrique pour ce taux.

Les travaux de Ranjan *et al.*, ne portent que sur le ScN et le h-ScN. Ils peuvent néanmoins servir de point de départ pour expliquer l'origine de l'augmentation de la réponse piézoélectrique dans le $Sc_xAl_{1-x}N$. En 2010, Tasnádi *et al.* proposent une explication théorique, explicitée par des calculs⁴ : le caractère tétravalent des atomes d'azote dans l'AlN, et pentavalent dans le h-ScN entraîne dans le $Sc_xAl_{1-x}N$, une « compétition » entre les atomes d'aluminium et de scandium pour la valence des atomes d'azote. Il en résulte un affaiblissement de la résistance des liaisons Al-N et Sc-N contre

les compressions, ou les variations du ratio c/a . Cette perte de résistance se traduit notamment par la diminution du coefficient élastique C_{33} , et donc l'augmentation du coefficient piézoélectrique e_{33} :

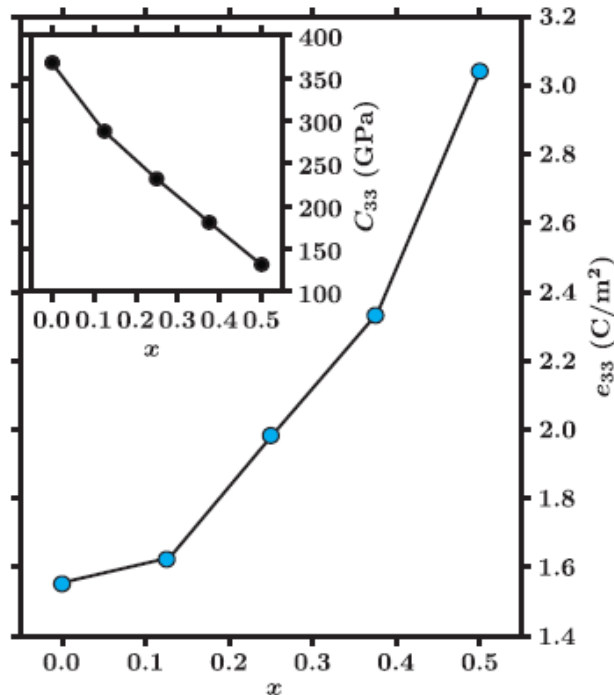


Figure 3.4 : Comportement du coefficient élastique C_{33} (encadré en haut à gauche) et du coefficient piézoélectrique e_{33} en fonction du taux de scandium⁴.

Plus le taux de scandium augmente plus la compétition devient importante, et pour $x = 0,50$, on obtient la modification de la structure du $Sc_xAl_{1-x}N$, que Akiyama *et al.* observent expérimentalement pour $x = 0,43$ (il est tout de même prédit dans l'article que la composition $Sc_{0,5}Al_{0,5}N$ est probablement non-synthétisable expérimentalement). Il est à noter que le calcul du d_{33} via le e_{33} fourni par Tasnadi *et al.* converge avec l'augmentation de 400% mesurée par Akiyama *et al.*

L'augmentation des constantes piézoélectriques se traduit dans les dispositifs SAW par l'accroissement du coefficient de couplage électromécanique K^2 . Ce phénomène a déjà été reporté par plusieurs équipes à travers le monde, et explique la multiplication des applications SAW pour le $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$. Prenons par exemple, les recherches menées sur le $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ par une collaboration de chercheurs venants de plusieurs établissements japonais. Une première application concerne les capteurs FBAR⁵. Dans cet article de 2010, les auteurs fournissent des résultats sur des échantillons de $\text{Sc}_{0.43}\text{Al}_{0.57}\text{N}$ déposés expérimentalement sur des substrats de verre. Ils fabriquent deux types de dispositifs : le premier type montre un axe c du ScAlN incliné de 33° par rapport à la normale de la surface du substrat, et un second type où ce même axe est cette fois parallèle à la normale. Sur les films avec l'axe c incliné, les auteurs obtiennent un k_{15}^2 d'environ 10%, tandis que les films avec l'axe c normal à la surface du substrat montrent un k_{33}^2 de 15%, contre 5% et 9% respectivement pour l'AlN. Ces structures $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}/\text{Verre}$ seront par ailleurs reprises plus tard pour d'autres applications. Premièrement pour une fabrication de transducteurs à ultrasons à basse fréquence^{6,7}, où les auteurs obtiennent un k_t^2 de 19% avec 43% de scandium, ce qui est du même ordre que le k_t^2 des PZT (k_t^2 de 16%). Ces transducteurs sont étudiés dans ces travaux pour une application d'imagerie photoacoustique. Dans un second temps, cette même structure $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}/\text{Verre}$ est adaptée pour une application filtres résonateurs HBAR (*High-overtone Bulk Acoustic Resonator*) à large bande⁸. Dans cet article, des résonateurs basés sur une structure $\text{Sc}_{0.41}\text{Al}_{0.59}\text{N}/\text{Verre}$ permet aux auteurs d'obtenir un k_t^2 de 12%, là où l'AlN ne permet d'obtenir que 6,4%. Cette combinaison de matériau permet aussi la fabrication de dispositifs de type FBAR, pour une application de collecte d'énergie⁹. Ici du $\text{Sc}_{0.43}\text{Al}_{0.57}\text{N}$ est déposé en multicouches (au total de 12) ayant une polarisation alternée. Pour cela, les auteurs alternent des couches de $\text{Sc}_{0.43}\text{Al}_{0.57}\text{N}$ présentant tour à tour, une inclinaison de l'axe c de $+45^\circ$ puis de -45° par rapport à la normale du substrat. Cette structure en « zig-zag » permettrait aux auteurs d'obtenir théoriquement un k_{15}^2 proche de 27%. Cette collaboration japonaise a aussi pour but de fabriquer des dispositifs à base de $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$

déposés sur des substrats rapides, pour obtenir des modes SAW présentant des vitesses de propagation élevées. Ainsi en 2012, le dépôt de $\text{Sc}_{0.43}\text{Al}_{0.57}\text{N}$ sur des substrats de 6H-SiC orientés (0001) permet l'observation de modes présentant des vitesses de propagation proches de $6500 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, avec un K^2 de 3,82%¹⁰. La fréquence atteinte est de 1,6 GHz. S'en suivent deux études comparatives^{11, 12}, où les auteurs étudient la même combinaison, en plus d'une structure à base de $\text{Sc}_{0.43}\text{Al}_{0.57}\text{N}$ /Diamant. On trouve dans ces deux articles la présence de modes SAW à vitesses élevées, de l'ordre de $7000 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, et des K^2 aux alentours de 3,8%.

La structure bicouche $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ /Diamant, a par ailleurs aussi été étudiée pour une autre raison. La diminution des constantes élastiques dans le ScAlN par rapport à celles de l'AlN suivant le taux de scandium⁸, rend possible la réalisation de structures lent/rapide. Cela permet la génération de modes d'ordre supérieur au mode de Rayleigh, qui peuvent présenter des couplages K^2 plus importants. L'existence de ce mode est par ailleurs déjà confirmée dans une structure à base de $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ /6H-SiC¹². Des simulations ont été opérées sur la structure ScAlN/Diamant, pour montrer l'existence théorique du mode de Sezawa dans la structure^{13, 14}. Aucune mesure expérimentale n'est fournie dans ces deux articles, mais les auteurs avancent l'hypothèse d'un K^2 de 14,5% pour le mode Rayleigh, et de 10% pour le mode Sezawa. La génération du mode de Sezawa a cependant aussi été confirmée dans une structure $\text{Sc}_{0.44}\text{Al}_{0.56}\text{N}$ /Saphir¹⁵. Le K^2 n'est pas renseigné dans cet article. D'autres équipes ont observé une augmentation du coefficient K^2 avec le taux de scandium^{16, 17}.

Cette amélioration du K^2 est la principale raison pour l'intérêt que nous lui avons porté pendant nos travaux. La gamme de K^2 trouvée dans la littérature devrait nous permettre une utilisation sans-fil à haute-température. Si on ajoute à cela les autres caractéristiques du $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ annoncées dans le premier chapitre de cette thèse, comme la diminution de sa vitesse de propagation en fonction du taux de scandium, alors on obtient un excellent candidat pour une application WLAW sans-fil.

La littérature sur le $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ n'est pas exclusivement focalisée sur son intérêt en regard des applications visées, ou sur le comportement de ses propriétés. On y trouve aussi des informations sur la croissance du $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$. Bien qu'un groupe de chercheurs ait démontré la possibilité d'épitaxier le $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ par MBE^{18, 19}, la quasi-intégralité des croissances sont effectuées par pulvérisation cathodique réactive magnétron. Les études consacrées aux microstructures de films obtenus en fonction des paramètres de dépôt sont peu nombreuses, mais elles couvrent tout de même tous les paramètres de pulvérisation, et sont donc suffisantes pour brosser un premier portrait.

Le premier paramètre à avoir été étudié est la température dans une publication de 2009²⁰, qui fait suite à la première publication sortie sur le $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ ¹. Dans cette dernière, les auteurs constatent l'augmentation du coefficient d_{33} en fonction du taux de scandium. Outre la diminution de ce coefficient après 45%, ils observent une chute du d_{33} entre 30 et 40% de scandium. La seconde publication explique la raison de ce problème. Selon les auteurs, cette chute du d_{33} vient d'une dégradation de la microstructure des films, dégradation qui vient d'une trop grande température de dépôt (580°C). Une diminution de la température des substrats à 400°C permet une amélioration de la microstructure entre 30 et 40% de scandium, ce qui retire la chute de d_{33} observée à 580°C. L'équipe effectue par ailleurs une étude de la croissance de films de $\text{Sc}_{0.36}\text{Al}_{0.64}\text{N}$ en fonction la température de dépôt. Les auteurs observent une amélioration de la microstructure via des rocking-curves plus étroites entre la température ambiante et 400°C, puis une détérioration au-delà de ce point. Cette détérioration est corrélée à la chute du coefficient d_{33} . La figure 3.5 regroupe les graphes de cette publication, de manière à rendre les données plus visuelles.

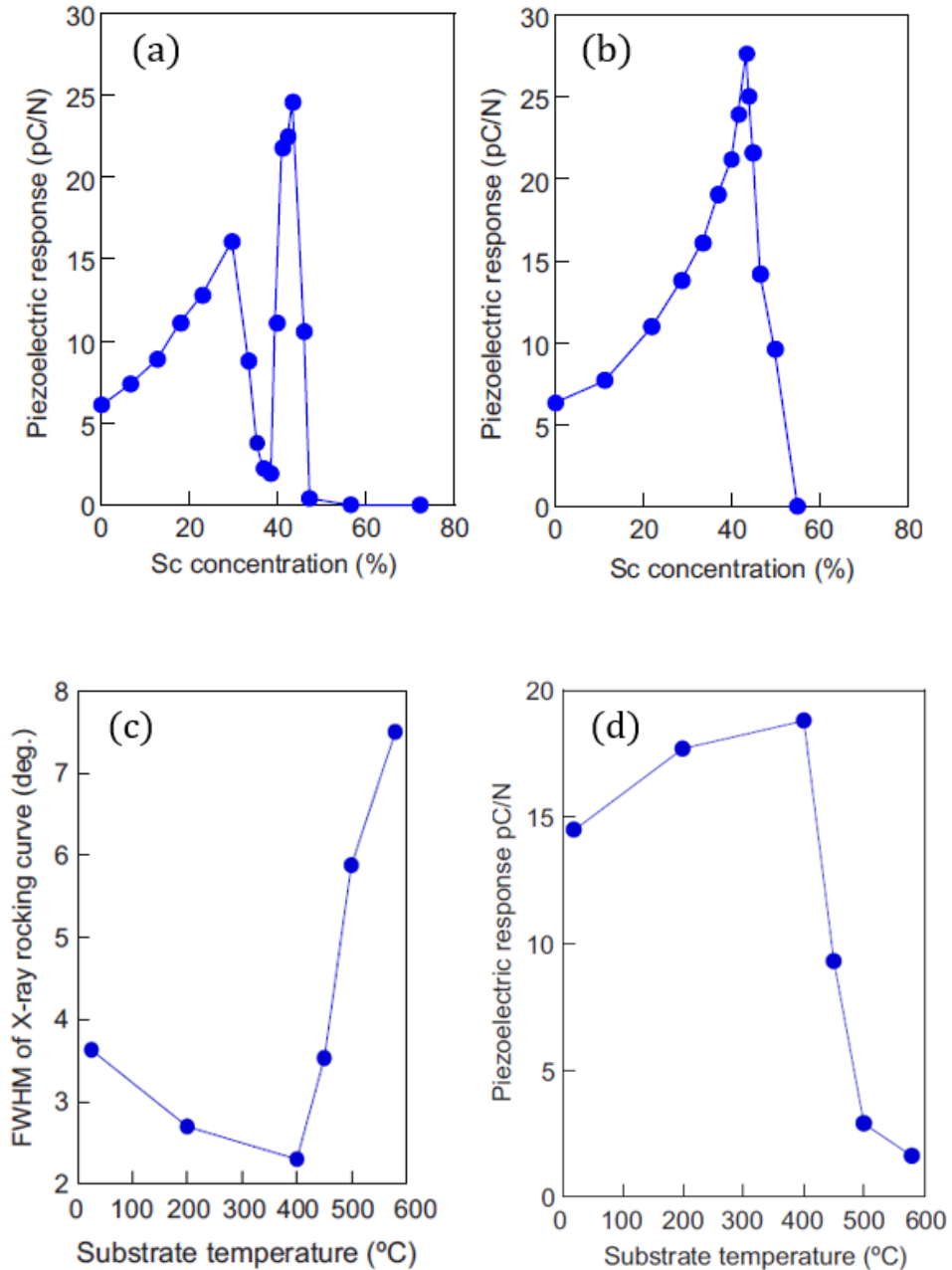


Figure 3.5 : les figures (a) et (b) montrent le d_{33} des films de $Sc_xAl_{1-x}N$ en fonction du taux de scandium, pour des températures de substrat respectivement de 580°C et 400°C. La figure (c) montre la rocking-curve des films de $Sc_{0.36}Al_{0.64}N$, en fonction de la température de dépôt, entre la température ambiante et 600°C. La figure (d) quant à elle, montre la réponse piézoélectrique des films suivant le même paramètre. On voit bien les corrélations entre température de substrat, microstructure des films, et propriétés piézoélectriques²⁰.

Yang *et al.* montrent, eux aussi, l'influence de la température du substrat sur la microstructure des films de $\text{Sc}_{0.1}\text{Al}_{0.9}\text{N}$ déposés sur Si(100)²¹. Les auteurs étudient la texture obtenue en faisant varier la température de dépôt, de la température ambiante jusqu'à 650°C. Leurs résultats vont dans le sens de ceux de l'équipe précédente. Ils montrent une forte dépendance de la microstructure des films de $\text{Sc}_{0.1}\text{Al}_{0.9}\text{N}$ à la température de dépôt. Dans leur cas, le film le mieux cristallisé est obtenu en chauffant les substrats de Si(100) à 600°C, obtenant une rocking-curve de 4°. La rugosité de surface (RMS) est aussi minimisée pour cette température, atteignant 2,4 nm. Quant à eux, Zukauskaite *et al.*²² montrent des diagrammes θ - 2θ pour des températures de dépôt de 400°C, 600°C et 800°C, pour trois compositions de $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ (0%, 20% et 30%). On peut voir via l'intensité des pics θ - 2θ une dégradation de la microstructure des films, venant de la présence de scandium dans le film, et de l'augmentation de la température de dépôt. Ce comportement est différent de ce celui de l'AlN, qui reste insensible au passage de 400°C à 600°C, et qui montre une légère dégradation de la microstructure pour 800°C.

Un groupe de chercheurs d'un laboratoire chinois de Chengdu a mené des recherches sur l'influence de la majorité des paramètres de dépôt sur la microstructure de films de $\text{Sc}_{0.06}\text{Al}_{0.94}\text{N}$. Ils démarrent par une étude sur les ratios des gaz utilisés pour former le plasma. Cette étude est rapportée tout d'abord dans deux publications^{23, 24}, où le taux d'azote utilisé varie de 30 jusqu'à 34% du gaz. Leurs travaux les plus aboutis en ce qui concerne le sujet du gaz utilisé, montrent un minimum de la rocking-curve proche de 2,8° (Fig. 3.6).

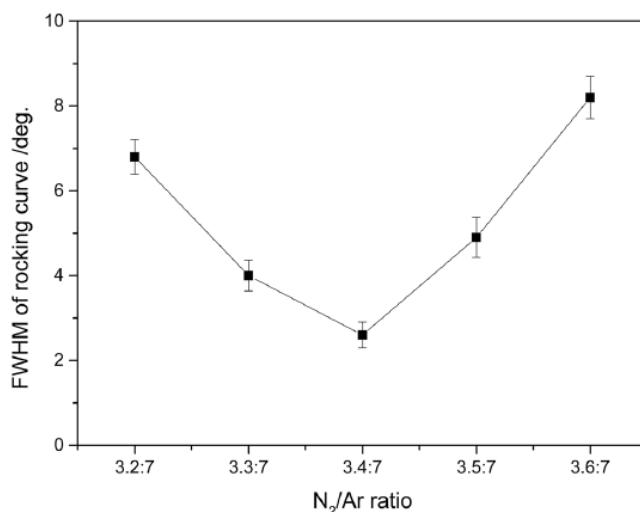


Figure 3.6 : Comportement de la rocking-curve des films de $\text{Sc}_{0.06}\text{Al}_{0.94}\text{N}$, en fonction du taux d'azote utilisé²⁴.

L'amélioration de la microstructure suivant le taux d'azote utilisé est confirmé par l'intensité du pic θ - 2θ du $\text{Sc}_{0.06}\text{Al}_{0.94}\text{N}$ (002), qui atteint un maximum pour le même ratio de N_2 où la rocking-curve est minimale. La rugosité de surface est aussi influencée par ce ratio de gaz. Les auteurs observent une diminution de la RMS en partant de 30% d'azote, puis en augmentant ce taux. Une sorte de « plateau » à 3-4 nm est obtenu entre 32 et 33% d'azote.

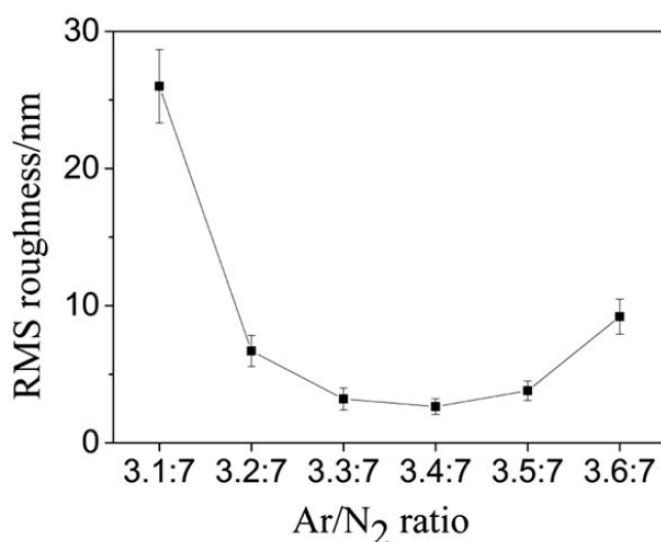


Figure 3.7 : Comportement de la RMS des films de $\text{Sc}_{0.06}\text{Al}_{0.94}\text{N}$, en fonction du taux d'azote utilisé²⁴.

On trouve de plus dans la publication des chinois, cette même étude de la microstructure, mais cette fois, en faisant varier la pression des gaz injectés dans la chambre. De la même façon que pour le taux d'azote présent dans le gaz, les auteurs fournissent le comportement du pic θ - 2θ (002), et de la rocking-curve de films de $\text{Sc}_{0.06}\text{Al}_{0.94}\text{N}$, en faisant varier la pression entre 0,3 et 0,7 Pa (soit entre environ 2.10^{-3} et 5.10^{-3} Torr)²⁴, pour la composition de gaz optimale (environ 32,5% de N_2). Ils s'intéressent aussi à la RMS des films en fonction du même paramètre. Les auteurs observent un optimum pour la microstructure des films pour une pression de 0,5 Pa, ou $3,7.10^{-3}$ Torr (Fig. 3.8). Cette valeur est bien évidemment à relativiser avec la distance entre la cible et le substrat. Malheureusement, cette donnée n'est pas fournie dans l'article. Que ce soit pour le taux d'azote utilisé, ou pour la pression des gaz injectés, les auteurs constatent que chaque minimum de rocking-curve rencontré, correspond à un maximum de la réponse piézoélectrique (Fig. 3.9).

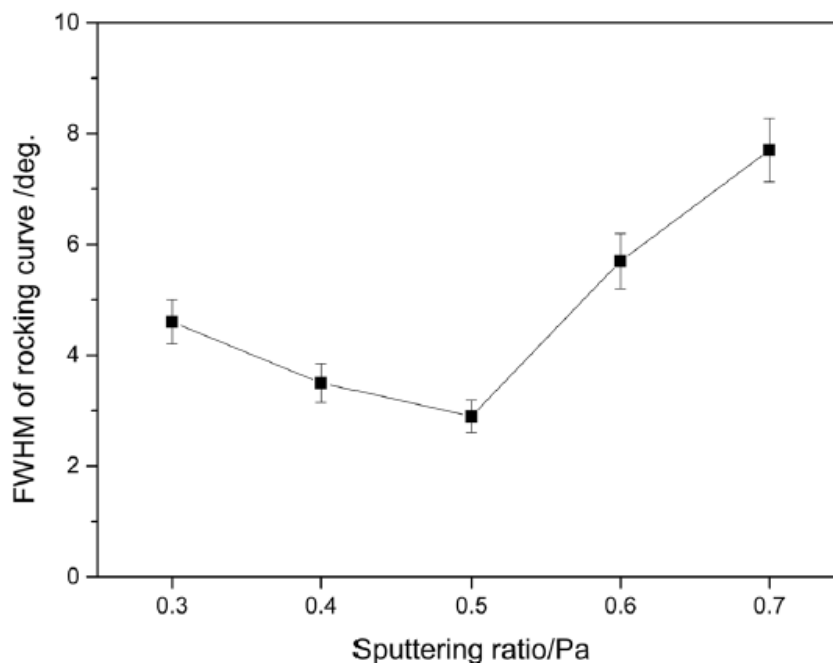


Figure 3.8 : Comportement de la rocking-curve des films de $\text{Sc}_{0.06}\text{Al}_{0.94}\text{N}$, en fonction de la pression des gaz injectés dans la chambre²⁴.

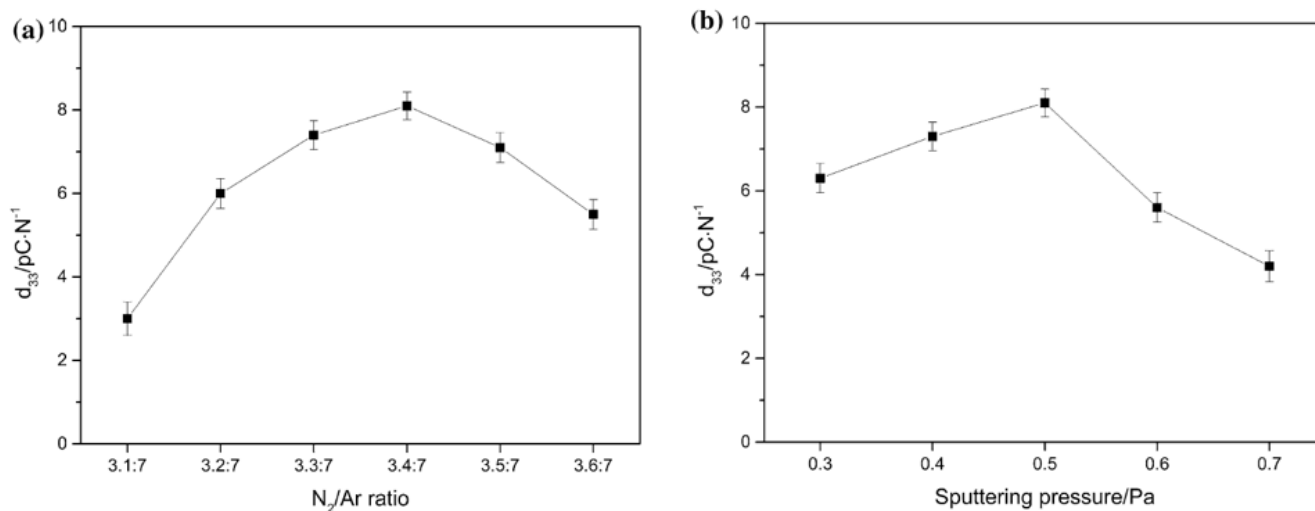


Figure 3.9 : Comportement du coefficient d_{33} des films de $\text{Sc}_{0.06}\text{Al}_{0.94}\text{N}$, en fonction du taux d'azote utilisé (a) et de la pression des gaz injectés dans la chambre (b)²⁴.

Une étude a par ailleurs été menée en parallèle par la même équipe, portant sur l'influence de la puissance injectée dans le plasma²⁵. Les auteurs suivent dans cet article le même schéma que pour les publications précédemment citées. Autrement dit, ces derniers font croître plusieurs films de $\text{Sc}_{0.06}\text{Al}_{0.94}\text{N}$ en faisant varier la puissance électrique (de 90 à 140 W), en mode DC. Ils caractérisent ensuite les films et montrent notamment les résultats θ - 2θ , rocking-curve, de RMS, et de d_{33} obtenus, en fonction des puissances utilisées. Yang *et al.* obtiennent un optimum de la microstructure pour une puissance de 130 W, montrant une rocking-curve de 3° , une RMS de 2,5 nm, et un d_{33} de 9 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$. Ces résultats sont reportés sur l'ensemble de figures 3.10.

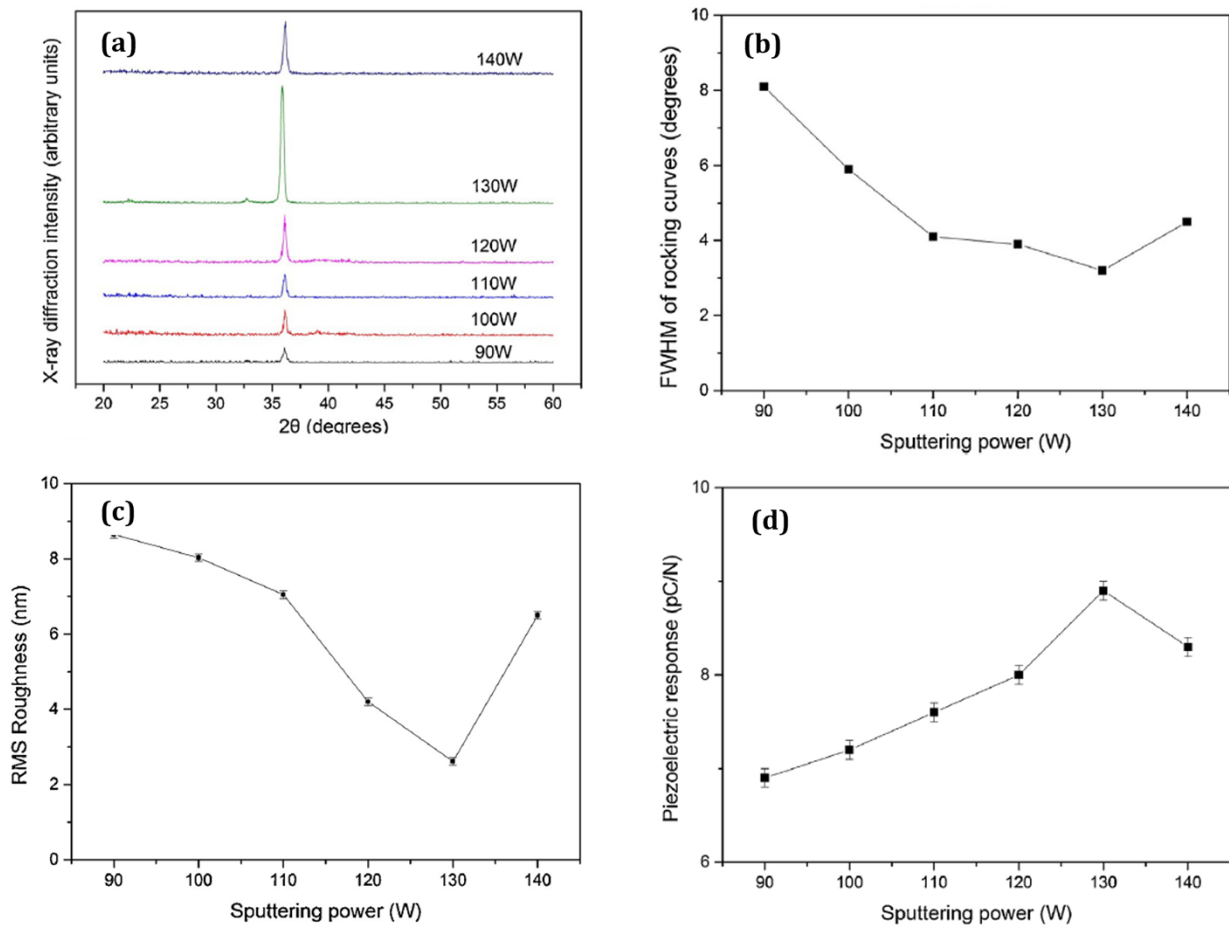


Figure 3.10 : Résultats des mesures θ - 2θ (a), de rocking-curve (b), de RMS (c), et de d_{33} (d) des films de $\text{Sc}_{0.06}\text{Al}_{0.94}\text{N}$, en fonction de la puissance DC injectée dans le plasma²⁵.

Des travaux similaires ont été menés en 2018 par Pérez-Campos *et al.*²⁶. Cette équipe dépose des films de $\text{Sc}_{0.4}\text{Al}_{0.6}\text{N}$ sur des substrats de Si(100) en faisant varier la pression des gaz, et la puissance DC injectée, respectivement entre 0,26 et 1,06 Pa, et entre 300 et 900W. Les rocking-curves mesurées par les auteurs sont affichées sur la figure 3.11.

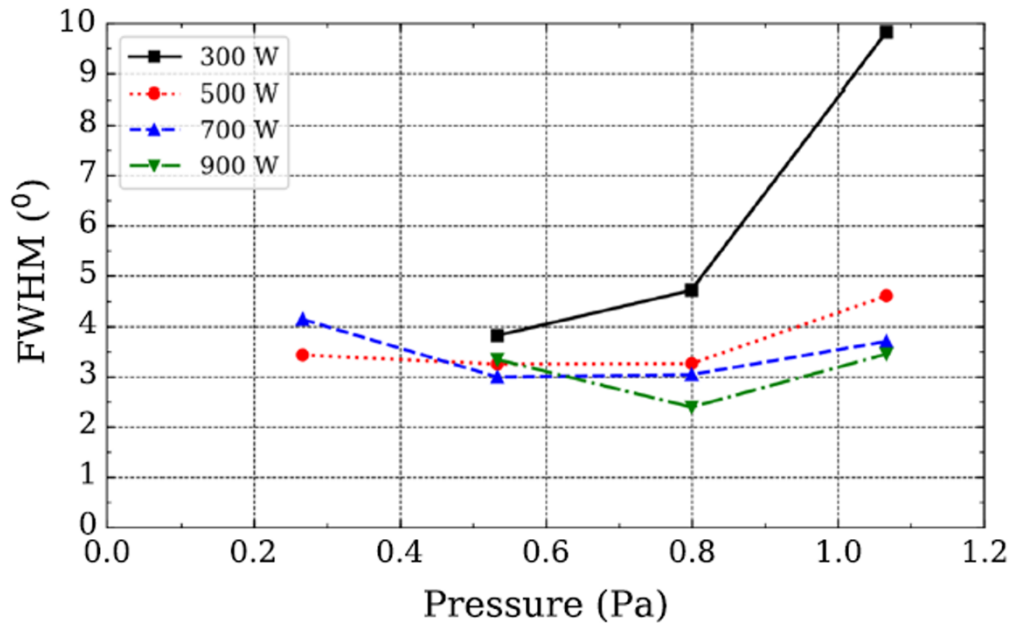


Figure 3.11 : Résultat des mesures rocking-curve sur les films de $\text{Sc}_{0.4}\text{Al}_{0.6}\text{N}$ en fonction de la pression de la chambre, et de la puissance injectée²⁶.

On peut observer sur la figure 3.11 que la puissance DC permettant d'obtenir la rocking-curve la plus fine, est la puissance la plus élevée, soit 900 W (courbe verte). Cependant, la différence entre 500, 700 et 900 W pour une pression donnée est relativement faible. Cette différence est beaucoup plus prononcée avec la courbe obtenue pour 300 W (en noir), qui donne les plus mauvaises microstructures (surtout au-delà d'une pression de 0,6 Pa). Si on considère la courbe des 900 W, on peut affirmer un léger avantage pour la pression 0,8 Pa (6.10^{-3} Torr), obtenant une rocking-curve minimale un peu en-dessous de 2,5°. Pour des puissances intermédiaires, on observe un plateau en pression entre 0,5 et 0,8 Pa, où les rocking-curves obtenues sont proches (environ 3°).

Les informations trouvées dans la littérature montrent que la microstructure du $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ est influencée par tous les paramètres de dépôt accessibles, et que les propriétés piézoélectriques du $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ découlent de la qualité de sa microstructure. Cependant dans ces publications, les informations sur les paramètres utilisés lors des dépôts ne sont pas complètes, et il est difficile, rien qu'avec ces articles, de discerner une tendance sur les valeurs optimales pour une bonne microstructure des films de $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$. Une quantité de

données plus importante peut être plus utile. Le tableau suivant regroupe une liste non-exhaustive des jeux de paramètres de dépôts trouvés dans la littérature :

% Sc	Substrat	Température (°C)	% N ₂	Pression (mTorr)	Puissance (W)	Distance cible-substrat (mm)	Réf
36	Si(100)	400-580	40	1,8	200	X	20
X	Verre	200	33	3,6	150	20	27
10-30	Saphir	400	X	2,5	X	X	28
42	Si(100)	200-300-400	30-40-50	2,2-3,7-5,2	300-400-500	X	29
0--72	Saphir	800	100	3,4	250	X	30
0--15	Mo/AlN	500	50	2,8	X	X	31
6	Si(100)	X	X	2-5	X	X	23
6	Si(100)	X	X	X	90--140	X	25
43	Si(100)	200	33	3,7	250	50	32
6	Saphir	650	30--34	2--5	130	X	24
32-43	Si(100)	200	33	3,7	250	50	33
6	Si(100)	RT*--650	32	3,4	145	X	21
32-43	Si(100)	200	33	3,7	250	50	34
X	Si(100)	600	32	3,4	X	X	35
X	Si(100)	600	30--60	3-6	130	X	36
24	Si(100)	RT*	25	1,9--7,9	300--900	45	26

*Température ambiante

Tableau 3.1 : Liste non-exhaustive des paramètres de dépôt de Sc_xAl_{1-x}N fournis dans la littérature.

On peut voir d'après le tableau 3.1 que les ratios de gaz, et les pressions utilisées sont proches d'une étude à l'autre. On note une préférence vers un taux d'azote entre 30 et 40% (bien que certains préfèrent mettre uniquement de l'azote³⁰), et des pressions de

l'ordre de $3,7 \cdot 10^{-3}$ Torr. Pour la température et la puissance, les informations sont plus disparates. Les températures de substrat observées dans la littérature vont de la température ambiante jusqu'à 800°C , et aucune tendance n'a l'air de se dégager. De la même manière, les puissances injectées varient de 130 à 250 pour le mode RF. Les valeurs plus importantes (Au-delà de 500 W) sont caractéristiques d'un mode DC). La distance entre la cible et le substrat est rarement mentionnée, mais tourne généralement autour de 50 mm.

2. Protocole mis en place

La littérature apporte une quantité non négligeable d'informations sur le $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$. On y trouve par ailleurs régulièrement l'évolution de la réponse piézoélectrique, et du coefficient K^2 des films, en fonction du taux de scandium, les maxima enregistrés se situant autour de 43% de Sc. Cependant la stabilité du $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$, et celle de ses propriétés piézoélectriques ne font pas partie des données présentes dans la littérature. Ainsi, nous ne pouvons pas déterminer quelle composition est la plus intéressante au regard de notre application. Il faut donc la déterminer nous-mêmes expérimentalement.

J'ai personnellement eu l'occasion de travailler sur ce sujet lors d'un stage de Master 2, intitulé « *Films Minces d'AlScN : Dépôts par pulvérisation, caractérisations, intégration à des dispositifs SAW* », effectué au sein des laboratoires LMOPS et IJL en 2015, et encadré par les Dr. Thierry Aubert et Ouarda Legrani, avec l'aide du Dr. Philippe Pigeat. Lors de ce stage, nous avons tenté directement d'effectuer des dépôts de $\text{Sc}_{0,36}\text{Al}_{0,64}\text{N}$ sur substrats de saphir. L'objectif était de déterminer rapidement si une forte teneur en scandium pouvait être nocive quant à la température maximale d'utilisation (à cause du phénomène de diminution du bandgap avec l'augmentation du taux de scandium, expliqué à la fin du premier chapitre). Cette information peut être obtenue en effectuant une mesure SAW *in-situ* en température, afin de voir quand le signal se dégrade. Pour cela, nous avons besoin d'un film qui montre une bonne réponse

piézoélectrique, ce qui implique la nécessité d'une bonne microstructure pour le film de $\text{Sc}_{0.36}\text{Al}_{0.64}\text{N}$.

La conclusion du stage était encourageante, mais ne permettait pas de répondre à notre objectif. Nous avons réussi à obtenir la composition souhaitée (nous expliquerons comment plus tard), mais l'optimisation de la microstructure du $\text{Sc}_{0.36}\text{Al}_{0.64}\text{N}$ avait échoué :

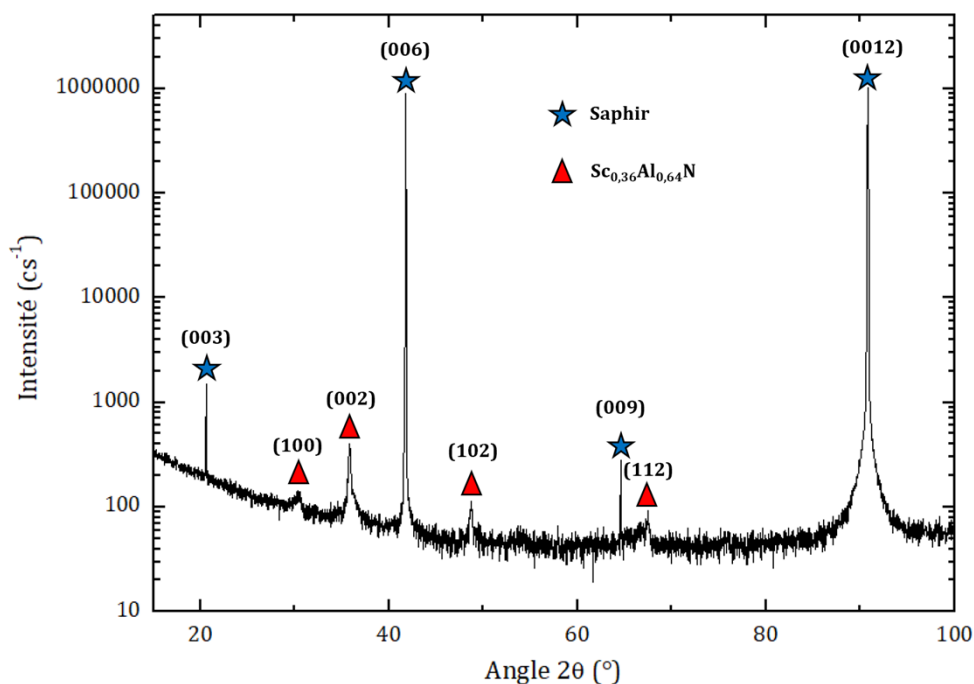


Figure 3.12 : Mesure θ - 2θ sur un film de $\text{Sc}_{0.36}\text{Al}_{0.64}\text{N}$ /Saphir.

Les films produits lors de ce stage montrent globalement le même comportement. On observe plusieurs pics qui semblent correspondre aux orientations de l'AlN (ce qui semble logique puisque la structure de l'AlN est conservée), ce qui indique une microstructure trop mauvaise pour utiliser le film comme base pour un dispositif SAW. Notre conclusion est qu'il était trop présomptueux de chercher directement à faire une bonne croissance de $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$, avec un taux de scandium si élevé.

Nous avons donc décidé au départ de cette thèse, de commencer par effectuer une bonne croissance d'AlN (qui est ici pris comme $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ avec 0% de Sc). L'optimisation de la microstructure de l'AlN nous donnera un ensemble de paramètres de dépôt, qui

servira de point de référence pour la croissance de $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$. Partant de cela, il est légitime de penser qu'il peut y avoir une trop grosse différence entre l'AlN et le $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ avec beaucoup de Sc, pour pouvoir directement sauter de l'un à l'autre. Nous avons donc opté pour une augmentation progressive du taux de scandium dans les films, chaque nouveau « pas » utilisant le jeu de paramètres de dépôt déterminé pour le pas précédent.

Le bâti de pulvérisation utilisé n'étant pourvu que d'un seul magnétron, on ne peut donc utiliser qu'une seule cible. Dans la littérature, de nombreuses équipes utilisent une cible d'alliage ScAl dont la composition est proche de celle visée pour les films. Cependant, dans le cas, qui est le nôtre, où plusieurs compositions de $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ vont être étudiées, il faudrait avoir une première idée des ratios Sc/Al visés (ce qui n'est pas notre cas), et acheter plusieurs cibles (très coûteux !). Lors du stage évoqué plus tôt, nous avons opté pour un montage très simple : une cible d'Al pure à 99,99% dans laquelle on avait creusé un certain nombre de trous, était placée sur une cible de Sc pure à 99,99% (Fig. 3.13). Le nombre et le diamètre des trous de la cible d'Al était prévu pour cibler une première composition de $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$. La cible d'Al était plaquée sur la cible de Sc par un anneau externe relié au magnétron par des vis. Malheureusement, le plaquage n'était efficace qu'au niveau de l'anneau (donc sur la zone externe de la cible), et le contact thermique au centre entre les deux cibles était mauvais. Il en a résulté une fonte de la cible d'Al (celle de Sc étant en contact direct avec le magnétron refroidi par le circuit d'eau, n'a pas eu ce problème) !

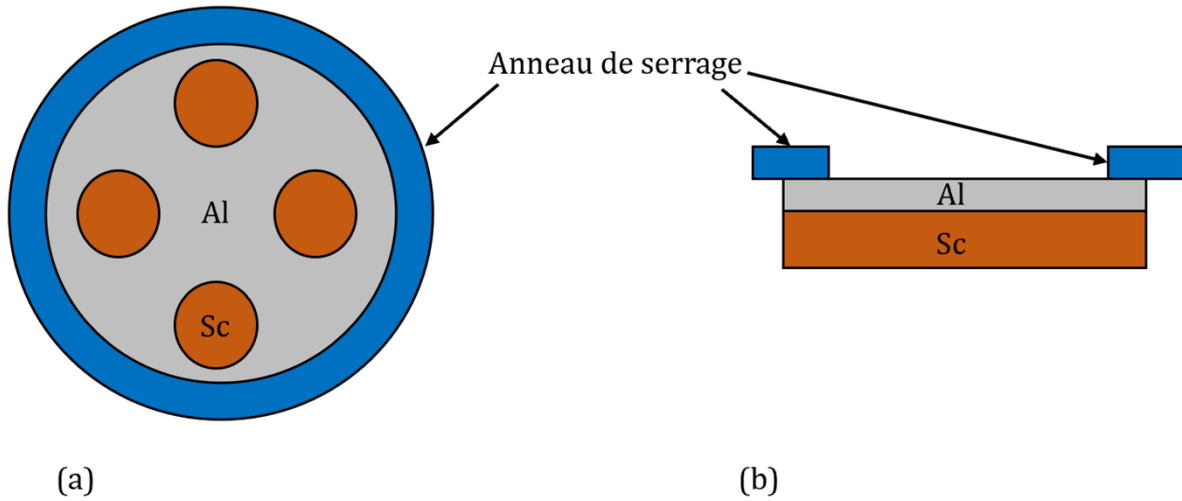


Figure 3.13 : Schéma du premier type de cible composite employé lors du stage de M2 (a) vu de dessus et (b) vu de côté.

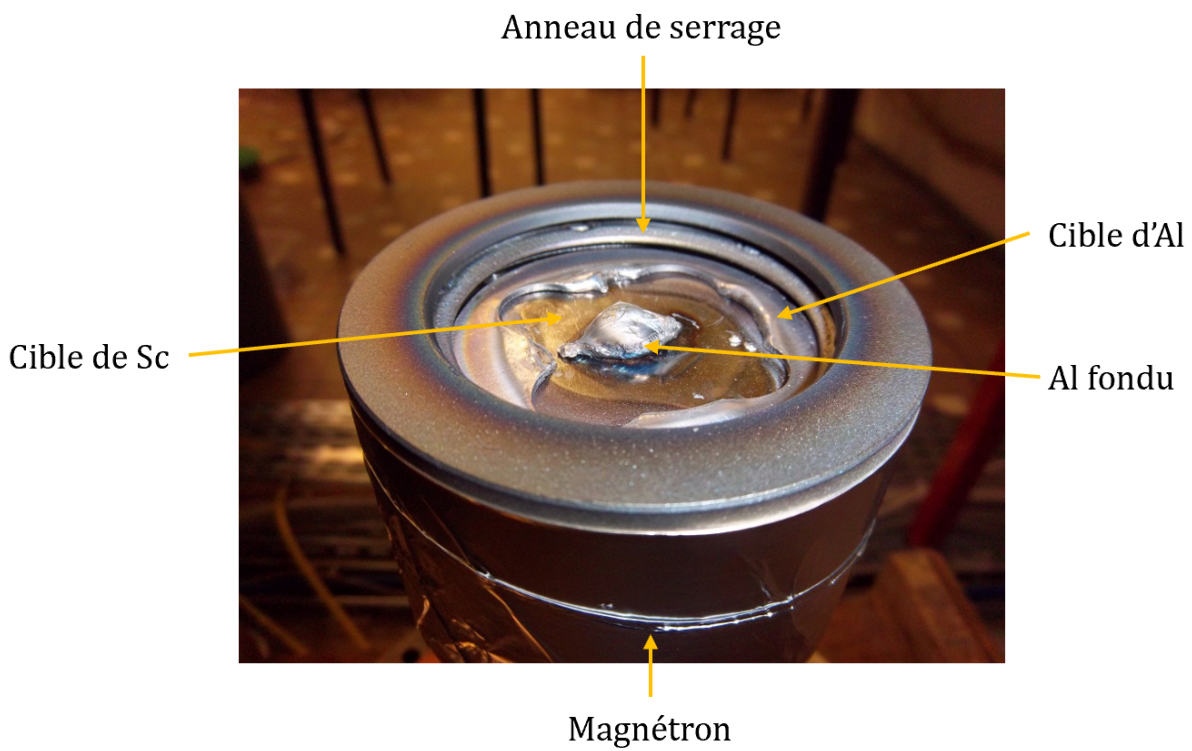


Figure 3.14 : Photographie de la cible après une première tentative de dépôt. On voit au centre un ilot d'aluminium fondu.

Le problème étant le contact thermique au centre de la cible, nous avons modifié le montage pour la thèse, de telle sorte que le refroidissement soit optimal pour l'intégralité de la cible. Le système utilisé est le suivant : une cible d'Al et une cible de Sc sont usinés en « camemberts », et disposés sur une cible d'Al amincie (2 mm d'épaisseur, contre 4 mm pour les autres). Le serrage est assuré par l'anneau externe, et par une vis en duralumin (95% Al, 4% Cu, 0,5% Mg, 0,5% Mn) placée au centre du montage :

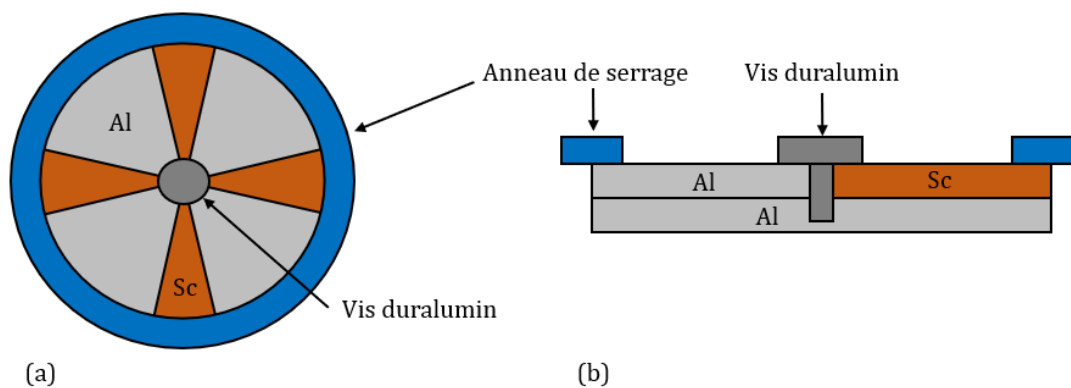


Figure 3.15 : Schéma du premier type de cible composite employé lors de la thèse (a) vu de dessus et (b) vu de côté.

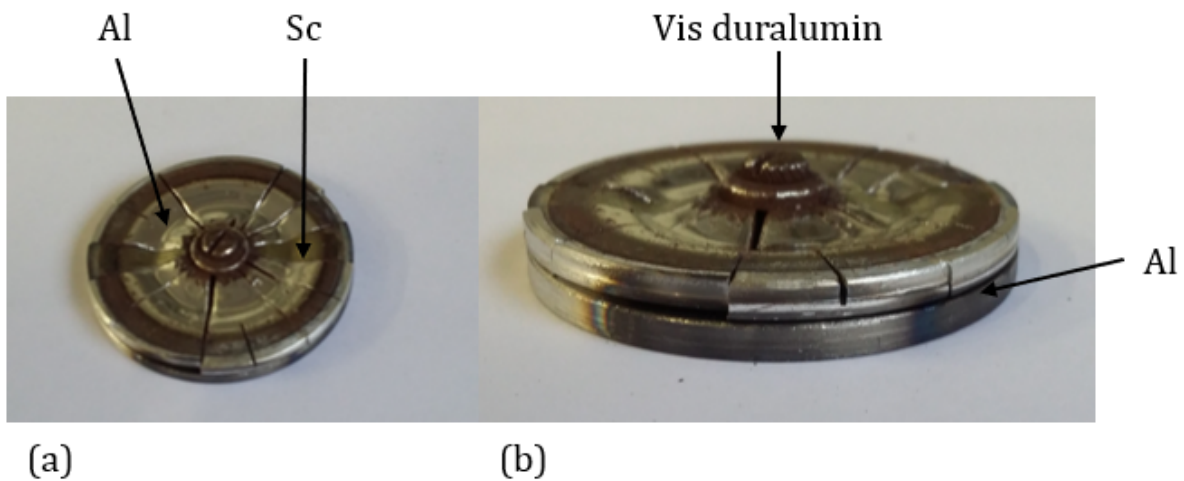


Figure 3.16 : Photographie de la cible composite employée lors de la thèse (a) vu de dessus et (b) vu de côté.

Lors de nos travaux, tous les paramètres de dépôt accessibles ont été envisagés, excepté la distance entre la cible et le substrat, qui a été fixée à 50 mm. Aucun problème n'a été rencontré, excepté pour la mesure de la température. En effet, la température est mesurée par un thermocouple de type K, dont les soudures sont situées à plusieurs millimètres de l'échantillon. La température lue, et la température réelle sont donc différentes. Nous avons donc réalisé un étalonnage du thermocouple via un pyromètre (Fig. 3.17). Le montage est le suivant : le pyromètre est placé face au hublot complètement transparent de la machine, et vise deux échantillons. Le premier est en graphite dépoli d'émissivité thermique ε de 0,98, qui permet de mesurer la température réelle. Le second est un morceau d'aluminium pur, dont on connaît la température de fusion (660°C) et qui servira de point de référence. L'idée est de comparer la température lue sur le pyromètre, et celle lue sur le thermocouple. Le point de référence donné par l'aluminium nous indique le bon fonctionnement de l'étude. La courbe obtenue fait l'objet de la figure 3.18.

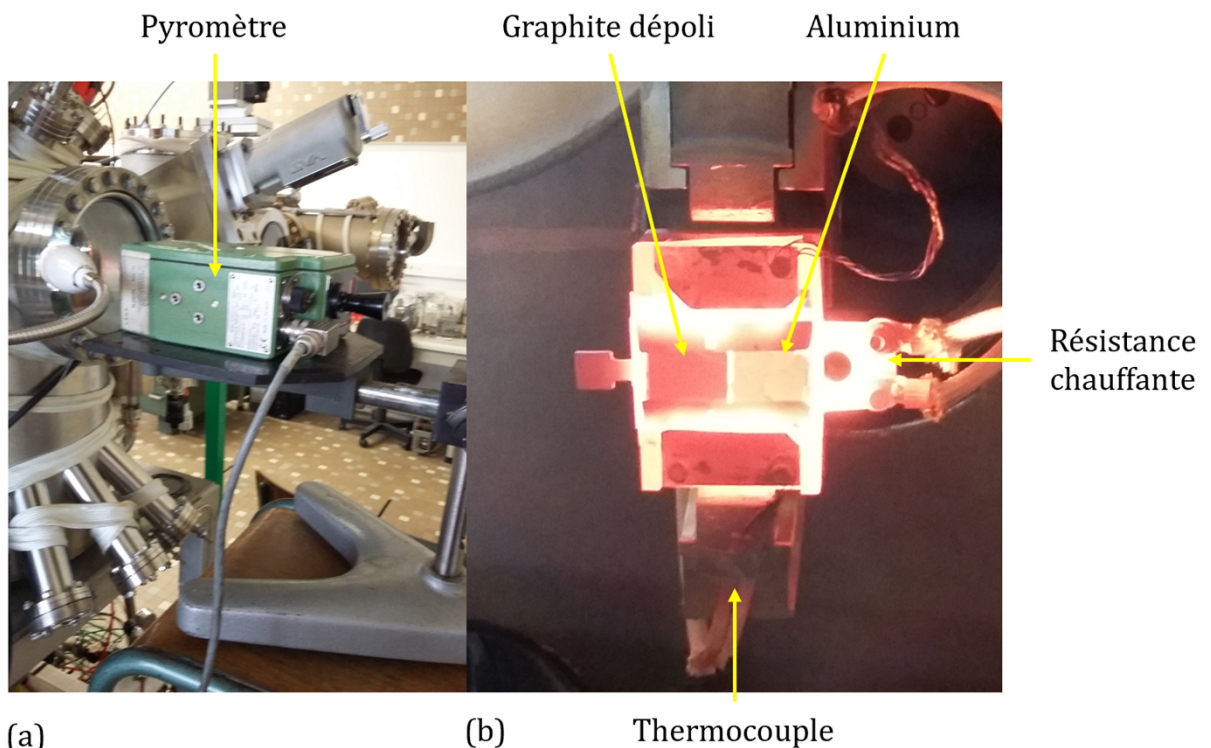


Figure 3.17 : Photographie du pyromètre utilisé pour l'étalonnage du thermocouple (a).

Photographie des échantillons utilisés lors de l'étalonnage (b).

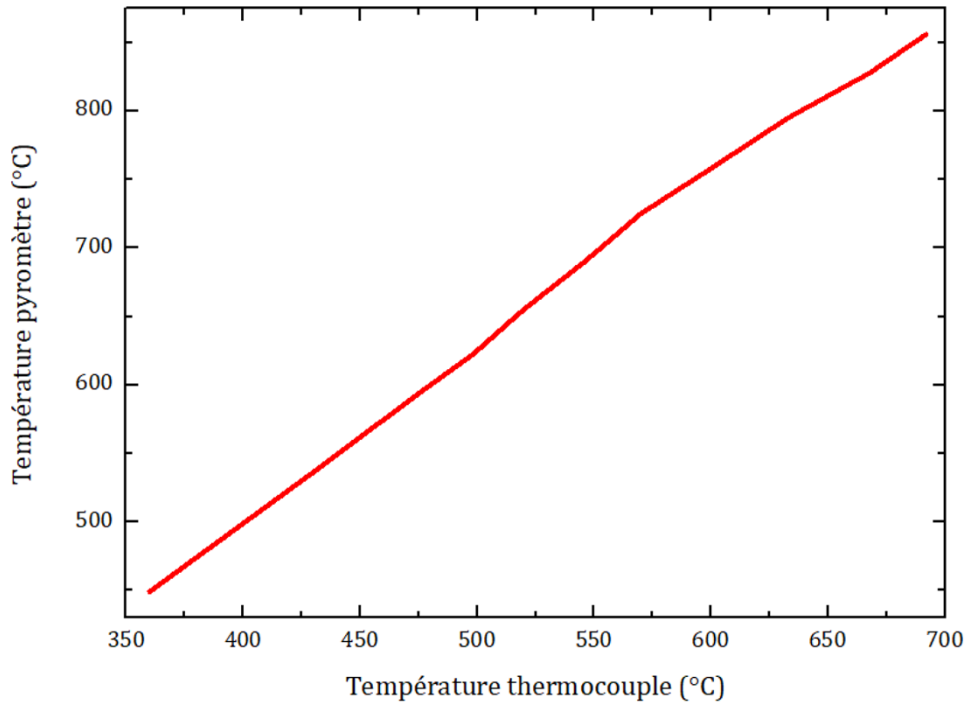


Figure 3.18 : Courbe d'étalonnage du thermocouple.

3. Résultats expérimentaux

3.1 Point de référence : croissance d'AlN

L'orientation de l'AlN la plus couramment obtenue par pulvérisation cathodique est la (002)³⁷, où l'axe c est perpendiculaire à la surface du substrat. Ceci vient du fait que les plans (002) sont plus denses et plus rapprochés que les autres plans. Ainsi, l'orientation (002) constitue un état de plus basse énergie, et donc plus stable. Plusieurs travaux montrent qu'un excellent moyen d'obtenir une croissance d'AlN (002) avec une bonne texture, est d'apporter de l'énergie aux éléments déposés et mobiles à la surface du substrat^{38, 39, 40}. Un moyen simple de le faire, est de chauffer ce dernier. En conséquence, nous avons démarré l'étude de la croissance de l'AlN par une systématique sur la température du substrat de saphir.

Cette systématique a été effectuée pour cinq températures différentes, partant tout d'abord de la température ambiante, puis en montant progressivement la température jusqu'à 630°C. Les conditions expérimentales sont fournies dans le tableau suivant :

Puissance (W)	Taux d'azote (%)	Pression (mTorr)	Température (°C)
200	100	5	RT
			260
			380
			500
			630

Tableau 3.2 : Paramètres de dépôt utilisés pour la systématique sur la température.

Remarque : les températures testées ne tombent pas sur des valeurs entières. Ceci vient du fait que nous avons lu, lors de cette thèse, la température via le thermocouple. Nous avons visé des températures « thermocouple » de 200, 300, 400 et 500°C. Nous avons aussi effectué les dépôts de $Sc_xAl_{1-x}N$ avec cette démarche. Néanmoins, dans ce manuscrit les températures données seront les températures réelles. Les autres paramètres de dépôt ont été fixés aux valeurs données dans le tableau 3.2, avec les conseils du Dr. Philippe Pigeat.

Les échantillons de cette systématique ont ensuite été caractérisés par DRX, en configuration θ - 2θ . Les résultats θ - 2θ furent très intéressants, et sont montrés dans les figures 3.19 à 3.23 :

- A température ambiante, la microstructure de l'AlN est assez mauvaise. Le diagramme θ - 2θ montre une faible orientation préférentielle (002), avec la présence de l'orientation (102) (Fig. 3.19).
- L'augmentation de la température du substrat à 260°C permet une augmentation non négligeable de l'intensité du pic θ - 2θ (002), et l'apparition de nombreux pics, qui correspondent aux orientations de l'AlN, dont la (101), la (102). Cette multitude d'orientations montre une tendance des atomes à former des structures cristallines. Cependant leur mobilité est insuffisante pour permettre une uniformisation de la microstructure, et des cristaux montrant des orientations

différentes sont formés (Fig. 3.20). L'apparition de l'ordre supérieur de l'orientation (002), ou la (004) est tout de même caractéristique d'un bon départ vers une bonne texture.

- L'augmentation de la température à 380°C, quant à elle, permet de montrer cette tendance à l'uniformisation de la microstructure. Le pic (002) est beaucoup plus intense que précédemment. Les autres orientations restent existantes, mais perdent en intensité. Elles commencent donc à disparaître (Fig. 3.21).
- Une température de 500°C permet d'effacer complètement les orientations autres que la (002). L'intensité du pic (002) est très importante, et est caractéristique d'une haute texture (Fig. 3.22).
- Avec une température de 630°C, la microstructure commence légèrement à se dégrader. On obtient un diagramme θ -2 θ proche de celui obtenu pour 380°C (Fig. 3.23).

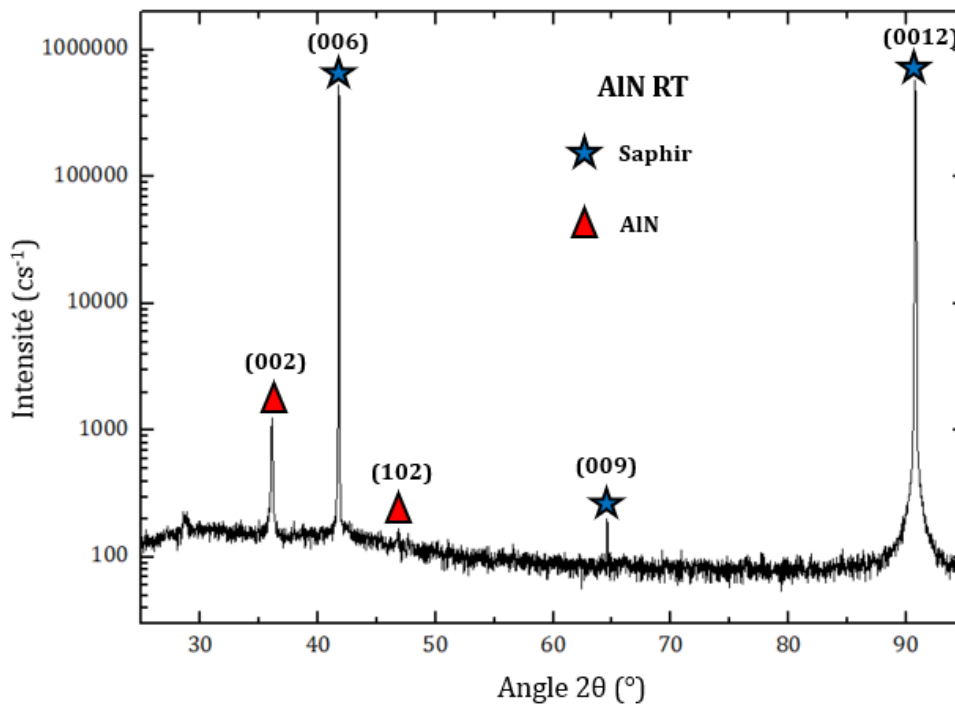


Figure 3.19 : Diagramme θ -2 θ d'un film d'AlN déposé sur un substrat de saphir non-chauffé.

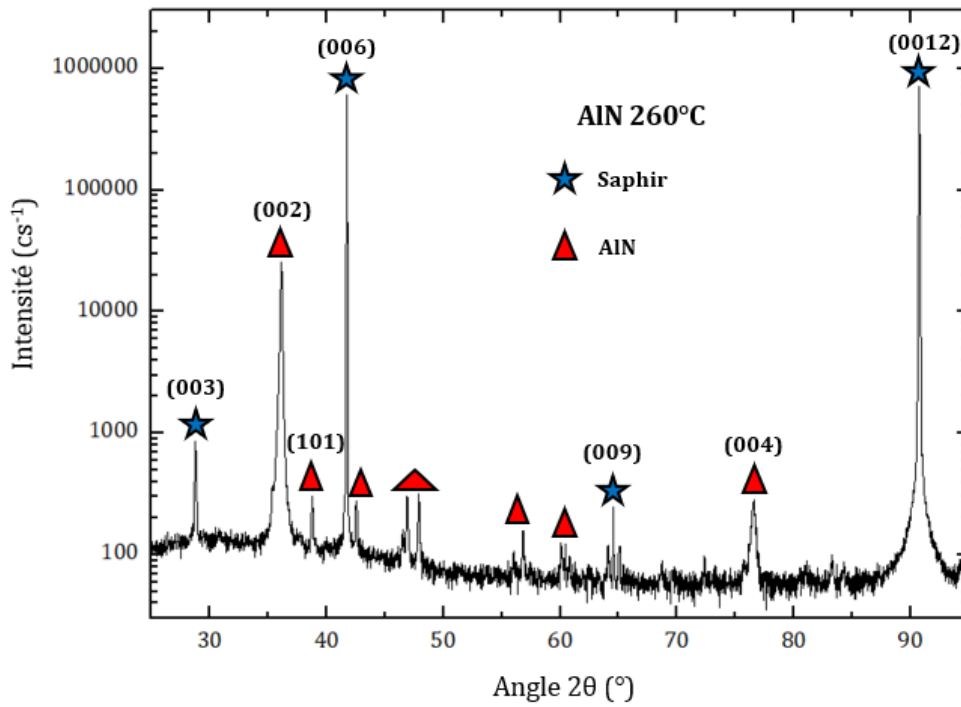


Figure 3.20 : Diagramme θ - 2θ d'un film d'AlN déposé sur un substrat de saphir chauffé à 260°C.

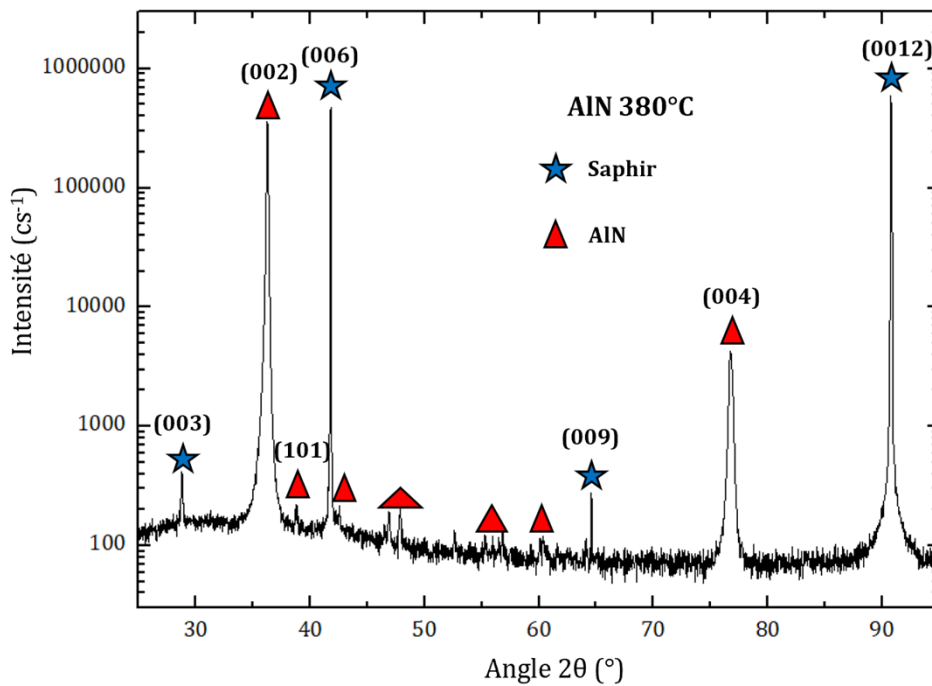


Figure 3.21 : Diagramme θ - 2θ d'un film d'AlN déposé sur un substrat de saphir chauffé à 380°C.

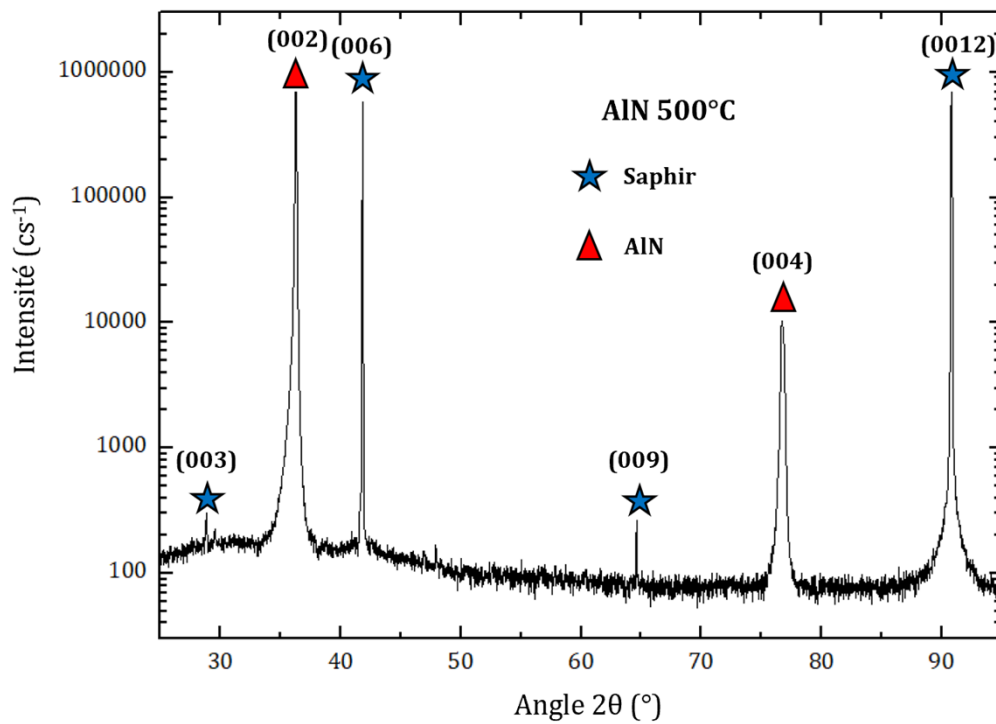


Figure 3.22 : Diagramme θ - 2θ d'un film d'AlN déposé sur un substrat de saphir chauffé à 500°C.

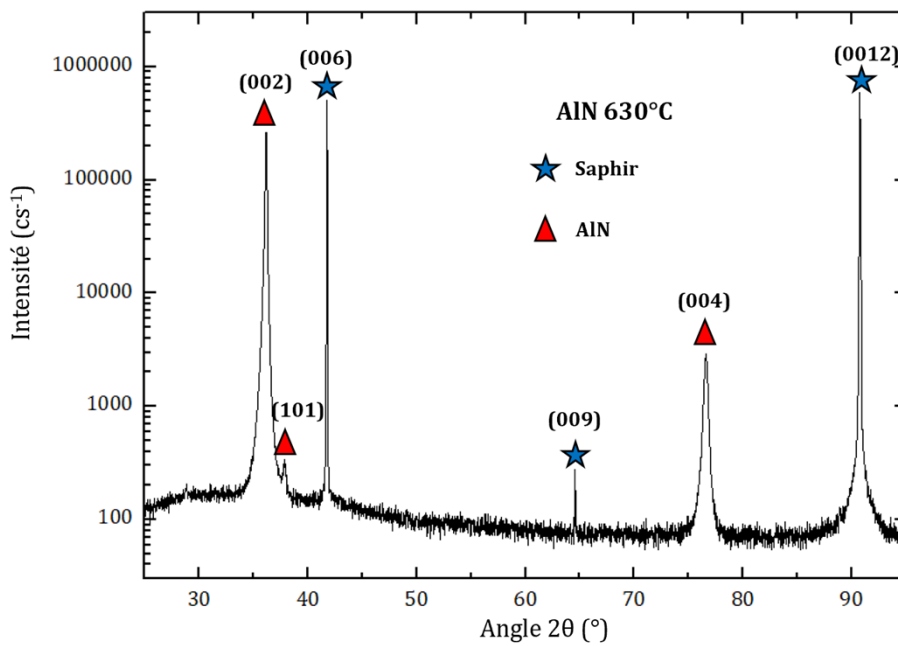


Figure 3.23 : Diagramme θ - 2θ d'un film d'AlN déposé sur un substrat de saphir chauffé à 630°C.

Le diagramme θ - 2θ obtenu pour le film d'AlN croît sur un substrat de saphir chauffé à 500°C étant très prometteur, une mesure rocking-curve a été opérée sur cet échantillon. La rocking-curve mesurée est de 0,63°, ce qui est caractéristique d'une bonne texture.

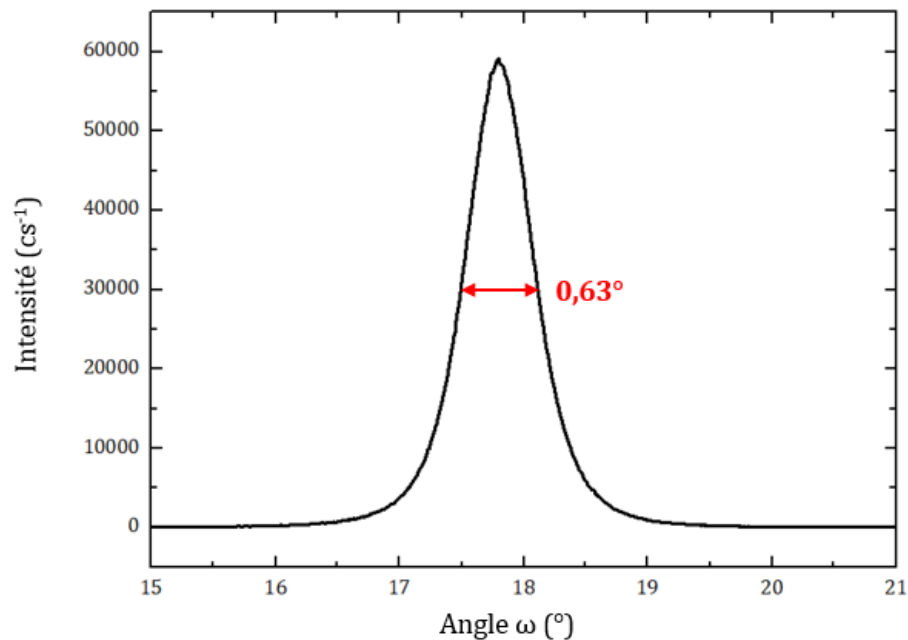


Figure 3.24 : Mesure en configuration rocking-curve d'un film d'AlN déposé sur un substrat de saphir chauffé à 500°C.

La systématique température a donné de bons résultats rapidement. On pourrait se dire qu'il est temps de faire varier les autres paramètres pour tenter une optimisation encore plus fine. Cependant, les températures testées sont relativement éloignées les unes des autres. Il y a en effet, plus de 100°C entre chaque point. Nous avons donc continué de travailler sur la température du substrat, mais cette fois via des points plus « rapprochés ». La nouvelle systématique température est devenue la suivante :

Puissance (W)	Taux d'azote (%)	Pression (mTorr)	Température (°C)
200	100	5	440
			470
			500
			530
			560

Tableau 3.3 : Paramètres de dépôt utilisés pour la seconde systématique sur la température.

Parmi ces échantillons, le film déposé sur un substrat de 470°C présente la meilleure microstructure (Fig. 3.25). La rocking-curve étant très fine (0,37°), nous avons effectué des figures de pôles sur les orientations (002) et (101) pour vérifier la qualité de la microstructure (Fig. 3.26 et 3.27). Les diagrammes θ -2 θ des échantillons différant peu du diagramme de la figure 3.22, nous ne les montrerons pas dans ce manuscrit.

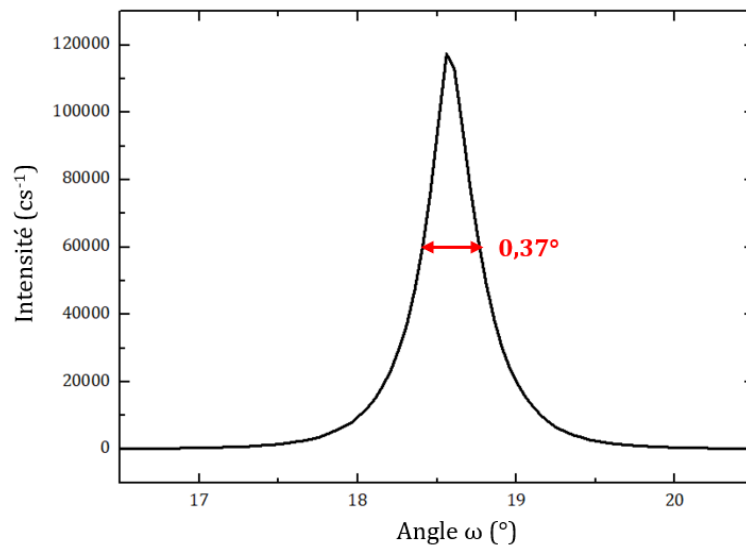


Figure 3.25 : Mesure en configuration rocking-curve d'un film d'AlN déposé sur un substrat de saphir chauffé à 470°C.

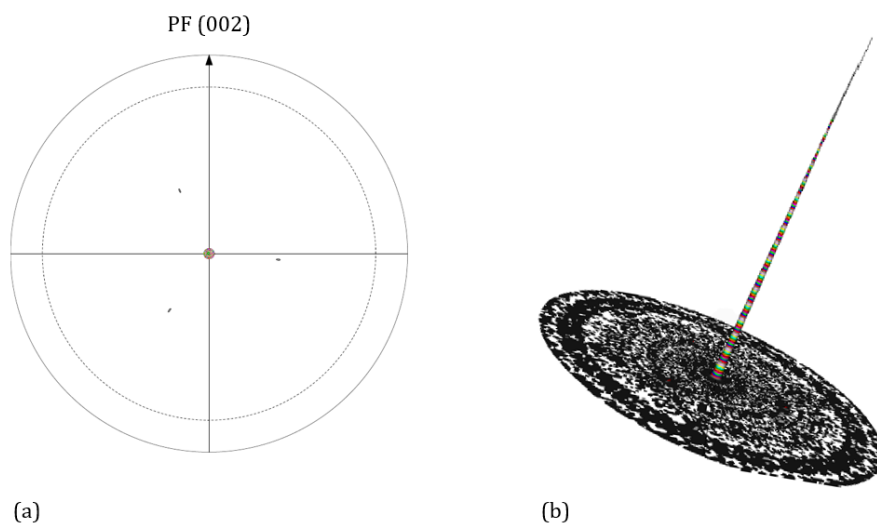


Figure 3.26 : Figures de pôles réglée sur l'orientation (002) d'un film d'AlN déposé sur un substrat de saphir chauffé à 470°C en 2D (a) et en 3D (b).

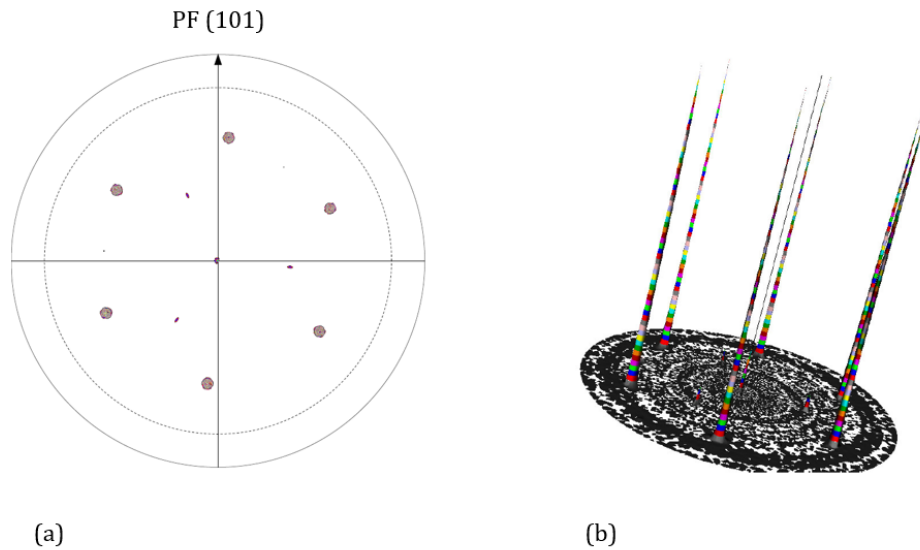


Figure 3.27 : Figures de pôles réglée sur l'orientation (101) d'un film d'AlN déposé sur un substrat de saphir chauffé à 470°C en 2D (a) et en 3D (b).

La figure de pôle réglée sur l'orientation (002) confirme la bonne microstructure du film. Seule l'orientation (002) de l'AlN est visible, les trois points situés autour de la (002) venant du substrat de saphir. La figure de pôle centrée sur l'orientation (101) montre six pics disposés en hexagone autour du point central, qui correspondent à l'orientation (002). Le film est donc aussi hautement texturé dans le plan du substrat. La bonne texture de ce film d'AlN est confirmée par les mesures DRX. Nous avons donc effectué des mesures TEM pour obtenir un visuel de cet échantillon :

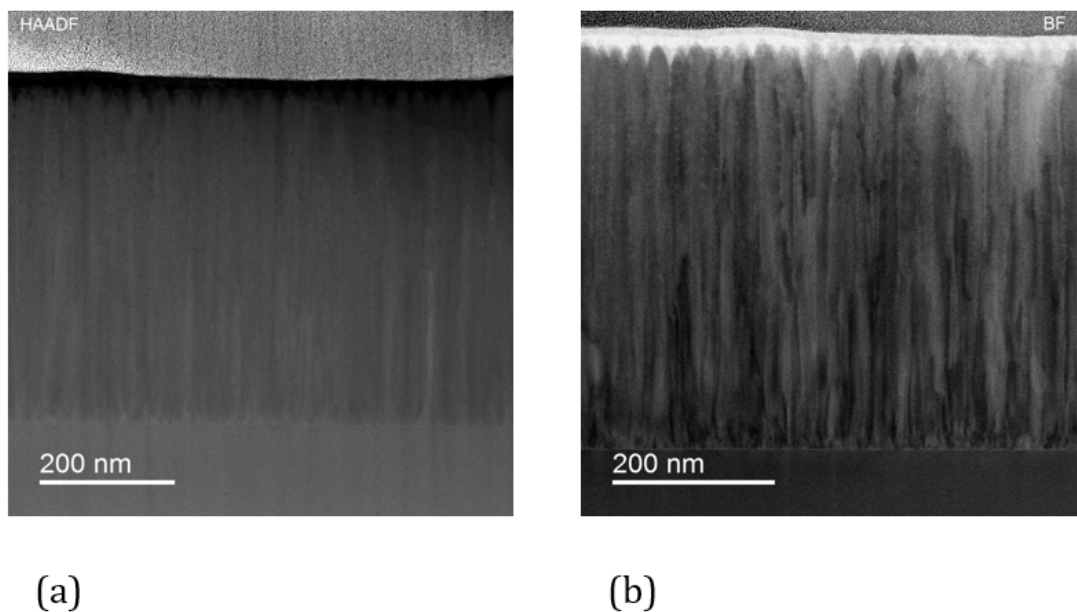


Figure 3.28 : Mesure STEM en mode HAADF (a) et en mode Bright field (b), sur un film d'AlN déposé sur un substrat de saphir chauffé à 470°C.

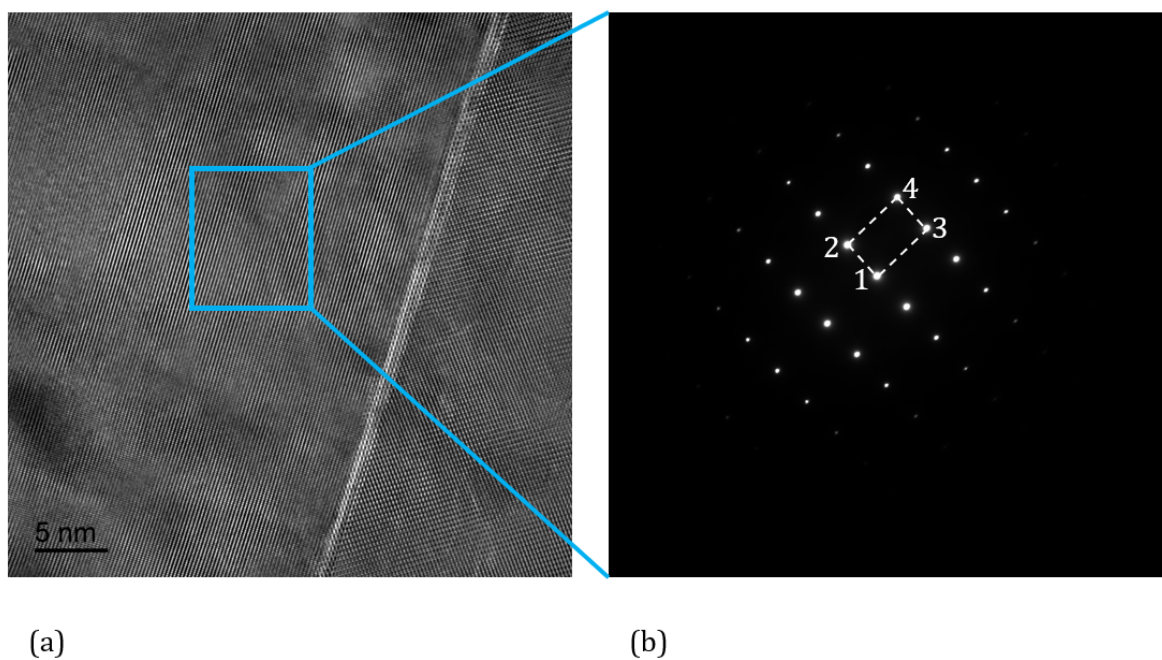


Figure 3.29 : Mesure TEM en mode TEM HR (a) et en mode cliché de diffraction (b), sur un film d'AlN déposé sur un substrat de saphir chauffé à 470°C.

La figure 3.28 (a) montre une image STEM en mode HAADF, où on voit une forte homogénéité du film, aussi bien au niveau chimique, que structural. La partie (b) de la figure montre la même image STEM mais cette fois en mode Bright field (champ clair). On peut facilement y discerner la structure colonnaire du film, se terminant à la surface par des sortes de « crayons », caractéristiques d'une microstructure hautement texturée. On peut aussi apprécier l'épaisseur réelle du film, de 470 nm. Les images montrées à la figure 3.29 sont bien plus parlantes, en ce qui concerne la microstructure. L'image en (a) est une micrographie en TEM HR, effectuée au niveau de l'interface AlN-Saphir. Cette interface apparaît sur la figure comme une ligne très claire, d'environ 1 nm d'épaisseur. Cette zone correspond aux atomes arrivés à la surface qui cherchent à se positionner dans leur structure habituelle (wurtzite), alors qu'ils sont influencés par le substrat de saphir. Le film montre une microstructure proche de celle d'un monocristal. On voit sur l'image (a) que les atomes Al et N sont bien rangés, en conséquence, le « maillage » est visible et régulier. Le cliché de diffraction en (b) ne comporte que des tâches ponctuelles, comme dans un monocristal. Or les structures colonnaires observées via l'image prise en STEM Bright field, suggèrent la présence de quelques défauts, empêchant l'apparition d'un comportement réellement monocristallin. On parlera donc ici de film polycristallin hétéro-épitaxié. Nous avons pu par ailleurs, indexer les taches du cliché de diffraction. On obtient :

- En 1 se trouve le point où le faisceau électronique traverse le film.
- En 2 l'orientation (002).
- En 3 l'orientation (110).
- En 4 l'orientation (112).

Les films présentés ici ont tous montré une épaisseur proche de 500 nm (mesuré *in-situ* par réflectométrie). Or, si l'épaisseur du film est beaucoup plus faible que la longueur d'onde de l'IDT, le comportement du signal SAW devient fortement influencé par le substrat. On peut résoudre le problème en fabriquant des IDT avec des longueurs

d'onde faibles (de l'ordre de 1 ou 2 μm), mais cela devient difficile par photolithographie UV. On va plutôt faire le choix de déposer des films plus épais. Il se pose alors la question de la validité des paramètres de dépôt précédemment déterminés, mais pour une croissance de films épais. Nous avons donc effectué une croissance d'un film d'AlN avec les mêmes paramètres de dépôt, mais en visant cette fois une épaisseur de 3 μm . Les diagrammes θ - 2θ (Fig. 3.30) montrent une forte similitude entre les échantillons de 500 nm et de 3 μm . L'intensité du film de 3 μm est légèrement supérieure, mais cela peut être attribué à la différence de matière entre les deux films. La rocking-curve de ce film de 3 μm a été mesurée à $0,88^\circ$, contre $0,37^\circ$ pour le film de 500 nm. Cette différence suggère une très légère dégradation de la microstructure avec l'augmentation de l'épaisseur. Ce phénomène est aisément explicable par la « propagation » sur toute l'épaisseur des défauts déjà visibles sur des épaisseurs de 500 nm. La microstructure reste tout de même, hautement texturée, et est très bien adaptée pour notre application.

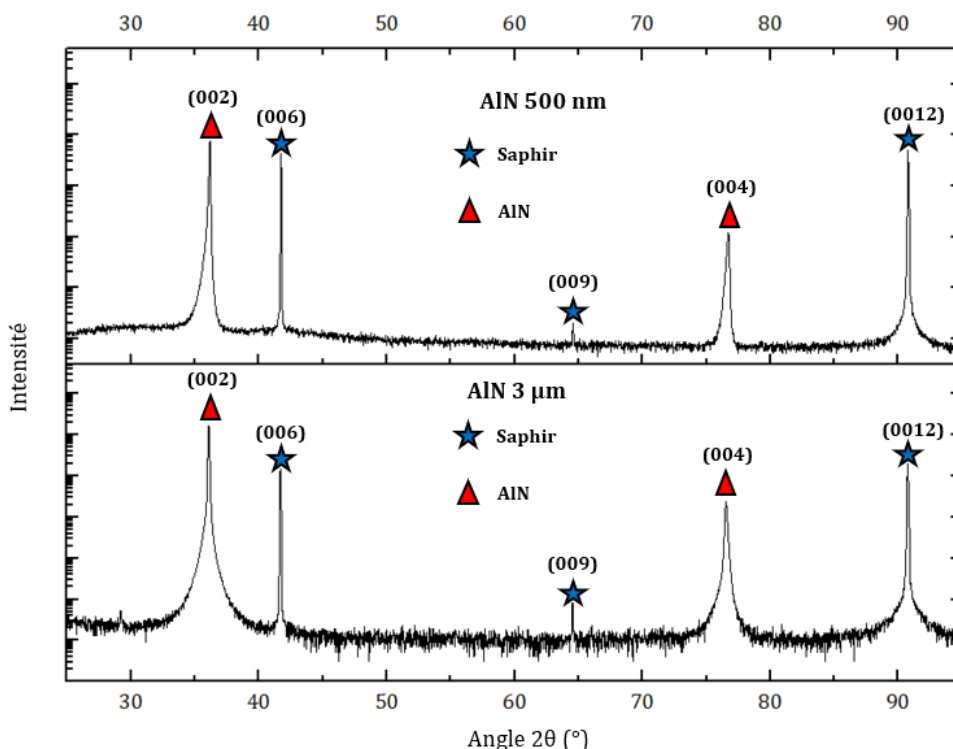


Figure 3.30 : Diagrammes θ - 2θ de deux films d'AlN déposés sur un substrat de saphir, en utilisant les paramètres de dépôt jugés optimaux. Le diagramme supérieur représente un film d'AlN de 500 nm d'épaisseur, alors que le diagramme inférieur vient d'un film de 3 μm d'épaisseur.

Ces résultats ont été jugés suffisants pour servir de point de référence à la croissance de films $Sc_xAl_{1-x}N$. Les autres systématiques n'ont donc pas été effectuées, ce qui a représenté un gain de temps considérable. Finalement, les paramètres de dépôt jugés optimaux pour un point de référence sont :

Puissance (W)	Taux d'azote (%)	Pression (mTorr)	Température (°C)
200	100	5	470

Tableau 3.4 : Paramètres de dépôt optimaux pour la croissance d'AlN.

3.2 Croissance du $Sc_xAl_{1-x}N$

3.2.1 Composition $Sc_{0.09}Al_{0.91}N$

Avant d'effectuer le premier dépôt de $Sc_xAl_{1-x}N$, il a fallu commencer par usiner la cible. N'ayant aucune information sur le ratio de pulvérisation du scandium par rapport à celui de l'aluminium dans la littérature, nous n'avions comme seul choix de nous tourner vers notre propre expérience accumulée lors du stage de M2.

Lors de ces travaux préliminaires, un film de composition $Sc_{0.36}Al_{0.64}N$ avait été déposé, à partir d'une cible composite ayant 50% de scandium. On obtient alors un ratio de pulvérisation de 0,72 pour le scandium. Comme nous partions sans réel a priori sur la teneur en scandium à viser, nous nous étions fixés pour objectif d'effectuer une optimisation tous les 10% de Sc (à partir de l'AlN), pour éviter d'avoir trop de compositions à étudier (ce qui aurait pris beaucoup trop de temps).

Il fallait dans le même temps, opter pour une configuration de la cible qui offrait une bonne facilité d'usinage. Ainsi en combinant ces deux facteurs, nous avons décidé de découper la cible de scandium en 16 parts égales (même chose pour la cible d'aluminium), et de disposer sur la cible deux morceaux de scandium, ce qui représente donc un huitième de la cible, soit 12,5%, et le reste en aluminium. Selon le taux de pulvérisation déterminé précédemment, 12,5% de scandium dans la cible doit donner $12,5 \times 0,72 = 9\%$

dans le film. Ce huitième de Sc dans la cible était physiquement présent via deux seizièmes de Sc disposés symétriquement par rapport au centre de la cible (voir les figures 3.15 et 3.16 de ce chapitre), pour favoriser l'homogénéité du scandium dans le film.

Le premier échantillon de $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ a été déposé via les paramètres de dépôt optimaux pour l'AlN, et sur deux substrats différents. Le premier est un saphir identique à ceux utilisés pour la croissance d'AlN, et qui est destiné à l'étude sur la microstructure du $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$. Le second substrat est un morceau de Si(100), destiné à une mesure EDXS. Cette mesure EDXS a fourni comme résultat une mesure de 8,76% de scandium dans le film (relativement à l'aluminium), contre les 9% attendus (Fig. 3.31). Ce résultat est satisfaisant puisqu'il permet d'étudier plusieurs compositions, tout en assurant un usinage de la cible simple. Nous allons considérer dans la suite de cette thèse, cette composition comme étant le 9% attendu. La mesure EDXS a de plus, fourni d'autres informations importantes :

- Le taux d'oxygène dans le film est inférieur à 1%. Le système de pompage du bâti de pulvérisation est donc efficace.
- La stœchiométrie du $\text{Sc}_{0,09}\text{Al}_{0,91}\text{N}$ est vérifiée : le film possède au total environ 49% d'azote, 46,4% d'aluminium, et 4,6% de scandium.

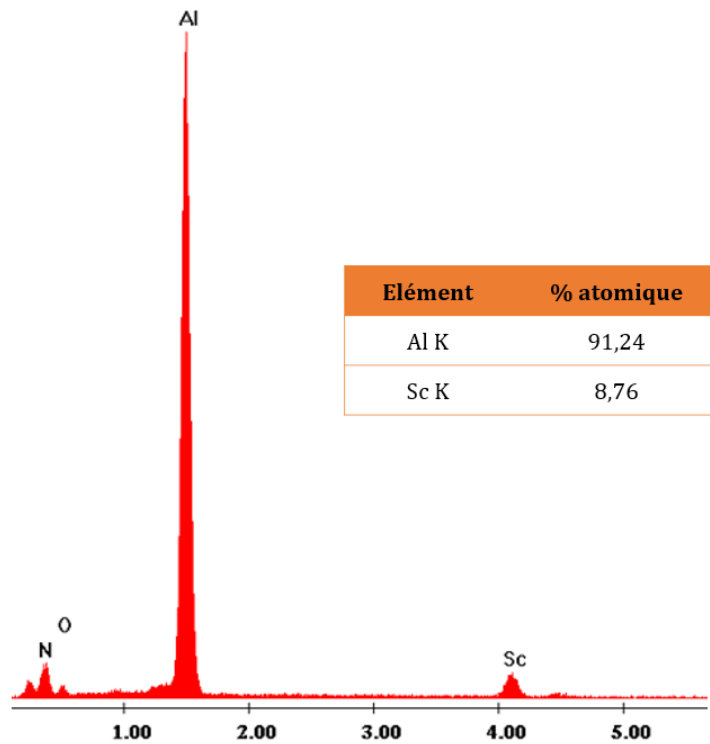


Figure 3.31 : Mesure EDXS effectuée sur le premier échantillon de $Sc_{0,09}Al_{0,91}N$.

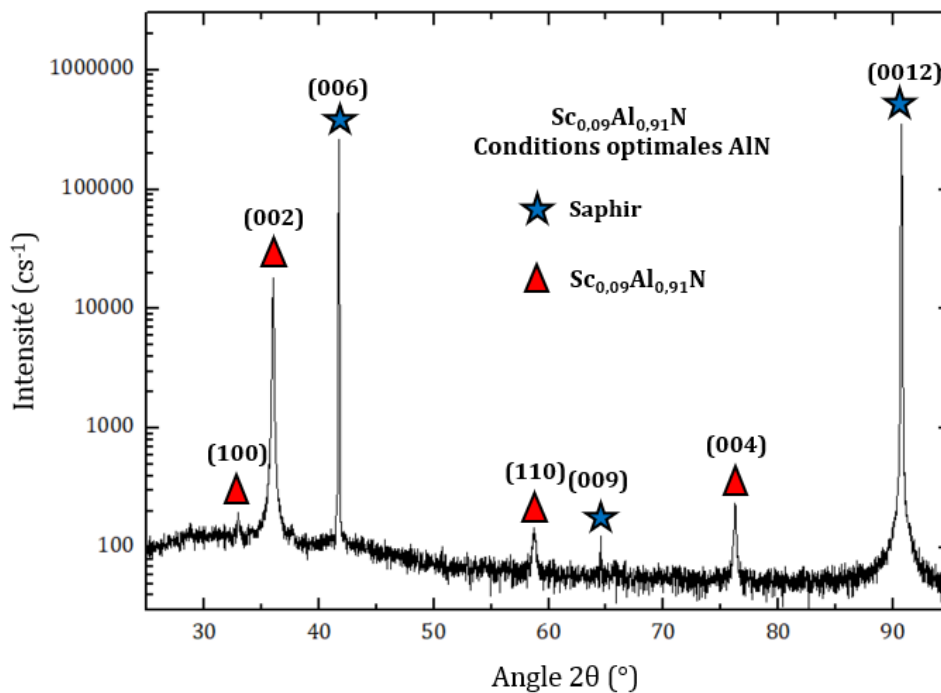


Figure 3.32 : Diagramme θ - 2θ d'un film de $Sc_{0,09}Al_{0,91}N$ déposé sur un substrat de saphir, en utilisant les conditions optimales pour la croissance d'AlN déterminée plus tôt.

Le diagramme θ - 2θ effectué sur le premier échantillon de $\text{Sc}_{0,09}\text{Al}_{0,91}\text{N}$ /saphir (Fig. 3.32), déposé via les paramètres optimaux pour l'AlN, donne un résultat relativement mitigé. D'un côté, nous sommes assez loin de la microstructure obtenue avec l'AlN des figures 3.25 à 3.29. Cependant, le diagramme observé n'est pas radicalement mauvais. On observe une orientation préférentielle (002) bien définie, avec quelques orientations « parasites » : (100) et (110). Le pic (004) est visible, indiquant un résultat assez proche d'une bonne texture. Le $\text{Sc}_{0,09}\text{Al}_{0,91}\text{N}$ étant assez proche de l'AlN en termes de composition (4,6% de scandium de différence réelle dans le film), on peut supposer que c'est le cas en ce qui concerne le comportement de sa structure.

Nous avons donc opté pour une première tentative d'optimisation de la texture, via une systématique sur la température du substrat. Cependant, le scandium étant un atome plus gros et plus lourd que l'aluminium, nous sommes en droit de penser qu'il a besoin de plus d'énergie que l'aluminium pour se mouvoir à la surface du substrat. Dans la systématique, la température de dépôt a donc été revue à la hausse, par rapport à celle effectuée pour l'AlN :

Puissance (W)	Taux d'azote (%)	Pression (mTorr)	Température (°C)
200	100	5	470
			530
			560
			630
			680

Tableau 3.5 : Paramètres de dépôt utilisés pour la systématique sur la température.

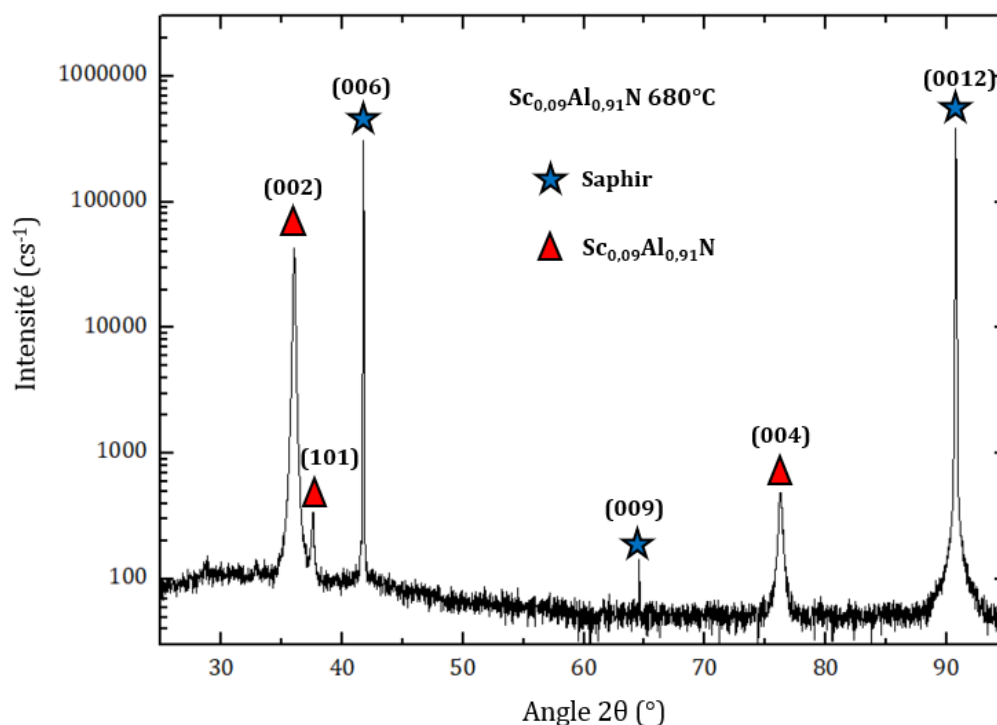


Figure 3.33 : Diagramme θ - 2θ d'un film de $\text{Sc}_{0,09}\text{Al}_{0,91}\text{N}$ déposé sur un substrat de saphir chauffé à 680°C .

Globalement, l'augmentation de la température entraîne, comme pour l'AlN, une amélioration de la microstructure. La meilleure d'entre elles est obtenue pour la température la plus haute parmi celles testées (Fig. 3.33). Il reste cependant une orientation (101) parasitaire qui indique une amélioration relativement faible, et la microstructure obtenue reste en deçà de celle de l'AlN. On pourrait dire qu'il suffirait d'élever encore plus la température pour améliorer encore la texture, mais l'amélioration se fait très lentement avec la température du substrat, et il est possible que les limites du bâti soient atteintes avant d'obtenir la microstructure désirée. Il faut donc déterminer un autre paramètre sur lequel jouer, dans l'espoir d'améliorer les choses.

La solution est venue d'une observation faite lors du dépôt de $\text{Sc}_{0,09}\text{Al}_{0,91}\text{N}$ effectué à 680°C . Le fait de déposer du $\text{Sc}_{0,09}\text{Al}_{0,91}\text{N}$ au lieu d'AlN a pour effet de remplacer le matériau aussi déposé sur les parois internes de la chambre. Cette modification est ressentie par le plasma comme un changement d'environnement, et s'est traduite par une hausse de la tension de dépôt, qui est passée de 150 V pour l'AlN à 210 V pour le

Sc_{0.09}Al_{0.91}N. Donc en réalité, nous ne sommes pas vraiment dans les mêmes conditions que pour l'AlN, puisqu'une tension plus élevée signifie des espèces plus rapides lors du trajet. Le libre parcours moyen des espèces est donc modifié, et il doit être réajusté.

$$lpm = \frac{k_B T}{4\pi r^2 p}$$

La formule du libre parcours moyen nous informe qu'une hausse de la vitesse des espèces (exprimée ici par le terme $k_B T$) peut être compensée par une hausse soit de la section efficace du gaz, soit par une hausse de la pression. La seconde étant plus facile à estimer, c'est vers cette modification que nous nous sommes tournés. Un rapide calcul nous dit qu'une compensation de la hausse de la tension peut se faire par une augmentation de la pression de 2 mTorr, soit un passage de 5 à 7 mTorr. Ayant préféré reprendre l'étude de zéro, le nouvel échantillon sera déposé avec les paramètres du tableau 3.6, et le résultat sera donné par le diagramme θ - 2θ de la figure 3.34 :

Puissance (W)	Taux d'azote (%)	Pression (mTorr)	Température (°C)
200	100	7	470

Tableau 3.6 : Paramètres de dépôt utilisés pour le test de compensation de la hausse de tension du plasma mesurée.

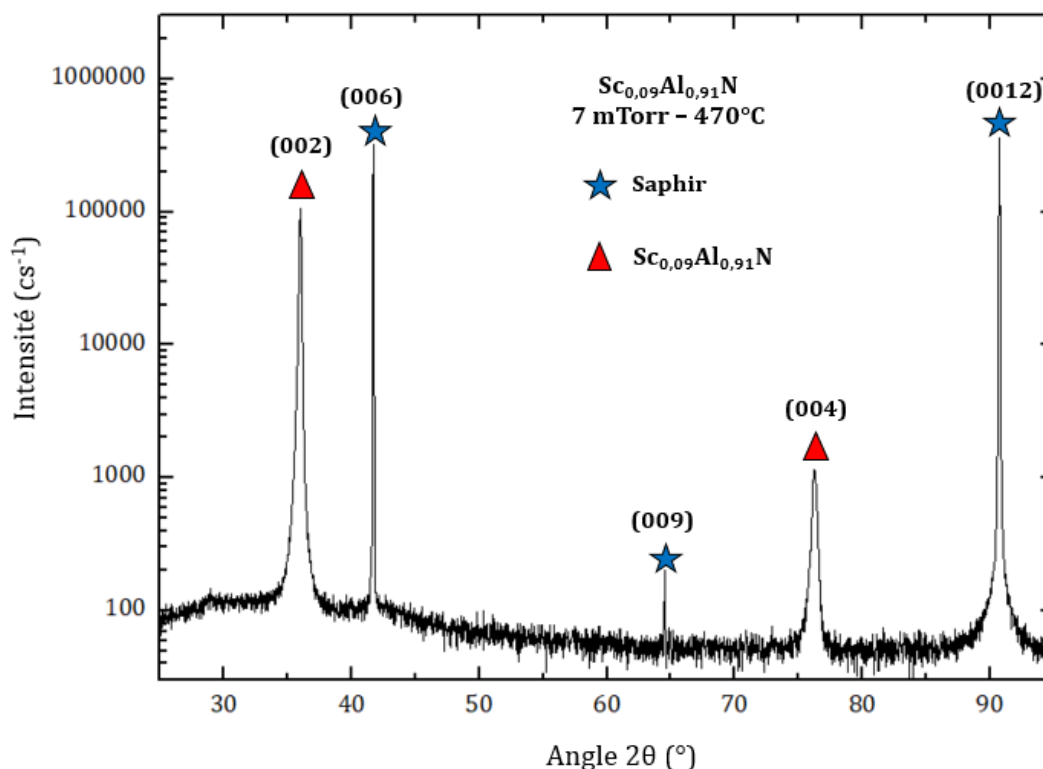


Figure 3.34 : Diagramme θ - 2θ d'un film de $\text{Sc}_{0,09}\text{Al}_{0,91}\text{N}$ déposé avec une pression de 7 mTorr, sur un substrat de saphir chauffé à 470°C.

Le diagramme θ - 2θ obtenu montre une augmentation de l'intensité du pic (002), et la disparition des orientations parasites précédemment observées. L'expérience peut donc être considérée comme un succès, bien qu'on n'ait toujours pas la même qualité cristalline que le film d'AlN produit plus tôt. Cependant, la remarque effectuée sur le fait que la présence de scandium puisse nécessiter une augmentation de la température du substrat, est toujours valide. Une seconde systématique sur la température est donc envisagée :

Puissance (W)	Taux d'azote (%)	Pression (mTorr)	Température (°C)
200	100	7	470
			500
			560
			630
			650

Tableau 3.7 : Paramètres de dépôt utilisés pour la systématique sur la température.

L'augmentation de la température influe encore positivement sur la microstructure du $\text{Sc}_{0,09}\text{Al}_{0,91}\text{N}$, pour arriver à un échantillon comparable à l'AlN pour une température de dépôt de 650°C . Le diagramme θ - 2θ obtenu montre peu de différence avec le diagramme de l'AlN de référence, bien que la rocking-curve soit légèrement plus large ($0,78^\circ$) :

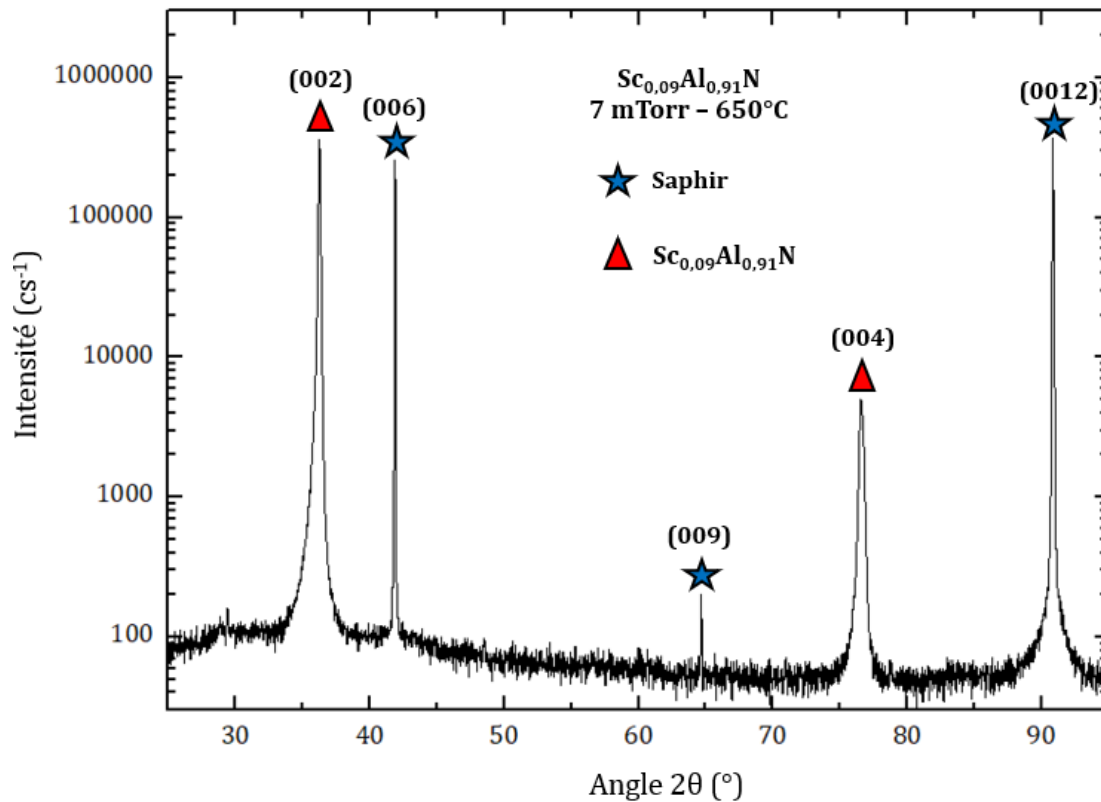


Figure 3.35 : Diagramme θ - 2θ d'un film de $\text{Sc}_{0,09}\text{Al}_{0,91}\text{N}$ déposé avec une pression de 7 mTorr, sur un substrat de saphir chauffé à 650°C .

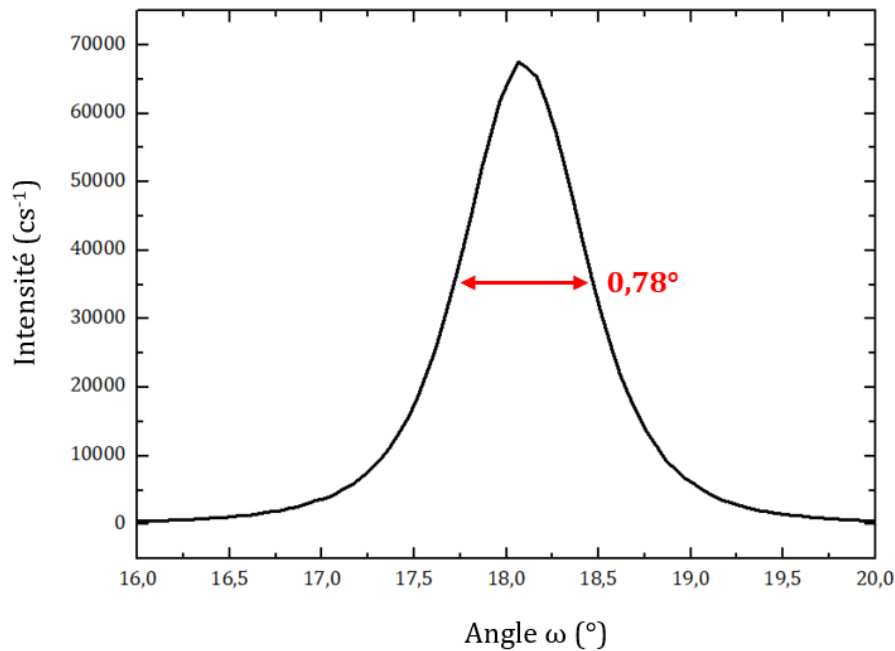


Figure 3.36 : Mesure en configuration rocking-curve d'un film de $\text{Sc}_{0.09}\text{Al}_{0.91}\text{N}$ déposé avec une pression de 7 mTorr, sur un substrat de saphir chauffé à 650°C.

La microstructure obtenue a été jugée acceptable comme nouveau point de référence pour la composition suivante. Les nouveaux paramètres de dépôt sont :

Puissance (W)	Taux d'azote (%)	Pression (mTorr)	Température (°C)
200	100	7	650

Tableau 3.7 : Paramètres de dépôt optimaux pour la croissance de $\text{Sc}_{0.09}\text{Al}_{0.91}\text{N}$.

3.2.2 Composition $\text{Sc}_{0.18}\text{Al}_{0.82}\text{N}$

L'obtention de la composition suivante s'est faite par l'ajout de deux seizièmes de scandium dans la cible, ce qui compte au total pour un quart de cette dernière (soit 25%). La composition attendue est donc de 18% de scandium. De la même manière que pour la composition précédente, une mesure EDXS a confirmé que la valeur atteinte était très proche de celle attendue. Nous considérons donc cette teneur comme étant $\text{Sc}_{0.18}\text{Al}_{0.82}\text{N}$. Le premier dépôt effectué a aussi révélé la présence du même phénomène enregistré pour le $\text{Sc}_{0.09}\text{Al}_{0.91}\text{N}$, c'est-à-dire une augmentation de la tension du plasma avec le taux de

scandium, passant de 210 à 260 V. La première systématique opérée sur le $\text{Sc}_{0.18}\text{Al}_{0.82}\text{N}$ fut donc portée sur la pression des gaz, avec une tendance à la hausse, pour compenser l'augmentation de la tension :

Puissance (W)	Taux d'azote (%)	Pression (mTorr)	Température (°C)
200	100	7	650
		8	
		9	

Tableau 3.7 : Paramètres de dépôt utilisés pour la systématique sur la pression.

Comme précédemment, l'augmentation de la pression a servi à compenser la hausse de la tension du plasma. On obtient une microstructure intéressante pour une pression de 9 mTorr :

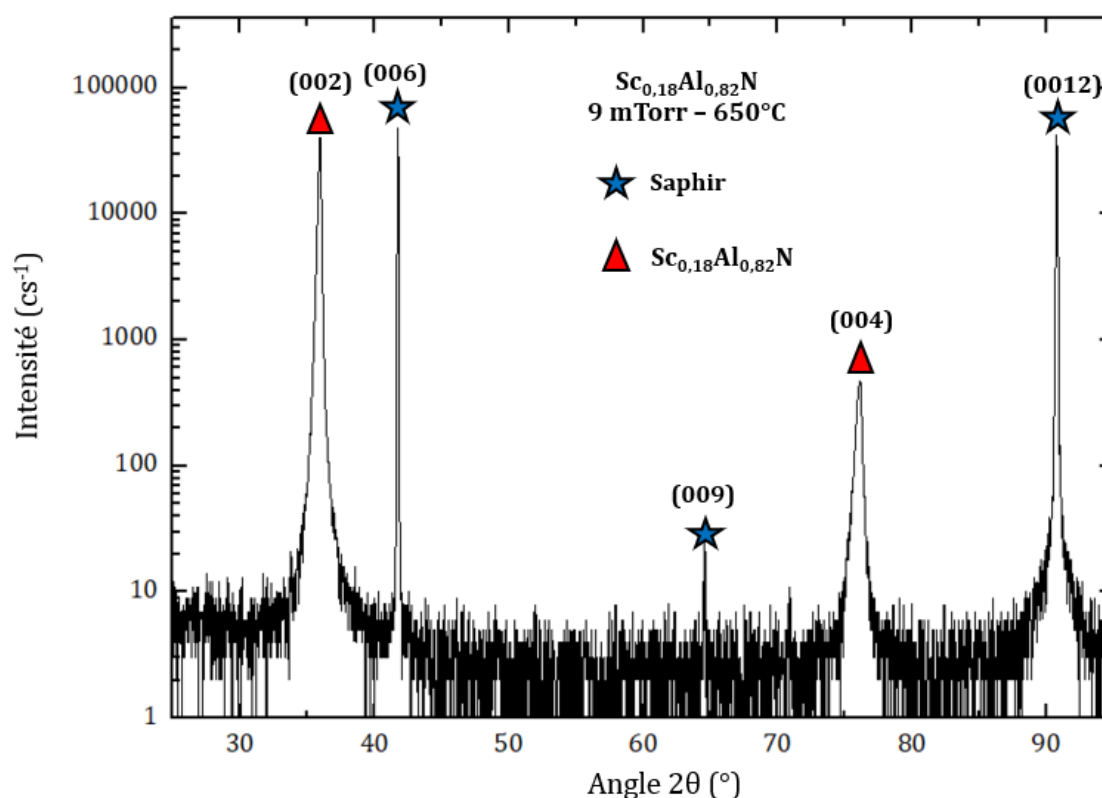


Figure 3.37 : Diagramme θ - 2θ d'un film de $\text{Sc}_{0.18}\text{Al}_{0.82}\text{N}$ déposé avec une pression de 9 mTorr, sur un substrat de saphir chauffé à 650°C.

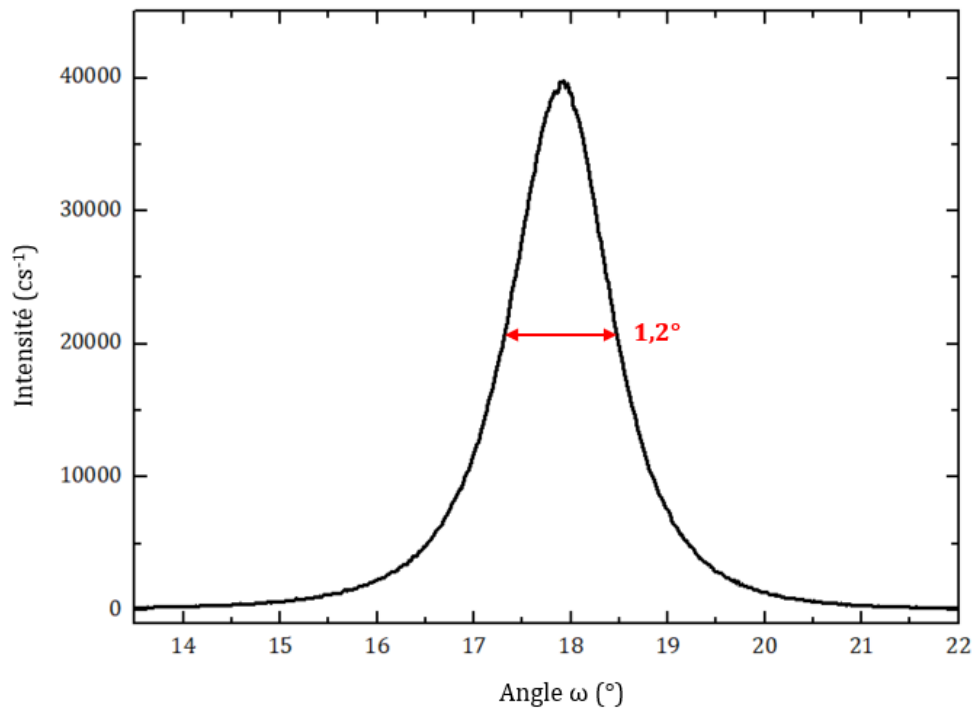
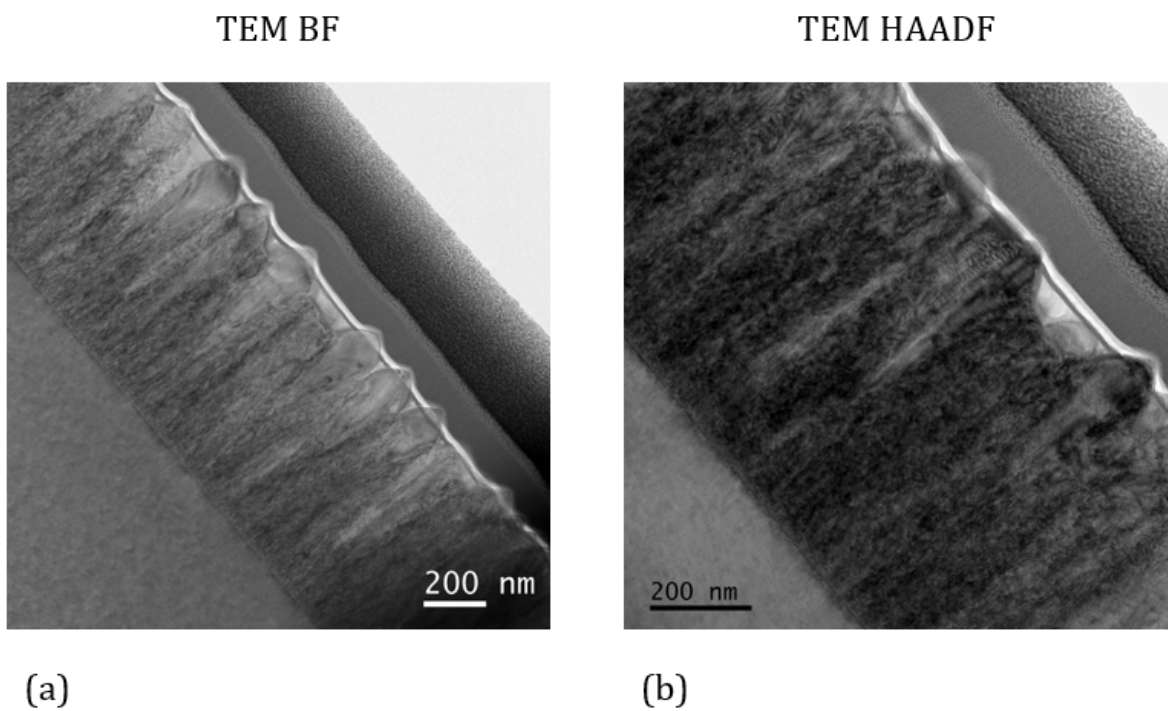
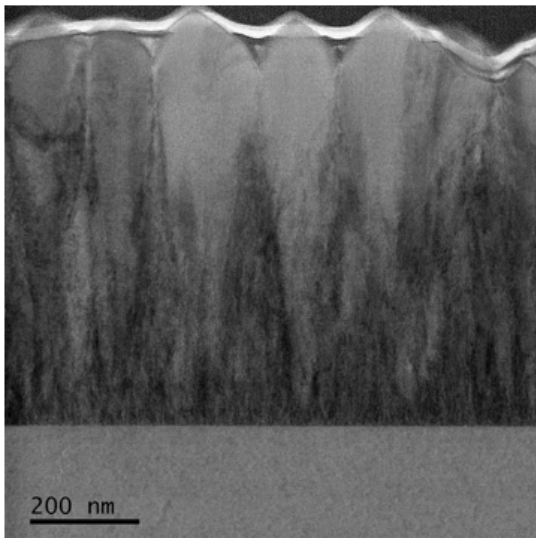


Figure 3.38 : Mesure en configuration rocking-curve d'un film de $\text{Sc}_{0.18}\text{Al}_{0.82}\text{N}$ déposé avec une pression de 9 mTorr, sur un substrat de saphir chauffé à 650°C.

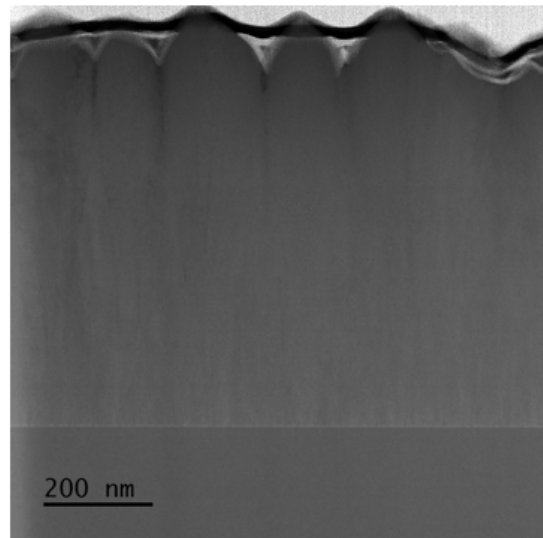


STEM BF

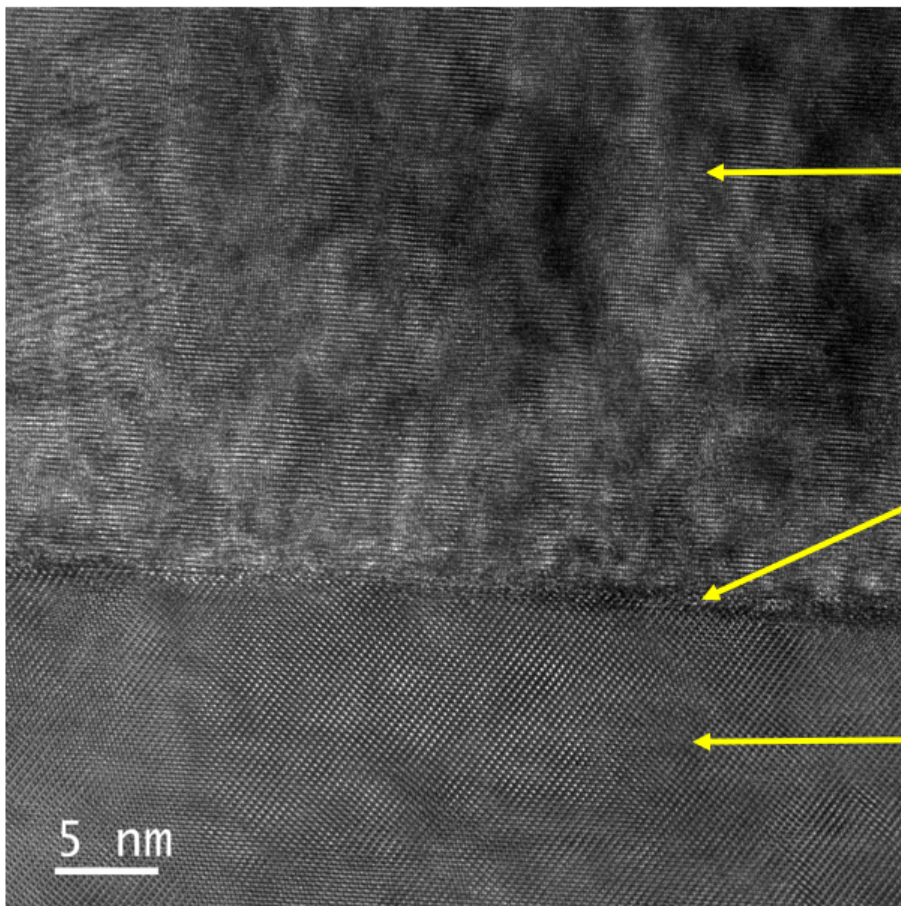


(c)

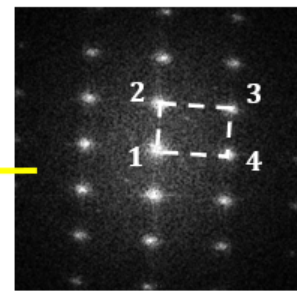
STEM HAADF



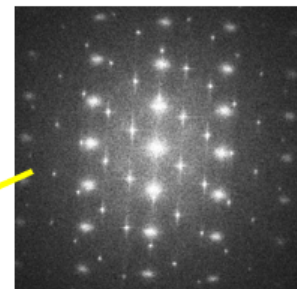
(d)



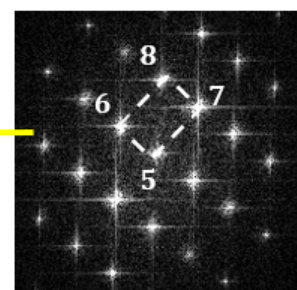
(e)



(f)



(g)



(h)

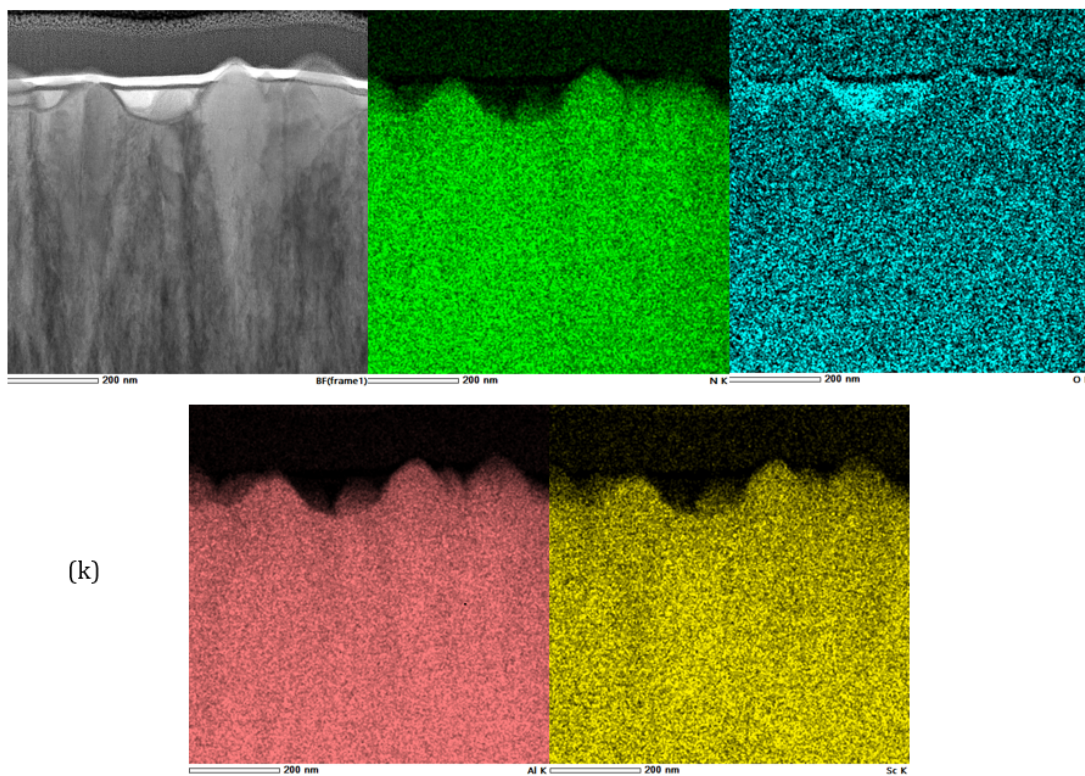
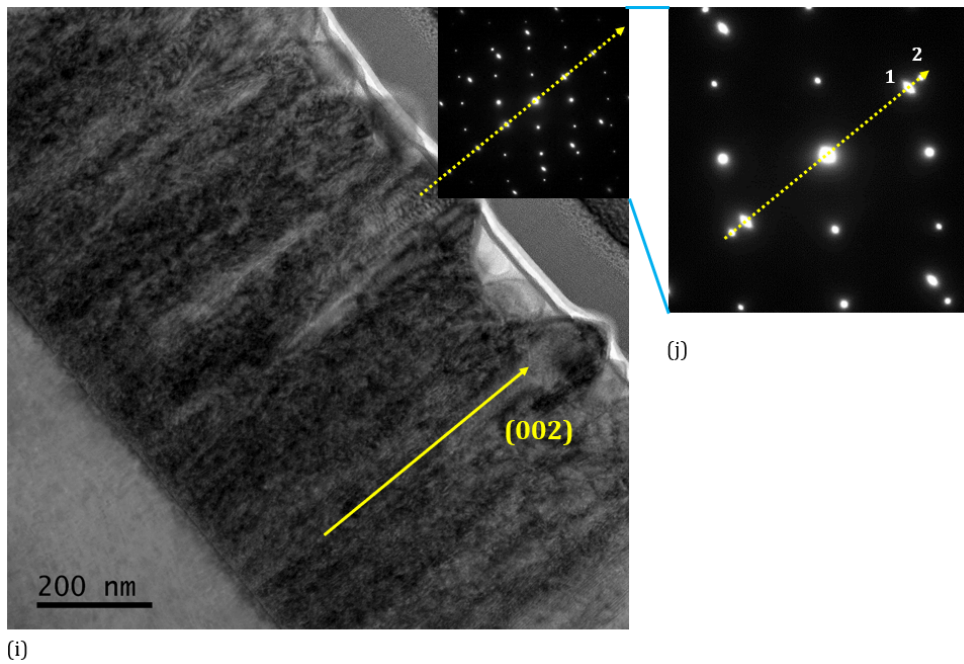


Figure 3.39 : Micrographie TEM en champ clair (a) et champ sombre (b). Micrographie STEM en champ clair (c) et champ sombre (d). Image TEM HR (e) et clichés de diffractions du film (f), de l'interface film/substrat (g), et du substrat (h). Micrographie TEM en champ sombre (i), et son cliché de diffraction (j). Cartographie des espèces chimiques (k).

De la même façon que pour l'AlN, les micrographies en champ clair et champ sombre effectuées au TEM (Fig. 39 (a) et (b)) montrent la structure colonnaire du film, avec sa forme en « crayons » en surface, caractéristique d'une haute texture. Les équivalents en STEM montrent l'homogénéité chimique du film. Ceci est corroboré par la cartographie opérée sur le film (Fig. 3.39 (k)), où la disposition des éléments chimiques dans le film est représentée. La première figure grisâtre, est une micrographie STEM bright field qui montre la zone où la composition chimique sera observée. Les images vertes et bleues correspondent respectivement à l'azote et à l'oxygène. La présence de ce dernier vient du fait que la mesure est effectuée sur une lame FIB, qui durant le transport est en contact direct avec l'air ambiant. L'oxygène se dépose donc à la surface de la lame FIB, créant une fine couche d'oxyde natif observé lors de la cartographie. On peut voir que la densité de points bleus est beaucoup plus faible que les autres, ce qui a tendance à valider l'explication précédente. Les images rouge et jaune correspondent respectivement à l'aluminium et au scandium. Une information importante apparaît : le film est très homogène, que ce soit au niveau de N, de Al, ou de Sc. La disposition des pétales de scandium et d'aluminium dans la cible permet donc une homogénéité du film. La densité de points pour la cartographie du scandium est plus faible que pour l'aluminium. Ceci est normal puisque le taux de scandium est inférieur à celui de l'aluminium.

Les figures 3.39 et (e) à (h) montrent une micrographie effectuée en mode TEM HR, et des différents clichés de diffraction effectués. Sur le cliché de diffraction du film en (f), on observe une structure proche du monocristal, qui indique le caractère hétéro-épitaxié du film. L'indexation des tâches en devient aisée :

- En 1 l'orientation (000) qui correspond au point d'entrée du faisceau électronique.
- En 2 l'orientation (002).
- En 3 la (112).
- Et en 4 la (110).

De la même manière, on obtient pour le substrat de saphir (cliché en (h)) :

- En 5 l'orientation (000).
- En 6 la (-102).
- En 7 la (014).
- En 8 la (006).

Le cliché de diffraction en (g) est aussi très intéressant. Il est effectué au niveau de l'interface entre le film de $Sc_{0.18}Al_{0.82}N$ et le substrat, montrant ainsi les deux microstructures en présence. On y voit une superposition parfaite entre les deux clichés en (f) et en (h), c'est-à-dire, que les axes (002) du film et (006) du substrat sont parallèles, indiquant une épitaxie du film selon la direction de l'axe **c**. Cette déduction est confirmée par les figures 3.39 (i) et (j). De la même manière, on voit une excellente superposition des axes (112) du $Sc_{0.18}Al_{0.82}N$, et (104) du saphir. Cette superposition indique une épitaxie dans le plan, comme on avait observé sur le film d'AlN/Saphir. La première montre une micrographie TEM en champ sombre, où on a ajouté une flèche jaune indiquant l'axe **c** du film, ou l'orientation (002) ; la seconde montre un cliché de diffraction effectué avec un faisceau large, qui englobe film et substrat. Les tâches lumineuses représentent donc les deux matériaux en présence. L'indexation de ces tâches indique l'orientation (006) du saphir en 1, et l'orientation (002) du film en 2. Si on compare la disposition de ces tâches avec la direction de la flèche indiquant l'orientation (002) du film, on retrouve le caractère épitaxial du film selon l'axe **c**, et l'orientation (002) est bien alignée avec l'orientation (006) du substrat. Ce caractère hétéro-épitaxial a été désigné comme structure prometteuse, et les paramètres de dépôt utilisés sont considérés comme optimaux pour la composition $Sc_{0.18}Al_{0.82}N$. Ces conditions sont rassemblées dans le tableau suivant :

Puissance (W)	Taux d'azote (%)	Pression (mTorr)	Température (°C)
200	100	9	650

Tableau 3.8 : Paramètres de dépôt optimaux pour la croissance de $Sc_{0.18}Al_{0.82}N$.

Toutes ces informations permettent de déduire la faisabilité d'une croissance amenant à des films de $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ hautement texturés. Cependant un problème se pose alors au niveau des paramètres de dépôt. Ces paramètres ont tendance à nécessiter une forte modification pour des taux de scandium grandissant. En effet, pour passer de l'AlN au $\text{Sc}_{0.18}\text{Al}_{0.82}\text{N}$, il nous a fallu augmenter la température de 150°C, et la pression de 4 mTorr. Or, ces hausses ne sont pas anodines du point de vue du bâti de pulvérisation. La gamme de température atteinte devient néfaste pour le système de chauffage. En effet, lors de l'étalonnage du thermocouple, des températures supérieures avaient été atteintes, mais cela a engendré une avarie au niveau du système, où les contacts entre la résistance chauffante et les câbles d'alimentation électriques devenait de plus en plus mauvais, entraînant des courts-circuits, puis une brisure de la résistance. Ces problèmes de contact commencent entre 650 et 700°C, qui est la température nécessaire pour déposer le $\text{Sc}_{0.18}\text{Al}_{0.82}\text{N}$. De la même manière, l'augmentation de la pression peut devenir néfaste pour le bâti de pulvérisation, et les capteurs utilisés sont limités à une pression de 10 mTorr. De plus, malgré une tendance des paramètres plutôt aisés à déterminer, les films sont de plus en plus difficiles à bien faire cristalliser, et le taux de reproductibilité devient de plus en plus faible, avec la hausse du taux de scandium. Donc, avec notre protocole de croissance, il est plus difficile d'obtenir de bonnes textures de $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ pour des teneurs en Sc élevée. Cette affirmation peut être corroborée par la comparaison entre les rocking-curves des films considérés comme optimaux, pour chaque composition :

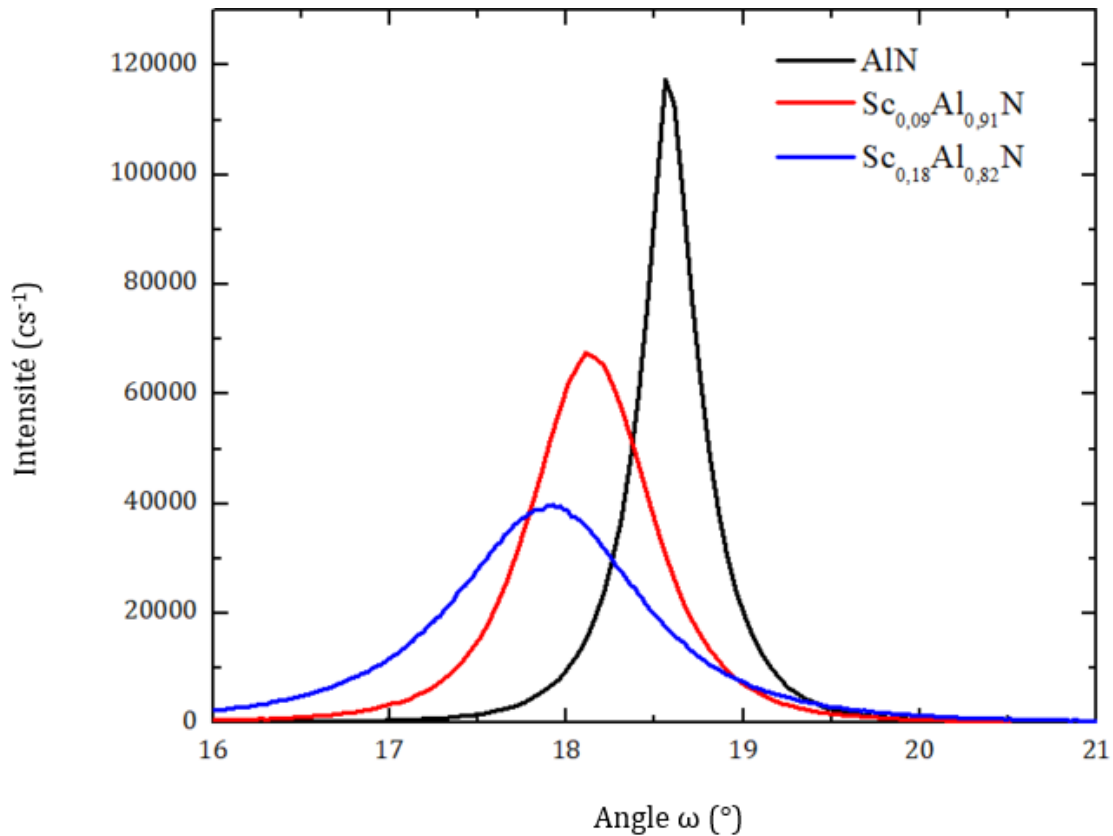


Figure 3.40 : Mesures en configuration rocking-curve de trois films de $Sc_xAl_{1-x}N$, en noir la composition 0% de Sc, en rouge 9% et en bleu 18%.

Rappelons que les rocking-curves mesurées pour les films d'AlN, de $Sc_{0,09}Al_{0,91}N$ et de $Sc_{0,18}Al_{0,82}N$, sont respectivement de $0,37^\circ$, $0,78^\circ$ et $1,2^\circ$. On constate alors un élargissement de la rocking-curve avec l'augmentation du taux de scandium, malgré une quantité de temps et de tests globalement égaux entre chaque composition. Il devient plus difficile de faire une bonne croissance de $Sc_xAl_{1-x}N$ avec notre méthode, si on veut aller plus haut dans les teneurs en Sc. Nous avons donc décidé d'en rester là pour cette thèse, le temps de déterminer une autre méthode de croissance, ou la détermination d'un nouveau jeu de paramètres plus raisonnable, permettant l'obtention de films de $Sc_xAl_{1-x}N$ hautement texturés, pour de forts taux de Sc.

3.3 Croissance de la couche protectrice

3.3.1 L'Al₂O₃ comme couche protectrice

Les expériences de croissance ont aussi pour sujet, le développement de la couche protectrice. Nous avons par ailleurs mentionné plus tôt dans le premier chapitre, le dilemme du choix du matériau à utiliser. La structure de type WLAW à développer est la suivante : Couche protectrice/IDT/Sc_xAl_{1-x}N (ou GaN dans un premier temps)/Saphir. Puisque le saphir possède les propriétés nécessaires de vitesse de propagation, de stabilité à la température, et de barrière de diffusion, on peut donc, dans un premier temps, penser à le réutiliser comme couche de protection.

L'alumine Al₂O₃ est un matériau présentant plusieurs variétés allotropiques stable (phase α), métastables (phases γ, δ, θ, κ, ε, η et χ) et amorphes. Les phases de transition (ou métastables) peuvent être obtenues par déshydratation partielle des hydroxydes d'aluminium. La phase α est la phase thermodynamiquement stable de l'alumine. Les phases correspondent à des structures cristallographiques différentes, la phase saphir présentant un système réticulaire rhomboédrique.

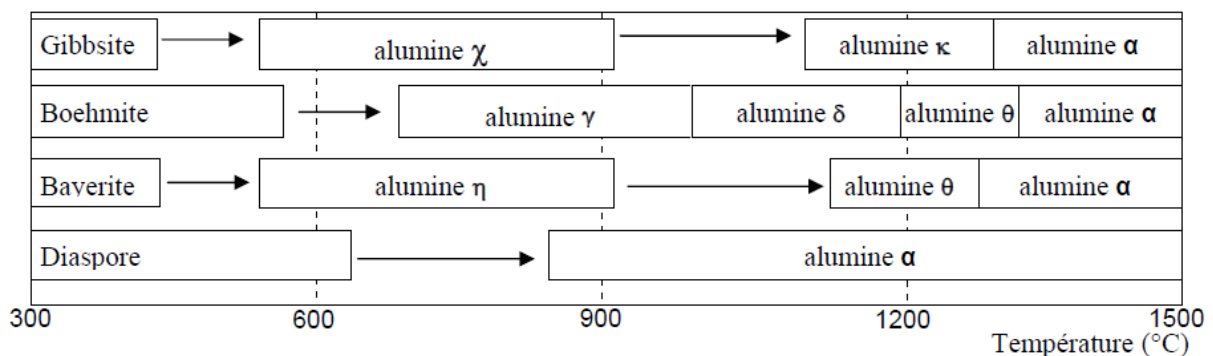


Figure 3.41 : Diagramme de stabilité thermique des alumines de transition⁴¹.

De manière générale, il est difficile d'effectuer une bonne croissance de la phase α par pulvérisation cathodique, pour de basses températures de substrat⁴². En 2016, une étude sur la croissance de l'alumine par pulvérisation cathodique a été menée dans l'équipe 405 de l'Institut Jean Lamour, lors d'un stage de master 2, par M. Koffi Moïse

Kouamé Déroh. Les résultats obtenus par M. Déroh ont fourni une réponse à la question de la croissance d'alumine par pulvérisation. Dans un premier temps, des films d' Al_2O_3 ont été déposés sur Si(100) à température ambiante. L'influence du ratio Ar/ O_2 du gaz, du débit d' O_2 , et de la pression du plasma, ont été étudiés par M. Déroh. Ensuite, chaque échantillon a subi plusieurs caractérisations. La qualité cristalline fut déterminée par DRX en configuration θ - 2θ , l'épaisseur des échantillons a été mesurée par profilométrie (profilomètre mécanique KLA Tencor P-6). Les films ayant été déposés pendant la même durée (de 2414 s), la vitesse de dépôt résultant de chaque jeu de paramètres utilisé, a pu être déduite. M. Déroh a de plus, pris en compte la possibilité de ne pas réussir à obtenir la composition Al_2O_3 dans les cas où le taux d' O_2 serait trop bas. Dans de tels cas, le film obtenu serait composé quasi-exclusivement d'aluminium. L'alumine étant isolant, et l'aluminium étant conducteur, la détermination de l'obtention de l'un ou de l'autre matériau, a été effectuée en mesurant la résistance des films par un multimètre.

Les résultats de M. Déroh ont permis l'établissement de premiers constats. Premièrement, on observe que la majorité des films ont été déposés avec une vitesse de dépôt comprise entre 100 et 200 nm par heure. Cependant, certains films présentent une épaisseur beaucoup plus importante, venant d'une vitesse de dépôt de plus de 2 μm par heure. La particularité de ces échantillons épais, est qu'ils montrent tous une résistance inférieure à 300 Ω . Ces films conducteurs sont donc constitués principalement d'Al. Le point commun de ces films d'Al, est qu'ils ont tous été déposés avec des taux d' O_2 très faibles (5 %). Cependant, tous les films déposés avec seulement 5% n'ont pas forcément eu pour résultat, des films d'Al. Les échantillons développés avec une pression élevée (15 mTorr) ou un débit d' O_2 supérieur à 3 cm^3/min , montrent une résistance infinie. Ces films sont donc composés d'alumine. Globalement, il faut retenir que la croissance de films d'alumine n'est possible que s'il y a un apport d' O_2 suffisant (via la pression, le ratio des gaz, et le débit d' O_2). De plus, tous les films déposés pour un taux d' O_2 de 10 % ou plus, ont présenté des résistances infinies. Ce sont donc aussi des films d'alumine. Des analyses EDXS ont confirmé que les films « fins » sont bien constitués d' Al_2O_3 .

Cependant, des mesures TEM et DRX θ - 2θ ont confirmé le caractère amorphe de ces films. La densité de certains films a par ailleurs été mesurée par réflectométrie des rayons X, révélant des densités d'environ $3,4 \text{ g/cm}^3$, alors que le $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ a une densité proche de 4 g/cm^3 . Il en a résulté une porosité d'environ 12% ! Dans l'intention de tester le potentiel de ces couches d'alumine dans le cadre de la technologie WLAW, M. Déroh a effectué des dépôts d'une épaisseur de $4 \mu\text{m}$, et a ensuite mesuré la dureté des films, ainsi que leur module d'Young, par nano-indentation. Il a obtenu respectivement pour la dureté et pour le module d'Young des valeurs de 10,5 GPa et 163 GPa pour cet échantillon épais. Ces résultats sont relativement éloignés de ceux qu'on peut trouver la littérature, puisque des films d'alumine déposés par pulvérisation, ont montré des valeurs de 23 GPa⁴³, et de 219 GPa⁴⁴, pour les mêmes constantes. On peut alors penser que ces couches d'alumines vont présenter des vitesses de propagation beaucoup plus basse que celles du saphir, ce qui va limiter le confinement de l'onde. Ce type de couche a par ailleurs été testé dans une structure WLAW⁴⁵, et a montré les limites de l'alumine déposé par M. Déroh. La couche d'alumine déposée sur un dispositif ZnO/IDT/LiNbO₃, n'est pas adaptée pour confiner l'onde dans un dispositif WLAW, justement à cause de sa porosité, et de ses propriétés élastiques trop éloignées du saphir. La figure 3.42 montre un test non-concluant de la structure à trois couches Al₂O₃/ZnO/IDT/LiNbO₃, ou une perturbation induite à la surface de l'alumine est ressentie par l'onde. Cette dernière n'est donc pas complètement confinée dans la couche de ZnO.

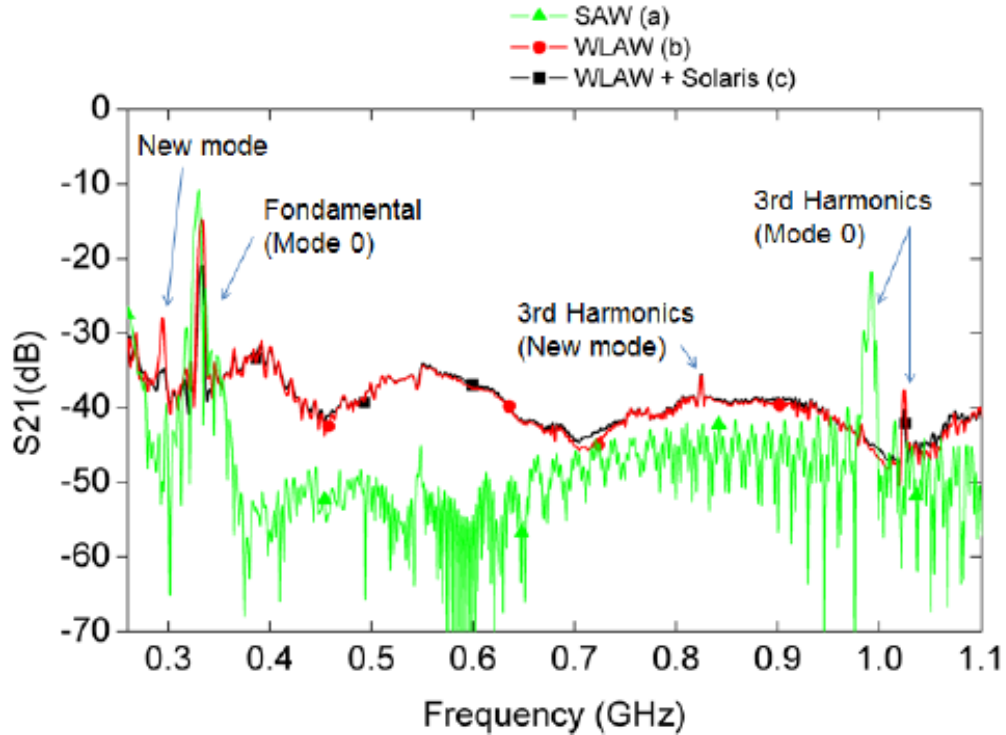


Figure 3.42 : Superposition des paramètres S_{21} de deux dispositifs de type ligne à retard, basé sur les structures $\text{ZnO}/\text{IDT}/\text{LiNbO}_3$ et $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZnO}/\text{IDT}/\text{LiNbO}_3$. Un test dit « Solaris » a été effectué lors de cette expérience (ce type de test sera détaillé dans le chapitre suivant)⁴⁵.

M. Déroh a ensuite eu l'idée d'améliorer la microstructure des films d'alumine. En effet, les propriétés observées sur les précédentes couches, peuvent être expliquées par le comportement amorphe des films. M. Déroh a donc effectué des recuits de ces films à différentes températures, et ce pendant 4h, avec l'idée de déterminer un traitement qui améliorerait les propriétés élastiques de son alumine. M. Déroh observe cependant, que la phase α n'apparaît qu'à partir de 1100°C :

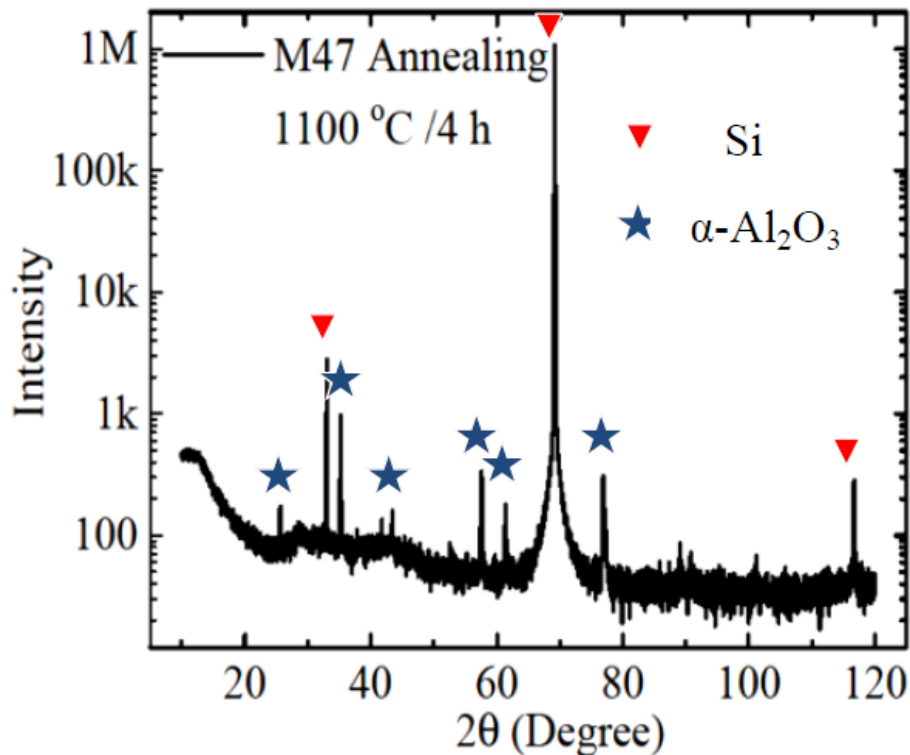


Figure 3.43 : Diagramme θ - 2θ d'un film d' Al_2O_3 déposé sur Si(100) après un recuit à 1100°C pendant 4h⁴².

M. Déroh a donc réussi à obtenir une phase saphir à partir d'un dépôt d'alumine effectué sur Si(100). Cependant les conditions expérimentales nécessaires pour cela, sont très lourdes, et peuvent être néfastes pour nos dispositifs. De plus dans notre structure, les matériaux pour la couche piézoélectrique guidante et pour les IDT, ne sont pas sélectionnés pour leur résistance vis-à-vis de l'oxydation (puisque la couche protectrice est sensée faire office de barrière de diffusion). Or, le dépôt d'alumine se fait bien évidemment avec une pression partielle d' O_2 suffisante pour obtenir la bonne stœchiométrie de l'alumine. Il est donc possible d'oxyder partiellement la couche piézoélectrique guidante et les IDT pendant le dépôt d'alumine. Nous avons donc choisi de ne pas continuer le développement de nos capteurs avec ce matériau.

3.3.2 L'AlN comme couche protectrice

L'autre matériau pouvant faire office de couche protectrice est l'AlN, qui possède tous les atouts requis pour notre application. Nous avons de plus, montré plus tôt dans ce chapitre, qu'il est possible avec nos moyens, d'obtenir des films d'AlN hautement texturés via des conditions de dépôt plus raisonnables que pour l'alumine. Notre choix s'est donc porté sur l'AlN comme couche protectrice.

Le potentiel de l'AlN en tant que matériaux servant à confiner l'onde dans la couche guidante, a été en premier lieu étudié via une collaboration avec Mme Cécile Fløer, doctorante à l'Institut Jean Lamour. La structure étudiée ici est AlN/ZnO/IDT/LiNbO₃. L'AlN joue dans cette structure le rôle de couche de confinement. Le potentiel de l'AlN dans ce rôle a été confirmé grâce à cette collaboration, et le succès de ces travaux est aujourd'hui retranscrit dans la littérature⁴⁶.

Cependant, la structure de Mme Fløer est basée sur les matériaux LiNbO₃ et ZnO (du fait de l'application visée qui est différente de la nôtre), qui comme nous l'avons dit, supportent peu les hautes températures. Les dépôts d'AlN ont alors été effectués sans chauffage des substrats de ZnO/IDT/LiNbO₃. La microstructure de l'AlN s'est donc révélée peu optimisée. Cela n'a pas empêché un bon confinement de l'onde, mais peut s'avérer problématique dans le cas de la haute température, puisqu'on soupçonne que les joints de grains puissent servir de canaux de transit pour l'oxygène jusqu'à l'interface avec la couche guidante. Cela reste néanmoins à vérifier. Les structures que nous étudions dans cette thèse (AlN/IDT/Sc_xAl_{1-x}N/Saphir et AlN/IDT/GaN/Saphir) étant plus adaptées aux hautes températures, nous pouvons nous permettre d'effectuer les dépôts d'AlN à chaud, d'où la possibilité d'obtenir de l'AlN de meilleure qualité.

Le Sc_xAl_{1-x}N étant en phase de développement au même moment, nous avons décidé de démarrer cette étude de croissance d'AlN sur des substrats de GaN/Saphir. Mais ici nous ne partons pas de zéro : nous avons déjà fait une étude au préalable sur la croissance d'AlN/Saphir. Etude qui a porté ses fruits. Nous nous sommes donc inspirés de

nos travaux antérieurs, et nous avons commencé l'étude par une systématique sur la température, en prenant comme point de départ, les conditions optimales déterminées pour les substrats de saphir :

Puissance (W)	Taux d'azote (%)	Pression (mTorr)	Température (°C)
200	100	5	415
			470
			525

Tableau 3.9 : Paramètres de dépôt utilisés pour la systématique sur la température.

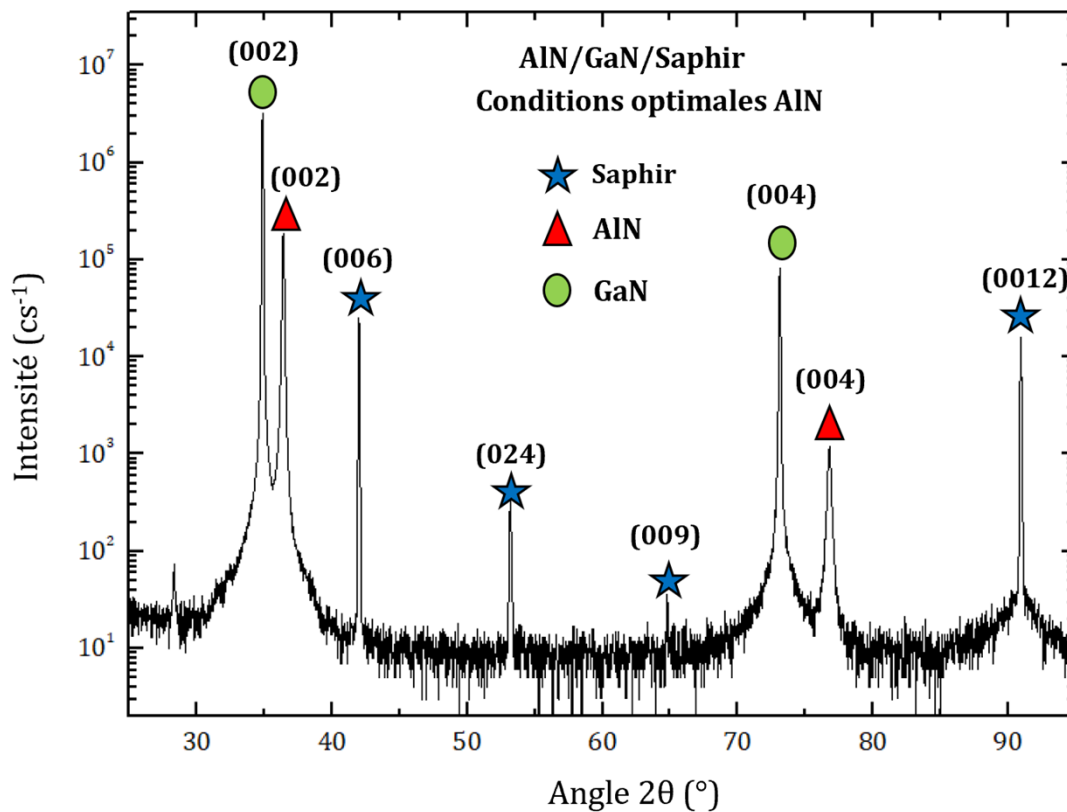


Figure 3.44 : Diagramme θ - 2θ d'un film d'AlN déposé sur GaN/Saphir avec les conditions optimales de l'AlN/Saphir.

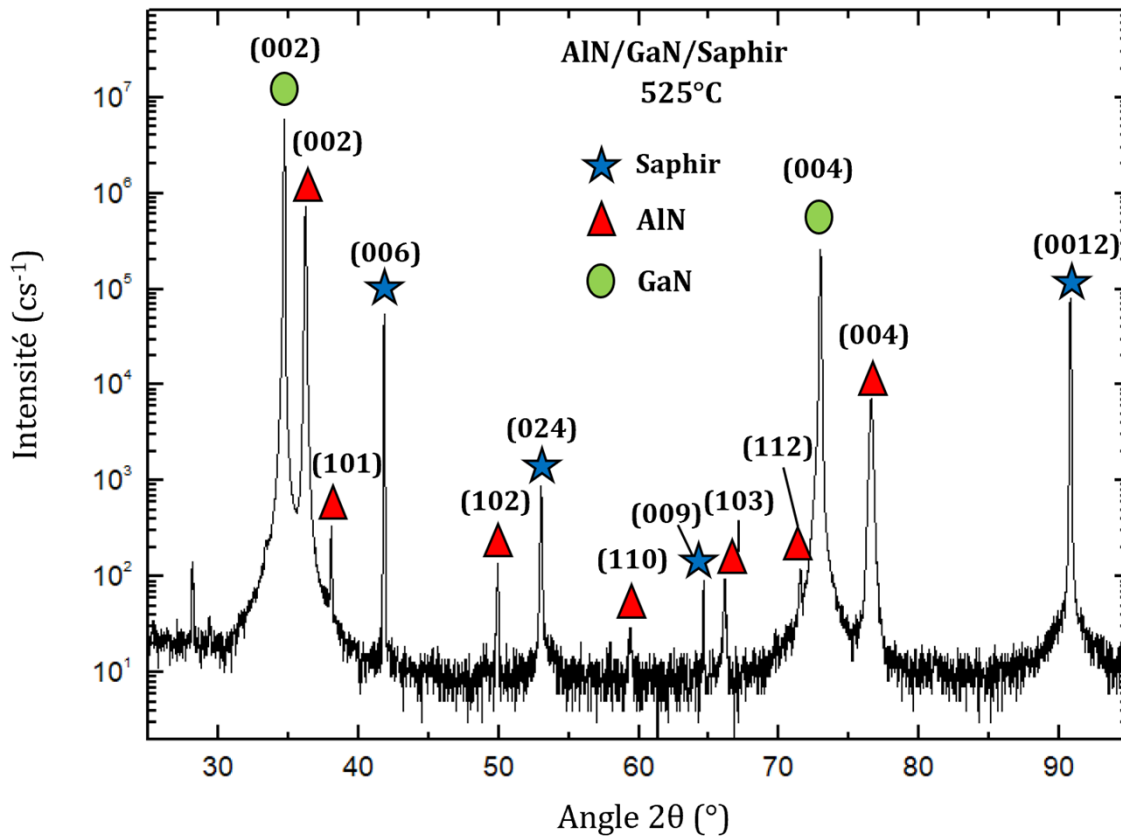


Figure 3.45 : Diagramme θ - 2θ d'un film d'AlN déposé sur GaN/Saphir chauffé à 525°C.

Les conditions optimales pour les dépôts d'AlN de 3 μm sur des substrats de saphir donnent de bons résultats sur GaN (Fig. 3.44). On voit sur le diagramme θ - 2θ correspondant, que l'AlN montre une forte orientation préférentielle (002), confirmée par la présence du pic (004). L'augmentation de la température entraîne une légère dégradation de la microstructure, visible via l'apparition d'orientations parasites, telles que la (101), ou la (103) (Fig. 3.45). A contrario, une température plus faible, égale à 415°C améliore la microstructure du film d'AlN. La mesure en configuration rocking-curve montre que cette dernière vaut 0,79° (Fig. 3.46). Ce type de microstructure serait tout à fait acceptable pour servir de barrière de diffusion, en plus de servir de couche de confinement. Les paramètres optimaux pour déposer de l'AlN sur GaN sont donc :

Puissance (W)	Taux d'azote (%)	Pression (mTorr)	Température (°C)
200	100	9	415

Tableau 3.10 : Paramètres de dépôt optimaux pour la croissance d'AlN sur GaN.

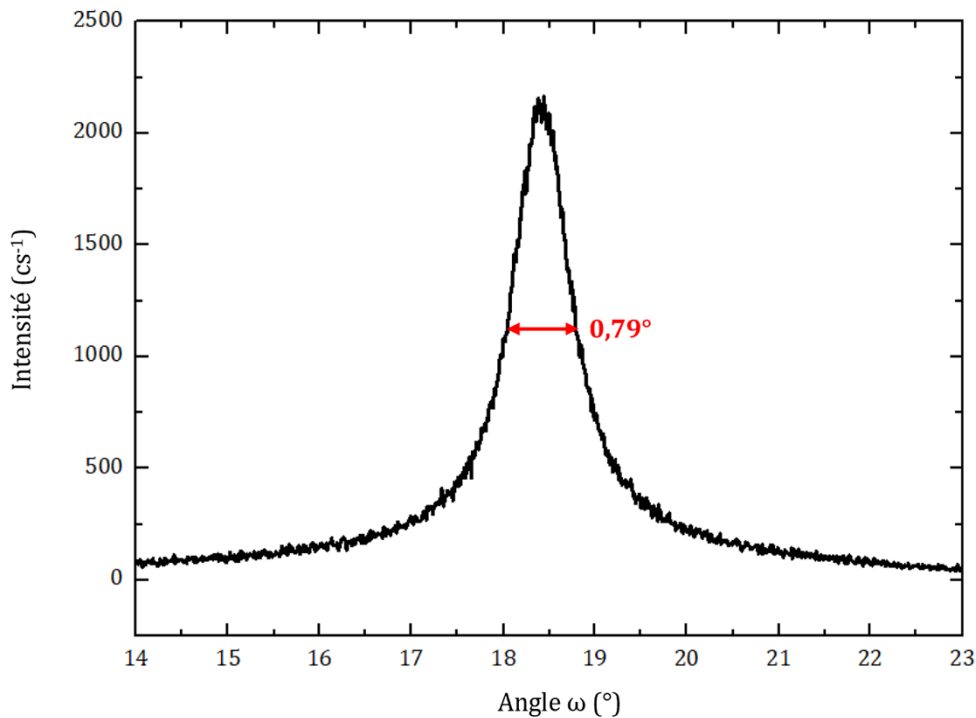


Figure 3.46 : Mesure rocking-curve d'un film d'AlN déposé sur GaN/Saphir chauffé à 415°C.

4. Conclusion du chapitre

Ce chapitre a porté dans un premier temps, sur la croissance de $Sc_xAl_{1-x}N$. Les expérimentations ont commencé par la composition avec 0% de scandium, c'est-à-dire de l'AlN pour obtenir un point de référence pour les compositions contenant du scandium. Chaque jeu de paramètres de pulvérisation optimal sert ensuite de point de référence pour la composition suivante. La microstructure du $Sc_xAl_{1-x}N$ pour x valant 0, 0.09 et 0.18, a pu être améliorée jusqu'à obtenir des films hautement texturés. Cependant, la tendance à la hausse de certains paramètres de dépôt fait que les limites du bâti de pulvérisation finissent par être approchées. L'étude sur la croissance du $Sc_xAl_{1-x}N$ s'arrête donc sur cette composition à 18% de Sc, le temps de déterminer un autre jeu de paramètre plus raisonnable. Ce chapitre a aussi expliqué le choix de l'AlN comme couche protectrice, et de présenter l'optimisation de sa microstructure lorsqu'il est déposé sur GaN.

Références bibliographiques

- 1 M. Akiyama, T. Kamohara, K. Kano, A. Teshigahara, Y. Takeuchi and N. Kawahara; *Enhancement of Piezoelectric Response in Scandium Aluminum Nitride Alloy Thin Films Prepared by Dual Reactive Cosputtering*; *Advanced Materials*, 21:5, 593-596 (2009)
- 2 N. Farrer and L. Bellaiche; *Properties of hexagonal ScN versus wurtzite GaN and InN*; *Physical Review B*, 66:20, 201203(R) (2002)
- 3 V. Ranjan, L. Bellaiche and E.J. Walter; *Strained Hexagonal ScN: A Material with Unusual Structural and Optical Properties*; *Physical Review Letters*, 90:25, 257602 (2003)
- 4 F. Tasnádi, B. Alling, C. Höglund, G. Wingqvist, J. Birch, L. Hultman, and I.A. Abrikosov; *Origin of the Anomalous Piezoelectric Response in Wurtzite $Sc_xAl_{1-x}N$ Alloys*; *Physical Review Letters*, 104:13, 137601 (2010)
- 5 T. Yanagitani, K. Arakawa, K. Kano, A. Teshigahara and M. Akiyama; *Giant shear mode electromechanical coupling coefficient k_{15} in c-axis tilted ScAlN films*; 2010 IEEE International Ultrasonics Symposium, 2095-2098 (2010)
- 6 K. Sano, R. Karasawa and T. Yanagitani; *High electromechanical coefficient $kt^2=19\%$ thick ScAlN piezoelectric films for ultrasonic transducer in low frequency of 80 MHz*; 2017 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), 1 (2017)
- 7 K. Sano, R. Karasawa and T. Yanagitani; *Thick ScAlN film for high efficient ultrasonic transducer in low frequency of 81 MHz*; 2017 19th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (TRANSDUCERS), 862-865 (2017)
- 8 T. Yanagitani and M. Suzuki; *Electromechanical coupling and gigahertz elastic properties of ScAlN films near phase boundary*; *Applied Physics Letters*, 105:12, 122907 (2014)
- 9 R. Karasawa and T. Yanagitani; *c-Axis zig-zag polarization inverted ScAlN multilayer for FBAR transformer rectifying antenna*; 2017 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), 1-4 (2017)
- 10 A. Teshigahara, K. Hashimoto and M. Akiyama; *Scandium aluminum nitride: Highly piezoelectric thin film for RF SAW devices in multi GHz range*; 2012 IEEE International Ultrasonics Symposium, 1-5 (2012)
- 11 K. Hashimoto, T. Fujii, S. Sato, T. Omori, C. Ahn, A. Teshigahara, K. Kano, H. Umezawa and S. Shikata; *High Q surface acoustic wave resonators in 2-3 GHz range using ScAlN/single crystalline diamond structure*; 2012 IEEE International Ultrasonics Symposium, 1-4 (2012)
- 12 K. Hashimoto, S. Sato, A. Teshigahara, T. Nakamura and K. Kano; *High-performance surface acoustic wave resonators in the 1 to 3 GHz range using a ScAlN/6H-SiC structure*; *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 60:3, 637-642 (2013)
- 13 Q. Zhang, T. Han, W. Wang, K. Hashimoto and J. Chen; *Surface acoustic wave propagation characteristics of ScAlN/diamond structure with buried electrode*; *Proceedings of the 2014 Symposium on Piezoelectricity, Acoustic Waves, and Device Applications*, 271-274 (2014)

- 14 Q. Zhang, T. Han, J. Chen, W. Wang and K. Hashimoto; *Enhanced coupling factor of surface acoustic wave devices employing ScAlN/diamond layered structure with embedded electrodes*; *Diamond and Related Materials*, 58, 31-34 (2015)
- 15 A. Kochhar, Y. Yamamoto, A. Teshigahara, K. Hashimoto, S. Tanaka and M. Esashi; *Wave Propagation Direction and c-Axis Tilt Angle Influence on the Performance of ScAlN/Sapphire-Based SAW Devices*; *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 63:7, 953-960 (2016)
- 16 W. Wang, P.M. Mayrhofer, X. He, M. Gillinger, Z. Ye, X. Wang, A. Bittner, U. Schmid and J.K. Luo; *High performance AlScN thin film based surface acoustic wave devices with large electromechanical coupling coefficient*; *Applied Physics Letters*, 105:13, 133502 (2014)
- 17 M. Milena, B. Johan, K. Ilia and Y. Ventsislav; *Aluminum scandium nitride thin-film bulk acoustic resonators for wide band applications*; *Vacuum*, 86:1, 23-26 (2011)
- 18 M.T. Hardy, B.P. Downey, D.J. Meyer, N. Nepal, D.F. Storm and D.S. Katzer; *Epitaxial ScAlN Etch-Stop Layers Grown by Molecular Beam Epitaxy for Selective Etching of AlN and GaN*; *IEEE Transactions on Semiconductor Manufacturing*, 30:4, 475-479 (2017)
- 19 M.T. Hardy, B.P. Downey, N. Nepal, D.F. Storm, D.S. Katzer and D.J. Meyer; *Epitaxial ScAlN grown by molecular beam epitaxy on GaN and SiC substrates*; *Applied Physics Letters*, 110:16, 162104 (2017)
- 20 M. Akiyama, K. Kano and A. Teshigahara; *Influence of growth temperature and scandium concentration on piezoelectric response of scandium aluminum nitride alloy thin films*; *Applied Physics Letters*, 95:16, 162107 (2009)
- 21 Y.X. Yang, X.M. Li, D. Zhou, C.T. Yang, F. Feng, J.S. Yang and Q.J. Hu; *Effects of temperature on PO and resistivity of ScAlN film*; *Surface Engineering*, 31:10, 775-778 (2015)
- 22 A. Zukauskaitė, G. Wingqvist, J. Palisaitis, J. Jensen, P.O.A. Persson, R. Matloub, P. Mural, Y. Kim, J. Birch and L. Hultman; *Microstructure and dielectric properties of piezoelectric magnetron sputtered w-Sc_xAl_{1-x}N thin films*; *Journal of Applied Physics*, 111:9, 093527 (2012)
- 23 J. Yang, X. Meng, C. Yang and W. Fu; *Influence of N₂/Ar-flow ratio on crystal quality and electrical properties of ScAlN thin film prepared by DC reactive magnetron sputtering*; *Applied Surface Science*, 282, 578-582 (2013)
- 24 Y. Zhang, W. Zhu, D. Zhou, Y. Yang and C. Yang; *Effects of sputtering atmosphere on the properties of c-plane ScAlN thin films prepared on sapphire substrate*; *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 26:1, 472-478 (2015)
- 25 J. Yang, X. Meng, C. Yang and Y. Zhang; *Influence of sputtering power on crystal quality and electrical properties of Sc-doped AlN film prepared by DC magnetron sputtering*; *Applied Surface Science*, 287, 355-358 (2013)
- 26 A. Pérez-Campos, M.S. Lozano, F.J. Garcia-Garcia, Z. Chen and G.F. Iriarte; *Synthesis of ScAlN thin films on Si (100) substrates at room temperature*; *Microsystem Technologies*, 24:6, 2711-2718 (2018)
- 27 K. Arakawa, T. Yanagitani, K.121 Kano, A. Teshigahara and M. Akiyama; *Deposition techniques of c-axis-tilted ScAlN films by conventional RF magnetron sputtering*; 2010 *IEEE International Ultrasonics Symposium*, 1050-1053 (2010)
- 28 G. Wingqvist, F. Tasnádi, A. Zukauskaitė, J. Birch, H. Arwin, and L. Hultman; *Increased electromechanical coupling in w-Sc_xAl_{1-x}N*; *Applied Physics Letters*, 97:11, 112902 (2010)
- 29 M. Akiyama, T. Tabaru, K. Nishikubo, A. Teshigahara and K. Kano; *Preparation of scandium aluminum nitride thin films by using scandium aluminum alloy sputtering target and design of experiments*; *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 118:1384, 1166-1169 (2010)
- 30 C. Höglund, J. Birch, B. Alling, J. Bareño, Z. Czigány, P.O.Å. Persson, G. Wingqvist, A. Zukauskaitė and L. Hultman; *Wurtzite structure Sc_{1-x}Al_xN solid solution films grown by reactive magnetron sputter epitaxy: Structural characterization and first-principles calculations*; *Journal of Applied Physics*, 107:12, 123515 (2010)

- 31 M.A. Moreira, J. Bjurström, V. Yantchev and I. Katardjiev; *Synthesis and characterization of highly c-textured Al(1-x)Sc(x)N thin films in view of telecom applications*; IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 41, 012014 (2012)
- 32 S. Fujii, S. Shimizu, M. Sumisaka, Y. Suzuki, S. Otomo, T. Omori and K. Hashimoto; *Deposition of highly c-axis-oriented ScAlN thin films by RF magnetron sputtering using a Sc-Al alloy target*; 2014 IEEE International Frequency Control Symposium (FCS), 1-4 (2014)
- 33 S. Fujii, M. Sumisaka, G. Tang, Y. Suzuki, S. Otomo, T. Omori and K. Hashimoto; *Highly c-axis-oriented ScAlN thin films deposited using Sc-Al alloy target*; 2015 IEEE MTT-S International Microwave Symposium, 1-4 (2015)
- 34 M. Sumisaka, K. Yamazaki, S. Fujii, G. Tang, T. Han, Y. Suzuki, S. Otomo, T. Omori and K. Hashimoto; *Sputter deposition of ScAlN using large size alloy target with high Sc content and reduction of Sc content in deposited films*; Japanese Journal of Applied Physics, 54, 07HD06 (2015)
- 35 X. Li, Y. Yang, D. Zhou, C. Yang, F. Feng, J. Yang and Q. Hu; *Preparation of ScAlN films as a function of power density on Si and flexible substrate by dc reactive magnetron sputtering*; Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 27:1, 171-176 (2016)
- 36 J. Tang, D. Niu, Y. Yang, D. Zhou and C. Yang; *Preparation of ScAlN films as a function of sputtering atmosphere*; Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 27:5, 4788-4793 (2016)
- 37 F. Engelmark; Ph. D. Thesis; *AlN and High-K Thin Films for IC and Electroacoustic Applications*; Uppsala University, Uppsala, Suède (2002)
- 38 M-A. Dubois and P. Mural; *Stress and piezoelectric properties of aluminum nitride thin films deposited onto metal electrodes by pulsed direct current reactive sputtering*; Journal of Applied Physics, 89, 6389 (2001)
- 39 G. F. Iriarte; Ph. D. Thesis; *AlN Thin Film Electroacoustic Devices*; Uppsala University, Uppsala, Suède (2003)
- 40 T. Aubert; Thèse de doctorat; *Contribution à l'élaboration de capteurs sans-fil, opérant à très haute température (500-1000°C), à base de dispositifs à ondes élastiques de surface : choix des matériaux constitutifs*; Université de Nancy, Nancy, France (2010)
- 41 H. Hidalgo; Thèse de doctorat; *Dépôt chimique en phase vapeur de couches minces d'alumine dans une post-décharge micro-onde*; Université de Limoges, Limoges, France (2003)
- 42 K.M.K. Déroh; Stage de master 2; *Couche passivante d'alumine Al₂O₃ : synthèse, caractérisations et intégration à des dispositifs SAW et WLAW pour les hautes températures*; Université de Lorraine, Metz, France (2016)
- 43 T. Kohara, H. Tamagaki, Y. Ikari and H. Fujii; *Deposition of α -Al₂O₃ hard coatings by reactive magnetron sputtering*; Surface and Coatings Technology, 185:2-3, 166-171 (2004)
- 44 K. Koskia, J. Hölsä and Pierre Juliet; *Properties of aluminium oxide thin films deposited by reactive magnetron sputtering*; Thin Solid Films, 339:1-2, 240-248 (1999)
- 45 S. Hage-Ali, O. Elmazria, G. Pierson, R. Kouitat, M. Deroh, F. Bartoli, T. Aubert and A. Talbi; *Packageless acoustic wave sensors for wireless body-centric applications*; 2016 IEEE Sensors, 1-3 (2016)
- 46 C. Floer, S. Hage-Ali, S. Zhgoon, M. Moutaouekkil, F. Bartoli, H. Mishra, S. Mc Murtry, P. Pigeat, T. Aubert, O. Bou Matar, A. Talbi and O. Elmazria; *AlN/ZnO/LiNbO₃ packageless structure as a low-profile sensor for potential on-body applications*; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, 65:10, 1925-1932 (2018)

Chapitre 4

Intégration des matériaux aux dispositifs à ondes élastiques guidées

La première composante de cette thèse, la partie « matériau » a fait l'objet du chapitre précédent. On y a décrit l'intérêt des matériaux abordés, et notre capacité à effectuer leur croissance. La suite logique est donc leur intégration à la technologie SAW, puis WLAW. Rappelons que la structure WLAW visée est $\text{AlN}/\text{IDT}/\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}/\text{Saphir}$. Or, le $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ étant en phase de développement (ce qui prend du temps), il a été substitué dans un premier temps par le matériau GaN, possédant les propriétés acoustiques nécessaires au développement des dispositifs WLAW. Les paramètres de la structure amenant au confinement de l'onde seront déterminés via des simulations FEM sur le logiciel *COMSOL Multiphysics*. Les dispositifs seront ensuite fabriqués suivant ces paramètres. Ces travaux feront l'objet de la première partie de ce quatrième chapitre.

La seconde partie traitera de l'étude des propriétés SAW du $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$. Nous utiliserons les compositions présentées dans le troisième chapitre, comme base des dispositifs étudiés. Quelques jeux de constantes physiques peuvent être trouvés dans la littérature sur le $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$. Nous avons, à partir de ces jeux, calculé la vitesse des ondes de surface sur une structure $\text{Sc}_{0,09}\text{Al}_{0,91}\text{N}/\text{Saphir}$, et comparé les résultats obtenus aux vitesses mesurées expérimentalement.

1. Etude de la structure AlN/IDT/GaN/Saphir

1.1 Détermination de constantes élastiques

1.1.1 Choix des matériaux composant la structure

Si on veut obtenir une structure WLAW AlN/IDT/GaN/Saphir, dont les paramètres d'épaisseur et de longueur d'onde sont favorables au confinement de l'onde, nous devons bien évidemment nous aider de calculs numériques. Cependant, la simulation du passage d'une onde dans une hétérostructure, nécessite la connaissance fine des propriétés physique des matériaux composant la structure, et notamment les coefficients élastiques C_{ij} des matériaux composants la structure. Dans le cas des dispositifs SAW et WLAW, où la génération de l'onde se fait par le biais du phénomène piézoélectrique, nous avons aussi besoin des constantes e_{ij} afférentes. Les constantes diélectriques ϵ_{ij} , et la densité ρ des matériaux sont aussi nécessaires pour approcher le plus finement possible la réalité. Dans le cas de l'application aux hautes températures, il faudrait aussi avoir la connaissance de l'évolution des constantes élastiques avec la température, traduit dans les coefficients élastiques du premier-ordre en température $C_{ij}(T)$, ainsi que les coefficients d'expansion thermiques $\alpha_{ii}(T)$. Pour simuler l'hétérostructure visée, nous devons donc tester plusieurs sets de ces constantes trouvés dans la littérature, et ce pour le saphir, le GaN et l'AlN. Le GaN ayant un bandgap proche de 3,5 eV¹, sa stabilité à la température est assurée jusqu'à 400°C. Cette largeur de bande interdite donne une concentration intrinsèque en porteurs libres quasi-négligeable à température ambiante, et d'environ 10^{-7} cm^{-3} pour une température de 400°C. La résistivité électrique correspondante, est d'environ $10^{10} \Omega \cdot \text{cm}$. Donc jusqu'à 400°C, les pertes diélectriques ne devraient poser aucun problème avec le GaN². Or, les films minces de GaN présentent des impuretés dans le cristal, sous forme de présence d'atomes d'oxygène. Cela conduit à un dopage non-intentionnel de type n, qui induit une concentration en électrons libres de l'ordre de 10^{18} cm^{-3} , et donc des résistivités d'environ $1 \Omega \cdot \text{cm}$, ce qui est néfaste pour une application SAW³. Il est possible de compenser ce dopage non-intentionnel de type n via l'introduction d'ions Fe^{3+} , c'est-à-

dire par un dopage intentionnel de type p⁴. Nous nous sommes procuré des films minces de GaN de ce type chez *Kyma Technologies* (Rayleigh, NC, USA), qui garantit une résistivité supérieure à $10^6 \Omega \cdot \text{cm}$. Malheureusement, la résistivité de ce type d'échantillons baisse avec l'augmentation de la température, perdant un ordre de grandeur pour une température de 250°C ⁵. Ceci est dû à la faible énergie d'activation de 0,5 eV liée à ces pièges. Nous nous contenterons donc de mesures allant jusque 500°C dans un premier temps.

Se pose maintenant la question des IDT. Comme nous l'avons dit dans le premier chapitre, pour des températures relativement faibles comme 500°C , certains métaux usuels sont suffisants pour assurer un bon fonctionnement. Les métaux Pt, Au, ou Cr (et bien d'autres) sont parfaitement capables de supporter ce type de températures. Cependant, nous avons plus d'expérience concernant le métal Al, tant au niveau de la facilité de la fabrication, qu'au niveau de la reproductibilité des résultats. Or, le comportement de l'Al pour des températures de l'ordre de 500°C n'est pas parfaitement connu, et nous avons donc mené une étude pour avoir une réponse concrète. L'étude a consisté à mesurer la résistivité électrique d'IDT en Al de 200 nm d'épaisseur, déposés sur des structures AlN/Si, et ce pour des températures allant jusqu'à 700°C .

Nous avons mené les tests de la manière suivante : quatre échantillons ont été chauffés jusqu'à la température visée, avec des températures d'insertion dans le four différentes. Les échantillons sont restés à cette température pendant une heure. La mesure de résistivité électrique a été effectuée après retour à la température ambiante, et ce en plusieurs points des échantillons. Les échantillons ont été ensuite observés au microscope optique (Fig. 4.1). Avant, les recuits, la résistivité de chaque échantillon était comprise entre 4,43 et 4,51 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$, ce qui est très proche des valeurs classiques (2,8 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$). Les résultats sont regroupés dans le tableau suivant :

Températures subies par l'échantillon (°C)	Température d'insertion (°C)	Résistivité ρ ($\mu\Omega.cm$)
500	Ambiante	3.68
600	500	4.17
650	600	3.86
700	700	- ρ infinie sur $\frac{3}{4}$ de la surface - 125 sur le reste

Tableau 4.1 : mesures de résistivité électrique des sept échantillon d'aluminium déposé sur AlN/Si

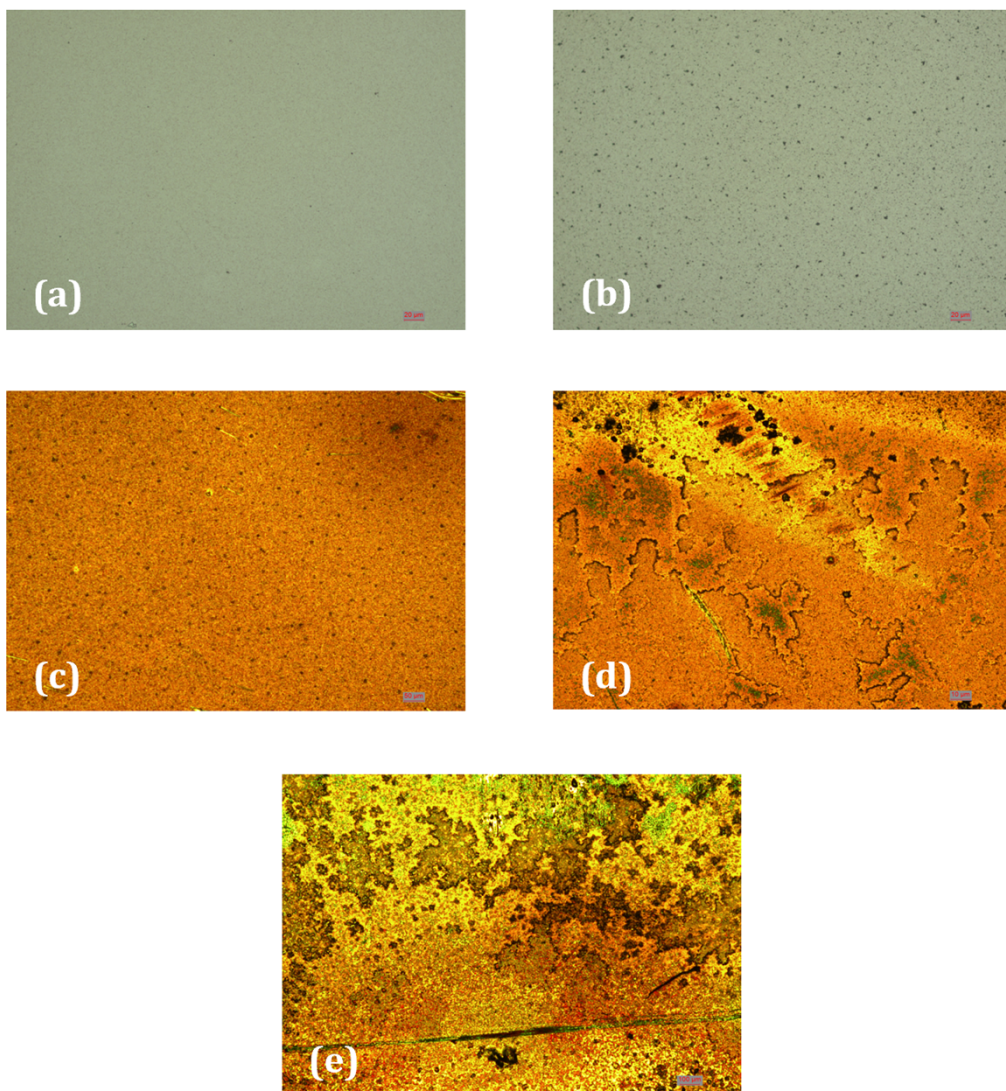


Figure 4.1 : Observations au microscope optique d'un des échantillons avant recuit (a), et des échantillons recuits à 500°C (b), 600°C (c), 650°C (d) et 700°C (e).

Pour les échantillons recuit à moins de 650°C, la résistivité après recuit est inférieure à la résistivité initiale. Cette légère diminution est probablement due à une recristallisation de l'aluminium. Les images du microscope optique montrent une faible densité de défauts de surface, et donc le film d'Al est très peu affecté par ces températures. A partir de 650°C, la résistivité reste inférieure à la résistivité initiale, mais des défauts de surface apparaissent. Pour 700°C, la température de fusion de l'aluminium est dépassée (660°C), et donc ce métal n'est plus viable pour nos expériences. Il résulte de ces mesures, que l'Al peut parfaitement convenir à des mesures allant jusqu'à 600°C pendant des durées de l'ordre d'une heure.

1.1.2 Courbes de dispersion en vitesse de propagation simulées et expérimentales à température ambiante, pour les structures SAW Al/AlN/Saphir et Al/GaN/Saphir

Les résultats numériques sont ici calculés à partir d'un modèle décrivant un IDT avec un nombre infini de doigts. On considère une structure avec une période d'IDT, c'est-à-dire, un doigt porté à un potentiel $+V$, et l'autre à un potentiel $-V$. Les structures simulées sont représentées sur la figure 4.2.

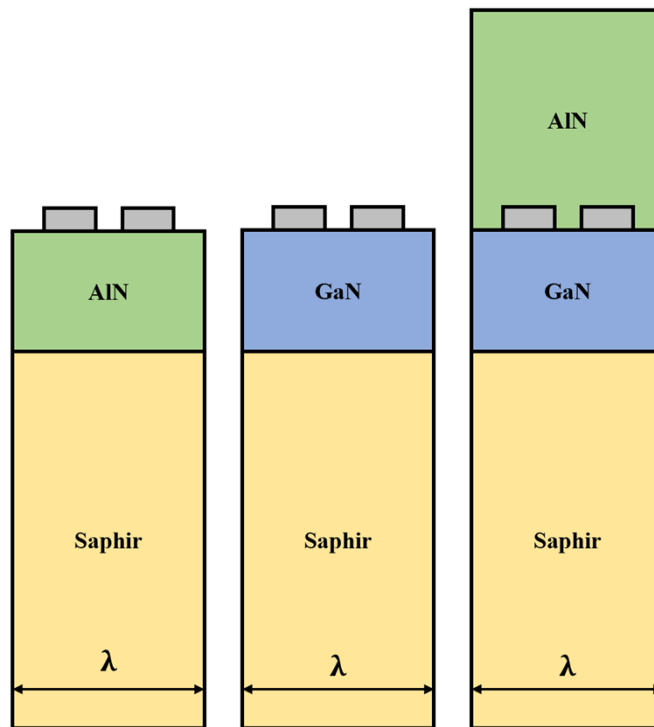


Figure 4.2 : Représentation 2D des structures simulées : IDT/AlN/Saphir, IDT/GaN/Saphir, et AlN/IDT/GaN/Saphir.

Pour simuler la structure finale AlN/IDT/GaN/Saphir, on doit diviser le travail en plusieurs étapes. La première est de déterminer un jeu de constantes adéquat pour chaque matériau, et ce de manière indépendante. On part ici avec un avantage, qui est que les constantes pour le saphir sont très connues, et bien représentées dans la littérature⁶. Les constantes à température ambiante pour l'AlN sont aussi disponibles et validées⁷. Pour le GaN, un article de 2016 apporte trois jeux de constantes élastiques que nous pourrions comparer⁸. Des coefficients fiables de l'aluminium sont aussi fournis dans la littérature⁹. Le tableau suivant résume les constantes élastiques utilisées :

Matériau	Constantes élastiques GPa							Constantes piézoélectriques C/m ²			Constantes Diélectriques 10 ⁻¹¹ F/m			Densité kg/m ³	Réf
	C ₁₁	C ₁₂	C ₁₃	C ₁₄	C ₃₃	C ₄₄	C ₆₆	e ₁₅	e ₃₁	e ₃₃	ε ₁₁	ε ₂₂	ε ₃₃		
Al	107.3	60.8	X	X	X	28.3	X	X	X	X	X	X	X	2702	9
Saphir	497	164	111	-23.5	498	147	X	X	X	X	8.28	8.28	0.12	3980	6
AlN	345	125	120	X	395	118	110	-0.48	-0.58	1.55	8	8	9.5	3260	7
GaN (LDA)	350	140	104	X	376	101	115	0.5	-0.32	0.63	8.9	8.9	8.9	6150	8
GaN (Brillouin)	390	145	106	X	398	105	123	0.5	-0.32	0.65	8.9	8.9	8.9	6150	8
GaN (SAW)	370	145	110	X	390	90	113	0.5	-0.32	0.65	8.9	8.9	8.9	6150	8

Tableau 4.2 : Constantes physiques pour l'Al, l'AlN, le GaN et le saphir à température ambiante.

Les constantes du saphir, de l'Al et de l'AlN ayant été déjà confirmées lors de précédentes études⁶, le doute subsiste seulement sur le jeu de constantes à utiliser pour le GaN. Pour les comparer, nous avons simulé la vitesse de propagation du mode Rayleigh de l'onde SAW, en fonction de l'épaisseur normalisée du GaN, appelée kh_{GaN} , obtenu par :

$$kh_{GaN} = 2\pi \frac{h_{GaN}}{\lambda}$$

Avec h_{GaN} l'épaisseur du film de GaN de l'ordre du μm , et λ la longueur d'onde aussi de l'ordre du μm . La courbe $v_{SAW} = f(kh_{GaN})$, aussi appelée *courbe de dispersion*, est calculée pour la structure IDT/GaN/Saphir, en utilisant les trois jeux de constantes du GaN (Tab. 4.2). On superposera à ces courbes, les points expérimentaux obtenus.

Les mesures SAW expérimentales ont été obtenues via la fabrication d'IDT en aluminium sur des substrats de GaN/Saphir, achetés chez *Kyma Technologies* (Rayleigh, NC, USA). Ces films de GaN (002) formés par MOCVD, et intentionnellement dopés Fe^{3+} , présentent une épaisseur de 2 μm . Des IDT de 200 nm d'épaisseur en Al sont fabriqués par photolithographie UV, en forme de résonateurs, avec 100 paires de doigts, et une métallisation de 50% (sur une période complète, 50% de l'espace est couvert de métal).

Plusieurs longueurs d'onde sont présentes, de 5 à 24 μm , et 200 réflecteurs sont disposés de chaque côté du résonateur. La propagation de l'onde se fait selon la direction X du substrat de saphir. Ces dispositifs ont ensuite été caractérisés électriquement.

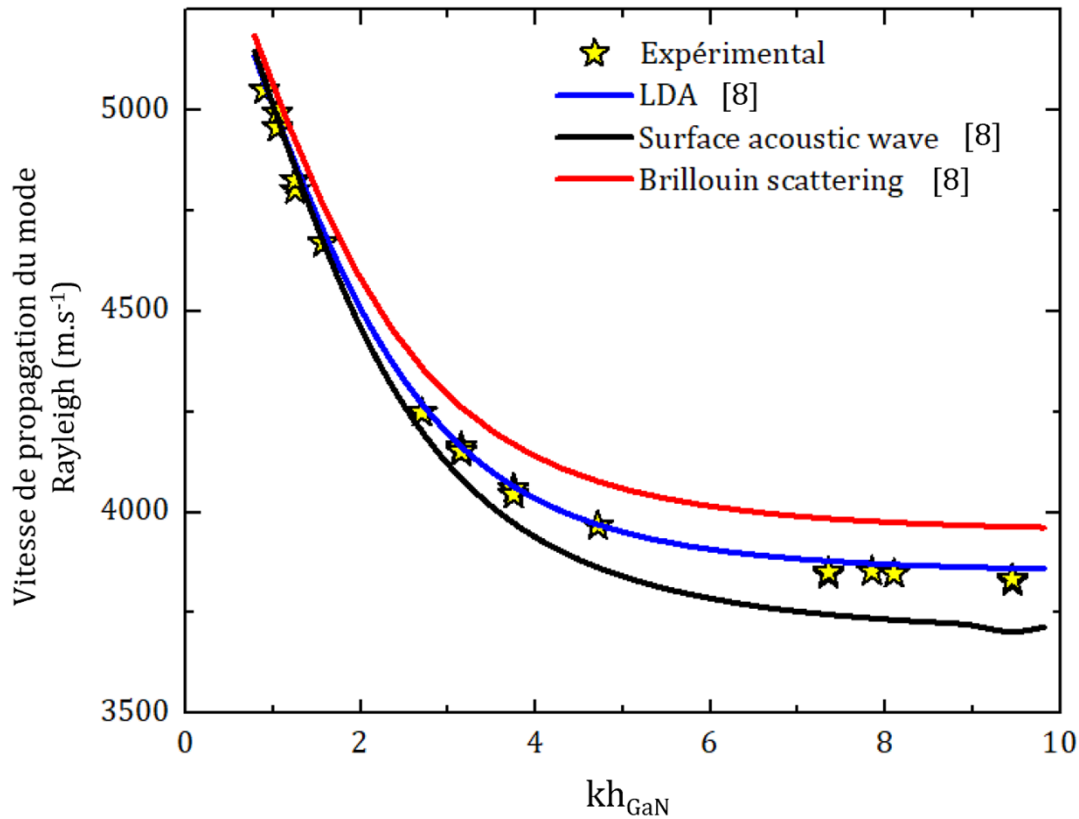


Figure 4.3 : Comparaison entre les résultats expérimentaux (étoiles jaunes) et les résultats théoriques (lignes noire, rouge et bleue), de la courbe de dispersion de la structure Al/GaN/Saphir.

La figure 4.3 représente la superposition des courbes de dispersion calculées et mesurées. Les calculs sont effectués avec les trois sets différents trouvés dans la publication de Adachi *et al.*⁸, les noms « LDA » (*Local-Density-Approximation*), « Surface acoustic wave » et « Brillouin scattering » correspondant aux appellations de l'article, et désignant les différentes méthodes utilisées pour déterminer les constantes. On voit en premier lieu sur cette figure, une excellente correspondance entre les résultats expérimentaux et la courbe obtenue à partir du set LDA. Les simulations de la structure à trois couches se feront donc avec ces constantes.

On observe de plus, que la tendance des courbes de dispersion à la diminution est la même, quelles que soient les constantes utilisées. Pour des kh_{GaN} faibles, la vitesse du mode Rayleigh dépasse les 5000 m.s^{-1} , puis décroît avec l'augmentation du kh_{GaN} , pour montrer un comportement asymptotique (vers trois vitesses différentes suivant les constantes utilisées). L'explication est assez simple : un kh_{GaN} faible (≤ 1) signifie que la longueur d'onde est plus grande que l'épaisseur du film. Bien qu'une onde SAW est définie comme étant guidée par la surface du dispositif, le mode Rayleigh pénètre tout de même dans la structure sur une épaisseur de l'ordre de la longueur d'onde. Donc dans le cas longueur d'onde \geq épaisseur du film, l'onde se propage beaucoup dans le substrat. La vitesse est donc fortement influencée par ce dernier, et pour les kh_{GaN} de l'ordre de 0,5, la vitesse de l'onde est très proche de celle du substrat de saphir (5500 m.s^{-1}). Ensuite, une augmentation du kh_{GaN} signifie l'augmentation de l'épaisseur du GaN relativement à la longueur d'onde. La portion d'onde se déplaçant dans le substrat est donc de moins en moins importante, et l'influence de ce dernier s'amointrit. Le GaN étant plus lent que le saphir, la vitesse diminue donc logiquement. Si le kh_{GaN} devient suffisamment élevé, alors le substrat de saphir n'a plus (ou presque plus) d'influence sur la propagation de l'onde, est la vitesse tend vers la vitesse du film de GaN. Ce phénomène est transcrit sur la figure 4.4, où la pénétration du mode de Rayleigh dans la structure bicouche GaN/Saphir en fonction de l'épaisseur de GaN normalisée kh_{GaN} est représentée. La figure montre bien que l'amplitude de l'onde dans le substrat est d'autant plus importante que le kh_{GaN} est faible, et réciproquement.

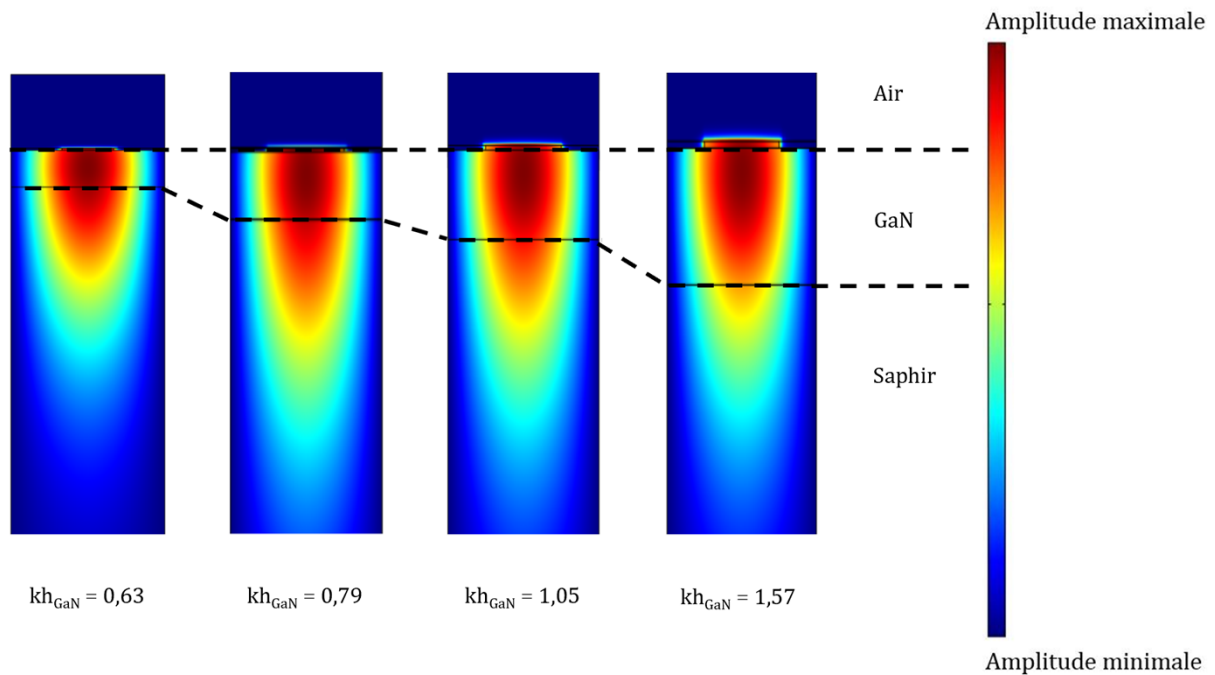


Figure 4.4 : Pénétration du mode de Rayleigh dans la structure bicouche GaN/Saphir, en fonction de l'épaisseur de GaN normalisée kh_{GaN}

1.1.3 Courbes de dispersion en *TCF* simulées et expérimentales jusqu'à 100°C, pour les structures SAW pour les structures SAW Al/AlN/Saphir et Al/GaN/Saphir

Pour simuler le comportement de la structure AlN/IDT/GaN/Saphir pour des températures allant jusque 500°C, nous avons besoin des constantes en températures du premier ordre citées précédemment dans ce chapitre. Là encore, la littérature nous fournit assez de constantes en températures pour avancer dans notre étude^{6, 7, 8, 10, 11, 12} (Tab. 4.3). De la même manière que pour les constantes à température ambiante, des calculs FEM basés sur les constantes de la littérature seront effectués, puis comparés aux mesures expérimentales. Contrairement aux constantes à température ambiante, les coefficients de l'AlN en température n'ont pas été validés. La comparaison entre les calculs et les mesures doivent donc aussi être faites pour l'AlN.

Matériau	Constantes élastiques en température ppm/°C							Coefficients d'expansion thermique 10 ⁻⁶ /°C			Réf
	$C_{11}(T)$	$C_{12}(T)$	$C_{13}(T)$	$C_{14}(T)$	$C_{33}(T)$	$C_{44}(T)$	$C_{66}(T)$	$\alpha_{11}(T)$	$\alpha_{22}(T)$	$\alpha_{33}(T)$	
Saphir	-75	40	-80	-70	-85	-180	X	7.28	7.28	8.11	6
AlN	80	180	160	X	100	50	X	5.27	5.27	4.15	10
AlN	-28	-35	-40	X	-30	-11	X	5.27	5.27	4.15	11
AlN	-37	-1.8	-1.8	X	-65	-50	-57	5.27	5.27	4.15	7
GaN	47.1	94.7	94.7	X	52.5	9.9	16.7	5.2	5.2	3.95	8-LDA
GaN	49.5	97.9	97.9	X	52.9	12.7	19.8	5.2	5.2	3.95	8-GGA
GaN	-15	-16.9	-33.7	X	-23.6	-6.9	-6.9	4.45	4.45	3.03	12
GaN	-42.5	-45.9	-53	X	-59.4	-15.8	-15.8	4.45	4.45	3.03	11

Tableau 4.3 : Constantes physiques en températures du premier ordre pour l'AlN, le GaN et le saphir.

Pour la structure Al/AlN/Saphir, trois jeux de constantes ont été simulés^{7, 10, 11}. Le set venant de Bjurström *et al.* montre une bonne concordance avec les mesures expérimentales (Fig. 4.5). Quant à la tendance à la hausse des courbes, l'explication est très proche de celle fournie pour les courbes de dispersion du GaN : plus le kh_{AlN} est faible, plus le TCF est influencé par le substrat de saphir, et inversement pour des kh_{AlN} forts, les courbes montrent un comportement asymptotique, signifiant que l'onde est uniquement influencée par l'AlN. Ces valeurs de TCF asymptotiques sont donc celles de l'AlN.

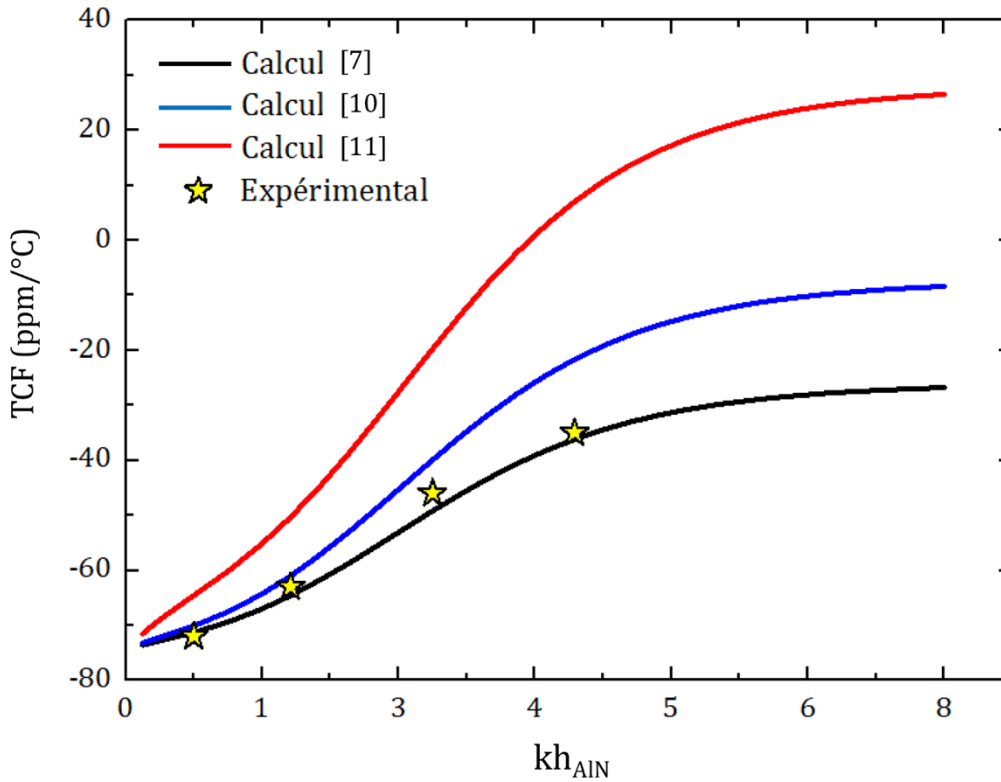


Figure 4.5 : Comparaison entre les résultats expérimentaux (étoiles jaunes) et les résultats théoriques (lignes noire, rouge et bleue), du TCF en fonction du kh_{AlN} de la structure Al/AlN/Saphir.

La comparaison est un peu plus compliquée dans le cas du GaN. La figure 4.6 montre la superposition des quatre courbes calculées à partir des constantes de la littérature, et les mesures expérimentales. On peut déjà observer que la tendance des courbes de TCF permet la même analyse que pour l'AlN. En ce qui concerne les différences entre les calculs et l'expérimental, on peut voir une concordance partielle. Autrement dit, la « courbe » formée par les mesures expérimentales coupe les courbes théoriques. On observe donc que suivant la zone de kh_{GaN} considérée, le jeu de constantes le plus approprié diffère. Pour savoir lequel utiliser, nous devons tout d'abord déterminer quelle longueur d'onde sera utilisée pour former l'hétérostructure AlN/Al/GaN/Saphir, ce qui sera fait dans le point suivant.

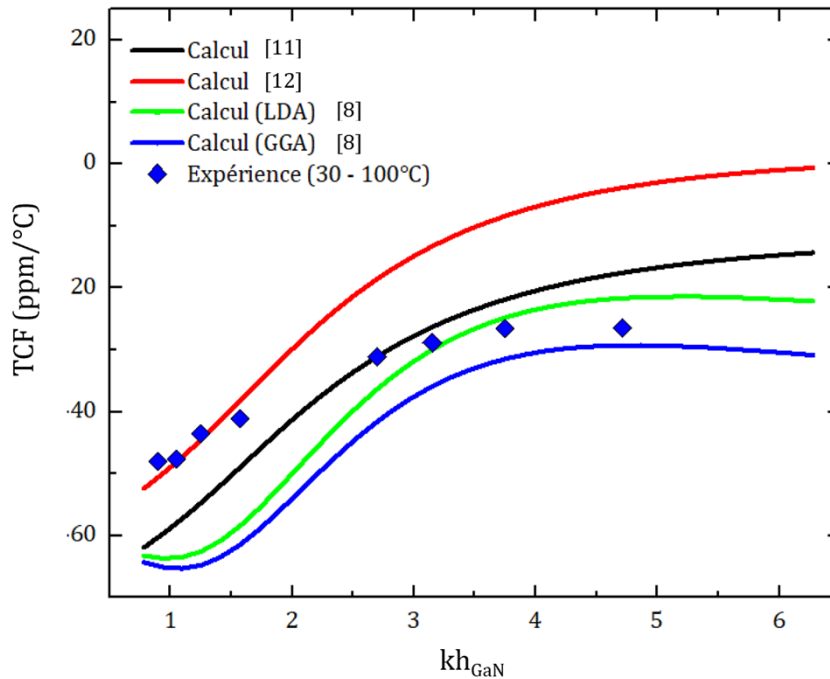


Figure 4.6 : Comparaison entre les résultats expérimentaux (losanges bleus) et les résultats théoriques (lignes noire, rouge, verte et bleue), du TCF en fonction du kh_{GaN} de la structure Al/GaN/Saphir.

1.2 La structure AlN/Al/GaN/Saphir

1.2.1 Etude à température ambiante

La simulation de l'hétérostructure AlN/Al/GaN/Saphir à température ambiante se fera, d'après le point précédent avec les constantes venant des références [6, 7, 8-LDA, 9]. Cependant, comme nous l'avons vu, dans le cas du SAW la vitesse de propagation de l'onde dépend du kh_{GaN} considéré. Il n'y a aucune raison que ce phénomène soit différent dans le cas du dispositif WLAW, où la troisième couche va certainement influencer aussi sur la vitesse de l'onde. De la même manière que la vitesse de l'onde dépend de sa profondeur de pénétration dans le substrat, elle va aussi dépendre de la pénétration dans la couche externe. Cette dernière étant une couche mince, on peut supposer que son épaisseur va influencer non seulement sur le confinement de l'onde, mais aussi sur la vitesse de propagation.

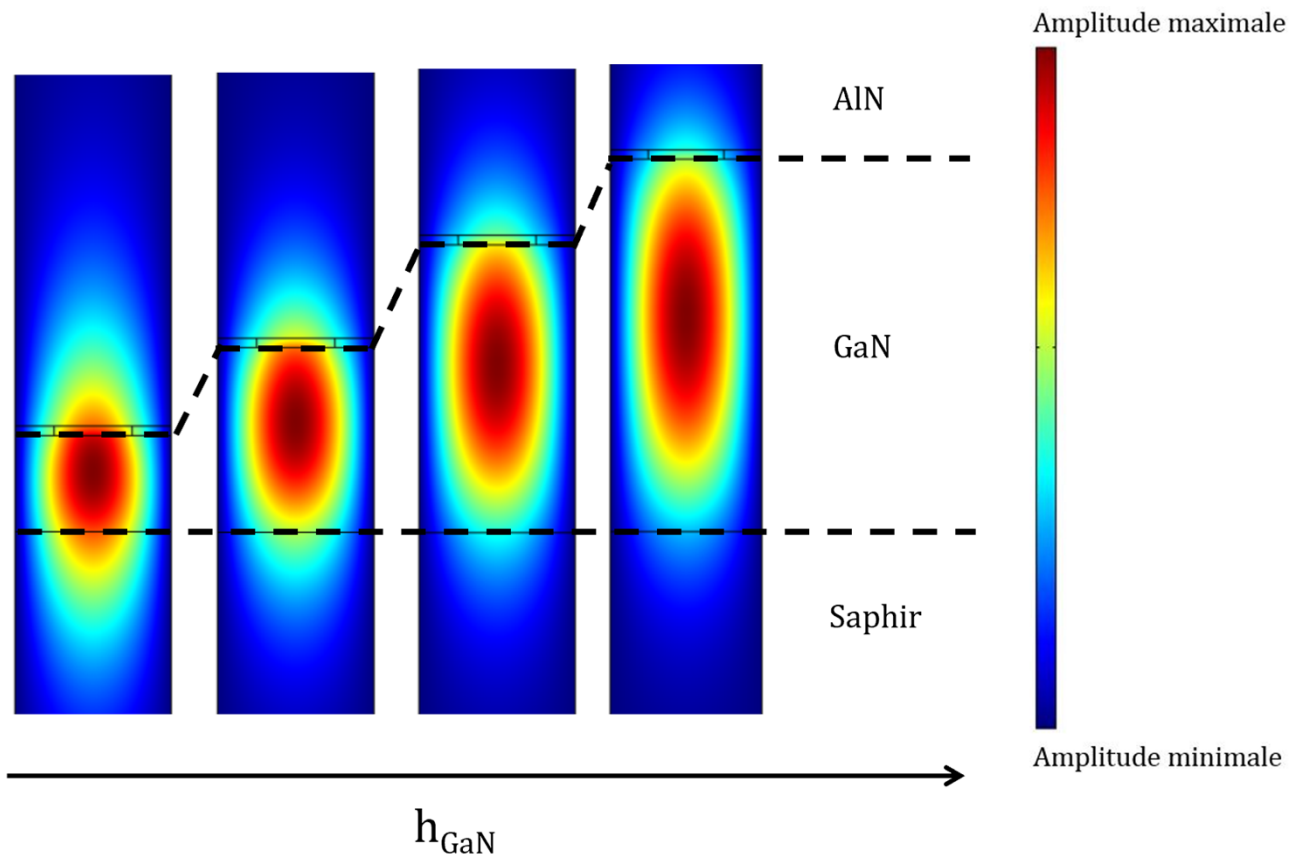


Figure 4.7 : Pénétration d'un mode WLAW dans la structure AlN/Al/GaN/Saphir, en fonction de l'épaisseur de GaN h_{GaN} .

La figure 4.7 montre le comportement d'un mode WLAW pour différentes épaisseurs de GaN. L'épaisseur d'AlN est supposée suffisante pour un confinement total de l'onde (l'épaisseur d'AlN simulée étant bien plus grande que les épaisseurs de GaN, on n'en voit qu'une très petite partie sur la figure 4.7). On peut discerner sur cette figure, la portion d'onde ne restant pas dans la couche centrale, pénétrant donc dans le substrat et le matériau protecteur. On voit très facilement, que cette portion d'onde est de plus en plus faible à mesure que l'épaisseur de GaN est importante. Si on préfère parler d'épaisseur normalisée kh_{GaN} alors la vitesse de propagation de l'onde est moins influencée par les matériaux externes lorsque le GaN est très épais.

On pourrait alors dire que, puisque l'onde est plus confinée dans le GaN lorsque ce dernier est épais, il suffit de se fournir de structures où l'épaisseur de GaN est forte (typiquement 4-5 μm). Cependant, un calcul du K^2 dans la structure AlN/Al/GaN/Saphir, en fonction du kh_{GaN} pour une couche d'AlN de 20 μm (nous verrons par la suite que c'est suffisant pour l'isolement), vient ternir cette affirmation :

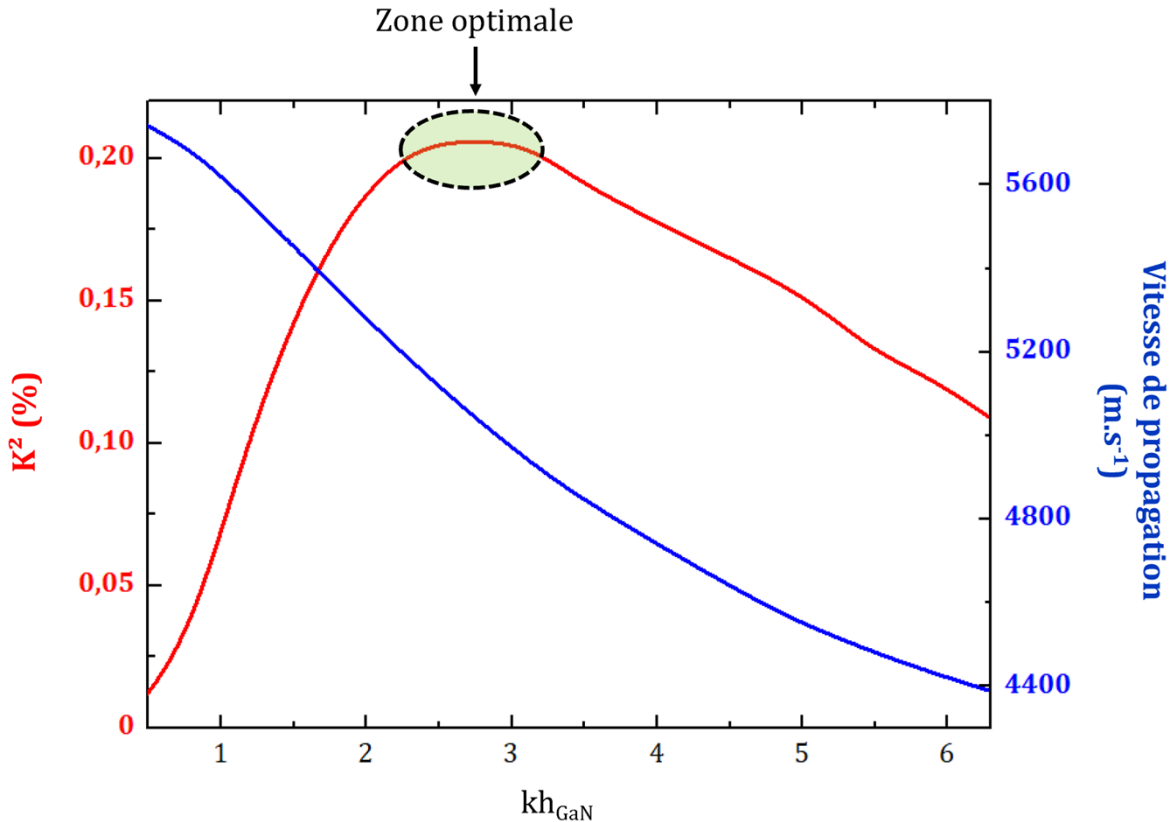


Figure 4.8 : Evolution du K^2 (en rouge) et de la vitesse de propagation du mode WLAW (en bleu) en fonction du kh_{GaN}

La figure 4.8 montre ce que deviennent le K^2 et la vitesse du mode WLAW (supposé parfaitement confiné) avec une variation du kh_{GaN} . Premièrement, la vitesse du mode se comporte de la même manière que sa version SAW. C'est-à-dire qu'un kh_{GaN} faible entraîne une vitesse de l'onde proche des vitesses des matériaux externes (AlN et saphir), et qu'un kh_{GaN} fort indique que l'onde se propage plus dans le GaN, contribuant à faire chuter la vitesse de propagation. La seconde information de cette figure est capitale, pour la détermination d'une structure théoriquement adaptée pour le confinement de l'onde.

La deuxième courbe (en rouge) montre la valeur du K^2 en fonction du kh_{GaN} . Contrairement à la vitesse de propagation, l'évolution du K^2 n'est pas monotone avec le kh_{GaN} . Il commence par augmenter, atteint un plateau près de 0.20% pour un kh_{GaN} compris entre 2,5 et 3, et diminue pour des $kh_{GaN} \geq 3$. Cela s'explique assez facilement : quand le kh_{GaN} est faible, donc quand l'épaisseur de GaN est faible devant la profondeur de pénétration de l'onde, cette dernière n'est pas confinée et se propage majoritairement dans l'AlN et dans le saphir, qui n'est pas piézoélectrique. Le K^2 est donc au plus faible. Ensuite, le kh_{GaN} augmentant, l'onde se propage de plus en plus dans le GaN (et donc moins dans le saphir) et le K^2 augmente aussi. Cependant, si on ne prend que ce phénomène en compte, on ne comprend pas la diminution du K^2 pour des $kh_{GaN} \geq 3$. L'explication peut être observée sur la figure 4.7 : l'augmentation du kh_{GaN} favorise la propagation de l'onde dans le GaN, mais pour des kh_{GaN} trop importants, l'onde devient très éloignée de l'IDT. On peut le voir sur cette figure en comparant la position de l'IDT, avec la position de l'amplitude maximale de l'onde (en rouge le plus foncé). On comprend donc la perte de K^2 , puisque l'IDT « détecte » moins l'onde pour des kh_{GaN} élevés. On visera donc la zone de kh_{GaN} ayant le K^2 le plus élevé, soit la zone kh_{GaN} compris entre 2,5 et 3, ce qui pour une épaisseur de GaN de 2 μm , donne une longueur d'onde de 5 μm . Cette longueur d'onde est présente sur les dispositifs Al/GaN/Saphir créés.

La longueur d'onde de l'IDT est maintenant choisie à 5 μm pour favoriser le K^2 de la structure. Il reste maintenant à déterminer l'épaisseur minimale d'AlN pour obtenir un bon confinement de l'onde. Le critère de confinement de l'onde pour les simulations sera le suivant : lorsque l'amplitude de l'onde à la surface du dispositif est inférieure à 1% de l'amplitude maximale de l'onde, on dira alors que le mode observé est confiné. Le rapport entre l'amplitude de l'onde à la surface, et l'amplitude maximale de l'onde, sera appelé « taux de confinement ». La réponse du dispositif est simulée pour plusieurs épaisseurs d'AlN (Fig. 4.9).

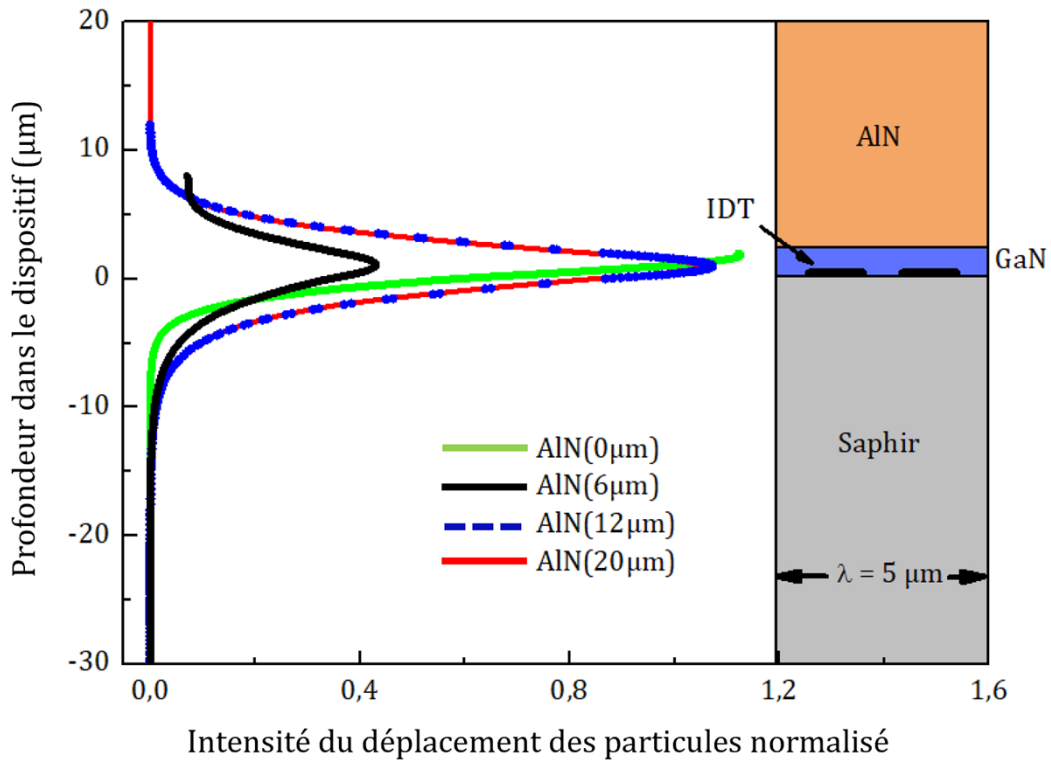


Figure 4.9 : Intensité du déplacement vertical des particules durant la propagation de l'onde dans la structure AlN/Al/GaN/Saphir, en fonction de la position dans l'épaisseur du dispositif, et ce pour quatre épaisseurs d'AlN différentes. L'origine est prise à l'interface GaN/Saphir.

La figure 4.9 superpose les courbes de déplacement vertical calculées pour quatre épaisseurs d'AlN différentes. Dans le cas 0 µm d'AlN (courbe verte), on voit que le déplacement est maximal à la surface du GaN. C'est bien le dispositif SAW Al/GaN/Saphir. La courbe noire, désignant un dispositif avec un dépôt de 6 µm, montre un maximum de déplacement dans le GaN. On commence donc à repousser l'onde dans le GaN. Cependant, l'intensité du déplacement à la surface de la structure est trop élevée pour être considérée comme confinée (taux de confinement d'environ 20% \gg 1%). Ce n'est pas le cas d'un dispositif avec 12 µm d'AlN (courbe bleue en pointillés). Le maximum de cette courbe est aussi centré dans le GaN, mais l'amplitude du déplacement à la surface des 12 µm d'AlN entre dans le critère numérique imposé ici (le taux de confinement est donc inférieur à 1%). On a donc pour 12 µm d'AlN un mode WLAW confiné. On voit aussi que l'ajout de 8 µm d'AlN supplémentaire (courbe rouge) donne une courbe totalement superposée à la

courbe des 12 μm . On en déduit donc qu'à partir du moment où la couche externe est assez épaisse pour confiner l'onde, il est inutile dans une perspective de confinement, d'ajouter plus de matière à la surface. La structure finale à fabriquer est donc AlN(12 μm)/Al/GaN(2 μm)/Saphir, avec $\lambda = 5 \mu\text{m}$.

Un dépôt d'AlN de 12 μm a donc été effectué par pulvérisation cathodique, avec les paramètres du tableau 3.10, sur un des dispositifs Al/GaN/Saphir de longueur d'onde 5 μm , utilisés pour la confirmation des constantes élastiques. L'AlN étant un matériau diélectrique, il ne faut pas recouvrir les zones prévues pour le contact électriques avec les micropointes de caractérisation, sous peine de ne pas pouvoir mesurer le signal. Nous avons donc procédé à un masquage physique, où deux lamelles souples de tantale soudées au porte-échantillon ont recouvert les zones de contact, et de telle sorte que le dépôt se fasse seulement sur l'IDT. Pour assurer le plaquage du tantale sur la surface, deux lames d'inox ont été collées directement sur les lamelles, dans le but d'ajouter de la masse. La figure 4.9 résume le procédé de masquage étape par étape.

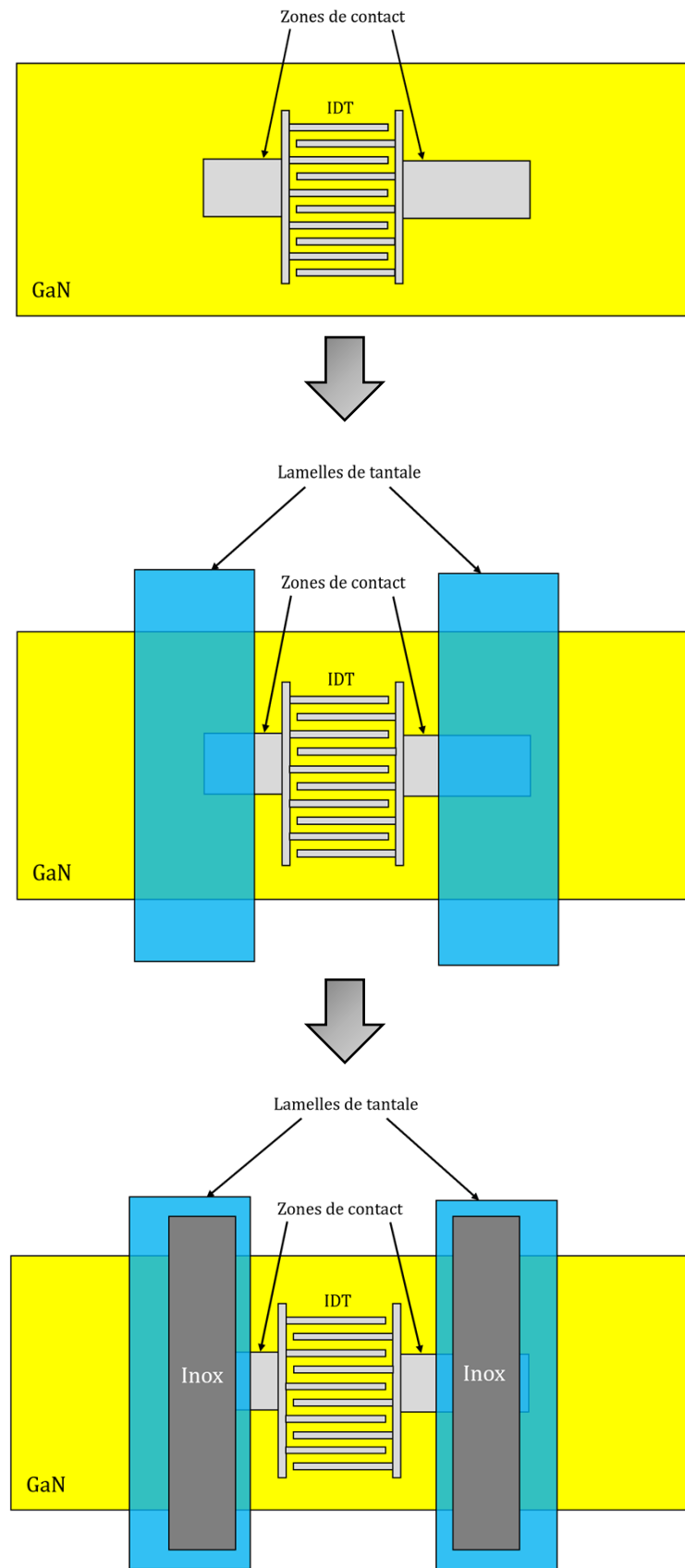


Figure 4.10 : Schémas des étapes du masquage physique d'un résonateur, dans le but de protéger les zones de contact de tout dépôt d'AlN.

Le film d'AlN déposé a ensuite été caractérisé par DRX en configuration θ - 2θ . Bien que les paramètres de dépôt utilisés soient les conditions considérées comme optimales, le diagramme θ - 2θ est très proche de celui montré à la figure 3.44. La présence de l'IDT de 200 nm en Al est ressentie comme une perturbation à la surface du substrat de GaN/Saphir. Ce phénomène a déjà été observé dans de précédents travaux⁹. De plus, l'AlN précédemment déposé montrait une épaisseur de 3 μm , alors que celui-ci est épais de 12 μm . Il en résulte un film d'AlN ayant une texture légèrement différente de celle attendue. Cependant, malgré l'apparition d'orientations parasites, la présence de l'orientation (004), et la grande différence d'intensité entre le pic (002), et ceux des orientations parasites, suggère tout de même que le film d'AlN est très bien cristallisé, et qu'il pourrait remplir son rôle de couche de confinement et de protection.

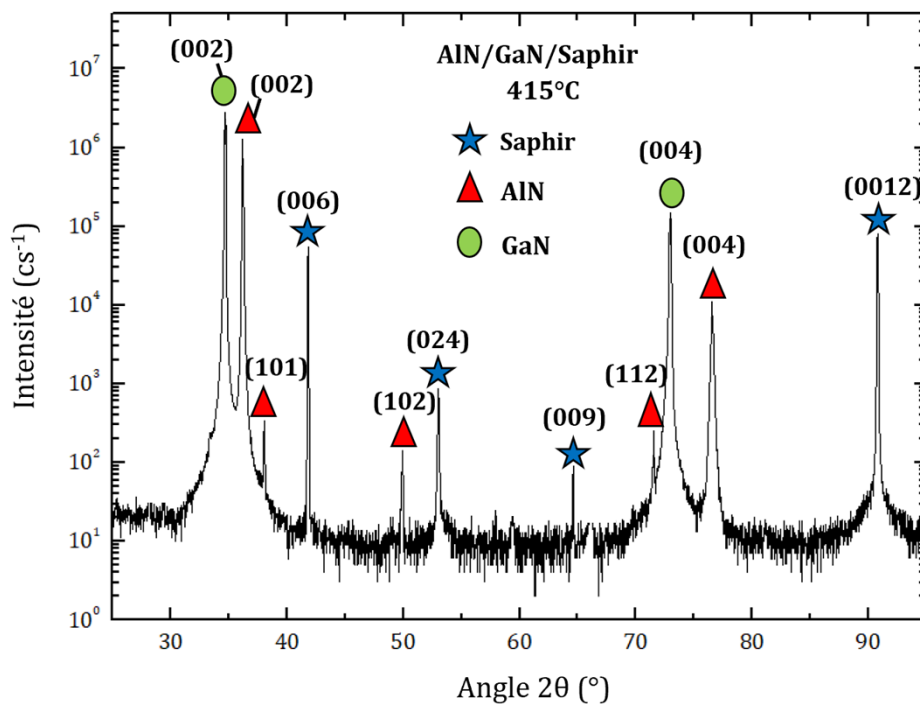


Figure 4.11 : Diagramme θ - 2θ de l'hétérostructure AlN/Al/GaN/Saphir.

La figure 4.12 montre la superposition du paramètre S_{11} pour les deux structures Al/GaN/Saphir et AlN/Al/GaN/Saphir, donc avant et après dépôt d'AlN. La courbe bleue représente le dispositif SAW et la rouge le dispositif WLAW. Le mode Rayleigh (donc SAW) est localisé à 860 MHz, ce qui donne une vitesse de 4300 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. Ce résultat est en

accord avec les calculs de la figure 4.3, qui avancent une vitesse de 4250 m.s^{-1} . Après le dépôt, le pic est décalé vers les plus hautes fréquences, et donc vers les plus hautes vitesses. Ce phénomène est attendu puisqu'une partie de l'onde se déplace toujours dans l'AlN (même si l'onde est confinée, ce que l'on va vérifier plus tard dans ce chapitre). L'AlN influence donc la propagation de l'onde, et l'AlN étant plus rapide que le GaN, il est logique que la vitesse du mode soit augmentée. Le mode résonne à une fréquence de 953 MHz , ce qui donne une vitesse proche de 4800 m.s^{-1} . Or, les calculs prévoient une vitesse de 5000 m.s^{-1} pour ce mode (Fig. 4.8). Cependant, cette différence peut venir de la microstructure de l'AlN (Fig. 4.11). L'expérience est néanmoins un succès puisqu'on conserve une réponse après le dépôt d'AlN.

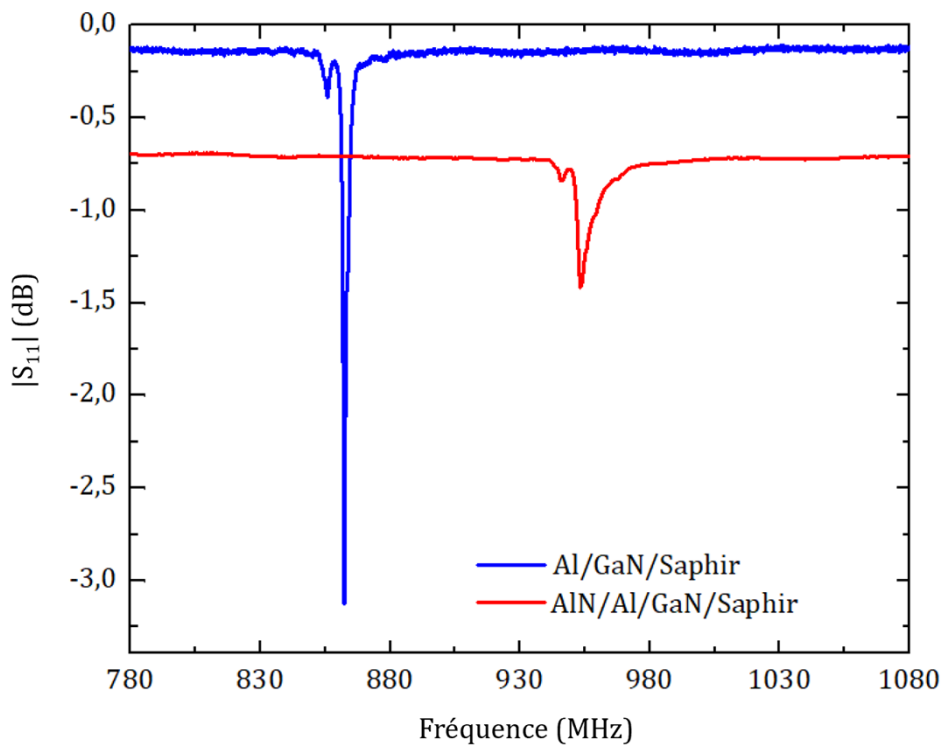


Figure 4.12 : Mesure du paramètre S_{11} de deux résonateurs basés respectivement sur les structures Al/GaN/Saphir et AlN/Al/GaN/Saphir. Seul le mode SAW Rayleigh, et son pendant WLAW sont représentés.

La dernière étape avant le test en température est la vérification du confinement. Le dépôt d'AlN de 12 μm est théoriquement suffisant pour confiner complètement l'onde, mais qu'en est-il réellement ? Le test effectué est assez simple : puisque le confinement a aussi pour but de protéger l'onde des perturbations externes (poussières se déposant à la surface du dispositif etc.), la réponse du mode observé sur la figure 4.12 ne devrait pas être dérangée par une perturbation que nous pourrions nous-même induire, en supposant que ce mode est confiné. Nous avons donc placé une lame d'élastomère Solaris ($E_{\text{Young}} = 172 \text{ kPa}$) sur la surface du dispositif (Fig. 4.13). Le signal a été mesuré sans l'élastomère, puis avec (en appuyant dessus avec une pince en plastique pendant la mesure). Les deux réponses sont superposées sur la figure 4.14.

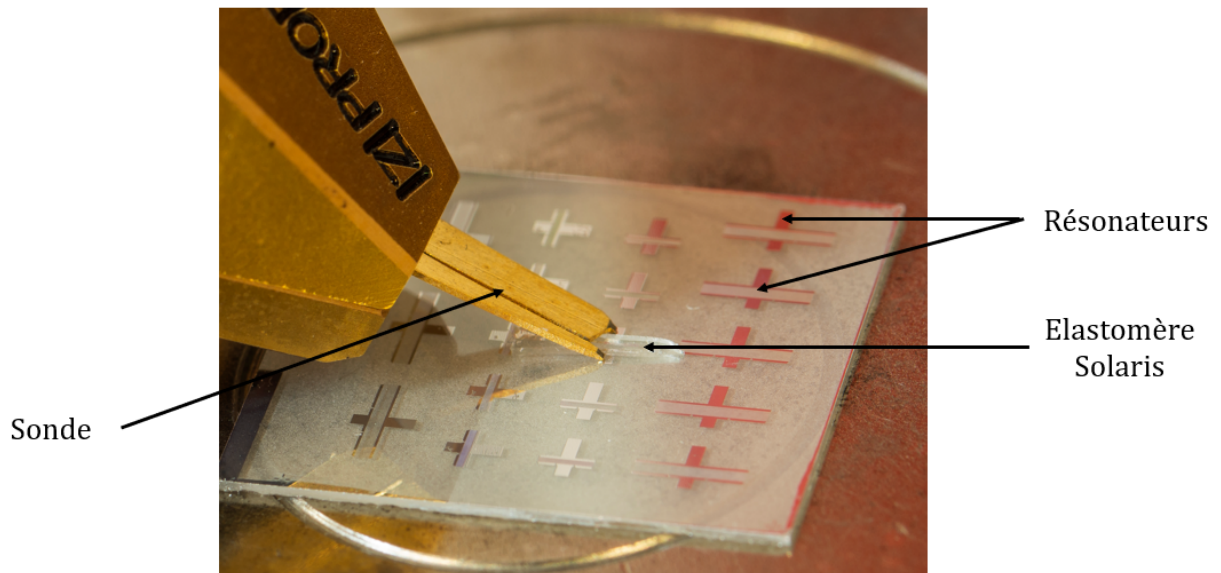


Figure 4.13 : Photographie de la mesure d'un dispositif WLAW pendant le test de confinement via le Solaris.

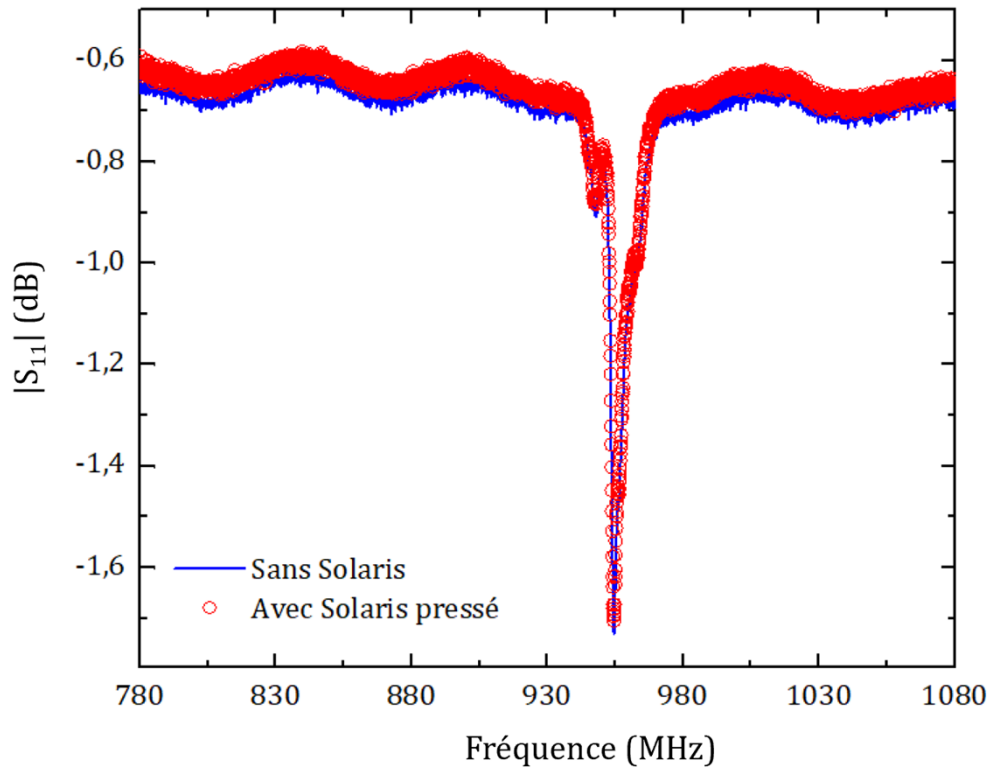


Figure 4.14 : Comparaison des paramètres S_{11} de la structure WLAW sans et avec Solaris posé à la surface du dispositif.

La figure 4.14 montre la superposition de mesures du paramètre S_{11} de la structure WLAW pendant le test Solaris. Le signal représenté par une ligne bleue continue est le paramètre S_{11} mesuré sans Solaris. Le signal en cercles rouges, correspond à la mesure du dispositif avec la présence de Solaris. On ne discerne aucune différence entre les deux mesures, que ce soit au niveau de la position du pic, ou de son intensité. Le mode observé est donc totalement confiné pour $12 \mu\text{m}$ d'AlN ce qui confirme deux choses : premièrement l'expérience est en accord avec nos simulations, et deuxièmement, que l'obtention d'un bon confinement ne nécessite pas le dépôt d'un film montrant une forme quasi-monocristalline, ou même hautement texturé.

1.2.2 Etude en température

En ce qui concerne le potentiel de la structure pour des températures allant jusqu'à 500°C, nous devons avant d'en parler, se remémorer de ce qui a été dit à la fin du premier point de ce chapitre. Des jeux de constantes en température pour les matériaux AlN et saphir sont d'ores-et-déjà confirmés (Fig. 4.5). Ce n'est pas le cas du GaN, où il y a une correspondance partielle, dans le sens où les mesures expérimentales sur la structure GaN/Saphir sont en accord avec différents jeux de constantes suivant le kh_{GaN} étudié (Fig. 4.6). Il nous est donc impossible de déterminer par calculs quels sont les paramètres de la structure, favorisant un large *TCF*. Nous allons donc nous appuyer sur le dispositif WLAW précédemment fabriqué.

Le dispositif WLAW a subi le même protocole que le dispositif SAW dont il est issu, c'est-à-dire deux cycles de chauffage puis de refroidissement. La réponse S_{11} est mesurée à température ambiante, puis tous les 50°C à partir d'une température de 50°C, et ce jusqu'à 500°C.

Pour le dispositif SAW Al/GaN/Saphir, les fréquences obtenues en fonction de la température sont reportées sur les figures 4.15 (a) et (b). Le premier cycle montre un *TCF* égal à 30 ppm/°C à la fois en montée et en descente (a). On voit le même phénomène pour le second cycle (b). Il est important de noter que sur la plage de températures considérée, la fréquence montre un comportement linéaire, presque sans hystérésis, avec les variations de la température.

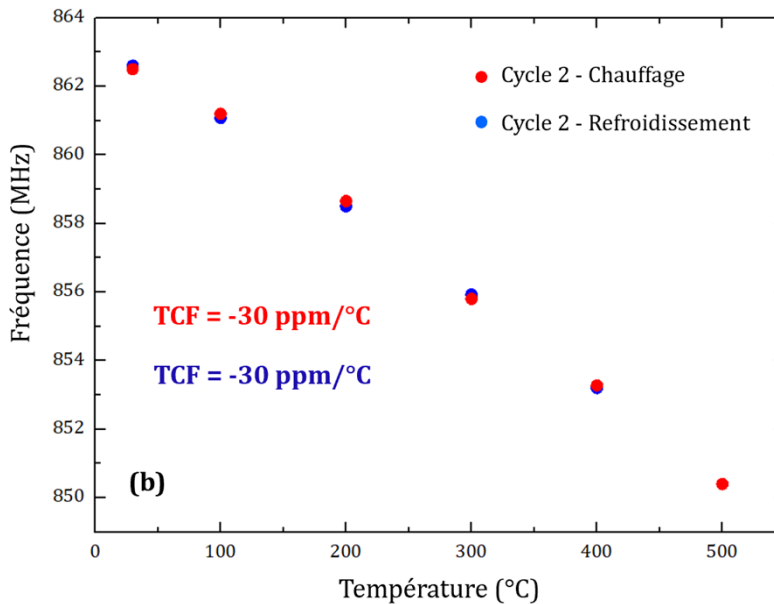
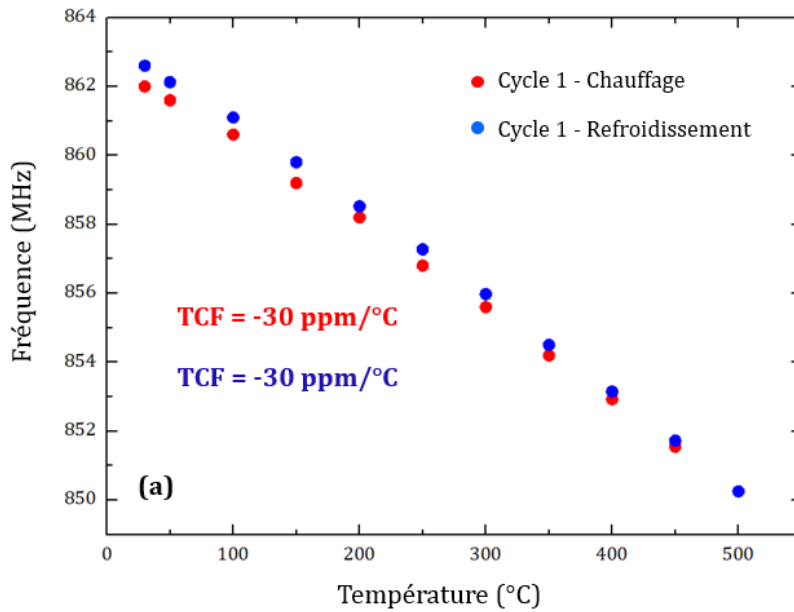


Figure 4.15 : Fréquences de résonance de la structure bicouche Al/GaN/Saphir, en fonction de la température entre la température ambiante et 500°C, par pas de 50°C, en montée et en descente.

Les figures (a) et (b) montrent respectivement, le premier cycle puis le second.

La figure 4.16 montre une superposition de réponses S_{11} en fonction de la fréquence, et ce pour plusieurs températures depuis la température ambiante (30°C) jusqu'à 500°C. On observe bien évidemment le décalage fréquentiel pour la structure Al/GaN/Saphir avec l'augmentation de la température. On voit aussi un phénomène de

diminution de la ligne de base. Cette baisse est légère entre la température ambiante et 450°C, passant de -0,3 dB à -0,5 dB, et chute à -1,1 dB lorsque le dispositif est chauffé à 500°C. La baisse légère peut venir de l'augmentation de la conductivité du GaN avec la température, qui induit des petites fuites de courants dans le dispositif. La chute plus importante à 500°C peut avoir deux explications : soit le GaN devient conducteur, et le phénomène de fuites s'aggrave, soit la dilatation du matériau avec la température entraîne une modification de la surface, et ainsi une perte de contact (Fig. 4.17). Nous écartons par ailleurs, l'explication de l'oxydation du GaN, ou de l'IDT, puisque d'après les figures 4.15, le phénomène responsable de la dégradation est réversible (puisque les cycles de mesures donnent les mêmes résultats), contrairement à une oxydation des matériaux.

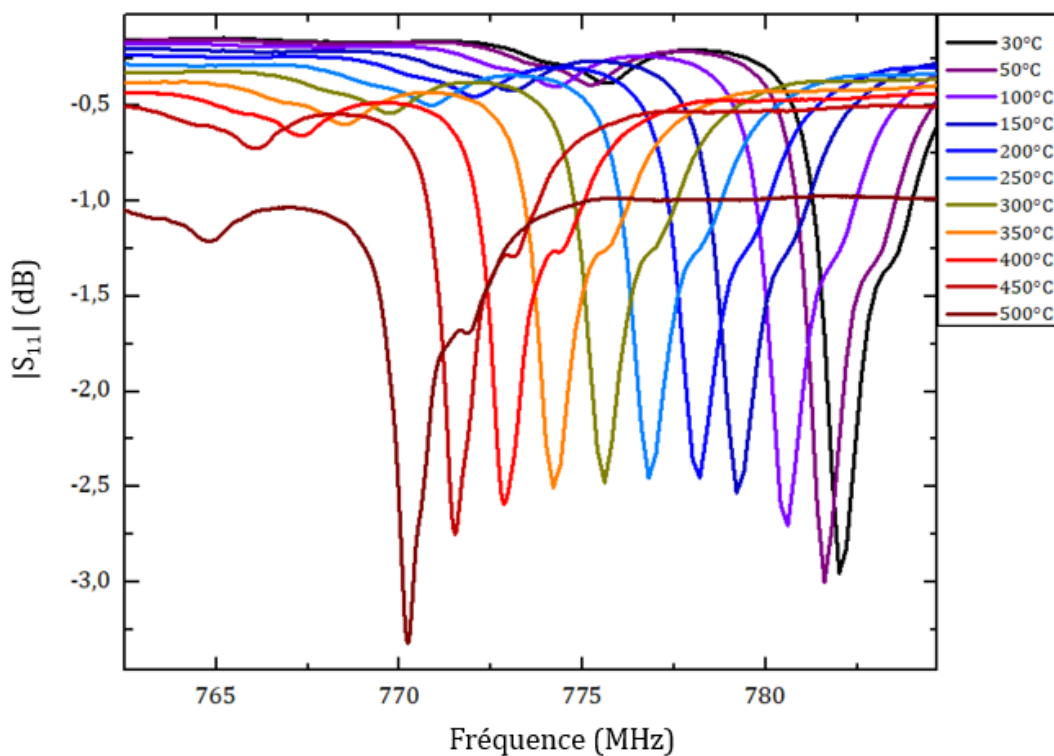


Figure 4.16 : Réponses S_{11} de la structure bicouche Al/GaN/Saphir, pour plusieurs températures, depuis l'ambiante jusqu'à 500°C.

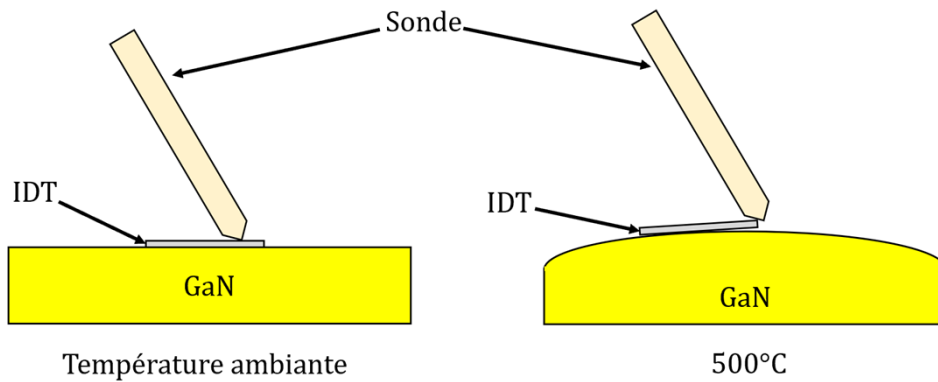
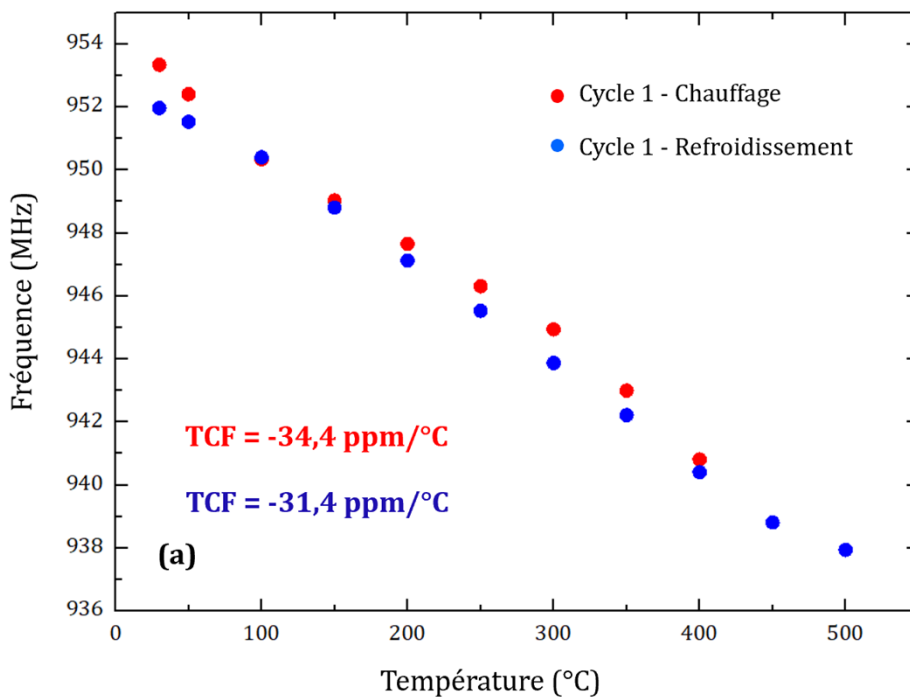


Figure 4.17 : Schéma de la mesure SAW à la température ambiante (à gauche) et à 500°C (à droite).

La structure WLAW AlN/Al/GaN/Saphir montre aussi des résultats intéressants. Le premier cycle montre deux *TCF* différents, de $-34,4 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ en montée, et de $-31,4 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ en descente. Le second cycle montre des *TCF* de $-30,9$ et $-31,1 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ respectivement pour la montée et la descente. A nouveau, la stabilisation du dispositif est très rapide, ne nécessitant pas plusieurs cycles de chauffage-refroidissement. Notons que dans tous les cas, la fréquence montre un comportement linéaire avec la température sur la plage étudiée.



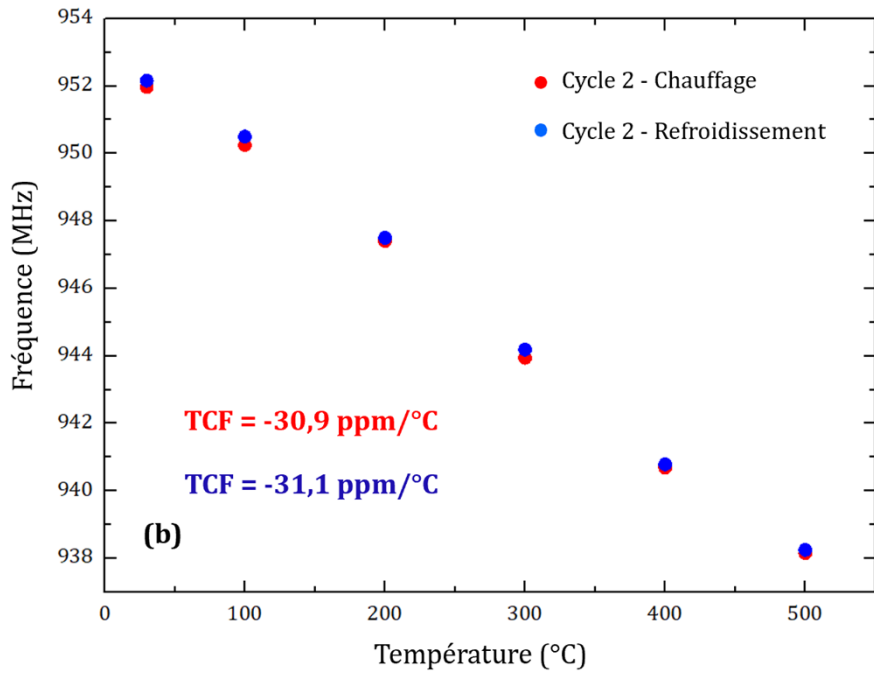


Figure 4.18 : Fréquences de résonance de la structure AlN/Al/GaN/Saphir, en fonction de la température entre la température ambiante et 500°C, par pas de 50°C, en montée et en descente.

Les figures (a) et (b) montrent respectivement, le premier cycle puis le second.

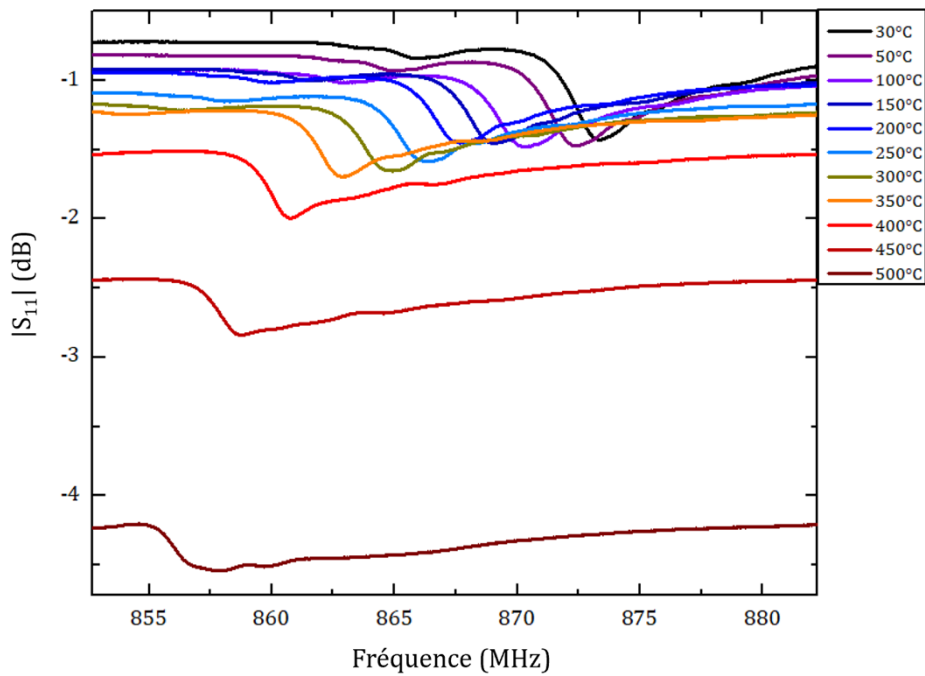


Figure 4.19 : Réponses S_{11} de la structure AlN/Al/GaN/Saphir, pour plusieurs températures, depuis l'ambiante jusqu'à 500°C.

Nous avons par ailleurs superposé les réponses S_{11} du résonateur en fonction de la fréquence, pour plusieurs températures sur la figure 4.19. On observe une seconde fois la forte dégradation du signal par la présence de la couche d'AlN, déjà remarquée à température ambiante (Fig. 4.12). La ligne de base, quant à elle, souffre beaucoup plus dans le cas de la structure WLAW, avec la température. La figure 4.19 montre une diminution légère dans un premier temps, de cette ligne de base, comme pour la structure SAW, passant de -0,7 dB à -1,2 dB. Cependant, cette ligne chute drastiquement à partir de températures de l'ordre de 350°C, contre 500°C pour le dispositif SAW. Bien que les raisons évoquées dans le cas du Al/GaN/Saphir pour expliquer cette chute, soient toujours valables (augmentation de la conductivité du GaN, ou perte de contact faisant suite à la dilatation du GaN avec la température), l'ajout de la couche d'AlN semble amplifier la dégradation des propriétés électriques du dispositif. Deux phénomènes sont possibles. Le premier est qu'il y a augmentation des pertes diélectriques dans la couche d'AlN, dues à sa microstructure non-optimale. La seconde est que l'onde est plus sensible aux variations de conductivité du GaN, puisqu'elle y est confinée, alors que dans le cas du SAW, l'onde est plus influencée par le saphir, qui est parfaitement stable à cette température.

2. Intégration des films $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ aux dispositifs à ondes élastiques de surface

2.1 Mesures expérimentales sur des dispositifs SAW à base de $\text{Sc}_{0,09}\text{Al}_{0,91}\text{N}$

Les résultats obtenus avec la structure $\text{AlN}/\text{Al}/\text{GaN}/\text{Saphir}$ sont très prometteurs. Ils servent de preuve de concept, permettant de nous projeter vers la structure visée, à base de ScAlN . Nous avons commencé l'étude sur les propriétés SAW du ScAlN , à partir de la composition $\text{Sc}_{0,09}\text{Al}_{0,91}\text{N}$. Pour ces travaux, trois dispositifs de $\text{Sc}_{0,09}\text{Al}_{0,91}\text{N}/\text{Saphir}$ ont été fabriqués, avec trois épaisseurs de film différentes : $1,6 \mu\text{m}$, $2,23 \mu\text{m}$ et $2,76 \mu\text{m}$. Pour commencer, les dispositifs de type résonateur ont été fabriqués avec des IDT en Al (de 200 nm d'épaisseur), pour des longueurs d'ondes de $6,5$ et $13 \mu\text{m}$. L'aluminium pouvant tenir jusqu'à une température de 600°C , nous pourront aussi effectuer des premières mesures SAW *in-situ* jusqu'à cette valeur, pour commencer à déterminer le comportement du ScAlN en fonction de la température.

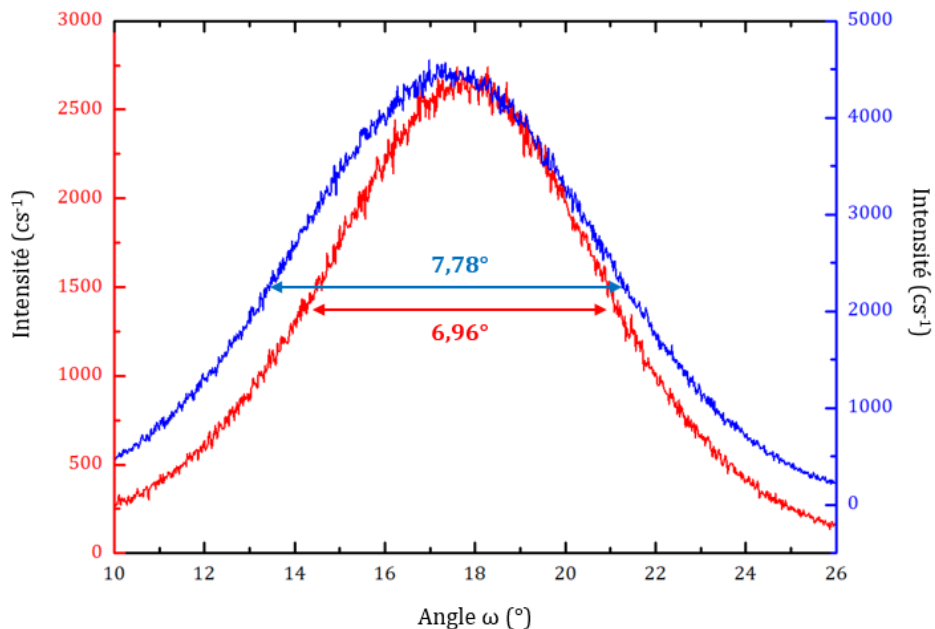


Figure 4.20 : Mesures en configuration rocking-curve de deux films de $\text{Sc}_{0,09}\text{Al}_{0,91}\text{N}$, pour des épaisseurs de $1,6 \mu\text{m}$ (en rouge) et $2,76 \mu\text{m}$ (en bleu).

Les films d'épaisseur 1,6 μm et 2,76 μm ont tout d'abord été caractérisée par diffraction des rayons X. Les diagrammes θ - 2θ des films montrent une orientation (002) unique. Des rocking-curves ont ensuite été effectuées sur ces orientations. Les courbes obtenues sont superposées sur la figure 4.20 ci-dessus. On observe des rocking-curves très larges, avec des FWHM de $6,96^\circ$ et de $7,78^\circ$, respectivement pour les films épais de 1,6 μm et 2,76 μm . Cependant, pendant l'optimisation de la croissance, des rocking-curves avec des FWHM inférieurs à 1° ont été obtenus, avec les mêmes conditions de croissance. La seule différence est donc l'épaisseur des films, qui passe de 500 nm à 1,6 μm puis 2,76 μm . On peut donc déduire que le procédé qu'on a qualifié d'optimal, ne l'est que pour des épaisseurs faibles. Les signaux obtenus seront donc affectés par cette microstructure non optimale, et l'obtention de signaux bruités est à prévoir.

Longueur d'onde (μm)	Fréquence de résonance (MHz)	Vitesse de propagation du mode (m.s^{-1})	K^2 (%)
6,5	816,6	5308	0,46
	819,2	5325	0,4
	818,6	5321	0,45
	827,6	5379	0,4
	830,2	5396	0,37
13	426,6	5545	0,38
	426,8	5548	0,32
	426,8	5548	0,29
	426,8	5548	0,25

Tableau 4.4 : résultats obtenus sur les dispositifs SAW basés sur la structure $\text{Al}/\text{Sc}_{0,09}\text{Al}_{0,91}\text{N}/\text{Saphir}$, pour une épaisseur de film de 1,6 μm .

Parmi les dispositifs fabriqués (au nombre de seize) sur le film de $\text{Sc}_{0,09}\text{Al}_{0,91}\text{N}$ d'épaisseur 1,6 μm , neuf d'entre eux ont donné une réponse SAW. Les réponses S_{11} des dispositifs montrent à chaque fois, un seul mode situé en moyenne vers 426,6 MHz pour

une longueur d'onde de 13 μm , et 825 MHz en moyenne pour une longueur d'onde de 6,5 μm . Pour ces derniers, l'écart-type est plus grand puisque deux des dispositifs montrent une longueur d'onde proche de 828 MHz, et de 818 MHz pour les trois autres. On peut expliquer cette différence de 10 MHz par la localisation des dispositifs sur l'échantillon. En effet, la disposition « tête-en-bas » du substrat lors de la croissance dans le bâti de pulvérisation, nous oblige à maintenir le substrat via deux lamelles métalliques, qui donc masquent les bords de ce dernier. De ce fait, les zones proches des bords présentent finalement une épaisseur moindre que la zone centrale, et donc une fréquence plus grande. Ce phénomène est schématisé sur la figure 4.21. Si on place deux dispositifs (d'une même longueur d'onde) sur deux zones d'épaisseur légèrement différentes, alors la fréquence résultante sera légèrement différente.

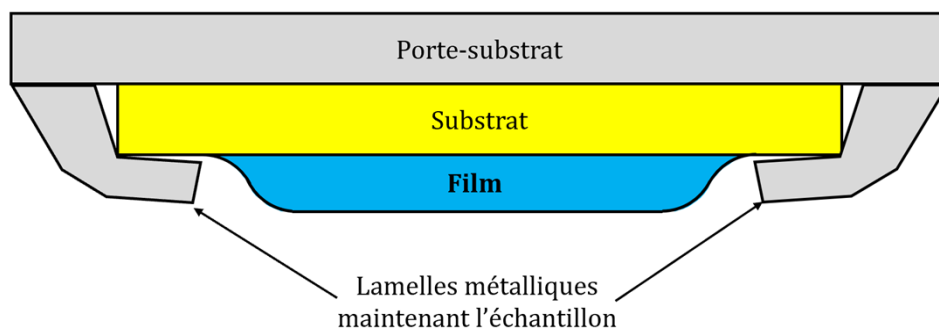


Figure 4.21 : Schéma du montage qui permet de maintenir l'échantillon dans le bâti de pulvérisation.

Les fréquences observées (Tab. 4.4) donnent des vitesses de propagation comprises entre 5300 et 5550 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, ce qui peut correspondre au mode de Rayleigh. On observe par ailleurs, une différence d'environ 200 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ entre les vitesses de ce mode pour les deux longueurs d'ondes. Plus particulièrement, les ondes pour les longueurs d'onde de 13 μm sont plus rapides que celles des longueurs d'onde de 6,5 μm . On peut expliquer ce phénomène par une pénétration plus importante dans le volume des ondes ayant un λ de 13 μm . Elles sont donc plus influencées par le substrat de saphir, que les ondes d'un λ de 6,5 μm . Le saphir étant plus rapide que le ScAlN, il est donc logique que les modes qui y pénètrent le plus le soient aussi.

Les K^2 de ces dispositifs sont en moyenne de 0,31% pour des longueurs d'ondes de 13 μm , et de 0,42% pour 6,5 μm , ou pour des kh_{ScAlN} respectifs de 0,77 et 1,54. Les dispositifs SAW présents sur ce film de 1,6 μm montrent seulement le mode de Rayleigh (supposé) :

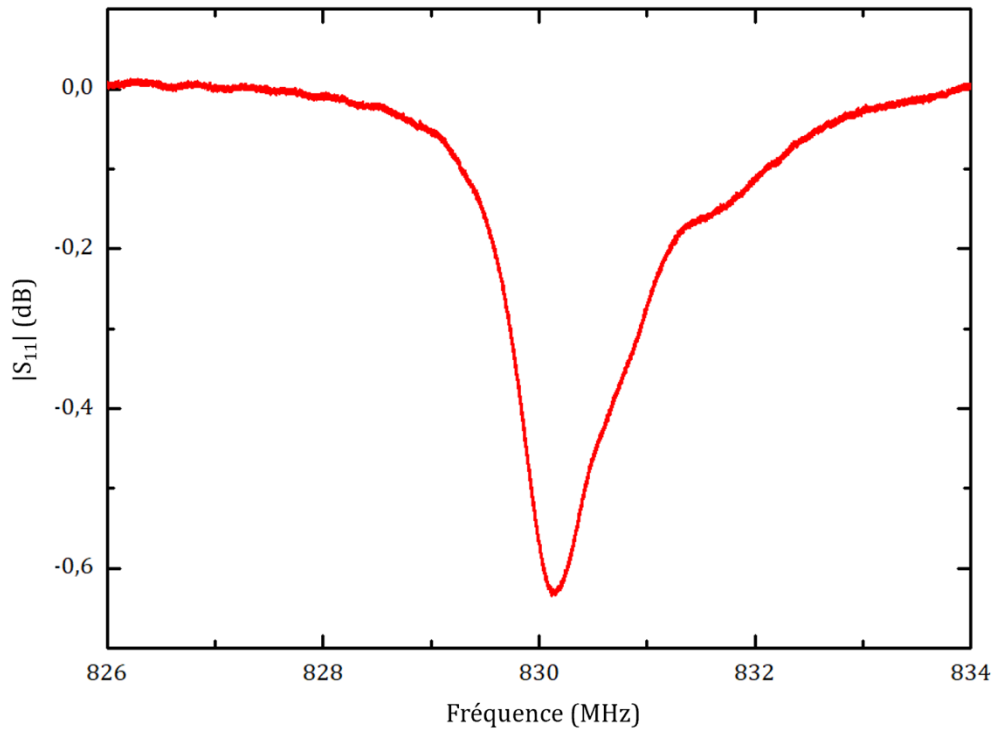


Figure 4.22 : Réponse S_{11} de la structure Al/Sc_{0,09}Al_{0,91}N/Saphir, pour une épaisseur de film de 1,6 μm , et une longueur d'onde de 6,5 μm .

Passons aux dispositifs basés sur une structure Al/Sc_{0,09}Al_{0,91}N/Saphir, pour une épaisseur de film de 2,23 μm (Tab. 4.5). Les signaux obtenus sont extrêmement bruités, et certains modes ne permettent pas d'estimer un K^2 . Nous pouvons tout de même détecter la fréquence de résonance, et donc déterminer la vitesse. En ce qui concerne le premier mode visible sur les signaux S_{11} , on obtient des résultats similaires aux dispositifs précédents, c'est-à-dire, un mode dont les vitesses varient entre 5200 et 5600 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, ce qui correspond au mode de Rayleigh. On observe de plus la même influence du saphir sur les écarts de vitesse entre les signaux correspondant aux deux différentes longueurs d'onde. Les K^2 des dispositifs de 6,5 μm ne sont pas estimables, cependant, les signaux pour des λ

de 13 μm , donnent un K^2 moyen de 0,59%, ce qui est supérieur au K^2 correspondant pour le film de 1,6 μm d'épaisseur. Ce résultat est facilement explicable, puisque la différence d'épaisseur fait que l'onde se déplace dans « plus de ScAlN » pour 2,23 μm que pour 1,6 μm . Le saphir n'étant pas piézoélectrique, il est logique que le dispositif favorisant le déplacement de l'onde dans le ScAlN montre un meilleur K^2 .

Pour certains dispositifs (trois en tout), un deuxième mode apparaît, relativement proche du premier, et plus haut en fréquence. Les signaux de ce deuxième mode sont trop bruités pour pouvoir en tirer une estimation de leurs K^2 . Nous pouvons cependant calculer les vitesses correspondantes. Elles sont de 5476 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ pour le dispositif $\lambda = 6,5 \mu\text{m}$, et autour de 6175 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ pour la longueur d'onde supérieure. Ces vitesses peuvent correspondre au mode de Sezawa, plus rapide que le mode de Rayleigh (car le mode Sezawa est l'ordre supérieur du mode de Rayleigh cf. chapitre 1).

Un troisième mode fait aussi son apparition, mais pour des fréquences bien plus élevées. Ce mode n'est observable que pour la longueur d'onde de 6,5 μm , et pour des fréquences légèrement supérieures à 1,7 GHz, ce qui donne des vitesses de propagation de plus de 11 100 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. Ces signaux sont bruités, mais restent relativement exploitables. Nous avons donc pu estimer les K^2 de ce mode à 1,8 et 1,9%. A cause de leur vitesse très élevées, nous pensons que ces modes correspondent aux ondes dites HVSAW^{14, 15} décrites dans la partie 1.3 du premier chapitre de ce manuscrit. Cependant, des expériences de simulations doivent être menées pour avoir une meilleure idée des caractéristiques de ces modes. Actuellement, nous n'en savons donc pas plus sur l'identité de ces ondes.

λ (μm)	Mode 1			Mode 2			Mode 3		
	fr (MHz)	v_{SAW} (m.s ⁻¹)	K^2 (%)	fr (MHz)	v_{SAW} (m.s ⁻¹)	K^2 (%)	fr (MHz)	v_{SAW} (m.s ⁻¹)	K^2 (%)
6,5	804,1	5227	X						
	813,6	5288	X						
	804,2	5227	X	842,5	5476	X	1715,1	11148	1,8
	807	5246	X				1708,6	11106	1,9
13	425,9	5537	0,59						
	426,2	5541	0,56						
	426,8	5548	0,54						
	418,9	5446	0,66						
	419	5447	X	472,5	6143	X			
	419	5447	X	477	6201	X			

Tableau 4.5 : résultats obtenus sur les dispositifs SAW basés sur la structure Al/Sc_{0,09}Al_{0,91}N/Saphir, pour une épaisseur de film de 2,23 μm .

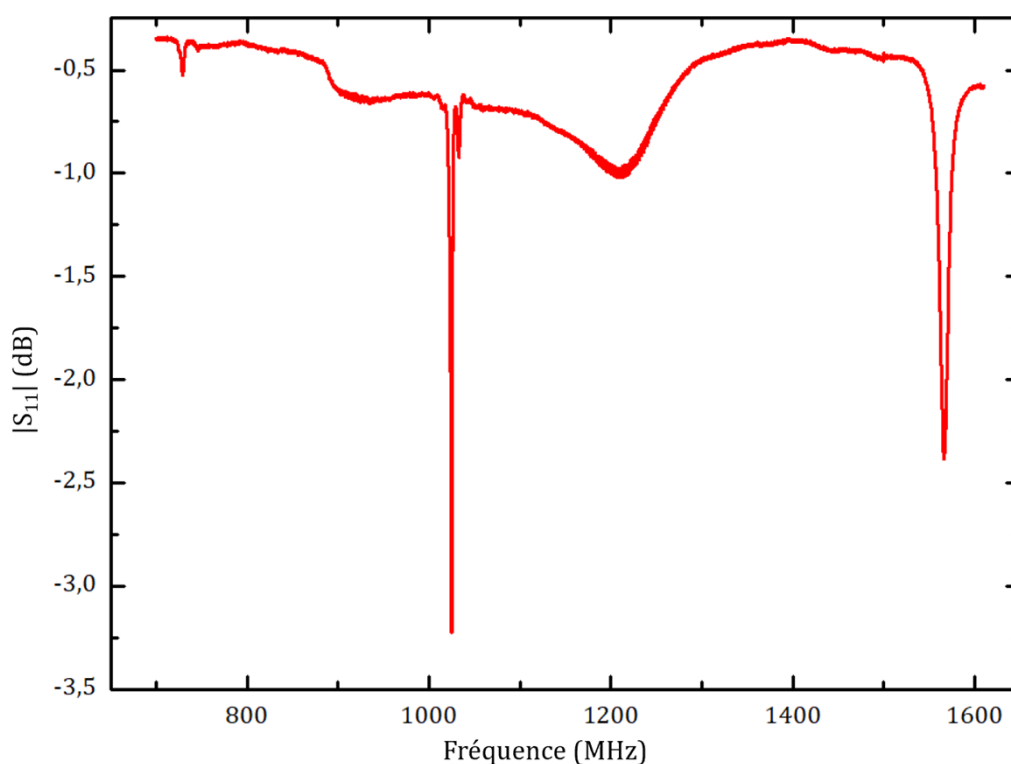


Figure 4.23 : Réponse S_{11} de la structure Al/Sc_{0,09}Al_{0,91}N/Saphir, pour une épaisseur de film de 2,76 μm , et une longueur d'onde de 6,5 μm .

Le troisième type d'échantillon étudié est basé sur la structure Al/Sc_{0,09}Al_{0,91}N/Saphir, avec une épaisseur de film de 2,76 μm , et une longueur d'onde de 6,5 μm . Un certain nombre de dispositifs montrent jusqu'à trois modes, comme en témoigne la réponse S_{11} de la figure 4.23 précédente. De manière générale, pour cette épaisseur de 2,76 μm , les dispositifs d'une longueur d'onde de 13 μm fournissent des résultats médiocres, en ne montrant que le premier mode avec des vitesses d'environ 5360 m.s^{-1} , qui correspond au mode de Rayleigh, et ce seulement pour trois d'entre eux (sur huit). De plus, sur trois signaux, un seul nous permet d'estimer un K^2 . Nous avons néanmoins, le comportement inverse de la part des dispositifs présentant des longueurs d'onde de 6,5 μm , puisqu'ils montrent tous un signal avec au moins deux modes. La majorité d'entre eux étant exploitables (Tab. 4.6).

λ (μm)	Mode 1			Mode 2			Mode 3		
	fr (MHz)	v_{SAW} (m.s^{-1})	K^2 (%)	fr (MHz)	v_{SAW} (m.s^{-1})	K^2 (%)	fr (MHz)	v_{SAW} (m.s^{-1})	K^2 (%)
6,5	740,8	4815	0,66	1034,3	6728	0,58	1619	10524	1,33
	736,9	4790	X	1030,6	6699	0,66	1595,4	10370	1,7
	728,9	4738	0,79	1024,8	6661	0,53	1566,1	10180	1,6
	721,5	4690	0,66	1017,8	6616	0,67	1538,4	10000	2
	744,8	4841	0,76				1615,8	10503	1,3
	739	4803	0,9				1593,3	10356	1,46
	732,8	4763	X				1567,9	10192	1,75
	728,8	4705	0,75	931,48	6055	X	1536,3	9986	2,05
13	414,4	5387	0,8						
	412,7	5366	X						
	409,9	5329	X						

Tableau 4.6 : résultats obtenus sur les dispositifs SAW basés sur la structure Al/Sc_{0,09}Al_{0,91}N/Saphir, pour une épaisseur de film de 2,76 μm .

On constate encore la tendance à la baisse de la vitesse de l'onde du premier mode, et ce pour la même raison que précédemment : le film étant plus épais encore, l'onde est plus influencée par le ScAlN qui est plus lent que le saphir. Pour les deux autres modes, il est difficile d'affirmer l'existence du même phénomène, tant le nombre de données est faible. On observe cependant, une tendance à la baisse de la vitesse de ces modes. On peut voir une augmentation du K^2 moyen des dispositifs du film d'épaisseur 2,76 μm par rapport à ceux du film de 1,6 μm , pour un $\lambda = 6,5 \mu\text{m}$, passant de 0,42% à 0,75%. Ceci peut aussi s'expliquer par une plus grande partie de l'onde présente dans le ScAlN, due à l'augmentation de l'épaisseur de ce dernier. Le deuxième mode, supposé de Sezawa grâce aux vitesses de propagation déterminées, est aussi présent sur cinq échantillons. Contrairement au film précédent, ces modes supposés de Sezawa sont assez bien définis pour pouvoir estimer les K^2 . On obtient donc des K^2 compris entre 0,5 et 0,7%. Les K^2 les plus élevés sont obtenus pour le troisième mode, dont la vitesse correspond à celle observée sur le film précédent, allant jusqu'à 2%. Par ailleurs, les signaux présentant ce mode sont assez bien définis sur la gamme de fréquences considérée, pour fournir une valeur de K^2 relativement précise. En témoigne la figure 4.24, représentant le module de l'admittance d'un de ces dispositifs, sur la plage de fréquence où est localisé le troisième mode (le K^2 correspondant est de 1,73%) :

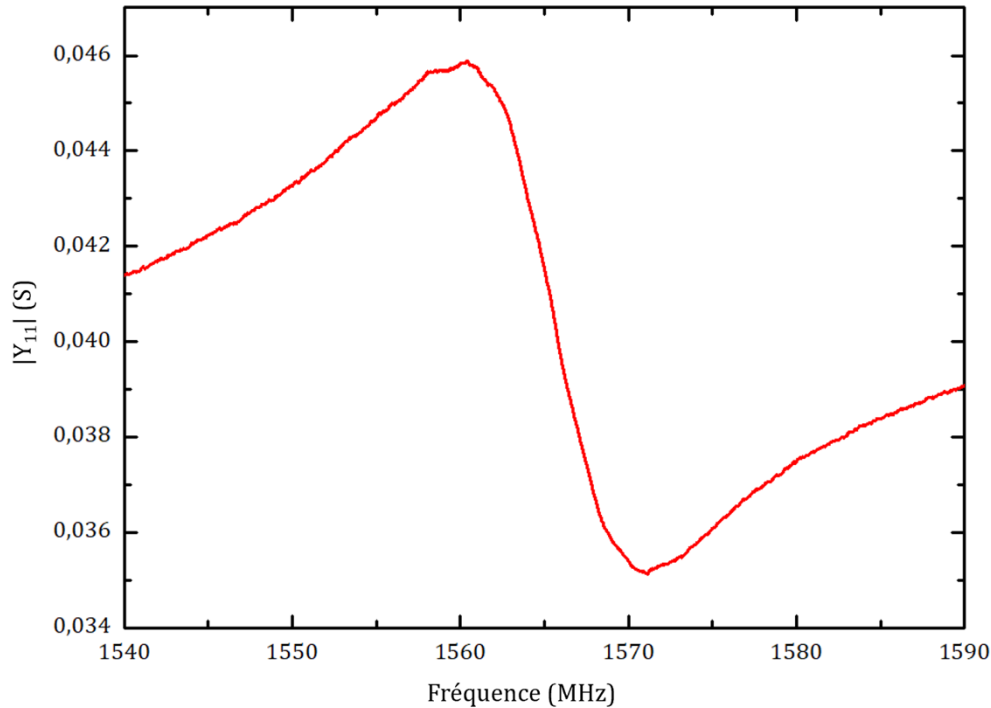


Figure 4.24 : Module de l'admittance du troisième mode de la structure Al/Sc_{0,09}Al_{0,91}N/Saphir, pour une épaisseur de film de 2,76 μm , et une longueur d'onde de 6,5 μm .

Ce mode paraît intéressant, puisque les vitesses de propagation observées, pourraient permettre d'atteindre des signaux résonants à de très hautes fréquences. Par exemple, pour une vitesse mesurée proche de 10 000 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, et une longueur d'onde de 1 μm , la fréquence de résonance serait proche de 10 GHz ! Ce type de fréquence est atteignable aujourd'hui mais seulement en utilisant des substrats de diamant, rendant le coût des dispositifs très élevés. L'accès à ces dispositifs est donc limité à des marchés « de niche » comme le spatial par exemple, laissant de côté l'industrie des télécommunications. La fabrication d'un dispositif fonctionnant à de telles fréquences, et pour un coût réduit, peut donc être très intéressant pour ces industries qui ne peuvent pas se permettre l'utilisation du diamant.

Nous avons observé ces modes seulement pour des films d'épaisseurs de 2,23 et 2,76 μm , et une longueur d'onde de 6,5 μm . De plus, pour l'épaisseur de 2,23 μm , le signal est bien moins défini. L'existence du mode est donc liée à la valeur du kh_{ScAlN} . Si on considère que le meilleur kh pour ce mode est celui obtenu pour une épaisseur de 2,76

μm (puisqu'il donne le signal le mieux défini), on suppose alors que des kh proches de 2,67 sont adaptés pour observer ce mode. Rapporté à une épaisseur de 2,23 μm , on obtient alors une longueur d'onde proche de 5 μm . La structure Al/Sc_{0,09}Al_{0,91}N/Saphir, pour une épaisseur de film de 2,23 μm , a donc été recyclée (en gravant l'aluminium via une solution chimique), et des IDT de $\lambda = 5 \mu\text{m}$ ont été fabriqués. Ces dispositifs SAW, ont montré ce mode (Tab. 4.7) à des fréquences supérieures à 2,2 GHz, et avec des K^2 estimés à 3%. L'apparition de cette onde est donc reproductible, et la fabrication de dispositifs à plus courte longueur d'onde est en cours.

Longueur d'onde (μm)	Fréquence de résonance (MHz)	Vitesse de propagation du mode (m.s^{-1})	K^2 (%)
5	2237,1	11185	2,9
	2237,5	11188	3,1
	2235,4	11177	3
	2238,4	11192	3,2

Tableau 4.7 : résultats obtenus sur les dispositifs SAW basés sur la structure Al/Sc_{0,09}Al_{0,91}N/Saphir, pour une épaisseur de film de 2,23 μm , après recyclage.

Puisque les dispositifs fabriqués sur un film de 2,76 μm d'épaisseur offrent les signaux les mieux définis, et avec le plus de modes observables, nous avons choisi d'utiliser un de ces dispositifs pour effectuer des mesures à haute température. Le dispositif a été mesuré à la température ambiante (27°C), puis chauffé et mesuré de 100 jusqu'à 575°C. Les signaux ont été superposés sur la figure 4.25. On observe tout d'abord une légère chute progressive de la ligne de base du signal. Cette chute devient plus marquée après une température de 525°C. On peut supposer que la température de 575°C devient néfaste pour le ScAlN, or l'intensité des pics est peu sensible à la température. Il est donc possible que le problème vienne de l'IDT en aluminium, qui devient sensible à la température. On obtient comme TCF pour chaque mode, du plus faible en fréquence, au plus haut : -25,68 ppm/°C, - 77,18 ppm/°C, et -28,81 ppm/°C. Le mode supposé de Sezawa

offre donc ici le TCF le plus élevé. Néanmoins, les TCF des deux autres modes sont proches des TCF de la structure basée sur le GaN, qui a été identifiée comme intéressante vis-à-vis de l'application capteur de température.

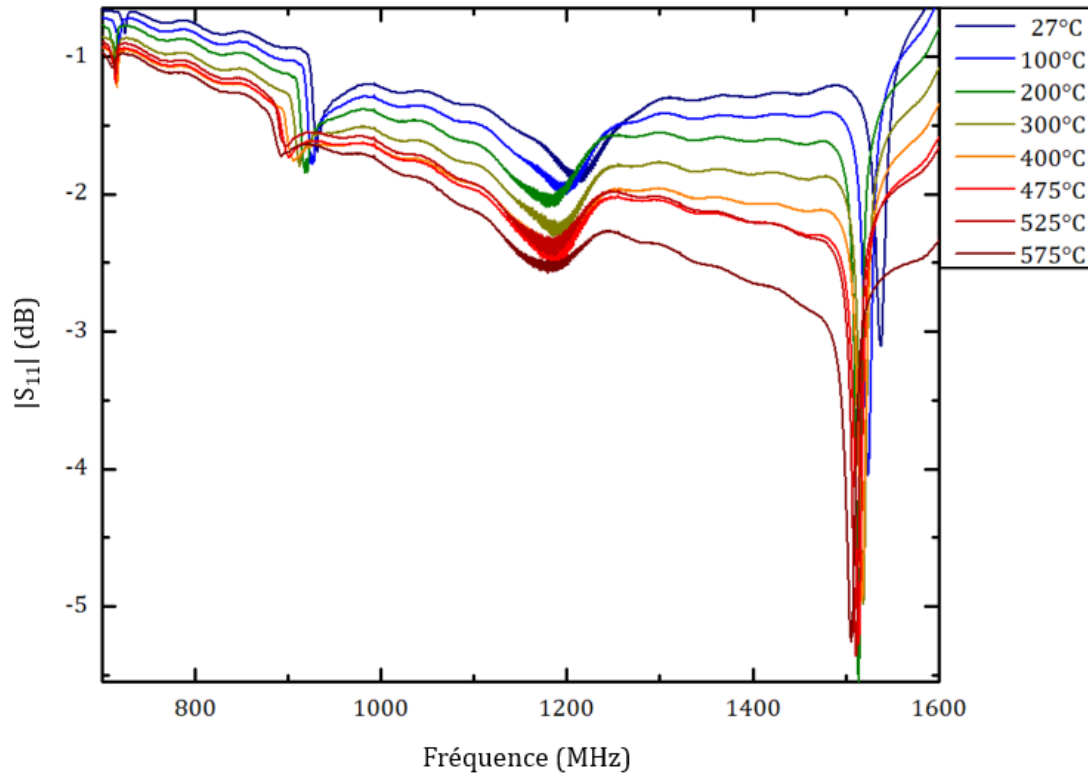


Figure 4.25 : Réponses S_{11} de la structure Al/Sc_{0.09}Al_{0.91}N/Saphir, pour une épaisseur de film de 2,76 μm , et une longueur d'onde de 6,5 μm , pour plusieurs températures.

2.2 Mesures expérimentales sur des dispositifs SAW à base de Sc_{0.18}Al_{0.82}N

La composition avec 9% de scandium est donc validée pour les SAW, et un dispositif basé sur une structure Al/Sc_{0.18}Al_{0.82}N/Saphir a été fabriqué. Cette composition de ScAlN devrait, comme on l'a vu dans l'état de l'art du troisième chapitre, montrer une réponse piézoélectrique plus importante que la composition avec 9% de scandium. Le film est épais de 1,5 μm , et la longueur d'onde est de 8 μm . Le signal S_{11} est donné sur la figure 4.26. On y voit deux pics espacés de 1 MHz. Les intensités étant très proches, on ne sait

pas quelle partie du pic est celui que nous devons considérer. La vitesse de propagation est comprise entre 5530 et 5500 ms^{-1} , et est caractéristique d'un mode de Rayleigh. Le K^2 de ce dispositif est de $0,66\%$, ce qui est proche des valeurs obtenues pour la composition 9% . D'autres dispositifs ont été fabriqués mais aucun n'a réellement fonctionné, la faute revenant aux surfaces des films trop rugueuses, qui ne permettent pas une bonne réalisation d'IDT. Malheureusement, des défauts techniques au niveau du bâti de pulvérisation utilisé pour les films de ScAlN, couplés à des problèmes de temps, nous ont forcés à abandonner l'optimisation des films, pour le moment. La diminution de la rugosité de ces films fait cependant partie des perspectives liées à ces travaux.

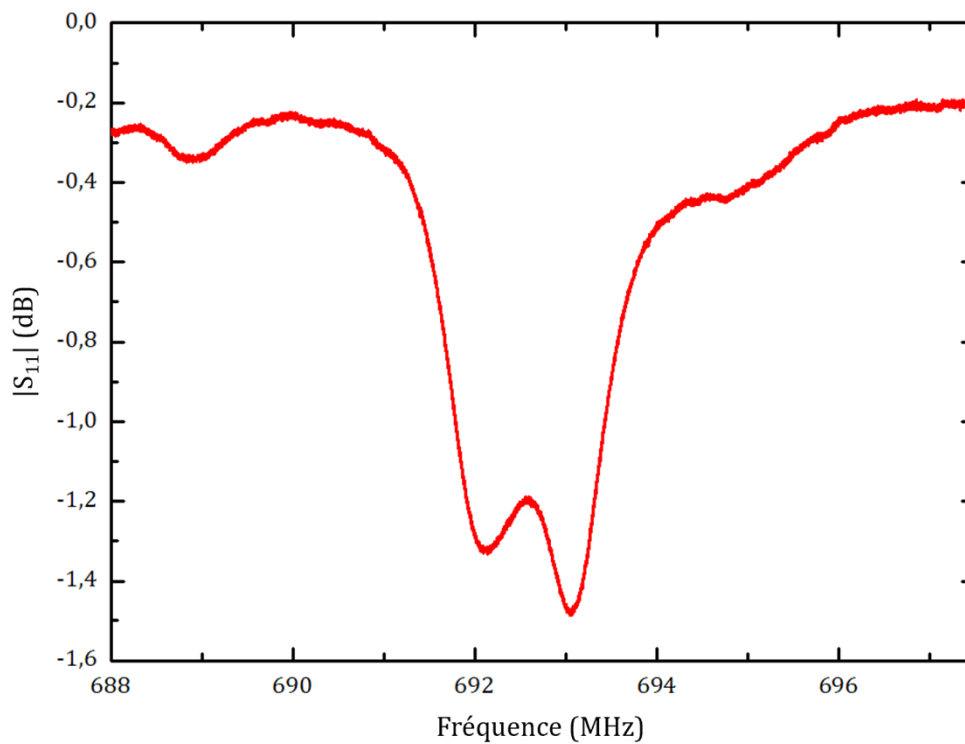


Figure 4.26 : Réponse S_{11} de la structure $\text{Al}/\text{Sc}_{0.18}\text{Al}_{0.82}\text{N}/\text{Saphir}$, pour une épaisseur de film de $1,5 \mu\text{m}$, et une longueur d'onde de $8 \mu\text{m}$.

3. Détermination de constantes élastiques pour le $\text{Sc}_{0.09}\text{Al}_{0.91}\text{N}$

Nous avons obtenu un nombre de résultats expérimentaux assez important. Cependant, si nous voulons déterminer une structure optimale pour la réalisation d'un dispositif WLAW (comme nous l'avons fait pour la structure à base de GaN), nous aurons besoin de simulations. Pour cela, nous devons, comme précédemment pour le GaN, déterminer un jeu de constantes qui correspond à nos mesures expérimentales. Nous allons donc utiliser la même méthode que pour la structure basée sur le GaN, c'est-à-dire, chercher plusieurs jeux de constantes dans la littérature, tracer des courbes de dispersion pour chaque jeu, puis comparer ces courbes à nos points expérimentaux.

Matériau	Constantes élastiques GPa							Constantes piézoélectriques C/m ²			Constantes Diélectriques 10 ⁻¹¹ F/m		Densité kg/m ³	Réf
	C_{11}	C_{12}	C_{13}	C_{14}	C_{33}	C_{44}	C_{66}	e_{15}	e_{31}	e_{33}	ϵ_{11}	ϵ_{33}	ρ	
$\text{Sc}_{0.43}\text{Al}_{0.57}\text{N}$	234.5	101.4	128.4	X	267.4	39.6	66.6	1.03	-0.886	0.863	24.1	12.3	3601	16
	169	61.2	58.8	X	211	51.5	53.9	-1.31	-1.58	4.42	30.5	30.28	3760	17
	282.4	136.5	125.2	X	169.6	98.1	98.1	-0.294	-0.516	2.72	30.5	30.28	3760	18
	313.7	150	139.2	X	197	108.6	108.6	-0.317	-0.722	2.73	30.5	30.28	3760	19
	293	146	130	X	184	100	74.7	-1.31	-1.58	4.42	30.5	30.28	3760	19

Tableau 4.8 : Constantes physiques pour le $\text{Sc}_{0.43}\text{Al}_{0.57}\text{N}$ à température ambiante.

Les expériences sur la composition $\text{Sc}_{0.18}\text{Al}_{0.82}\text{N}$ n'ayant pas fourni de résultats exploitables dans l'immédiat, nous avons concentré la suite de nos travaux sur le $\text{Sc}_{0.09}\text{Al}_{0.91}\text{N}$. Nous avons trouvé plusieurs jeux de constantes dans la littérature [16](#), [17](#), [18](#), [19](#), mais aucune d'entre elle ne correspond à la composition pour 9% de Sc. Les articles ciblés étudient la composition $\text{Sc}_{0.43}\text{Al}_{0.57}\text{N}$, ce qui est très éloignée de la nôtre ($\text{Sc}_{0.09}\text{Al}_{0.91}\text{N}$). Cependant, il a été montré par calcul [19](#) et expérimentalement [18](#) que les constantes élastiques c_{ij} varient linéairement avec le taux de scandium présent dans le film. En partant des constantes trouvées dans la littérature ($x = 43\%$) du tableau 4.8, et des constantes de l'AlN ($x = 0\%$) du tableau 4.2, nous avons extrapolé des constantes

théoriques pour la composition $x = 9\%$. La figure suivante superpose les courbes de dispersion calculées avec les jeux de constantes extrapolées, avec nos mesures expérimentales.

On observe une absence de concordance entre notre mesure et nos calculs. En effet, nos points suivent la même tendance que les courbes simulées, mais il existe un décalage de quelques centaines de m.s^{-1} , dans le sens où notre ScAlN est plus lent que les prédictions. Il peut y avoir plusieurs raisons à ce phénomène : tout d'abord, l'explication la plus simple serait que les constantes utilisées ne sont pas bonnes, sous-entendu, qu'elles ne correspondent pas au ScAlN que nous produisons. L'autre explication vient de la nature polycristalline non-hautement texturée des films de ScAlN utilisés (Fig. 4.20), qui induirait un biais entre nos expériences et les calculs. Il est aussi possible que la linéarité des constantes du ScAlN en fonction du taux de scandium n'est pas exacte pour des taux de Sc faibles.

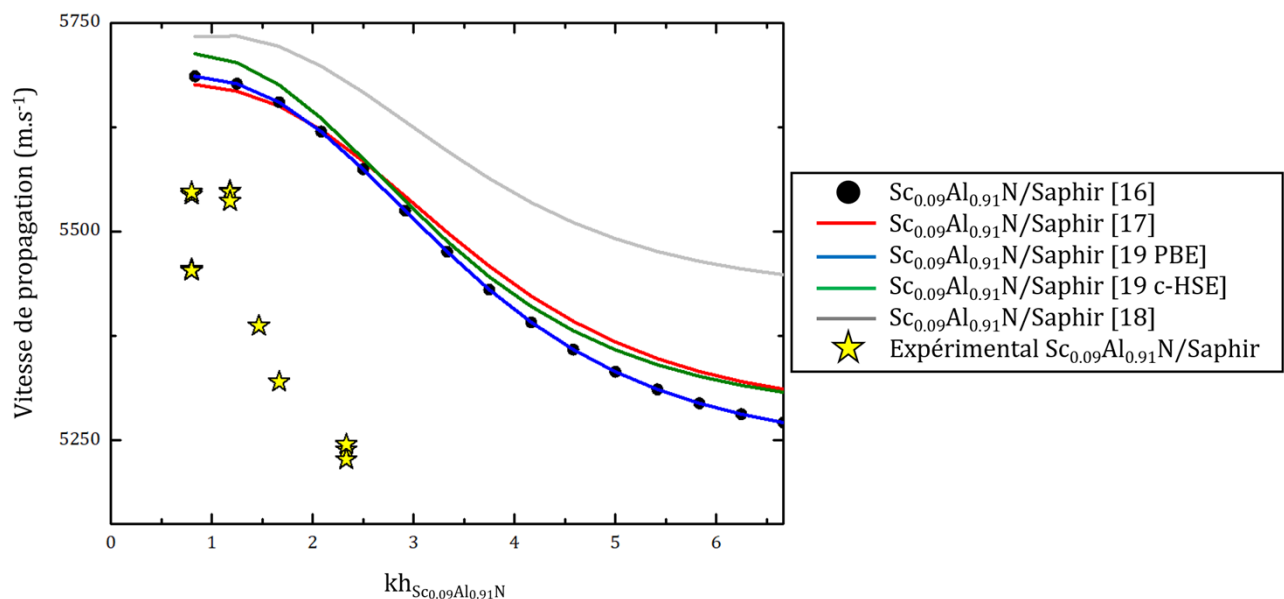


Figure 4.26 : Comparaison entre les résultats expérimentaux (étoiles jaunes) et les résultats théoriques (points noirs, lignes rouge, bleue, verte et grise), de la courbe de dispersion de la structure Al/Sc_{0.09}Al_{0.91}N/Saphir.

Les acronymes PBE et c-HSE désignent des modèles permettant de calculer des constantes élastiques. PBE désigne le modèle « *gradient corrected functional of Perdrew, Bruke and Ernzerhof* », et c-HSE désigne « *corrected hybrid functional of Heyd, Scuseria and Ernzerhof* ».

4. Conclusion du chapitre

Ce chapitre a eu pour sujet les résultats portant sur les dispositifs à ondes élastiques guidées, tout d'abord pour les structures à base de GaN, puis à base de ScAlN. L'étude sur les structures basées sur le GaN a servi sur plusieurs niveaux. Premièrement, nous avons pu valider le modèle COMSOL utilisé, ce qui a permis la simulation de la structure AlN/IDT/GaN/Saphir. Nous avons pu ensuite développer une première méthode de fabrication relativement efficace. Les mesures des dispositifs créés, ont servi de première tentative de mesure de température via des ondes confinées. Les résultats positifs obtenus nous ont confirmé l'intérêt de nos travaux. S'en sont suivi les recherches sur la composition de ScAlN avec 9% de scandium. Nous avons pu déterminer deux faits intéressants : premièrement, le décalage fréquentiel avec la température d'un résonateur basé sur du ScAlN, paraît suffisamment important pour permettre une application capteur. Deuxièmement, les K^2 mesurés sont généralement supérieurs à 0,5%, rendant le ScAlN plus intéressant que le GaN, même à faible teneur en Sc. La tenue en température du $\text{Sc}_{0,09}\text{Al}_{0,91}\text{N}$ est par ailleurs supérieure à celle du GaN, puisqu'on a mesuré des signaux SAW jusqu'à 575°C, contre 500°C pour le GaN. De plus, la présence du mode ayant une vitesse supérieure à 10000 m.s⁻¹ nous donne une autre application possible pour nos films de ScAlN. Cependant, les travaux de simulation effectués ne nous permettent pas pour l'instant de déterminer les structures adéquates pour nos applications. Nous devons donc concentrer une partie de nos futurs efforts sur ce point.

Références bibliographiques

- 1 B. Monemar; *Fundamental energy gap of GaN from photoluminescence excitation spectra*; Physical Review B, 10:2, 676 (1974)
- 2 <http://www.ioffe.ru/SVA/NSM/Semicond/GaN/>
- 3 W. Seifert, R. Franzheld, E. Butter, H. Sobotta and V. Riede; *On the Origin of Free Carriers in High-Conducting n-GaN*; Crystal Research & Technology, 18:3, 383-390 (1983)
- 4 S. Heikman, S. Keller, S.P. DenBaars and U.K. Mishra; *Growth of Fe doped semi-insulating GaN by metalorganic chemical vapor deposition*; Applied Physics Letters, 81:3, 439 (2002)
- 5 R.P. Vaudo, X. Xu, A. Salant, J. Malcarne and G.R. Brand; *Characteristics of semi-insulating, Fe-doped GaN substrates*; Physica Status Solidi, 200, 18-21 (2003)
- 6 K. Tsubouchi and N. Mikoshiba; *Zero Temperature Coefficient SAW Delay Line on AlN Epitaxial Films*; 1983 Ultrasonics Symposium, 299-310 (1983)
- 7 J. Bjurström, G. Wingqvist, V. Yantchev and I. Katardjiev; *Temperature compensation of liquid FBAR sensors*; Journal of Micromechanics and Microengineering, 17:3, 651 (2007)
- 8 K. Adachi, H. Ogi, A. Nagakubo, N. Nakamura, M. Hirao, M. Imade, M. Yoshimura and Y. Mori; *Elastic constants of GaN between 10 and 305 K*; Journal of Applied Physics, 119:24, 245111 (2016)
- 9 J. Vallin, M. Mongy, K. Salama and O. Beckman; *Elastic Constants of Aluminum*; Journal of Applied Physics, 35:6, 1825 (1964)
- 10 O. Elmazria, V. Mortet, M. El Hakiki, M. Nesladek and P. Alnot; *High velocity SAW using aluminum nitride film on unpolished nucleation side of free-standing CVD diamond*; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, 50:6, 710-715 (2003)
- 11 R.R. Reeber and K. Wang; *High Temperature Elastic Constant Prediction of Some Group III-Nitrides*; MRS Internet Journal of Nitride Semiconductor Research, 6:3 (2001)
- 12 Y. Dai, S. Li, H. Gao, W. Wang, Q. Sun, Q. Peng, C. Gui, Z. Qian and S. Liu; *Stress evolution in AlN and GaN grown on Si(111): experiments and theoretical modeling*; Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 27:2, 2004-2013 (2016)
- 13 O. Legrani; Thèse de doctorat; *Étude, élaboration et caractérisation d'hétérostructures «auto-protégées» à base d'ondes élastiques*; Université de Lorraine, Nancy, France (2012)
- 14 N.F. Naumenko and I.S. Didenko; *High-velocity surface acoustic waves in diamond and sapphire with zinc oxide film*; Applied Physics Letters, 75, 19 (1999)
- 15 M.P. da Cunha and E.L. Adler; *High velocity pseudo surface waves (HVPSAW)*; 1994 Proceedings of IEEE Ultrasonics Symposium, 1, 281-286 (1994)
- 16 A. Konno, M. Kadota, J. Kushibiki, Y. Ohashi, M. Esashi, Y. Yamamoto and S. Tanaka; *Determination of full material constants of ScAlN thin film from bulk and leaky Lamb waves in MEMS-based samples*; 2014 IEEE International Ultrasonics Symposium Proceedings, 273-276 (2014)

- 17 K. Hashimoto, S. Sato, A. Teshigahara, T. Nakamura and K. Kano; *High-performance surface acoustic wave resonators in the 1 to 3 GHz range using a ScAlN/6H-SiC structure*; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control; 60:3, 637-642 (2013)
- 18 M.A. Caro, S. Zhang, M. Ylilampi, T. Riekkinen, M. A Moram, O. Lopez-Acevedo, J. Molarius and T. Laurila; *Piezoelectric coefficients and spontaneous polarization of ScAlN*; Journal of Physics: Condensed Matter, 24:27, 245901 (2015)
- 19 S. Zhang, W.Y. Fu, D. Holec, C.J. Humphreys and M.A. Moram; *Elastic constants and critical thicknesses of ScGaN and ScAlN*; Journal of Applied Physics 114, 243516, 1-6 (2013)

Conclusion

Grâce à leur principe de fonctionnement qui permet une utilisation sans-fil et passive, les dispositifs SAW sont aujourd'hui profondément installés dans l'industrie des télécommunications. Le développement massif de la téléphonie mobile à partir des années 2000, a donc engendré un marché très important pour la technologie SAW. Cette technologie est aujourd'hui très démocratisée, de même que les méthodes de fabrication associées. Cette facilité de production, couplée à une sensibilité relative des dispositifs SAW aux conditions environnementales, produit un nouveau marché dans le domaine des capteurs. Un choix intelligent des matériaux composant le dispositif permet de plus, de spécialiser une partie de ce nouveau marché vers la mesure dans des environnements hostiles, où l'électronique usuelle ne peut fonctionner.

Cependant, une étude bibliographique a montré qu'aucun substrat piézoélectrique usuel, comme le quartz, le niobate de lithium ou même la langasite, ne permet une utilisation à des températures supérieures à 600°C. Nous avons porté notre attention sur les films minces, le candidat le plus sérieux étant la structure bicouche AlN/Saphir, étant donné ses propriétés diélectriques remarquables. Malheureusement, l'oxydation de l'AlN à partir de 700°C dans l'air rend la structure non viable, malgré l'existence de signaux SAW détériorés jusqu'à 1000°C.

Nos travaux se sont inscrits dans ce contexte, et ont pour objectif la détermination d'une structure ayant le potentiel de dépasser les capteurs actuels, fonctionnels jusque 700°C. Cette thèse s'est scindée en deux parties. Tout d'abord, il a fallu déterminer une structure permettant à la fois de protéger la couche piézoélectrique d'agressions chimiques, et de confiner l'onde dans cette même couche, pour ainsi éviter toute perturbation du signal, autre que par la température. La structure à trois couches a été adoptée, puisqu'une configuration rapide/lent/rapide permet de confiner l'onde dans la couche lente. On parle alors de structure WLAW. Si cette dernière se trouve être le

matériau piézoélectrique, alors les deux exigences citées précédemment sont respectées. La question du choix des matériaux constituant la structure WLAW s'est ensuite logiquement imposée. Il fut aisé de déterminer quels seront les matériaux pour les couches externes. Nous avons retenu les matériaux saphir et AlN respectivement comme substrat et couche protectrice. Ces matériaux ont été choisis grâce à leur vitesse de propagation des ondes, et leur stabilité à haute température. Pour le matériau piézoélectrique lent, le choix s'est porté sur le ScAlN, dont les propriétés piézoélectriques sont plus intéressantes que celles du GaN (autre matériau piézoélectrique lent), et dont les propriétés élastiques permettent théoriquement son utilisation comme couche guidante. Cependant, le ScAlN n'existant pas encore dans le commerce, nous avons dû développer le procédé de fabrication par nous-mêmes. L'autre raison de ce développement est qu'il est possible que la concentration en scandium optimale pour l'objectif final de nos travaux (une structure WLAW fonctionnant dans l'air pour des températures supérieures à 700°C) ne soit pas celle généralement considérée par la communauté, et qui concentre le principal développement, à savoir le $\text{Sc}_{0.43}\text{Al}_{0.57}\text{N}$. Pour éviter de perdre du temps en attendant le développement du ScAlN, la structure WLAW a été testée avec du GaN comme couche piézoélectrique.

Le troisième chapitre a été consacré au développement du ScAlN sur substrats de saphir, et au choix de l'AlN comme couche externe. Nous avons tout d'abord utilisé l'AlN comme point de référence pour les futurs dépôts de ScAlN. Les dépôts, effectués par pulvérisation cathodique réactive magnétron, ont révélé une forte influence de la température du substrat sur la microstructure du film. Des FWHM de rocking-curves d'environ $0,37^\circ$ pour l'orientation (002) de l'AlN, ont pu être atteintes en jouant sur ce paramètre. Cette tendance a été appliquée à la première composition de ScAlN étudiée, soit la composition $\text{Sc}_{0.09}\text{Al}_{0.91}\text{N}$. Bien que la température reste un paramètre décisif quant à la qualité de la microstructure du film, une modification de la tension de dépôt nous a amené à un ajustement de la pression des gaz. Un film orienté (002) avec une rocking-curve de $0,78^\circ$ de largeur à mi-hauteur a pu être obtenue. L'application de la même

opération pour la composition $\text{Sc}_{0.18}\text{Al}_{0.82}\text{N}$, a conduit à un film (002) ayant une rocking-curve de $1,2^\circ$ de large. Des micrographies et des clichés de diffraction effectués au TEM ont confirmé l'aspect quasi-monocristallin des films. La fin de ce chapitre a détaillé la raison pour laquelle l'alumine a été écartée comme candidat pour la couche supérieure.

Le quatrième et dernier chapitre a concerné l'étude des propriétés SAW et WLAW de nos structures. Tout d'abord, la structure GaN/Saphir a été utilisée pour confirmer la validité de notre modèle COMSOL, développé au sein de l'équipe, pour déterminer les paramètres optimaux pour une structure WLAW AlN/Al/GaN/Saphir fonctionnelle. D'après ces simulations, le K^2 de la structure est maximal pour un kh entre 2,5 et 3, ce qui pour des films de GaN monocristallins de $2\ \mu\text{m}$ (achetés chez Kyma Technologies, Raleigh, NC, USA), implique une longueur d'onde de $5\ \mu\text{m}$. Dans ce cas, le confinement de l'onde est théoriquement assuré par une couche d'AlN de $12\ \mu\text{m}$ d'épaisseur. Les expériences menées ont confirmé le bon confinement de l'onde, et des mesures du signal WLAW en fonction de la température jusqu'à 500°C , et ont montré l'intérêt de la structure comme capteur de température, via des TCF proches de $-30\ \text{ppm}/^\circ\text{C}$. Des dispositifs SAW basés sur la composition $\text{Sc}_{0.09}\text{Al}_{0.91}\text{N}$, ont montré l'existence de plusieurs modes, jusqu'à trois, suivant le dispositif. Les deux premiers modes présentent des vitesses qui correspondent aux modes de Rayleigh et de Sezawa. Les K^2 déterminés montrent d'ores et déjà l'intérêt du ScAlN comme matériau piézoélectrique pour des dispositifs SAW, malgré la faible teneur en scandium utilisée. Le troisième mode, pouvant correspondre à un mode HVSAW, montre des vitesses de propagation comprises entre $10\ 000$ et $11\ 000\ \text{ms}^{-1}$, selon les dispositifs. Ces modes semblent apparaître pour une zone de kh restreinte, mais montrent des K^2 de $1,7\%$ au minimum, et pouvant aller jusqu'à 3% . Ces modes peuvent être très intéressants pour des applications interrogations sans-fil au-delà de $5\ \text{GHz}$. Ces ondes s'avèrent aussi très intéressantes pour l'industrie des filtres pour les télécommunications, puisqu'ils permettront de combiner un fort couplage K^2 et des vitesses élevées, permettant d'adresser des applications, notamment le réseau 5G, opérant dans des bandes fréquentielles supérieures à $5\ \text{GHz}$. Le comportement de ces trois

modes aux variations de températures depuis la température ambiante, jusqu'à 575°C a été étudié. Des TCF compris entre -25 et -30 ppm/°C, comparables aux TCF déterminés avec la structure WLAW précédente, ont été obtenus pour les modes supposés de Rayleigh et HVSAW. Le mode de Sezawa donne un TCF d'environ -77 ppm/°C. Ces résultats montrent la possibilité d'utiliser le ScAlN comme matériau piézoélectrique pour des mesures de température. La composition $Sc_{0.18}Al_{0.82}N$, montre un mode correspondant au mode de Rayleigh, offrant un K^2 intéressant de 0,66%, mais le manque d'échantillons viables nous a empêché de poursuivre l'étude expérimentale. Des simulations ont été effectuées via les constantes trouvées dans la littérature pour le ScAlN. Les résultats sont partiellement insatisfaisants puisqu'ils ne nous permettent pas de détermination théorique de structure optimale pour nos applications. Cependant, le ScAlN est un matériau relativement « jeune », et nos travaux vont servir à développer les connaissances à ce niveau. Des collaborations avec d'autres laboratoires ayant de bonnes ressources pour mesurer ou/et simuler les propriétés du ScAlN sont à prévoir. Il en est de même pour les laboratoires qui produisent des films minces de ScAlN. Une multiplicité des résultats sur ce matériau ne peut qu'aider à compléter et stabiliser les connaissances sur le ScAlN, et nous espérons faire partie des équipes ayant contribué à cette lourde tâche.

Enfin, nous pouvons affirmer que la structure WLAW est fonctionnelle à condition de choisir les bons matériaux. Le ScAlN est particulièrement prometteur, tant pour ses propriétés SAW existantes jusqu'à au moins 575°C pour la composition avec 9% de scandium, que pour son mode HVSAW qui peut intéresser l'industrie des télécommunications. Focaliser une partie de nos ressources sur ce matériau semble être une bonne idée. Malheureusement, des ennuis de bâti de pulvérisation stoppent notre production de ScAlN pour le moment. Des collaborateurs japonais nous ont fourni un wafer de $Sc_{0.4}Al_{0.6}N/SiC$, pour que nous puissions continuer les travaux sur ce matériau, en attendant de pouvoir produire le ScAlN nous-même. Ce wafer sera utilisé pour des premiers tests de structure WLAW AlN/IDT/ $Sc_{0.4}Al_{0.6}N/SiC$. Des mesures à haute-

température seront effectuées dans un futur proche. Toujours dans le cadre de cette application, une étude sur le matériau composant l'IDT devra aussi être effectuée. En effet, l'aluminium, bien qu'il soit très pratique pour de premiers tests visant à vérifier l'intérêt d'un matériau piézoélectrique comme capteur, il nous limite à une température maximale de 600°C, ce qui est inférieur à la gamme de température visée. Nous devons donc changer de matériau constituant l'IDT, ce qui amènera à une nouvelle étude à part entière.

Parallèlement, des expériences visant à obtenir des dispositifs résonants à de très hautes fréquences, supérieures à 8 GHz, via le mode HVSAW, commenceront très prochainement. Une collaboration avec le Dr. Natalya Naumenko, spécialiste en simulations et calculs théoriques, est en cours pour nous permettre de déterminer un jeu de constantes fonctionnelles, ce qui nous sera d'une grande aide par la suite. Si ces travaux portent leurs fruits, de nouveaux projets et de nouvelles thèses pourront voir le jour.

Glossaire

SAW	Surface acoustic waves
WLAW	Waveguided layer acoustic waves
IDT	Interdigital transducer
HVSAW	High velocity surface acoustic waves
<i>TCF</i>	Temperature coefficient of frequency
AlN	Nitruire d'aluminium
ScAlN	Nitruire d'aluminium scandium
Al ₂ O ₃	Alumine
GaN	Nitruire de gallium
Si	Silicium
Al	Aluminium
DRX	Diffraction des rayons X
TEM	Transmission electron microscopy
HRTEM	High resolution transmission electron microscopy
STEM	Scanning transmission electron microscopy
BF	Brightfield
HAADF	High-angle annular dark-field
RF	Radiofréquence
FWHM	Full width at half maximum
LDA	Local density approximation
GGA	Gradient-corrected approximation
PBE	Gradient corrected functional of Perdrew, Bruke and Ernzerhof
c-HSE	Corrected hybrid functional of Heyd, Scuseria and Ernzerhof

Liste des communications

Publications dans des revues internationales avec comité de lecture

- **F. Bartoli**, T. Aubert, M. Moutaouekkil, J. Streque, P. Pigeat, S. Zhgoon, A. Talbi, S. Hage-Ali, H. M'Jahed and O. Elmazria; *AlN/GaN/Sapphire heterostructure for high-temperature packageless acoustic wave devices*; Sensors and Actuators A: Physical, 283, 9-16 (2018).
- C. Floer, S. Hage-Ali, S. Zhgoon, M. Moutaouekkil, **F. Bartoli**, H. Mishra, S. Mc Murtry, P. Pigeat, T. Aubert, O. Bou Matar, A. Talbi and O. Elmazria; *AlN/ZnO/LiNbO₃Packageless Structure as a Low-Profile Sensor for Potential On-Body Applications*; IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, 65:10, 1925-1932 (2018).
- Taguett, T. Aubert, O. Elmazria, **F. Bartoli**, M. Lomello, M. Hehn, J. Ghanbaja, P. Boulet, S. Mangin and Y. Xu; *Comparison between Ir, Ir_{0.85}Rh_{0.15} and Ir_{0.7}Rh_{0.3} thin films as electrodes for surface acoustic waves applications above 800°C in air atmosphere*; Sensors and Actuators A, 266, 211-218 (2017).

Communications internationales avec acte et comité de lecture

- **F. Bartoli**, T. Aubert, M. Moutaouekkil, J. Streque, P. Pigeat, S. Hage-Ali, P. Boulet, H. M'Jahed, S. Zhgoon, O. Bou Matar, A. Talbi and O. Elmazria; *Theoretical and experimental study of ScAlN/Sapphire structure based SAW sensor*; in Proc. IEEE Sensors 2017, Glasgow, Royaume-Uni.
- T. Aubert, N. Kokanyan, H. Alhousseini, A. Taguett, **F. Bartoli**, J. Streque, H. M'Jahed, P. Boulet and O. Elmazria; *First investigations on stoichiometric lithium niobate as piezoelectric substrate for high-temperature surface acoustic waves applications*; in Proc. IEEE Sensors 2017, Glasgow, Royaume-Uni.
- C. Floer, M. Moutaouekkil, **F. Bartoli**, H. Mishra, S. Mc Murty, S. Hage-Ali, D. Dekkar, B. Baudrillart, F. Bénédic, S. Zhgoon, A. Talbi, O. Bou Matar, T. Aubert and O. Elmazria; *Diamond/ZnO/LiNbO₃ structure for packageless acoustic wave sensors*; in Proc. IEEE Sensors 2017, Glasgow, Royaume-Uni.
- C. Floer, M. Moutaouekkil, **F. Bartoli**, H. Mishra, S. Hage-Ali, S. Mc Murty, P. Pigeat, S. Zhgoon, O. Bou Matar, A. Talbi, T. Aubert and O. Elmazria; *AlN/ZnO/LiNbO₃ packageless structure as a low-profile sensor for on-body applications*; in IEEE International Ultrasonics Symposium 2017, Washington, USA.
- S. Hage-Ali, O. Elmazria, G. Pierson, R. Kouitat, M. Deroh, **F. Bartoli**, T. Aubert and A. Talbi; *Packageless acoustic wave sensors for wireless body-centric applications*; in Proc. IEEE Sensors 2016.

Communications internationales avec acte et comité de lecture

- **F. Bartoli**, T. Aubert, M. Moutaouekkil, S. Hage-Ali, S. Zhgoon, A. Talbi and O. Elmazria; *AlN/GaN/Sapphire as promising structure for wireless, batteryless and packageless acoustic wave sensors for high temperature applications*; IEEE International Ultrasonics Symposium 2017, Washington, USA.

- **F. Bartoli**, P. Pigeat, J. Streque, T. Aubert, O. Elmazria, P. Boulet and S. Robert; *Highly textured sputtered $Sc_xAl_{1-x}N$ thin films for surface acoustic wave applications*; EMRS Spring meeting 2017, Strasbourg, France.

- **F. Bartoli**, S. Zhgoon, T. Aubert, A. Talbi, P. Pigeat, and O. Elmazria; *Packageless WLAW devices based on $Al_2O_3/Pt/GaN/Sapphire$ structure for high-temperature applications*; IEEE International Ultrasonics Symposium 2016, Tours, France.

- **F. Bartoli**, P. Pigeat, T. Aubert, O. Elmazria, F. Genty, P. Boulet, J. Ghanbaja; *Highly textured sputtered AlN and $Sc_xAl_{1-x}N$ thin films for surface acoustic wave devices*; EMRS Fall meeting 2016, Varsovie, Pologne.

- **F. Bartoli**, S. Zhgoon, T. Aubert, A. Talbi, P. Pigeat and O. Elmazria; *Packageless WLAW devices based on $Al_2O_3/Pt/GaN/Sapphire$ structure for high-temperature applications*; SAW Symposium 2016, Dresde, Allemagne.

- **F. Bartoli**, T. Aubert, P.Pigeat, O. Legrani, O. Elmazria, P. Boulet, J. Ghanbaja; *ScAlN thin films grown by sputtering method for high-temperature SAW sensors*; International Conference on Innovation in Thin Film Processing and Characterisation (ITFPC) 2015, Nancy, France.