



**HAL**  
open science

# MEMS piézo-électriques pour applications temps-fréquence

Paul Chapellier

► **To cite this version:**

Paul Chapellier. MEMS piézo-électriques pour applications temps-fréquence. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Bourgogne Franche-Comté, 2019. Français. NNT : 2019UBFCD058 . tel-03117736

**HAL Id: tel-03117736**

**<https://theses.hal.science/tel-03117736>**

Submitted on 21 Jan 2021

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

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



**THESE DE DOCTORAT DE L'ETABLISSEMENT UNIVERSITE BOURGOGNE  
FRANCHE-COMTE  
PREPAREE A L'ONERA**

Ecole doctorale n°37 Sciences Pour l'Ingénieur et Microtechniques

Doctorat de Microtechniques

Par

M. Paul CHAPPELLIER

MEMS piézoélectriques pour applications temps-fréquence

Thèse présentée et soutenue à Besançon le 09/12/2019

**Composition du Jury :**

Madame Gaëlle LISSORGUES  
Monsieur Didier THERON  
Monsieur Matthieu CHATRAS  
Monsieur Alain BOSSEBOEUF  
Monsieur Jean-Marc LESAGE  
Monsieur Olivier LE TRAON  
Monsieur Bernard DULMET  
Monsieur Pierre LAVENUS  
Monsieur François-Xavier ESNAULT  
Monsieur Nicolas VOROBYEV

Professeure à l'ESIEE  
Directeur de recherche à l'université de Lille  
Professeur des universités à l'université de Limoges  
Directeur de recherche à l'université Paris-Sud  
Ingénieur de recherche DGA  
Directeur adjoint du département DPHY ONERA  
Professeur émérite à l'ENSMM  
Ingénieur de recherche ONERA  
Ingénieur de recherche CNES  
Ingénieur de recherche société SYRLINKS

Présidente du jury  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examineur  
Examineur  
Examineur  
Directeur de thèse  
Codirecteur de thèse  
Invité  
Invité



## Remerciements

Je remercie Messieurs Jean-François Roussel et Olivier Le Traon, respectivement directeur et directeur adjoint du Département Physique Instrumentation Environnement Espace (DPHY) à l'ONERA pour m'avoir accueilli dans leur département. Je remercie également Monsieur François-Xavier Esnault du département Temps-Fréquence au CNES pour le cofinancement de la bourse de thèse ainsi que pour l'intérêt qu'il a porté à mes travaux.

Je tiens à remercier Monsieur Bernard Dulmet du département Temps-Fréquence de l'institut Femto-ST pour avoir dirigé cette thèse. Je le remercie pour son aide, sa patience et sa bienveillance.

Je tiens à remercier à Messieurs Didier Théron, directeur de recherche à l'université de Lille, et Matthieu Chatras, professeur de l'université de Limoges d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ma thèse. Je remercie également Madame Gaëlle Lissorgues, professeure à l'ESIEE, Monsieur Alain Bosseboeuf, directeur de recherche à l'université Paris-Sud et Monsieur Jean-Marc Lesage, ingénieur DGA pour avoir accepté d'examiner mes travaux.

Je suis reconnaissant à Monsieur Raphaël Levy, chef de l'unité Capteurs et Micro/Nano Technologies de l'ONERA pour son accueil au sein de l'équipe. Je remercie également Madame Béatrice Bourgeteau Verlhac, anciennement ingénieure de recherche au sein de l'unité CMT qui m'a guidé pendant ma première année de thèse, et Monsieur Pierre Lavenus qui encadré au quotidien les travaux. Leurs conseils précieux et leurs forces de proposition ont été essentiels au bon déroulement de la thèse.

Je remercie tous les membres de l'ONERA. Je remercie tout particulièrement Madame Claude Chartier, Monsieur Claude Gageant et Monsieur Marc Pernice qui ont su m'aider et apporter bon nombre de réponses à mes questions regardant les procédés de micro-fabrication. Je pense également à Messieurs Vincent Gaudineau, Patrick Kayser et Jean Guérard. Je remercie Messieurs Denis Boivin et Nicolas Horezan pour l'aide qu'ils m'ont apportée pendant les séances de microscopie électronique.

Je remercie Mesdames Marie-Line Pacou, Martine Ducornet, H el ene Meller et Sylvie Nicolle

Je remercie chaleureusement mes coll egues, docteurs ou doctorants de l'ONERA, Amina Saadani, Thomas Perrier, L eopold Delahaye, Lucas Bonnin, Adrien Piot et Thomas Saint-Paul.

# Table des matières

Remerciements.....	iii
Table des matières.....	v
Introduction.....	1
Chapitre 1 : Les références de temps et de fréquence .....	4
1.1    Bref historique de la mesure du temps .....	4
1.2    Applications des références de temps et de fréquence.....	6
1.3    Le domaine du temps-fréquence .....	6
1.3.1    Modèle de l'oscillateur .....	6
1.3.2    Caractérisations des sources de fréquences .....	8
1.4    Les oscillateurs à base de quartz .....	16
1.4.1    Le quartz .....	16
1.4.2    Relations constitutives de la piézoélectricité.....	17
1.4.3    Modèle équivalent du résonateur.....	20
1.4.4    Résonateurs en quartz .....	25
1.4.5    Facteurs de mérite des résonateurs .....	28
1.4.6    Oscillateur utilisant un résonateur mécanique.....	30
1.4.7    Familles d'oscillateurs à quartz .....	33
1.5    Vers une miniaturisation des dispositifs et une intégration plus aisée.....	37
1.5.1    Les résonateurs en silicium.....	38
1.5.2    Les résonateurs piézoélectriques MEMS.....	40
1.5.3    Les résonateurs en quartz miniatures.....	41
1.5.4    Comparaison des technologies et des approches .....	42
1.6    Conclusion du chapitre I .....	43
Chapitre 2 : Choix du micro-résonateur.....	45
2.1    Genèse et fonctionnement du résonateur .....	45
2.1.1    Principe de fonctionnement .....	46

2.1.2	Caractérisations et performances .....	46
2.2	Facteur de qualité .....	48
2.3	Résonateur ARQOMM 2D mode fondamental.....	53
2.3.1	Résonateur de type I.....	56
2.3.2	Résonateur de type II .....	61
2.4	Facteur de qualité du mode fondamental du résonateur ARQOMM 2D .....	66
2.4.1	Facteur de qualité à l'encastrement.....	66
2.4.2	Facteur de qualité limitant .....	67
2.5	Résonateurs ARQOMM 2D : modes partiels ou harmoniques .....	69
2.6	Conception des électrodes.....	70
2.6.1	Mode fondamental .....	72
2.6.2	Mode partiel .....	73
2.7	Conclusion du chapitre 2.....	76
<b>Chapitre 3 : Mise en œuvre technologique.....</b>		<b>77</b>
3.1	Limitation de la gravure chimique par voie humide .....	78
3.1.1	Simulations de gravure humide de résonateurs ARQOMM vibrant à 3 MHz avec le logiciel Fabmeister.....	79
3.2	Une alternative, la gravure réactive ionique profonde .....	83
3.2.1	Historique et applications .....	83
3.2.2	Technologies de gravure sèche .....	84
3.2.3	Mécanismes de gravure du quartz par des gaz fluorocarbonés.....	94
3.2.4	Caractéristiques, critères et paramètres de gravure.....	96
3.2.5	Etat de l'art de la gravure DRIE du quartz, de la silice et du verre .....	100
3.3	Détail des étapes et verrous technologiques.....	102
3.3.1	Masque de gravure DRIE.....	102
3.3.2	Verrous rencontrés en vue d'amélioration du procédé de décollement de résine.....	109
3.4	Influence de la coupe cristalline du quartz.....	124
3.5	ARDE de la DRIE du quartz .....	125
3.6	Masques de photolithographie .....	134
3.7	Procédés de fabrication complets.....	136
3.7.1	Double gravure DRIE .....	136
3.7.2	Gravure DRIE et gravure chimique par voie humide .....	138

3.8	Conclusion du chapitre 3.....	139
<b>Chapitre 4 : Caractérisations des dispositifs et analyses.....</b>		<b>140</b>
4.1	Moyens de caractérisations des résonateurs.....	141
4.1.1	Mesure à l'impédance-mètre.....	141
4.1.2	Mesure par la méthode dite de l'amplificateur de charge.....	143
4.2	Réalisations de résonateurs ARQOMM 2D.....	144
4.2.1	Procédé de fabrication avec double gravure DRIE.....	144
4.2.2	Procédé de fabrication avec usinage par voie chimique des cavités.....	155
4.2.3	Variation de l'épaisseur des électrodes.....	159
4.3	Premier oscillateur incluant un résonateur ARQOMM 2D.....	165
4.3.1	Le résonateur.....	165
4.3.2	Electronique d'entretien.....	167
4.3.3	Mesure de la sensibilité thermique.....	169
4.3.4	Mesure de la variance d'Allan.....	173
4.3.5	Mesure de la stabilité long terme.....	175
4.4	Perspectives de l'ARQOMM intégré en OCMO.....	177
4.5	Conclusion du chapitre 4.....	181
Conclusion générale.....		182
Bibliographie.....		186
Liste des figures.....		201
Liste des tableaux.....		212



## Introduction

Les oscillateurs électromécaniques sont des éléments indispensables de l'électronique. Capables de générer un signal présentant une fréquence stable, c'est-à-dire peu variable en fonction du temps ou de l'environnement<sup>1</sup>, les oscillateurs sont utilisés comme des références de fréquence et de temps et constituent les gardiens de temps des systèmes électroniques. La gamme de stabilité atteinte par les oscillateurs dépend naturellement des applications visées et est extrêmement large. Elle s'étend de l'oscillateur comprenant un diapason en quartz dans les montres à quartz, coûtant quelques dizaines de centimes d'euros et produit en très grande quantité (autour de 1 milliard de pièces par an), à l'équipement de métrologie ultra stable coûtant plusieurs dizaines de milliers d'euros et comprenant une pastille en quartz pouvant elle-même coûter plus de 1000 euros [1]. Les oscillateurs à base de résonateurs en quartz furent et sont toujours les plus couramment utilisés. Cependant, l'émergence et le développement des communications sans fils [2] et des réseaux 4G et 5G, des objets connectés et satellites posent de nouveaux défis sur les capacités actuelles des industriels à produire à de forts volumes des oscillateurs performants à bas coûts. En effet, les résonateurs à quartz sont difficilement miniaturisables du fait des procédés de fabrication habituellement utilisés : la gravure chimique par voie humide et le polissage mécano-chimique limitent la résolution atteignable. D'autres pistes ont été développées, par exemple le développement des filières des microsystèmes électromécaniques (MEMS) en silicium ou en silicium recouvert d'une couche de matériau piézoélectrique. L'idée est d'exploiter des procédés de fabrication particulièrement matures, héritages du développement de la microélectronique, du silicium. Ces filières ont permis la fabrication et la caractérisation de résonateurs dont les performances sont encore éloignées de celles des résonateurs à quartz macroscopiques en raison d'un facteur de qualité limité, d'une résistance élevée ou d'une sensibilité à la température importante.

Nous choisissons une autre approche. En effet, le quartz est le matériau de choix pour la réalisation d'oscillateurs stables. Ses principaux avantages sont la faiblesse des pertes visco-élastiques, l'existence de coupes compensées en températures ou en contraintes et le comportement

---

<sup>1</sup> A l'opposé d'un capteur dont la conception est optimisée de sorte que la mesurande, ici la fréquence, soit fortement sensible à la grandeur à quantifier (température, pression, masse, accélération, rotations...)

piézoélectrique permettant la conversion linéaire et réversible d'énergie mécanique en énergie électrique. L'objectif de ce travail de thèse est double : d'une part, la mise en place de procédés de fabrication avancés et collectifs adaptés à des micro-résonateurs en quartz, d'autre part, la réalisation et la caractérisation de résonateurs en quartz de nouvelle génération combinant performances, fort volume de production et bas coût.

Dans un premier chapitre nous présentons les notions essentielles relatives aux oscillateurs et au domaine du temps fréquence. Il s'agira en particulier de faire le lien entre les performances du résonateur qui constitue le cœur du dispositif et celles de l'oscillateur. Nous montrerons que la technologie historique des oscillateurs à quartz n'est plus adaptée aux applications des technologies émergentes du fait de leur volume, consommation et prix importants et qu'une première réponse des gens du domaine fut le développement des micro-résonateurs en silicium dont les performances sont finalement limitées par le matériau. Un deuxième chapitre est consacré à la présentation du résonateur développé par l'ONERA : c'est un résonateur miniature planaire à très haut facteur de qualité vibrant en extension-compression de longueur. Nous étudierons le mécanisme de découplage, la dépendance fréquentielle du résonateur et nous estimerons son facteur de qualité limitant dû aux pertes viscoélastiques. Le troisième chapitre porte sur le développement des moyens de fabrication en vue de la réalisation des résonateurs en quartz de nouvelle génération. Un moyen de gravure alternatif à l'usinage chimique par voie humide, incompatible avec la réalisation des cellules du fait de son anisotropie est présenté, c'est la gravure réactive profonde du quartz. L'utilisation de moyen de gravure a requis la mise en point d'un masque de gravure épais en nickel et une étude de la recette a été nécessaire pour l'obtention d'un fond de gravure lisse et des flancs quasi verticaux Enfin, les résultats de fabrication et de caractérisations seront présentés dans le quatrième et dernier chapitre. Les résonateurs ont présenté des facteurs de qualité maximaux supérieurs à 300 000 sur le mode fondamental, à l'état de l'art pour des résonateurs en quartz fabriqués en gravure sèche et pour des résonateurs en quartz vibrant en extension-compression de longueur. Une étude du facteur de qualité limitant a été réalisée en modifiant le procédé de gravure et l'épaisseur des électrodes, la tendance est en accord avec la théorie, à savoir que les pertes viscoélastiques limitent les performances du résonateur. Toutefois, la dépendance fréquentielle importante de ces pertes demande confirmation par une étude complémentaire. Nous présenterons également les premières mesures de variance d'Allan, de stabilité long terme et de sensibilité thermique, obtenues sur le premier prototype d'oscillateur incluant un résonateur ONERA comme cœur vibrant. Les résultats sont encourageants : un plateau de variance d'Allan de  $10^{-10}$  a été obtenu sur une cellule de performances moindres ainsi qu'un vieillissement quotidien de 3 parties par milliard, confirmant la pertinence du résonateur ONERA en

vue de la réalisation d'oscillateurs alliant hautes performances, faibles coûts, encombrement et consommation réduits.

## Chapitre 1 : Les références de temps et de fréquence

La seconde est l'unité du système international la plus précisément définie. Depuis 1967, la Convention Générale des Poids et Mesures (CGPM) a défini la seconde comme la durée de 9 192 631 770 périodes de la radiation correspondant à la transition entre les deux niveaux hyperfins  $F=4$  et  $F=3$  de l'état fondamental  $^6S_{1/2}$  de l'atome de césium 133 [3]. En 1997, le Comité International des Poids et Mesures (CIPM) précise que cette définition vaut pour un atome de césium au repos à 0 K [4]. Les meilleurs étalons primaires sont en mesure de donner la seconde avec une incertitude relative de  $10^{-16}$  équivalente à une erreur de 1 seconde toutes les 300 millions d'années [5][6]. Les horloges optiques, basées sur des transitions optiques à plus hautes fréquences, ont déjà démontré des instabilités de l'ordre de  $10^{-18}$  [7] et seront probablement à l'origine d'une nouvelle définition de la seconde. En mai 2019 [8], une réforme du système international a successivement redéfini le mètre et le kilogramme à partir de la seconde via deux constantes fondamentales: la vitesse de la lumière et la constante de Planck.

### 1.1 Bref historique de la mesure du temps

L'histoire de la mesure du temps occupe une place d'importance dans le développement des civilisations humaines. Les phénomènes périodiques rythment notre vie: l'alternance du jour et de la nuit, le cycle lunaire ou les saisons et c'est pourquoi l'Homme a cherché à se repérer dans le temps et n'a eu de cesse d'affiner sa mesure du temps. Dès l'antiquité, il a conçu des moyens de mesure de durée et de temps comme le cadran solaire (gnomon) permettant, uniquement le jour, une estimation de l'heure solaire en suivant l'ombre d'une tige appelée style ou comme la clepsydre, horloge à eau constituée d'un récipient percé à sa base d'un orifice permettant l'écoulement régulier de l'eau, système qui rend possibles des mesures de temps reproductibles (aux conditions environnementales près) et était utilisée pour limiter le temps de parole des orateurs ou les temps d'irrigation [9]. Le sablier dont l'invention est estimée au XIV<sup>ème</sup> siècle permet des mesures de durées moins sensibles au climat. En outre, il est de plus faible volume, transportable et peu coûteux. Il était utilisé dans la marine pour mesurer les temps de navigation [10]. Les horloges mécaniques sont mises, quant à elles, au point vers le XIII<sup>ème</sup> siècle et reposent sur la chute d'un poids pour actionner les rouages. Le

mathématicien hollandais Christiaan Huygens a mis au point en 1658 la première horloge à pendule reposant sur l'isochronisme des oscillations du pendule. Cependant, de tels dispositifs étaient encombrants et nécessitaient une remise à l'heure. Le développement important des voyages maritimes et le besoin de déterminer la longitude pour maîtriser et développer de nouvelles routes maritimes commerciales sont un enjeu crucial pour les puissances de l'époque : en 1714, le gouvernement anglais offre une récompense de 20 000 livres à toute personne présentant une méthode simple et fiable permettant la détermination de la longitude d'un bateau en mer (initiative connue sous le nom de *Longitude Act*). En 1761, le charpentier-horloger anglais John Harrison présente son prototype 'sea watch' dont l'erreur est estimée à 24 secondes après 9 jours. Malgré une confirmation par un autre essai en 1765, Harrison ne reçoit l'intégralité de son dû qu'en 1773. En 1880, Pierre et Jacques Curie découvrent l'effet piézoélectrique direct du quartz [11] : c'est-à-dire l'apparition d'une polarisation électrique au sein du cristal lorsque celui est soumis à une contrainte mécanique. L'effet réciproque ou inverse, prédit par Gabriel Lippmann [9] à partir de considérations thermodynamiques, est confirmé expérimentalement par les frères Curie en 1881. La discontinuité du déplacement électrique, associé à cette polarisation, à la frontière entre le cristal et une électrode conductrice se traduit par l'apparition de charges électriques dans cette dernière. Les charges sont détectées et permettent d'asservir le fonctionnement d'un oscillateur électrique sur la fréquence de résonance du quartz : cette fréquence de résonance mécanique dépend à la fois des paramètres matériau et de la géométrie du résonateur. Le premier oscillateur piézoélectrique date de 1918 : il a été mis au point par Walter Guyton Cady en 1921 [12]. La première horloge à quartz date de 1927 [13]. La seconde guerre mondiale a fortement contribué au développement massif des oscillateurs à quartz. Les premières montres à quartz datent de 1967 [14] et en 1969 la société japonaise SEIKO commercialise une montre dérivant de 5 secondes par mois [15]. La rupture technologique des oscillateurs à quartz a permis un gain important dans la précision de la mesure du temps par rapport aux horloges mécaniques. Toutefois, leur sensibilité à l'environnement et le vieillissement du cristal rendent la fréquence délivrée instable à long terme. Les horloges atomiques reposent sur des fréquences caractéristiques de transition entre des états stables d'un atome. La fréquence ne dépend que de constantes fondamentales et l'atome ne vieillit pas. En 1949, le National Institute for Standards and Technology (NIST) a mis en place une horloge atomique utilisant l'ammoniac [16]. En 1955 Essen et Parry du National Physical Laboratory (NPL) ont développé la première horloge à jet de césium [17]. En 1967, la seconde n'est plus définie comme une fraction du jour solaire mais à partir de la fréquence de transition entre les deux états hyperfins du césium 133.

## 1.2 Applications des références de temps et de fréquence

Les systèmes capables de délivrer une fréquence stable ou de mesurer une durée avec précision sont utilisés dans de nombreux domaines et pour une large gamme d'applications [18]. Nous pensons naturellement aux dispositifs du quotidien comme la montre à quartz, le téléphone portable, l'ordinateur, l'automobile ou le système de navigation global (GPS). Ces systèmes sont également utilisés dans des applications de métrologie, de télécommunications, de positionnement par satellite ou de radars. Ils sont employés comme références de temps ou de fréquence et jouent alors le rôle de gardien du temps, participant à la synchronisation des signaux ou à la synthèse de fréquences.

## 1.3 Le domaine du temps-fréquence

Le temps étant la grandeur physique que l'on mesure avec la meilleure précision, la seconde est devenue en 2019 la première unité définie dans la hiérarchie des définitions instituée par le système international. En pratique, la mesure d'une durée découle d'une mesure de fréquence : la précision de la mesure d'une durée dépend de la stabilité de la fréquence mesurée. Toutefois, même dans les systèmes les plus stables, oscillateurs de référence ou horloges, la fréquence du signal n'est pas parfaitement stable. La stabilité d'un signal de référence de fréquence est de prime importance. Cette précision est quantifiée par le niveau de bruit présent dans le signal de référence, que nous dénommerons porteuse par la suite, délivré par l'oscillateur. Le bruit module le signal et induit un étalement de la puissance dans le domaine des fréquences autour de la fréquence de la porteuse. Nous comprenons l'effet dramatique d'un tel étalement dans le cas d'une transmission de données par système radio : l'étalement fréquentiel du signal émis fait que ce dernier peut « déborder » sur les autres canaux de transmission et peut également recevoir du bruit provenant des autres canaux dégradant le signal transmis. Dans cette section, nous décrivons les grandeurs retenues pour caractériser la qualité de la référence de fréquence et nous présentons les moyens de caractérisation dans les domaines temporel et fréquentiel.

### 1.3.1 Modèle de l'oscillateur

Un oscillateur est un dispositif auto-entretenu capable de délivrer un signal périodique de période  $T_0$ . Dans le cas idéal, un oscillateur parfait c'est-à-dire sans bruit et ne dérivant pas, délivre un signal sinusoïdal temporel  $V(t)$  d'amplitude  $V_0$  et de fréquence  $\nu_0 = 1/T_0$  en  $Hz$  si  $T_0$  en  $s$  et est décrit par l'équation (1):

$$V(t) = V_0 \cos(2\pi\nu_0 t) \quad (1)$$

En pratique, la fréquence et l'amplitude de l'oscillateur ne sont pas constantes et fluctuent aléatoirement au cours du temps, l'expression du signal délivré par l'oscillateur réel est modifiée et décrite par l'équation (2) :

$$V(t) = V_0(1 + \varepsilon(t))\cos(2\pi\nu_0 t + \phi(t)) \quad (2)$$

où  $\varepsilon(t)$  et  $\phi(t)$  sont respectivement le bruit d'amplitude et la phase du signal. Le terme  $\varepsilon(t)$  est souvent négligé car i) il n'impacte pas directement la modulation de phase dans le cas des composants linéaires, ii) il est éliminé par des limiteurs d'amplitude dans les dispositifs de références. Le terme de phase  $\phi(t)$  regroupe toutes les variations de phase et de fréquence du signal et comprend généralement [19] :

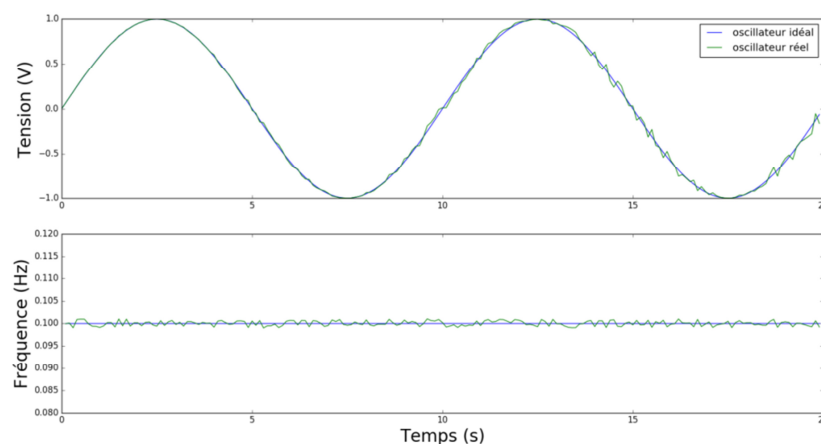
- une composante déterministe (dérive due au vieillissement du résonateur)
- une modulation par une fréquence (couplage avec le secteur ou l'alimentation)
- $\varphi(t)$  une partie aléatoire [20].

Par la suite, nous ne conserverons que la partie aléatoire du terme de phase car les deux autres termes peuvent être pris en compte ou corrigés [21].

L'expression du signal délivré est alors donnée par l'équation (3) :

$$V(t) = V_0 \cos(2\pi\nu_0 t + \varphi(t)) \quad (3)$$

Sur la Figure 1 est illustré, en bleu, le signal sinusoïdal parfait d'un oscillateur idéal et la fréquence délivrée par un oscillateur idéal et, en vert, une représentation d'un signal délivré par un oscillateur réel dont les fluctuations de phase et de fréquence ont été exagérées.



**Figure 1** Simulations du signal de sortie d'un oscillateur idéal en bleu et d'un oscillateur réel en vert ; haut : tension du signal délivré en fonction du temps, bas : fréquence du signal délivré en fonction du temps

Nous ne nous intéressons qu'aux signaux pour lesquels la fréquence moyenne est définie (pas de saut de fréquence ou de signaux pulsés). La fréquence est en réalité mesurée par comptage d'un nombre de  $N$  (entier supérieur ou égal à 1) cycles pendant un temps de mesure  $T_{\text{mesure}}$ . Dans ce cas, la pulsation instantanée  $\omega(t)$  à tout instant est définie comme la dérivée temporelle de la phase et, la fréquence étant reliée à la pulsation, toute modification de la fréquence se traduit par une variation de la phase décrite par l'équation (4).

$$v(t) = \frac{\omega(t)}{2\pi} = \frac{1}{2\pi} \frac{d}{dt} (2\pi v_0 t + \varphi(t)) = v_0 + \frac{1}{2\pi} \frac{d}{dt} (\varphi(t)) \quad (4)$$

Nous définissons l'écart de temps instantané  $x(t)$  exprimé en  $s$ , l'écart de fréquence instantané  $\Delta v(t)$  en  $\mathbf{Hz}$  et l'écart de fréquence normé instantané  $y(t)$  sans dimension par les expressions suivantes.

$$x(t) = \frac{\varphi(t)}{2\pi v_0} \quad (5)$$

$$\Delta v(t) = v(t) - v_0 \quad (6)$$

$$y(t) = \frac{\Delta v(t)}{v_0} = \frac{d}{dt} x(t) \quad (7)$$

L'écart de fréquence normé instantané (ou écart de fréquence stationnaire)  $y(t)$  reste inchangé par multiplication et division de la fréquence de la porteuse  $v_0$  et permet de comparer des oscillateurs travaillant à des fréquences différentes.

### 1.3.2 Caractérisations des sources de fréquences

Les références de temps et de fréquences sont caractérisées dans le domaine spectral (domaine des fréquences) par les densités de bruits phase et de fréquence et dans le domaine temporel par l'usage de la variance de la fréquence.

#### 1.3.2.1 Domaine fréquentiel

Dans le domaine fréquentiel, les fluctuations de phase ou de fréquence sont caractérisées à partir de leurs densités spectrales. La densité spectrale de variation de phase  $S_\varphi(f)$  est définie par l'équation (8) [22] pour  $f \geq 0$  :

$$S_\varphi(f) = \frac{\varphi(f)^2}{BW} \text{ en } \text{rad}^2/\text{Hz} \quad (8)$$

Avec  $f$  la fréquence de Fourier en  $\mathbf{Hz}$ ,  $\varphi(f)$  la valeur efficace de la fluctuation de phase dans le domaine spectral et  $BW$  la bande passante du système de mesure. Nous tâcherons de ne pas confondre la Fréquence de Fourier  $f$  avec la fréquence de la porteuse  $v_0$ . De manière similaire est définie la



densité spectrale de l'écart de fréquence instantanée normalisée  $S_y(f)$  pour  $f \geq 0$  et est donnée par l'expression (9) :

$$S_y(f) = \frac{y(f)^2}{BW} \text{ en } 1/\text{Hz} \quad (9)$$

Les densités spectrales sont également définies comme la transformée de Fourier de la fonction d'autocorrélation (théorème de Wiener-Khintchine). Soit  $R_\varphi$  la fonction d'autocorrélation associée à  $\varphi(t)$  :  $R_\varphi$  est donnée par l'expression (10) avec  $\varphi(t)^*$  le conjugué de  $\varphi(t)$ .

$$R_\varphi(\tau) = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{T} \int_{-\frac{T}{2}}^{\frac{T}{2}} \varphi(t) \varphi^*(t - \tau) dt \quad (10)$$

$S_\varphi^{BL}(f)$  est la densité spectrale de puissance associée sur l'ensemble des fréquences, elle est déduite de  $R_\varphi$  par la relation (11)

$$S_\varphi^{BL}(f) = \int_{-\infty}^{\infty} R_\varphi(\tau) e^{-2j\pi f\tau} d\tau \text{ en } \text{rad}^2/\text{Hz} \quad (11)$$

Les grandeurs considérées  $\varphi(t), \mathbf{y}(t), \mathbf{x}(t), \Delta\mathbf{v}(t)$  sont continues et réelles : les fonctions d'autocorrélation et les densités spectrales correspondantes sont réelles et paires. Pour simplifier la représentation de la densité spectrale de puissance sans perte d'information, la densité spectrale de fluctuations de phase  $S_\varphi(f)$  est définie par la relation (12).

$$\begin{aligned} S_\varphi(f) &= 2S_\varphi^{BL}(f), \text{ pour } f \geq 0 \\ S_\varphi(f) &= 0, \text{ pour } f < 0 \end{aligned} \quad (12)$$

Cette définition s'applique également pour les autres grandeurs d'intérêt  $\mathbf{y}(t), \mathbf{x}(t), \Delta\mathbf{v}(t)$  et rejoint la définition des expressions (8) et (9). De la même façon, nous pouvons définir une densité spectrale d'instabilité de phase  $S_x(f)$ , une densité spectrale de fréquence instantanée  $S_{\Delta v}(f)$ , une densité spectrale de fréquence normalisée  $S_y(f)$ . Les relations de passage et les unités de telles quantités sont précisées dans les expressions suivantes :

$$S_x(f) = \frac{1}{(2\pi\nu_0)^2} S_\varphi(f) \text{ en } s^2/\text{Hz} \quad (13)$$

$$S_y(f) = \frac{f^2}{\nu_0^2} S_\varphi(f) \text{ en } \text{Hz}^2/\text{Hz} \quad (14)$$

$$S_{\Delta v}(f) = f^2 S_\varphi(f) \text{ en } \text{Hz}^2/\text{Hz} \quad (15)$$

En pratique, on mesure le bruit de phase d'un oscillateur dans un système logarithmique, basé sur la pureté spectrale  $\mathcal{L}(f)$  [22] et est définie par l'expression (16) :

$$\mathcal{L}(f) = 10 \log \left( \frac{S_\varphi(f)}{2} \right) = 10 \log (S_\varphi(f)) - 3_{dB} \quad (16)$$

La pureté spectrale  $\mathcal{L}(f)$  caractérise l'étalement fréquentiel de la puissance du signal résultant des modulations de phase par le bruit. Pour un bruit à une fréquence  $\nu_m$ , la puissance du signal est mesurée à travers un filtre de bande passante de 1 Hz autour de la fréquence de Fourier  $f = \nu_m + \nu_0$ .  $\mathcal{L}(f)$  est le rapport de la puissance  $P_{1Hz}$  comprise dans une bande de 1 Hz autour de  $f$  par la puissance du signal à  $\nu_0$ .  $\mathcal{L}(f)$  est exprimée en **dBc/Hz**.

Nous pouvons remarquer que cette définition implique bien la mesure d'un rapport de puissances pour aboutir au calcul final de la densité spectrale de bruit de phase.

La mesure directe du bruit de phase peut se faire par comparaison de la phase de l'oscillateur à tester avec un oscillateur de référence [23] à faible bruit et contrôlable en fréquence, VCO (Voltage Control Oscillator) de signal donné par l'expression :

$$V_{ref}(t) = V_{ref} \sin(2\pi\nu_0 t + \varphi_{ref}(t)) \quad (17)$$

Le schéma d'un banc de mesure est montré sur la Figure 2. Le signal à caractériser  $V_1$  et le signal de référence en quadrature  $V_2$  sont multipliés par un mélangeur de coefficient  $k$  : le signal mélangé est  $V_m(t)$  et s'écrit selon l'expression (18).

$$V_m(t) = \frac{kV_{ref}V_0}{2} (\sin(4\pi\nu_0 t + \varphi(t) + \varphi_{ref}(t)) + \sin(\varphi(t) - \varphi_{ref}(t))) \quad (18)$$

$V_m(t)$  est filtré par un filtre passe-bas pour éliminer la composante haute fréquence à  $2\nu_0$ . Le signal est ensuite envoyé dans un convertisseur phase-tension de coefficient  $K_g$  pour donner le signal  $V_a$ . Dans l'hypothèse des faibles déphasages,  $V_a$  est directement proportionnel à l'écart de phase. La transformée de Fourier du signal  $V_a$  échantillonné est réalisée puis la mesure de la densité spectrale de fluctuations de phase.

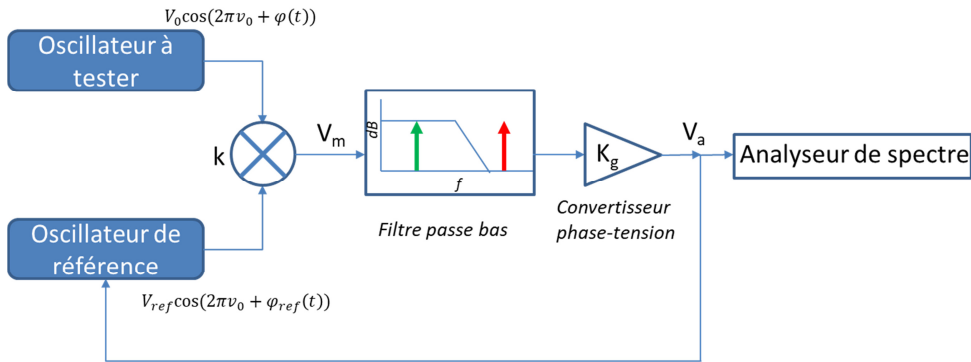


Figure 2 Schéma de principe d'un banc de mesure de bruit de phase.

Pour conserver l'hypothèse de faible écart de phase, il est nécessaire de pouvoir corriger la phase et la fréquence de l'oscillateur de référence, d'où l'utilisation d'un VCO. Il apparaît que les mesures de densité spectrale de puissance d'oscillateurs de différentes natures suivent une loi en puissances de  $f$  [24], par exemple le modèle de la densité spectrale de puissance de l'écart de fréquence instantané s'écrit selon l'expression (19):

$$S_y(f) = \sum_{\alpha=-2}^{\alpha=+2} h_{\alpha} f^{\alpha} \quad (19)$$

Représentées dans un graphique en échelle log-log,  $S_y(f)$  ou  $S_x(f)$  font apparaître des pentes et des plateaux comme illustré sur la Figure 3.

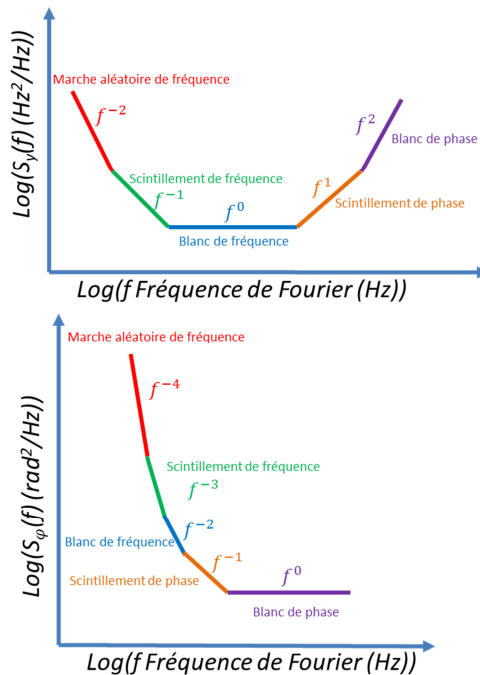


Figure 3 Représentation schématique de la loi en puissances des densités spectrales de phase et de fréquence

Les exposants  $\alpha$  sont des entiers, les coefficients  $h_\alpha$  sont indépendants de la fréquence.  $\mathbf{S}_y(\mathbf{f})$  s'écrit comme la somme de bruits indépendants dont le nom et l'origine sont précisées dans la Table 1[19].

**Table 1 Nom et origine des bruits considérés**

$\alpha$	Nom du bruit	Origine
-2	Bruit de marche aléatoire de fréquence	Environnement de l'oscillateur : température, vibrations, chocs...
-1	Bruit de scintillement de fréquence	Résonateur
0	Bruit blanc de fréquence	Bruit thermique interne à la boucle oscillatrice
1	Bruit de scintillement de phase	Bruit électronique
2	Bruit blanc de phase	Bruit blanc externe à la boucle oscillatrice

La convergence de  $\mathbf{S}_y(\mathbf{f})$  est assurée par la présence de bandes passantes limitées, avec des fréquences de coupure basse et haute dans les appareils réels.

### 1.3.2.2 Domaine temporel

La mesure de la fréquence est réalisée à l'aide d'un compteur : sur un temps  $\tau$  par le comptage d'un nombre entier de cycles du signal à caractériser (par exemple sur un front montant). La mesure de  $\tau$  est réalisée par l'horloge interne du compteur. Nous avons donc accès à une valeur moyenne de  $\mathbf{v}(\mathbf{t})$  dénotée  $\langle \mathbf{v}(\mathbf{t}) \rangle_{t_k}^\tau$  donnée par l'expression (20) où  $t_k$  correspond à l'instant initial de la mesure et  $n_k$  le nombre de cycles durant  $\tau$ .

$$\langle v(t) \rangle_{t_k}^\tau = v_0 + \frac{1}{\tau} \int_{t_k}^{t_k+\tau} \Delta v(u) du = \frac{n_k}{\tau} \quad (20)$$

Le même raisonnement est appliqué à l'écart de fréquence normalisée instantané  $\mathbf{y}(\mathbf{t})$  pour s'affranchir de la fréquence nominale  $\mathbf{v}_0$ . La valeur est donnée par la relation (21):

$$\overline{y}_k = \frac{1}{\tau} \int_{t_k}^{t_k+\tau} y(u) du = \frac{n_k}{\tau v_0} - 1 \quad (21)$$

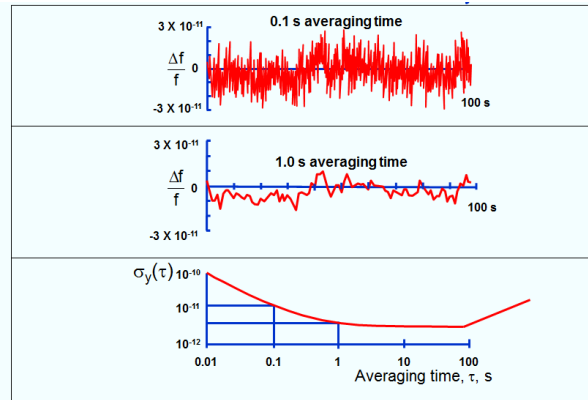
Pour un nombre infini d'échantillons  $\overline{y}_k$ , la stabilité relative de fréquence correspond à la variance à N échantillons  $\sigma^2(\tau)$  intégrée sur une durée  $\tau$ . Dans le cas réel, il n'est pas possible de mesurer une infinité d'oscillateurs identiques et indépendants. Supposons que le processus  $\overline{y}_i$  soit ergodique, à savoir que l'évolution aléatoire des fluctuations de phase apporte la même information qu'un ensemble de réalisations, nous pouvons alors estimer la variance par la quantité suivante à N échantillons selon la quantité (22):

$$\sigma^2(N, \tau) = \frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N \left( \overline{y}_i - \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N \overline{y}_j \right)^2 \quad (22)$$

En 1971 [24] le comité sur la stabilité de fréquence de l'IEEE a décidé de fixer comme estimateur la variance à deux échantillons dite variance d'Allan [25]. Par la suite, nous noterons  $\sigma_y^2$  cette variance d'Allan. Elle est définie pour un temps  $\tau$  par l'expression (23):

$$\sigma_y^2(\tau) = \langle \sigma^2(2, \tau) \rangle = \sum_{i=1}^2 \left( \bar{y}_i - \frac{1}{2} \sum_{j=1}^2 \bar{y}_j \right)^2 = \frac{1}{2(N-1)} \sum_{i=1}^N (\bar{y}_{i+1} - \bar{y}_i)^2 = \frac{1}{2} \langle (\bar{y}_2 - \bar{y}_1)^2 \rangle \quad (23)$$

Où  $\langle \rangle$  désigne la moyenne temporelle des échantillons,  $\bar{y}_1$  et  $\bar{y}_2$  sont donc des échantillons consécutifs. La variance d'Allan est tracée en fonction de la fréquence d'échantillonnage  $\frac{1}{\tau}$ . Pour un même oscillateur, plus le temps d'échantillonnage est long, moins le bruit est important, comme illustré sur la Figure 4.



**Figure 4 Haut : mesures représentatives de la fréquence normée temporelle pour deux valeurs de temps d'intégration, bas : variance d'Allan en fonction du temps d'intégration tiré de [18].**

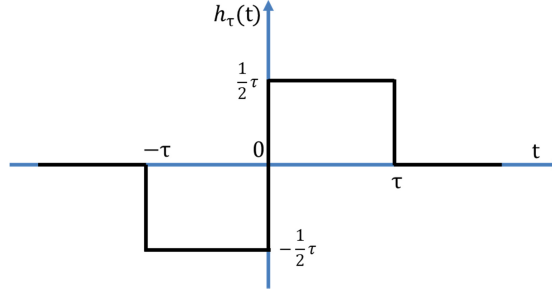
En augmentant le temps d'échantillonnage, il arrive un plancher appelé plancher de scintillement (flicker floor) pour lequel la variance d'Allan devient indépendante du temps d'intégration : la performance ultime de l'oscillateur est atteinte. Pour les temps d'intégration plus longs, la variance d'Allan augmente en raison de la sensibilité à l'environnement (variations de température) et du vieillissement (dérive de fréquence).

### 1.3.2.3 Passage et relations du domaine fréquentiel au domaine temporel

Dans la référence [24], il est démontré qu'il existe une relation de passage du domaine fréquentiel vers le domaine temporel via une fonction de transfert  $H_\tau(f)$ . La relation est donnée par la relation (24).

$$\sigma_y^2(\tau) = \int_0^\infty S_y(f) |H_y(f)|^2 df, \text{ avec } |H_\tau(f)|^2 = 2 \frac{\sin^4(\pi\tau f)}{(\pi\tau f)^2} \quad (24)$$

$H_\tau(f)$  correspond à la transformée de Fourier de la réponse impulsionnelle de la variance à deux échantillons  $h_\tau$ , définie sur l'ensemble des réels et représentée sur la Figure 5.



**Figure 5 Représentation de la fonction  $h_\tau$  représentant le cycle de mesure de la variance d'Allan en fonction du temps d'intégration  $\tau$ .**

La variance d'Allan peut alors s'écrire selon l'expression (25), où \* désigne la convolution.

$$\begin{aligned} \sigma_y^2(\tau) &= \frac{1}{2} \langle (\bar{y}_2 - \bar{y}_1)^2 \rangle = \langle (\frac{1}{\sqrt{2\tau}} \int_{t_k+\tau}^{t_k+2\tau} y(u) du - \frac{1}{\sqrt{2\tau}} \int_{t_k}^{t_k+\tau} y(u) du)^2 \rangle \\ &= \langle (y(u) * h(u))^2 \rangle \end{aligned} \quad (25)$$

En appliquant le théorème de Parseval à la fonction  $y(u) * h_\tau(u)$ , il vient la relation (26).

$$\sigma_y^2(\tau) = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{T} \int_{-\frac{T}{2}}^{\frac{T}{2}} [(y(u) * h(u))]^2 df = \int_{-\infty}^{\infty} S_y^{BL}(f) |H_\tau(f)|^2 df \quad (26)$$

Nous pouvons remplacer l'expression de la densité spectrale de puissance par son expression en somme de puissances (19), et pour exprimer la variance d'Allan de l'écart normé de fréquence selon l'expression (27) :

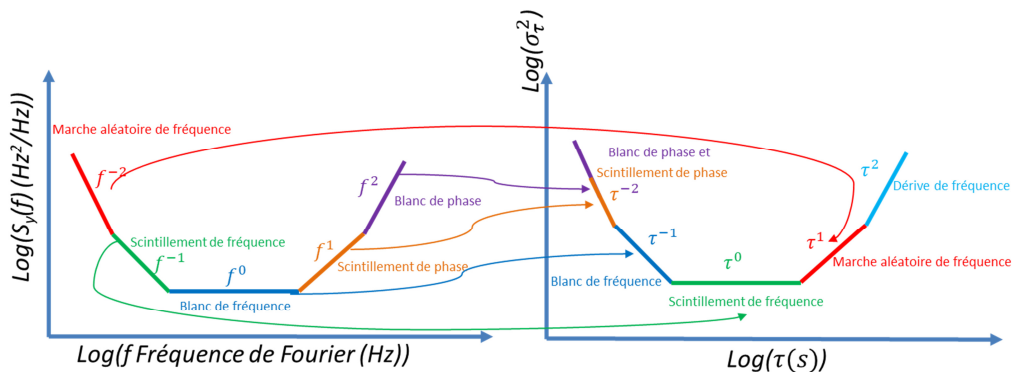
$$\sigma_y^2(\tau) = \int_0^\infty S_y(f) |H_y(f)|^2 df = 2 \sum_{\alpha=-2}^{\alpha=+2} h_\alpha \int_0^\infty \frac{\sin^4(\pi\tau f)}{(\pi\tau f)^2} f^\alpha df \quad (27)$$

Quand  $f$  tend vers 0, on se rapproche de la fréquence de résonance de l'oscillateur. L'intégrale converge pour  $\alpha > -3$ , donc pour toutes les valeurs de  $\alpha$  présentes dans la somme. La convergence à l'infini est assurée par la présence d'une fréquence de coupure haute notée  $f_h$ , présente dans tout système physique réel. Nous pouvons alors écrire la variance d'Allan comme une loi de puissances en  $\tau$  avec les coefficients  $h_\tau$  selon les expressions consignées dans la Table 2 [24].

**Table 2 Types de bruit du modèle en lois de puissance de la densité spectrale de puissance et de la variance d'Allan et leurs pentes.**

Nom du bruit	$S_y(f)$	$\sigma_y^2(\tau)$	Pente dans le tracé log-log de $\sigma_y^2(\tau)$
Bruit blanc de phase	$h_2 f^2$	$\frac{3h_2 f_h}{4\pi^2 \tau^2}$	-2
Bruit de scintillement de phase	$h_1 f^1$	$\frac{h_1}{4\pi^2 \tau^2} [1.038 + 3 \ln(2\pi f_h \tau)]$	$\approx -2$
Bruit blanc de fréquence	$h_0$	$\frac{h_0}{2\tau}$	-1
Bruit de scintillement de fréquence	$h_{-1} f^{-1}$	$2 \ln(2) h_{-1}$	0
Bruit de marche aléatoire de fréquence	$h_{-2} f^{-2}$	$\frac{2\pi^2 h_{-2} \tau}{3}$	+1

La Figure 6 illustre le passage du domaine fréquentiel  $S_y(f)$  vers le domaine temporel  $\sigma^2(\tau)$  en effectuant la correspondance entre les droites de bruits.



**Figure 6 Gauche : représentation en loi de puissance de la densité spectrale de bruit de fréquence normalisé, droite : représentation en loi de puissance de la variance d'Allan.**

Du fait de la nature de la fonction de transfert, il n'est pas possible de passer du domaine temporel au domaine des fréquences avec ce choix de variance, en particulier le bruit blanc et le bruit de scintillement de phase ne sont pas discriminés.

Après avoir présenté les concepts généraux régissant les caractérisations du bruit des oscillateurs, nous passons maintenant au cas plus spécifique des oscillateurs à quartz.

## 1.4 Les oscillateurs à base de quartz

La technologie des oscillateurs à base de résonateurs à quartz est la technologie « historique » du domaine et reste la plus répandue encore aujourd'hui. Nous allons rappeler les raisons expliquant ce choix puis nous nous concentrerons sur le résonateur : véritable cœur vibrant de l'oscillateur.

### 1.4.1 Le quartz

Le quartz est le matériau le plus utilisé pour la réalisation d'oscillateurs servant pour l'électronique, il présente en effet de nombreux avantages. Les plus significatifs sont les suivants :

- Le quartz est produit de manière synthétique à grande échelle grâce à un procédé de fabrication robuste, la croissance hydrothermale [26],
- Le quartz est un matériau cristallin piézoélectrique, une seule métallisation est suffisante pour l'excitation et la détection qui sont alors simplifiées,
- L'existence de coupes compensées en température ou en contraintes,
- Un facteur de qualité élevé (faibles pertes internes).

Le quartz, de formule chimique  $\text{SiO}_2$ , est la forme cristalline de la silice. Il existe deux polymorphes du quartz : i) le quartz  $\alpha$  dont la structure cristalline fait partie du système trigonal et du groupe ponctuel classe 32, ii) le quartz  $\beta$  de système hexagonal et de groupe ponctuel 6 2 2. Le quartz  $\alpha$  est la structure thermodynamiquement stable dans les conditions normales de pression et de température. Une transition de phase vers la phase  $\beta$  a lieu à  $573^\circ\text{C}$  à pression atmosphérique. La phase  $\beta$  existe sous forme métastable dans les conditions normales de pression et de température. En pratique seul le  $\alpha$ -quartz est utilisé pour la réalisation de résonateurs, la forme  $\beta$  s'avère peu piézoélectrique [27]. Sur la Figure 7 est représenté un cristal de quartz  $\alpha$  et ses axes principaux.



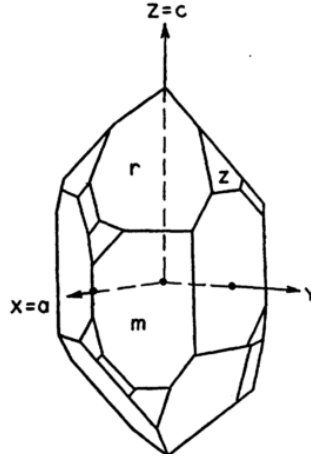


Figure 7 Morphologie du cristal de quartz  $\alpha$  tournée gauche, tiré de [28].

### 1.4.2 Relations constitutives de la piézoélectricité

La piézoélectricité se définit comme un phénomène physique couplant les comportements élastique et électrostatique de certains matériaux. Les lois de conservations de la quantité de mouvement (relation fondamentale de la mécanique) et de la charge électrique (équation de Poisson) s'appliquent simultanément, mais les grandeurs qu'elles font intervenir s'y trouvent couplées au sein d'un ensemble de lois de comportement qui relèvent de la thermodynamique. Comme toujours en thermodynamique, il est préférable de choisir les jeux de variables dépendantes et indépendantes utilisées dans l'écriture de ces lois de comportement en fonction des conditions expérimentales d'un problème donné. En réalité, les valeurs des grandeurs physiques décrivant l'état du système étudié ne dépendent pas du jeu de lois de comportement. Le jeu de lois de comportement le plus couramment utilisé dans les études analytiques et l'élaboration des outils de simulations numériques de résonateurs à ondes de volume est donné par la relation (28) avec la convention de sommation d'Einstein et la notation tensorielle de Voigt [29] permettant de réduire le nombre d'indices en étendant leur valeur à 6 au lieu de 3 :

$$\begin{aligned}
 T_\alpha &= c_{\alpha\beta}^E S_\beta - e_{i\alpha} E_i \\
 D_i &= \varepsilon_{ij}^S E_j + e_{i\alpha} S_\alpha \\
 i, j &= 1, 2, 3 \quad \alpha, \beta = 1, \dots, 6.
 \end{aligned} \tag{28}$$

où  $T_\alpha$  est le tenseur de contraintes en  $N/m^2$ ,  $c_{\alpha\beta}^E$  le tenseur des rigidités à champ électrique constant en  $Pa$ ,  $S_\beta$  le tenseur des déformations sans dimension,  $e_{i\alpha}$  le tenseur des coefficients piézoélectriques en  $C/m^2$ ,  $E_i$  le champ électrique en  $V/m$ ,  $D_i$  le déplacement électrique en  $C/m^2$ ,  $\varepsilon_{ij}^S$  la permittivité à déformation constante en  $F/m$ . Une écriture de ces relations largement utilisée [29] est une écriture pseudo-matricielle présentant les 36 composantes du tenseur des rigidités, les 18 composantes du

tenseur piézoélectrique (et sa transposée) et les 9 composantes du tenseur des permittivités. Cette représentation est donnée sur la Figure 8 dans le cas trigonal (incluant le quartz). Les composantes des tenseurs de rigidités, piézoélectriques et de permittivités du quartz- $\alpha$  sont consignées dans la Table 3.

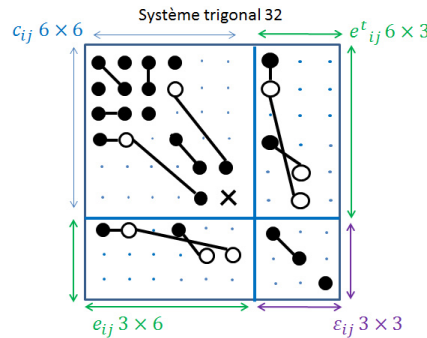


Figure 8 Composantes des tenseurs élastiques, piézoélectriques, diélectriques pour la classe trigonal.

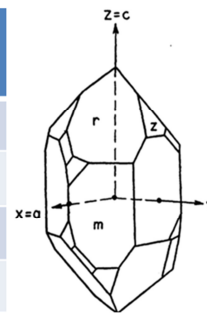
Table 3 Composantes élastiques, piézoélectriques et permittivités des tenseurs du quartz  $\alpha$ , tiré de [29].

Système trigonal (Quartz alpha)									
Coefficients élastiques ( $10^{10}$ Pa)						Coefficients piézoélectriques ( $10^{-12}$ C/m <sup>2</sup> )		Permittivités relatives	
$C_{11}$	$C_{12}$	$C_{13}$	$C_{33}$	$C_{44}$	$C_{14}$	$e_{11}$	$e_{14}$	$\epsilon_{11}$	$\epsilon_{33}$
8,67	0,70	1,19	10,72	5,79	-1,79	0,171	-0,0406	3,92	4,10

Les lois de comportement, dites relations constitutives de la piézoélectricité, permettent d'écrire les contraintes en fonction du champ électrique appliqué et d'optimiser la conception des électrodes dans les problèmes de résonateurs. Le choix d'autres jeux de variables dépendantes/indépendantes permettrait cependant d'obtenir au final les mêmes valeurs des grandeurs physiques au sein des structures étudiées, car la solution physique est unique. C'est pourquoi les constantes matérielles définies par les différents jeux de lois de comportement sont liées entre elles par des relations dites relations de Maxwell.

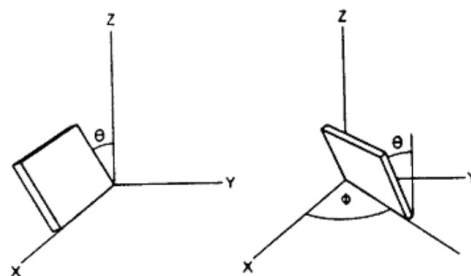
La Figure 9 illustre ce fait en présentant les possibles déformations longitudinales en fonction du champ appliqué et donc du dessin des électrodes.

Mode de déformation		Champ électrique selon:		
		X	Y	Z
Mode longitudinal selon:	X	✓		
	Y	✓		
	Z			



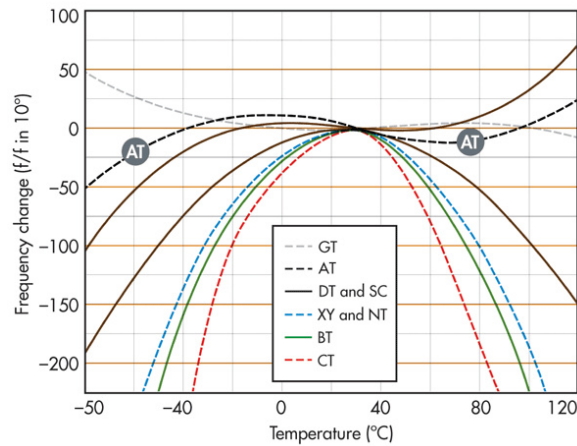
**Figure 9 Composantes de déformations longitudinales possiblement générées par un champ électrique adapté de [18].**

Il est possible de réduire la sensibilité des résonateurs en quartz à différents paramètres physiques, comme la température ou les contraintes, en taillant le quartz suivant des coupes particulières. La Figure 10 représente les angles de rotation par rapport aux axes cristallographique du quartz [28]. La coupe peut être à simple ou double rotation puisque 2 angles suffisent à orienter un plan dans l'espace. Pour les applications métrologiques, la plus connue des coupes à simple rotation,  $\theta = 35,25^\circ$  autour de l'axe Y, est la coupe AT assurant une sensibilité thermique réduite sur la gamme usuelle de température. La coupe dite horlogère des diapasons utilisée dans les montres est une coupe Z (wafer dans le XY) ayant subi une rotation de  $2^\circ$  autour de l'axe X,  $\theta = 2^\circ$ .



**Figure 10 Angles conventionnels de rotation du wafer de quartz autour de ses axes cristallins tiré de [28].**

Les variations relatives de la fréquence de résonance sont tracées en fonction de la température pour différentes coupes de quartz  $\alpha$  dont la coupe horlogère (XY), la coupe AT et SC.



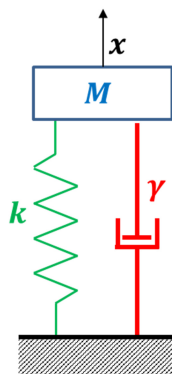
**Figure 11** Variation de fréquence normalisée en fonction de la température pour différentes coupes de quartz [30].

Une amélioration est apportée par la coupe à double rotation SC (Stress Compensated)  $\theta = 34^\circ$  et  $\phi = 22^\circ$  autour de l'axe Z permettant de minimiser l'effet des contraintes mécaniques statiques créées par la dilatation des électrodes et par la fixation du cristal sur son support sur la fréquence propre du résonateur et offre un meilleur vieillissement que la coupe AT.

Les résonateurs sont taillés dans des morceaux de quartz judicieusement orientés pour réduire un ou plusieurs effets de l'environnement.

### 1.4.3 Modèle équivalent du résonateur

Le résonateur est un composant essentiel de l'oscillateur électromécanique : il fixe en effet la fréquence du signal délivré à une valeur coïncidant pratiquement avec l'une de ses fréquences de résonance mécanique. Il est donc nécessaire que cette fréquence soit stable pour devenir la fréquence de référence de l'oscillateur. Un système périodique mécanique à une dimension peut être modélisé par un système masse-ressort-amortisseur, représenté sur la Figure 12, dont l'équation du mouvement est donnée par la relation (29).



**Figure 12** Représentation schématique d'un oscillateur mécanique vibrant à un seul degré de liberté.

$$m\ddot{x} + \gamma\dot{x} + kx = F \quad (29)$$

Où  $x$  est le déplacement en mètre (m),  $m$  la masse de l'élément en kilogramme (kg),  $F$  est la force d'excitation en  $kg.m.s^{-2}$ ,  $\gamma$  le coefficient d'amortissement en  $kg.s^{-1}$  et  $k$  la raideur du ressort en  $kg.s^{-2}$ . La résonance est caractérisée par deux paramètres : la pulsation de résonance  $\omega_0$  et le facteur de qualité  $Q$  traduisant l'amortissement dont les expressions en fonction des paramètres du problème sont rappelées dans la relation (30).

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{M}} \quad (30)$$

$$Q = \frac{M\omega_0}{c}$$

Un oscillateur électrique peut être modélisé par un circuit R-L-C représenté sur la Figure 13. La charge électrique  $q$  en  $C_1$  est solution de l'équation (31):

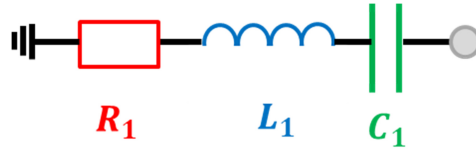


Figure 13 Circuit RLC modélisant un oscillateur électrique

$$L_1\ddot{q} + R_1\dot{q} + \frac{1}{C_1}q = V \quad (31)$$

Où  $V$  est la tension appliquée en Volts (V),  $R_1$  est la résistance en Ohms ( $\Omega$ ),  $L_1$  l'inductance de la bobine en Henry (H), et  $C_1$  la capacité en Farad (F). Les systèmes mécanique et électrique sont décrits par la même équation différentielle : ils sont équivalents, les mêmes paramètres  $\omega_0$  et  $Q$  sont définis par la relation.

$$\omega_0^2 = \frac{1}{L_1C_1} \quad (32)$$

$$Q = \frac{1}{R_1} \sqrt{\frac{L_1}{C_1}}$$

Un résonateur mécanique en matériau piézoélectrique est analogue à un circuit RLC modifié: dans la région linéaire, il est possible d'écrire une relation de proportionnalité entre la charge électrique  $q$  et le déplacement  $x$  via un coefficient de couplage.

Faisant suite aux travaux de Butterworth [31] et Cady [12], Van Dyke [32] a montré que le résonateur piézoélectrique, c'est-à-dire le résonateur mécanique et son moyen de transduction, est modélisable par un circuit dit de Butterworth-Van Dyke (BVD). Ce modèle présente deux branches comme sur la Figure 14 : une branche dite motionnelle équivalente au résonateur électrique de la Figure 13 et une branche dite statique modélisée par un condensateur  $C_0$ . Pour utiliser la transduction piézoélectrique, des électrodes conductrices (généralement en métal) sont déposées à la surface du matériau piézoélectrique. Les surfaces équipotentielles ainsi créées, jointes au comportement diélectrique intrinsèque aux matériaux piézoélectriques, justifient l'introduction dans le modèle d'un condensateur en parallèle avec la branche des éléments motionnels.

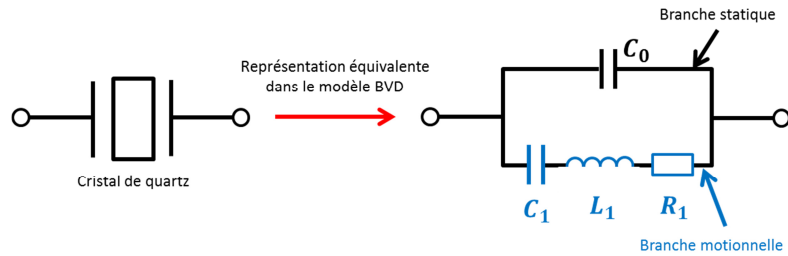


Figure 14 Schéma équivalent du résonateur piézoélectrique

La branche motionnelle permet de faire l'équivalence avec un système électrique, mais les valeurs typiques de capacité (de quelques  $aF$  à  $fF$ ) et d'inductance (quelques  $H$  à  $kH$  équivalentes) ne correspondent à aucun composant électronique discret : il n'existe pas de condensateur présentant une capacité aussi faible et une bobine de  $1 H$  aurait une taille importante.

Le modèle BVD n'est valable qu'au voisinage de la résonance. Les résonateurs ayant en réalité de nombreuses fréquences de résonance, chaque résonance est caractérisée par sa propre branche motionnelle, la capacité statique étant commune à tous les modes de vibration.

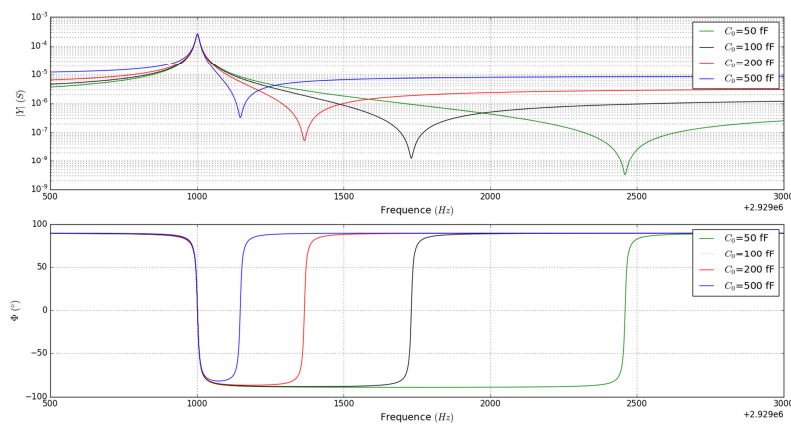
L'admittance  $Y(\omega)$  et l'impédance  $Z(\omega)$ , avec  $\omega$  la pulsation  $rad.s^{-1}$  du système équivalent sont données par les expressions suivantes :

$$Y(\omega) = \frac{1}{R_1 + jL_1\omega + \frac{1}{jC_1\omega}} + jC_0\omega = jC_0\omega \frac{1 + jQ_p \left( \frac{\omega}{\omega_p} - \frac{\omega_p}{\omega} \right)}{1 + jQ_s \left( \frac{\omega}{\omega_s} - \frac{\omega_s}{\omega} \right)} \quad (33)$$

$$Z(\omega) = \frac{1}{jC_0\omega} \frac{1 + jQ_s \left( \frac{\omega}{\omega_s} - \frac{\omega_s}{\omega} \right)}{1 + jQ_p \left( \frac{\omega}{\omega_p} - \frac{\omega_p}{\omega} \right)} \quad (34)$$

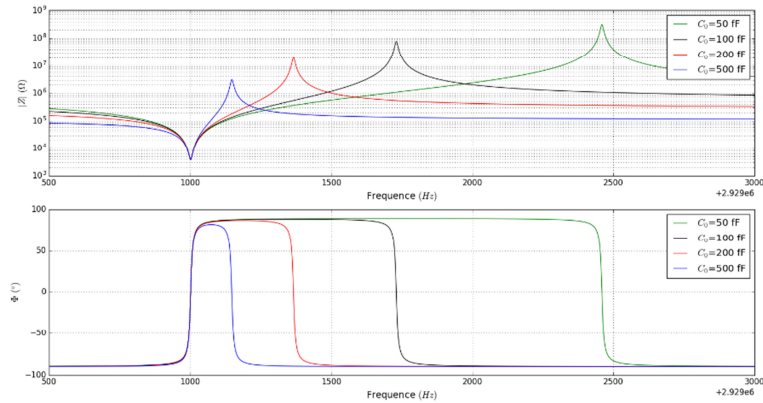
Avec  $\alpha = \frac{C_1}{C_0}$  le rapport des capacités motionnelle et statique,  $\omega_s = \frac{1}{\sqrt{L_1 C_1}}$  la pulsation de résonance de la branche motionnelle,  $\omega_p = \omega_s \sqrt{1 + \alpha}$  la pulsation d'antirésonance,  $Q_s = \frac{L_1 \omega_s}{R_1}$  le facteur de qualité de la branche motionnelle,  $Q_p = \frac{L_1 \omega_p}{R_1}$ , le facteur de qualité de l'antirésonance. Par la suite, on désignera par facteur de qualité le facteur de qualité de la branche motionnelle.

Le module et la phase de l'admittance sont représentés pour différentes valeurs de  $C_0$  sur la Figure 15. Les autres paramètres du circuit sont fixés à **R=3,8 kΩ**, **L=59,3 H**, **C=49,76 aF**.



**Figure 15 En haut : module de l'admittance du circuit BVD, en bas : phase de l'admittance du circuit BVD.**

Nous distinguons trois régions en parcourant les fréquences dans le sens croissant : la première est une région capacitive où la phase de l'admittance vaut  $90^\circ$ . Ensuite la phase s'annule : c'est la résonance et on entre dans la région de comportement inductif de phase  $-90^\circ$ . Enfin, après une nouvelle annulation de phase à l'antirésonance, nous retrouvons un comportement capacif de phase  $90^\circ$ . Au premier ordre, la valeur de  $C_0$  donne le positionnement de l'antirésonance : plus cette dernière est élevée, plus le rapport  $\frac{C_1}{C_0}$  est faible et plus la résonance et l'antirésonance sont proches. Des courbes aux comportements inverses sont obtenues pour l'impédance  $Z(\omega)$  et sont représentées sur la Figure 16.

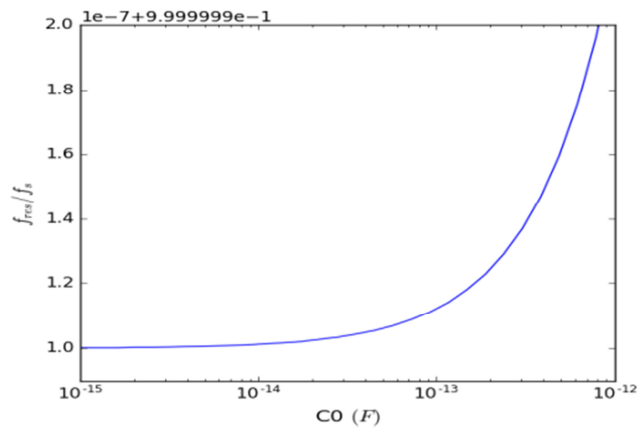


**Figure 16 En haut : module de l'impédance du circuit BVD, en bas : phase de l'impédance du circuit BVD.**

A la résonance de la branche motionnelle, l'admittance du circuit équivalent est donnée par l'expression :

$$Y(\omega_s) = \frac{1}{R_1} + jC_0\omega_s \quad (35)$$

Du fait de la présence de la capacité parallèle  $C_0$  , à la pulsation  $\omega_s$  l'admittance conserve une petite composante imaginaire (phase non strictement non nulle) et son module n'est pas tout à fait maximal : il reste la contribution du couplage capacitif des électrodes. Ainsi, la résonance de la branche motionnelle n'est pas tout à fait la même que du celle du système équivalent complet (branche motionnelle et branche statique). Sur la Figure 17 est représentée la variation théorique du rapport de la fréquence de résonance du système équivalent  $f_{res}$ , définie comme la fréquence pour laquelle  $\arg(Z(f_{res})) = 0$  quand elle existe, sur la fréquence de résonance de la branche motionnelle en fonction de la capacité statique  $C_0$  en gardant fixes les autres paramètres.



**Figure 17 Variation du rapport de la fréquence de résonance du circuit complet sur la fréquence de résonance de la branche série en fonction de la valeur de la capacité de la branche statique.**



En pratique, l'inégalité  $\frac{1}{R_1} \gg C_0 \omega_s$  doit être vérifiée pour un résonateur de qualité métrologique, et les fréquences  $f_{res}$  et  $f_s$  sont quasiment identiques et seront confondues dans la suite. Sous cette condition, nous privilégierons les représentations de  $|Z(f)|$  et  $\arg(Z(f))$ , car le minimum du module de l'impédance équivalente correspond environ à  $R_1$ ,  $|Z(f_{res})| \cong |Z(f_s)| \cong R_1$ .

#### 1.4.4 Résonateurs en quartz

Les résonateurs sont des dispositifs mécaniques dont la forme, les dimensions, les matériaux et les moyens d'excitation et détection sont choisis afin de privilégier un mode de vibration. Historiquement deux grandes familles de résonateurs à quartz ont été développées en vue d'objectifs différents :

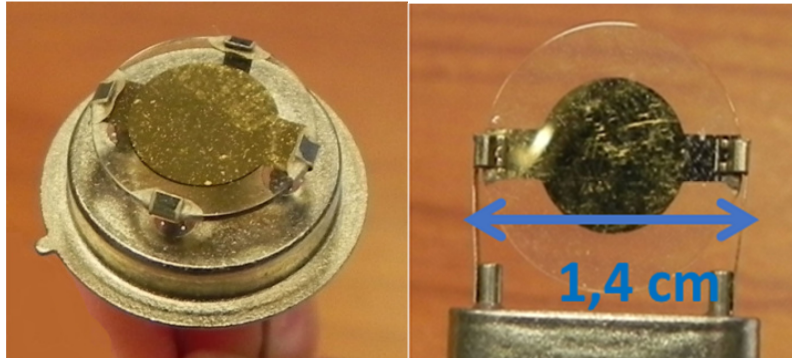
-les diapasons en quartz en mode de flexion vibrant à 32 768 Hz, ils sont utilisés par exemple dans les montres. Un exemple de diapason est montré sur la Figure 18. Ils ont été développés dans les années 1960-1970 et sont produits à grande échelle par l'usage de moyen de fabrication collective (photolithographie et bain de gravure chimique) et sont donc peu coûteux [33]. Cette étape peut être considérée comme le début MEMS (Micro Systèmes Electro-Mécaniques) bien que les dimensions typiques soient millimétriques. Le terme de Quartz MEMS a été déposé par la société Epson Toyocom [34] pour désigner ses dispositifs fabriqués à très large échelle et de manière collective (photolithographie, gravure par voie humide) pour diverses applications : gyromètre, résonateur pour oscillateur de référence, capteur de pression [35].



Figure 18 Diapason en quartz utilisé dans l'industrie horlogère.

-les pastilles en quartz vibrant en mode de cisaillement d'épaisseur : la fréquence de ces résonateurs s'inscrit typiquement dans une plage s'étendant de quelques MHz à quelques centaines de MHz, ce qui est cohérent avec une vitesse du son de quelques km/s et une épaisseur comprise entre quelques centaines de  $\mu\text{m}$  et une fraction de mm. Deux exemples de pastilles sont présentés sur la Figure 19. La fréquence de résonance est directement liée à l'épaisseur de pastille par la relation suivante :

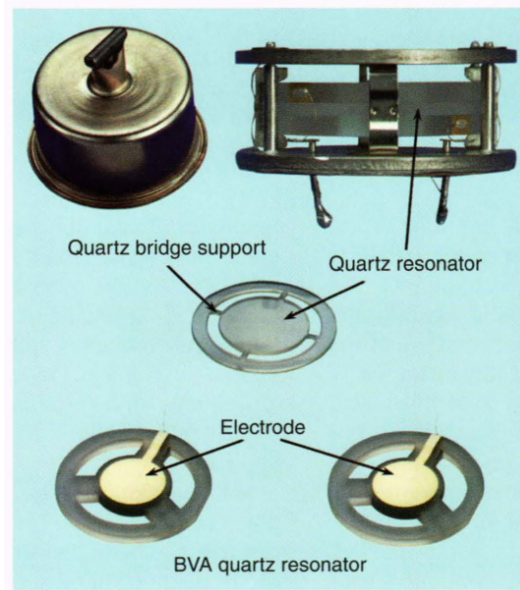
$$f_{res} = \frac{n}{2e} \sqrt{\frac{C}{\rho}} \quad (36)$$



**Figure 19 Exemples de pastille de quartz vibrant en cisaillement d'épaisseur, gauche : montage en 4 points, droite : montage en 2 points [36].**

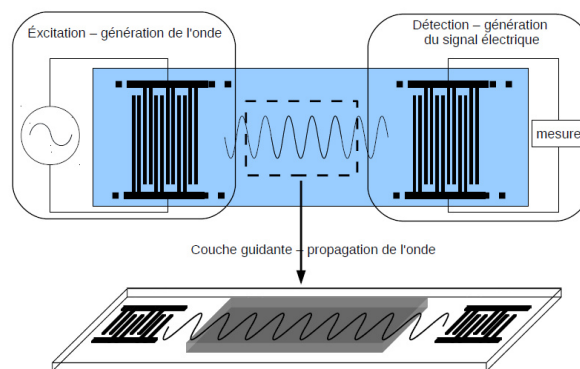
Avec  $e$  l'épaisseur de la lame vibrante,  $C$  le coefficient de rigidité spécifique au mode de cisaillement et  $\rho$  la masse volumique du quartz  $\rho = 2.648 \text{ g.cm}^{-3}$  [37] et  $n$  l'ordre du partiel, avec  $n=1$  le fondamental. Nous notons l'existence de différentes formes de la pastille : une lentille plan convexe, plan-plan ou bi-convexe afin de piéger l'énergie au centre du dispositif et de réduire les effets de bords. Ces résonateurs sont fabriqués de manière individuelle par polissage mécano-chimique et leurs fréquences sont précisément ajustées. Ils sont coûteux (plus de 1000 \$ pour des pièces de très hautes performances destinées aux applications spatiales [1]) et présentent de très hauts facteurs de qualité, entre 500 000 et plus de 2 000 000 pour des fréquences comprises typique de 5 ou 10 MHz. Ils sont utilisés dans les applications d'oscillateurs les plus exigeantes comme les oscillateurs stables ou ultra stables.

Dans les cas des précédents résonateurs, l'excitation est faite à l'aide d'électrodes directement déposées sur le quartz. Ce dépôt perturbe le cristal : ajout d'une masse morte, migration possible d'ions métalliques, vieillissement des électrodes, il dégrade donc les performances à long terme. À partir de 1977, Raymond Besson, de l'école nationale supérieure de chronométrie et de micromécanique, a développé le résonateur à boîtier à vieillissement amélioré BVA [38]. L'innovation consistait à ne plus placer les électrodes directement sur le quartz mais à les déposer en regard du résonateur sur des éléments inertes en quartz, positionnés de façon mécaniquement stable par rapport à la pastille vibrante. L'ensemble se présente sous la forme d'un sandwich maintenu par des pinces de fixations comme montré sur la Figure 20.



**Figure 20** Exemple de résonateur de type BVA, la pastille de cisaillement est maintenue par des pinces entre deux morceaux de quartz métallisés servant d'électrodes, tiré de [1].

La fréquence de résonance des résonateurs en cisaillement d'épaisseur est limitée par l'épaisseur de lame réalisable. Pour dépasser des fréquences de plusieurs centaines de MHz (épaisseur équivalente de 1-2  $\mu\text{m}$ ), pour les filtres ou les références de temps dans les smartphones, les résonateurs à onde de volume ont d'abord été remplacés par des résonateurs à ondes de surface (surface acoustic wave SAW) [39]. Ces derniers consistent à déposer des électrodes, en forme de peignes inter digités à la surface du quartz (ou d'un autre matériau piézoélectrique). Les ondes acoustiques générées ne pénètrent que peu dans le substrat, le principe de fonctionnement est illustré sur la Figure 21.



**Figure 21** Schéma de principe de fonctionnement d'un résonateur d type SAW, tiré de [40].

Les fréquences atteintes par les SAW varient de 500 MHz à plusieurs GHz. Cependant, des innovations technologiques introduites par la suite (FBAR, TFBAR et HBAR) permettent aujourd'hui de réaliser des filtres et des résonateurs à ondes de volume à des fréquences atteignant plusieurs GHz.

Les technologies BAW présentent l'avantage d'un volume acoustique supérieur à fréquence égale. La densité volumique de puissance acoustique étant plus faible, les structures BAW résistent mieux aux puissances nécessaires pour le régime d'émission en téléphonie mobile. En effet, on exploite des bandes de fréquences de plus en plus élevées pour accompagner l'accroissement du volume de communications (Big-data) devenu extraordinaire au point de poser à l'échelle planétaire de nombreux problèmes éthiques et environnementaux. À ce jour, les deux technologies SAW et BAW cohabitent dans les téléphones portables.

### 1.4.5 Facteurs de mérite des résonateurs

Les résonateurs sont caractérisés par plusieurs paramètres d'importance :

-le facteur de qualité  $Q$  : il est défini comme le rapport de l'énergie stockée dans le résonateur sur l'énergie dissipée à chaque cycle. Ce facteur est d'importance car il influe directement sur la capacité du résonateur à vibrer à une fréquence stable, proche de la fréquence de résonance. En effet, le bruit de phase varie en  $\frac{1}{Q^4}$ . Dans le cadre du modèle équivalent de BVD,  $Q$  est alors également calculé à partir des paramètres du circuit équivalent à l'aide de l'expression (32). Le facteur de qualité peut également être mesuré expérimentalement à partir du tracé de la décroissance temporelle des oscillations (méthode dite du décrétement logarithmique) : une fois l'excitation coupée, l'onde au sein du résonateur s'évanouit peu à peu de manière exponentielle comme montré sur la Figure 22.

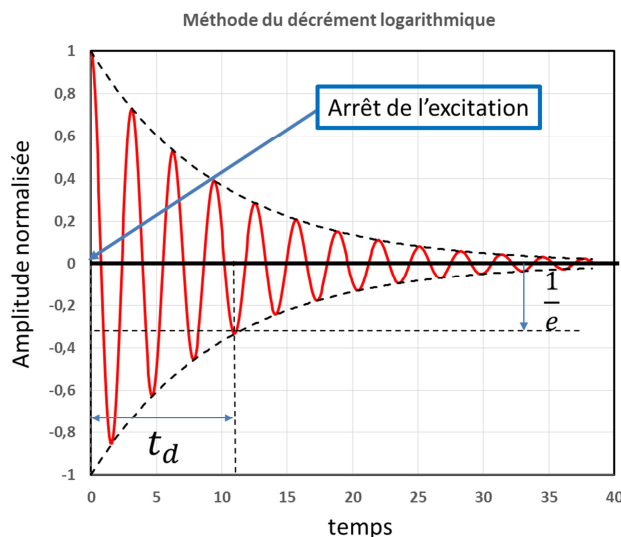


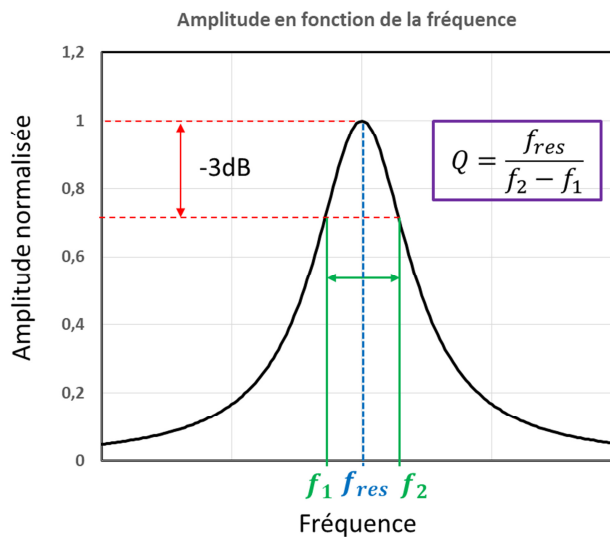
Figure 22 Variation de l'amplitude d'oscillation après l'arrêt de l'excitation en fonction du temps.

$Q$  est proportionnel au temps  $t_d$  de décroissance nécessaire pour atteindre  $\frac{1}{e}$  de la valeur d'amplitude des oscillations à l'arrêt de l'excitation.

$$Q = \nu_0 \pi t_d \quad (37)$$

Avec  $\nu_0$  la fréquence de résonance du résonateur.

$Q$  est également calculable à partir du tracé de l'amplitude de vibration en fonction de la fréquence :  $Q$  est égal au rapport de la fréquence de résonance sur la bande passante du résonateur : c.-à-d. l'écart des fréquences correspondant à l'amplitude maximale moins 3 dB ou à l'amplitude maximale divisée par racine de 2. Cette mesure est illustrée sur la Figure 23.



**Figure 23 Amplitude de déplacement en fonction de la fréquence et mesure du facteur de qualité.**

Une alternative équivalente est fournie par la largeur à mi-hauteur (FWHM : Full Width at Half Maximum) de la courbe de conductance car celle-ci est une image de la puissance absorbée par le résonateur à tension imposée.

-le produit  $Q \times \nu_0$  : Ce produit est majoré par les caractéristiques viscoélastiques du matériau. Dans les conditions habituelles d'utilisation (en particulier la température), le comportement viscoélastique relève du régime d'Akhiezer [41], qui prédit une valeur constante du produit  $Q \times \nu_0$  [42], égal  $3,2 \times 10^{13}$  Hz dans le cas du quartz. Ce produit est important car il fixe les limites de performances de l'oscillateur :  $Q$  donne la stabilité de fréquence et  $\nu_0$  est la fréquence de résonance. Nous souhaitons que celle-ci soit la plus élevée possible pour réduire le bruit de phase en  $\log(M)$  dû à la multiplication de fréquence, où  $M$  est le facteur de multiplication. Dans le cas où le facteur de qualité n'est pas limité par des causes extérieures (fuite de pression, dépôt d'électrodes, pertes aux encastremets), le produit

$Q \times \nu_0$  est une mesure des pertes intrinsèques du résonateur en fonction d'un mode et d'une géométrie donnée. Dans le régime d'Akhiezer, les pertes sont dominées par les interactions de type diffusion phonon-phonon : une perte d'énergie est nécessaire afin de retrouver l'équilibre thermodynamique après un cycle d'oscillation, et ce, même en l'absence de gradient thermique. Nous retrouvons dans la Table 4 les valeurs de facteur de qualité et de produit  $Q \times \nu_0$  pour les résonateurs en quartz en cisaillement d'épaisseur en mode fondamental ou partiel et pour différentes coupes ou de type diapasons horlogers.

**Table 4 Valeurs typiques des résonateurs historiques pour les applications de références de temps [43].**

Fréquences	Coupes	Mode de vibration	Facteur de qualité ( $\times 10^6$ )	Produit $Q \times \nu_0$ ( $\times 10^{13} \text{ Hz}$ )
5 MHz	SC	Cisaillement d'épaisseur-fondamental	1,033	0,5165
	SC	Cisaillement d'épaisseur-P3	2,08	1,04
10 MHz	SC	Cisaillement d'épaisseur-P3	0,827	0,827
32,768 kHz	Z+2°X	Diapason horloger-flexion	0,03-0,1	0,001-0,003

Les résonateurs BVA présentent des facteurs de qualité pouvant aller jusqu'à  $3 \times 10^6$  à température ambiante [43]. Des facteurs de qualité pour des résonateurs en quartz en cisaillement d'épaisseur supérieurs à  $10^9$  et des produits  $Q \times f > 10^{16} \text{ Hz}$  ont été obtenus à des températures cryogéniques pour lesquelles la limite théorique dans le régime d'Akhiezer ne s'applique plus [44]. Une autre approche pour dépasser un produit  $Q \times f$  de quelques  $10^{13} \text{ Hz}$  consiste à utiliser des cristaux phononiques. L'idée est de minimiser les interactions phonons-phonons par une structuration périodique du matériau au niveau des attaches, créant ainsi des bandes de fréquences de vibrations mécaniques permises séparées par des grands gaps définissant des bandes interdites. Le mode d'intérêt se trouve dans ces bandes interdites, l'énergie est confinée au sein de la partie vibrante. Des facteurs de qualité de plusieurs centaines de millions ont pu être obtenus avec des résonateurs en nitrure de silicium  $\text{Si}_3\text{N}_4$  [45], [46] dépassant ainsi des produits  $Q \times f \approx 10^{14} \text{ Hz}$  et allant jusqu'à  $10^{15} \text{ Hz}$ . Une même approche a été conduite pour le silicium [47] et des produits  $Q \times f > 10^{13} \text{ Hz}$  ont été mesurés à 282 MHz.

#### 1.4.6 Oscillateur utilisant un résonateur mécanique

Afin de réaliser un oscillateur, c.-à-d. un système auto-entretenu capable de délivrer un signal de fréquence fixe, le résonateur (composant passif) est associé à une électronique d'entretien (composant

actif) permettant de compenser les pertes d'énergie dues à un facteur de qualité fini. L'oscillateur est un système bouclé utilisant la fréquence mécanique stable du résonateur et inclut une électronique permettant de compenser les pertes dans le résonateur. Un exemple de système bouclé générant un signal périodique en l'absence de signal d'entrée est présenté en Figure 24 sous forme de schéma blocs où  $A(\omega)$  est la fonction de transfert de l'amplificateur qui correspond à la forme la plus simple de l'électronique d'entretien et  $B(\omega)$  la fonction de transfert du résonateur

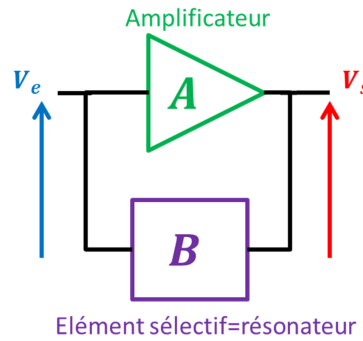


Figure 24 Structure d'un oscillateur la plus simple comprenant un élément filtrant et un amplificateur.

Le circuit démarre spontanément sur le bruit présent dans tout système (bruit thermique par exemple) : la composante de bruit à la fréquence satisfaisant la condition de phase de la boucle d'oscillation  $\arg(AB) = 0 [2\pi]$  est amplifiée à chaque tour dans la boucle jusqu'à la saturation de l'amplificateur ou par un contrôle du gain intégré au circuit. Une fois le régime permanent atteint, le gain de la boucle vaut 1. Les conditions d'oscillations de la boucle sont connues sous l'appellation de conditions de Barkhausen et sont décrites par les équations suivantes :

$$A(\omega)B(\omega) = -1 \rightarrow |A(\omega)||B(\omega)| = 1 \text{ et } \arg(A(\omega)B(\omega)) = 0[2\pi] \quad (38)$$

A la fréquence d'oscillation, le gain de l'amplificateur compense les pertes du résonateur. Une conséquence des conditions de Barkhausen est qu'une perturbation de la phase  $\Delta\varphi_{boucle}$  dans la boucle entraîne une perturbation de phase  $\Delta\varphi_{resonateur} = -\Delta\varphi$  dans le résonateur afin d'assurer le maintien des oscillations ce qui entraîne une variation de fréquence en sortie valant  $\Delta\nu = \Delta\varphi \frac{\nu_0}{2Q}$ . En

effet la variation de phase  $\Delta\varphi$  s'écrit pour le cristal  $\tan(\Delta\varphi) = \frac{\text{Im}(Z)}{\text{Re}(Z)} = \frac{R}{X}$  où R et X sont respectivement la résistance et la réactance de la branche motionnelle  $R_1 - L_1 - C_1$ . Pour une petite

variation d'impulsion autour de la résonance  $\omega = \omega_s + \Delta\omega$ ,  $X = \frac{L_1 C_1 (\omega^2 - \omega_0^2)}{C_1 \omega} \cong 2L_1 \Delta\omega$ . Puis

$\tan(\Delta\varphi) \cong \Delta\varphi \cong \frac{X}{R_1} = 2 \frac{L}{R} \Delta\omega = \frac{2Q\Delta\omega}{\omega_s} = \frac{2Q\Delta\nu}{\nu_s}$ , la variation de fréquence  $\Delta\nu$  vaut  $\frac{\nu_s}{2Q} \Delta\varphi$ . Ainsi, nous

pouvons faire deux remarques : i) un résonateur est capable de convertir une fluctuation de phase en

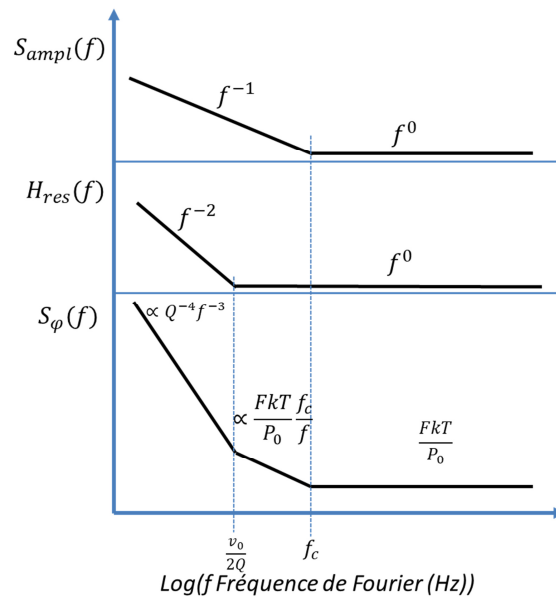
fluctuation de fréquence, ii) cette conversion est inversement proportionnelle à  $Q$ , d'où l'intérêt majeur de maximiser le facteur de qualité pour réduire la sensibilité de la fréquence de sortie aux variations de la phase.

Dans le cas particulier des oscillateurs à haut facteur de qualité, un modèle simple proposé par Leeson [48] est couramment employé. Le bruit de l'oscillateur  $S_\varphi(f)$  est le résultat de la modulation du bruit électronique de l'amplificateur,  $S_{ampli}(f)$ , et du filtrage par le résonateur. Le bruit de l'oscillateur  $S_\varphi(f)$  s'écrit :

$$S_\varphi(f) = H_{res} \times S_{ampli}(f) \quad (39)$$

Pour décrire la boucle oscillatrice, le résonateur est modélisé par un filtre d'ordre 2 de fréquence de coupure  $f_L = \frac{v_0}{2Q_L}$ , et donc  $H_{res} = \left[1 + \left(\frac{v_0}{2Q_L}\right)^2\right]$ . Le bruit de l'amplificateur de la boucle oscillatrice est modélisé par un bruit de scintillement de phase et d'un bruit blanc au-delà de la fréquence de coupure  $f_c$ . Il faut noter que dans ces considérations d'oscillateur, le facteur de qualité n'est plus celui du résonateur seul mais celui du résonateur monté en oscillateur : il est « chargé » avec son électronique (on parle de  $Q_L$ , l'indice  $L$  pour « loaded » en anglais). Le résonateur est perturbé par l'ajout de l'électronique et cela se traduit entre autre par une baisse du facteur de qualité  $Q_L < Q$ . Toutefois, meilleur est le  $Q$  meilleur sera  $Q_L$ . Pour des fréquences de Fourier situées dans la bande passante du résonateur, c.-à-d. proches de la porteuse  $f < \frac{v_0}{2Q_L}$ , le bruit de phase de l'oscillateur varie en  $f^{-3}$  : il est fortement dépendant de  $Q$  et varie en  $Q^{-4}$  [49]. Ce bruit de scintillement de fréquence se traduit dans le domaine temporel par un palier sur le graphe de  $\sigma_y^2(\tau)$  : c'est la performance ultime de l'oscillateur. La Figure 25 comporte une représentation de la fonction de transfert de l'amplificateur en fonction de la fréquence de Fourier, ainsi que le graphique de l'amplitude de la fonction de filtrage du résonateur en fonction de la fréquence de Fourier et le bruit de phase résultant de l'association des deux.





**Figure 25 Modèles de Leeson. En haut : fonction de transfert de l’amplificateur, au milieu : fonction de transfert de filtrage du résonateur, en bas : bruit de phase résultant de l’association.**

Pour des fréquences plus élevées  $f > \frac{\nu_0}{2Q}$ , le bruit est dominé par le bruit de scintillement de l’amplificateur de la boucle oscillatrice et varie en  $f^{-1}$ .

Pour des fréquences  $f > f_c$ , le bruit de phase se limite au bruit blanc dont la densité spectrale s’exprime par  $S_{\phi} \approx \frac{FkT}{P_0}$ , où  $kT$  est le bruit thermique ( $k$  est la constante de Boltzmann et  $T$  la température en Kelvin),  $P_0$  la puissance injectée dans le résonateur et  $F$  le facteur de bruit de l’amplificateur de sortie, c’est un paramètre mesuré expérimentalement.

### 1.4.7 Familles d’oscillateurs à quartz

La principale source d’instabilité de fréquence pour les oscillateurs provient de la sensibilité thermique du résonateur : du fait des coefficients d’expansion thermique non nuls, les dimensions des éléments vibrants telles que la longueur d’une poutre en extension-compression ou l’épaisseur d’une pastille en cisaillement sont fonctions de la température. Tous les coefficients sont plus généralement dépendants de la température (coefficients élastiques, diélectriques, piézoélectriques, module de Young) Cela se traduit par des variations de la fréquence du résonateur et donc de l’oscillateur. Il existe des coupes dites compensées en température (par exemple la coupe AT) permettant de réduire la sensibilité thermique (variation de la fréquence ou de la fréquence relative en fonction de la température  $f$  vs  $T$ ) dans la gamme d’utilisation habituelle typiquement comprise entre  $-50$  et  $110^{\circ}\text{C}$ . Afin de réduire la sensibilité thermique des oscillateurs, plusieurs stratégies ont été développées et classent les

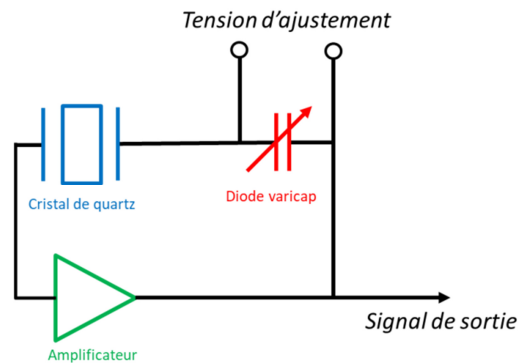
oscillateurs en fonction de leurs performances. Les performances à prendre en compte pour déterminer les classes de l'oscillateur sont la stabilité dans la gamme de température, le vieillissement, la consommation, les dimensions et le prix. D'autres performances seront spécifiques à certaines classes et seront précisées. L'ensemble des spécifications sont regroupées dans la Table 5. Les spécifications données sont des valeurs typiques : chaque famille d'oscillateur couvre en réalité plusieurs décades de performances comme nous le verrons par la suite.

**Table 5 Famille d'oscillateur à quartz**

Oscillateurs à quartz				
	XO	TCXO	MCXO	OCXO
Vieillessement (/an)	$> 10^{-6}$	$10^{-6}$	$5 \times 10^{-7}$	$10^{-8}$
Stabilité de température (-40;80°C)	$10^{-5}$	$10^{-7}$	$10^{-8}$	$10^{-9}$
Stabilité court terme $\sigma_y(\tau = 1s)$	$> 10^{-8}$	$1 \times 10^{-9}$	$3 \times 10^{-10}$	$5 \times 10^{-12}$
Taille (mm <sup>3</sup> )	1-1000	1-1000	1-1000	500-500 000
Temps de démarrage (min)	0,01	0,03	0,03	4
Consommation (W)	0,01	0,01-0,1	0,01-0,1	3
Prix (euros)	1	1-100	50-200	100-1000+

XO-Crystal Oscillator : l'oscillateur ne comprend aucun élément pour réduire la sensibilité thermique du résonateur, c'est l'oscillateur le plus simple, le moins performant et le moins coûteux : son prix allant de quelques dizaines de centimes à quelques euros. Son encombrement est typiquement inférieur à 100 mm<sup>3</sup>.

VCXO-Voltage Controlled Crystal Oscillator : un élément déphaseur est rajouté dans la boucle oscillatrice afin de moduler la fréquence de résonance en fonction de la tension appliquée aux bornes de l'élément déphaseur le plus souvent une diode de capacité variable (diode varicap) comme illustré sur la Figure 26. Outre les spécificités communes avec le XO, les constructeurs spécifient les caractéristiques du contrôle en tension comme la plage et l'excursion de fréquence. Ils coûtent typiquement de quelques euros à quelques dizaines d'euros pour un encombrement inférieur à 100 mm<sup>3</sup>.



**Figure 26 Schéma de fonctionnement d'un VCXO**

TCXO-Temperature Compensated Crystal Oscillator : l'idée du TCXO est de compenser les fluctuations de fréquence dues à la température par un signal de correction. Une mesure de température est réalisée par un capteur : une sonde platine ou une thermistance. Cette information de température est utilisée pour générer une correction soit à l'aide d'une thermistance en mode interrupteur, soit par l'intermédiaire d'une diode varicap dont la tension de commande est fonction de la température. Cette tension de commande peut être analogique ou numérique. Les prix varient de quelques euros à une centaine d'euros pour un encombrement comparable aux VCXO. Il existe également des VCTXOs permettant une commande de la fréquence de résonance.

MCXO-Microcomputer Compensated Crystal Oscillator : l'idée du MCXO est de réaliser la mesure de température à l'aide d'un mode partiel du résonateur : un oscillateur excite en même temps le mode fondamental et le partiel résonnant à 3 fois la fréquence du mode fondamental. Après multiplication et filtrage, la fréquence résultante est une fonction linéaire de la température présentant une forte pente. La sensibilité thermique est donc exploitée pour servir de thermomètre précis. La différence de fréquence est envoyée dans un microcontrôleur dans lequel a été enregistrée une calibration préalable et le microcontrôleur synthétise le signal corrigé du mode fondamental. Les MCXOs sont peu encombrants  $<1 \text{ cm}^3$ , consomment peu et coûtent quelques dizaines d'euros. Le fonctionnement des oscillateurs TCXOs et MCXOs, qui sont basés sur des principes similaires, est présenté sur la Figure 27.

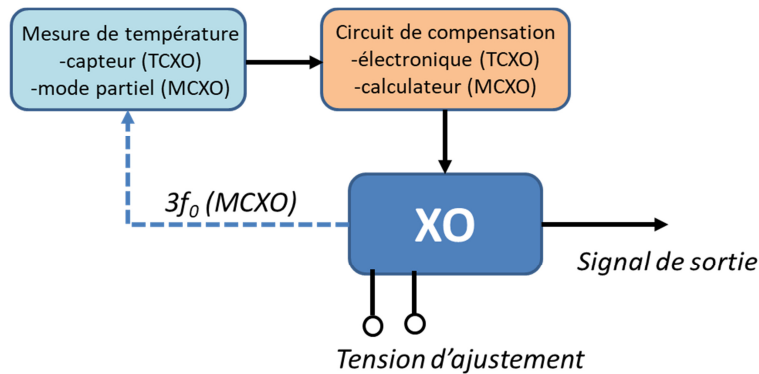


Figure 27 Schéma de fonctionnement d'un TCXO et MCXO

OCXO-Oven Controlled Crystal Oscillator : le résonateur et une partie de l'électronique sensible sont placés dans une enceinte thermostatée grâce à un circuit chauffant couplé à une sonde de température et à un asservissement. L'encombrement de ce dispositif est compris entre  $10 \text{ cm}^3$  et  $600 \text{ cm}^3$ , demande une consommation bien plus importante que les autres familles d'oscillateurs typiquement de 1 à 3 W, un temps de mise en fonctionnement élevé (warm up) afin de stabiliser la température, son coût est plus élevé que les autres catégories d'oscillateurs de 100 euros à plus de 1000 euros pour les dispositifs commercialisés. Les OCXOs sont les oscillateurs présentant la grande stabilité thermique, la meilleure stabilité court-terme et le plus faible vieillissement. Le principe de fonctionnement est présenté sur la Figure 28.

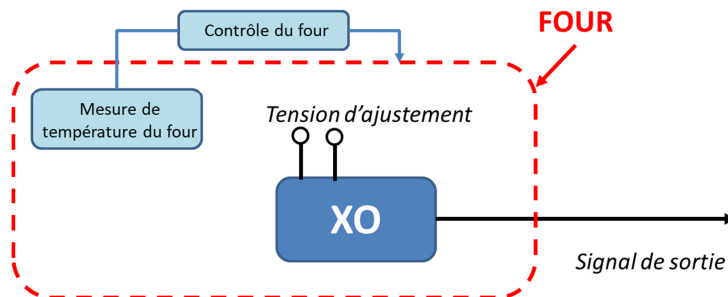


Figure 28 Principe du fonctionnement d'un oscillateur monté en OCXO.

J'ai consigné les performances de différents oscillateurs à base de résonateurs en quartz ou en silicium commercialisés dans le graphe de la Figure 29. Le critère de stabilité retenu est la sensibilité thermique sur la plage de température habituelle entre  $-40$  et  $85^\circ\text{C}$ . Cette donnée figure toujours dans les fiches des constructeurs : il existe un lien entre cette donnée et l'encombrement, le coût et la consommation. Les OCXOs haut de gamme sont les plus performants, toutefois on note le peu de différence entre les TCXOs et MCXOs haute gamme et les OCXOs d'entrée de gamme. Il existe également une volonté de

réduire la taille des OCXOs en conservant des performances élevées qui se traduit par l'émergence de dispositifs de type mini-OCXOs.

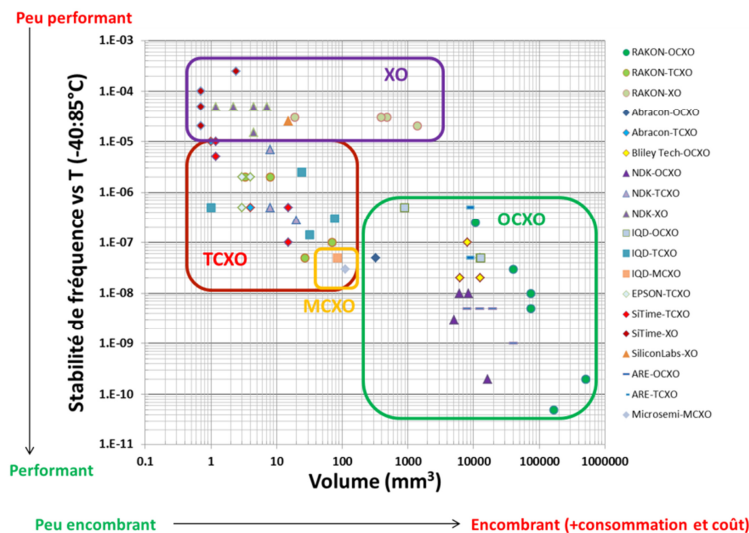


Figure 29 Performances de stabilité thermique d'oscillateurs commercialisés et classés suivant les catégories.

## 1.5 Vers une miniaturisation des dispositifs et une intégration plus aisée

Les oscillateurs à quartz ont dominé et dominent toujours le marché des références de fréquences depuis la fin de la seconde guerre mondiale. Ce marché est aujourd'hui estimé à environ 2.6 milliards de dollars en croissance de 4.3 % pour les dix années à venir [50]. Il y a plusieurs raisons majeures à cela, un facteur de qualité élevé, un bruit de phase faible, l'existence de coupe compensée en température ou en contraintes et la piézoélectricité. Cependant, les oscillateurs à quartz présentent également des caractéristiques telles que leurs dimensions et leur intégration qui sont de moins en moins compatibles avec la course à la miniaturisation et la réduction des coûts de fabrication [51].

La volonté de réduire la taille, le poids et la consommation des oscillateurs performants, en particulier pour les oscillateurs montés en OCXO, passe par la miniaturisation du cœur de l'oscillateur qui est le résonateur. La taille (plusieurs dizaines de cm<sup>3</sup>) et la consommation (plusieurs watts) significatives des OCXOs par rapport aux TCXOs et MCXOs proviennent de la thermalisation du dispositif. Une réduction poussée du résonateur mécanique d'un facteur 10 à 100, permettrait i) une réduction importante de l'encombrement et de la consommation : moins de puissance serait alors nécessaire pour maintenir le dispositif à son point de fonctionnement, ii) une diminution drastique des coûts par l'emploi de procédés de fabrication collectifs. De plus, les oscillateurs à quartz présentent un inconvénient majeur constitué par la difficulté d'intégration de l'élément oscillant dans le circuit

électronique : les boîtiers contenant le résonateur et l'électronique d'entretien sont généralement séparés, et si on parvient à les intégrer en un seul composant, ce dernier n'est pas aisément intégrable au sein d'un système électronique plus complexe.

Il faut cependant garder à l'esprit que la miniaturisation entraîne une baisse globale des performances. D'une part, à densité de charge égale, la réduction de la taille des électrodes induit de grandes impédances et résistances. Le rapport des courants motionnels et capacitifs est donc dégradé par la miniaturisation et se traduit par une perte d'énergie dans l'élément vibrant. La puissance maximale qu'il est possible d'injecter dans le résonateur miniature avant le passage au régime non-linéaire est plus faible que dans le cas non miniature. Le bruit de phase minimal loin de la porteuse d'un résonateur miniature est donc plus important que dans le cas non-miniature. D'autre part, la miniaturisation entraîne habituellement une augmentation du rapport surface sur volume du résonateur qui devient donc plus sensible à son état de surface (ce qui renforce l'effet des contaminations) ou à son environnement comme la pression résiduelle dans le boîtier. L'exigence de propreté et d'étanchéité lors de la fermeture des boîtiers sont donc accrues.

De nombreuses équipes de recherches, tant académiques qu'industrielles ont développé des résonateurs de type MEMS en matériaux piézoélectriques, quartz ou silicium. Plusieurs approches sont étudiées dans la volonté de miniaturisation et d'intégration du résonateur :

- réaliser des MEMS tout silicium et utiliser la transduction capacitive pour l'excitation détection,
- utiliser une couche piézoélectrique, généralement en oxyde de nitrure ou nitrure d'aluminium à la surface de résonateurs mécanique en silicium et déposer des électrodes sur cette couche afin de réaliser des MEMS piézoélectriques,
- miniaturiser et réaliser collectivement les résonateurs en quartz. L'intégration est facilitée par des encapsulations et des reports de puces à l'échelle du wafer.

Nous dressons ici l'état de l'art des principaux dispositifs suivant l'approche exploitée.

### **1.5.1 Les résonateurs en silicium**

Les résonateurs MEMS silicium ont été développés dès les années 1990 [52] et ont largement bénéficié de la maturité des moyens de fabrication hérités de la microélectronique. Ils sont généralement fabriqués en utilisant le procédé HARPSS (High Aspect Ratio combined Poly and Single

Silicon)<sup>2</sup> [53] et présentent de petites dimensions par rapport aux résonateurs conventionnels en quartz et sont plus facilement intégrables (l'intégration est toujours hors puce). Les facteurs de qualité sont élevés : 180 000 pour une poutre en extension compression vibrant à 12 MHz [54] et 130 000 pour un plaque sur le mode de Lamé à 13 MHz [55], plus d'un million pour des résonateurs vibrant sur le mode de Lamé [56] ou en mode de disque elliptique [57][58] vibrant à quelques MHz et jusqu'à 4 millions à 2 MHz [59]. De tels facteurs de qualité ont pu être obtenus, d'une part, par une conception poussée des zones d'ancrage induisant une réduction importante des pertes à l'encastrement, d'autre part, par l'excellente résolution des moyens de fabrication du silicium. Le plus haut produit  $Q \times f$  reporté est de  $2,2 \times 10^{13} \text{ Hz}$  pour un résonateur vibrant en mode de Lamé à 6.89 MHz ( $Q > 3\,000\,000$ ) [60] et est donc supérieur aux meilleurs résonateurs en quartz de type BVA à température ambiante (autour de  $1 - 1,5 \times 10^{13} \text{ Hz}$ ).

La filière MEMS s'est développée en suivant une logique industrielle. Le premier MEMS [61], issu d'un laboratoire fondamental, n'a pas rapidement fait école dans les laboratoires publics s'occupant de physique appliquée. La recherche académique dans ce domaine s'est essentiellement développée à partir de nouvelles équipes très spécifiques au personnel très jeune, dont les travaux ont connu un retentissement croissant lorsque des entreprises travaillant sur les oscillateurs MEMS ont vu le jour, par exemple SiTime ou SiliconLabs. SiTime est maintenant la première entreprise du secteur avec plus de 90% du marché des oscillateurs MEMS [62] : elle produit des oscillateurs de petites tailles ( $< 20 \text{ mm}^3$ ) de type XO, VCXOs et TCXOs, dont les plus performances sont à même de concurrencer les oscillateurs TCXOs en quartz. Les résonateurs utilisés dans les dernières générations sont composés de 4 anneaux vibrant en mode contour reliés entre eux par des poutres [63] et présente un facteur de qualité proche de 150 000 à 48 MHz atteignant ainsi un produit  $Q \times f$  de  $7,2 \times 10^{12} \text{ Hz}$ .

Toutefois, ces résonateurs en silicium présentent également au moins trois inconvénients majeurs en vue de la réalisation d'oscillateurs de référence. Parmi ces trois inconvénients, deux sont directement reliés au choix de la transduction et le dernier est lié à la nature même du matériau.

- Le silicium n'est pas un matériau piézoélectrique : l'excitation se fait généralement par transduction capacitive. Cette dernière permet de créer une force électrostatique grâce à la différence de potentiel appliquée à deux électrodes : une première électrode est fixe, la seconde est mobile et

---

<sup>2</sup> La procédé HARPSS utilisé généralement un wafer SOI (Silicon On Insulator), c'est-à-dire un empilement de deux wafers de silicium séparé par une couche d'oxyde. Le wafer supérieur est affiné à l'épaisseur vibrante puis les motifs sont transférés et usinés en gravure ionique, la face arrière sert de cavité : elle est d'abord usinée par gravure ionique puis l'oxyde est gravé en usinage humide.

solidaire du résonateur qui se déforme sous l'action de cette force. La détection électrostatique est réalisée par la mesure du courant traversant la capacité entre l'électrode fixe et le résonateur vibrant. La transduction capacitive est par nature non-linéaire et induit une dégradation du bruit de phase proche de la porteuse [64]. De plus, la collecte de charges se fait via une lame (gap) d'air ou de vide et s'avère peu efficace : cela se traduit par des résistances motionnelles élevées, dans le meilleur des cas de l'ordre de quelques  $k\Omega$  [52] ce qui va dégrader le bruit de phase loin de la porteuse.

- La stabilité thermique du silicium est faible autour de 30 ppm/K [65] dans la gamme usuelle de températures et doit être absolument compensée en vue de réaliser des oscillateurs de références. Plusieurs méthodes sont employées : i) l'utilisation d'une couche de matériau avec des coefficients d'expansion opposés comme le  $\text{SiO}_2$  induit des pertes donc une baisse du facteur de qualité, ii) un dopage extrêmement important du silicium permet d'approcher la sensibilité thermique du quartz [66], iii) une compensation électronique à l'aide d'une PLL fractionnaire menant à une consommation excessive de courant par rapport à un oscillateur équivalent en quartz [67].

### 1.5.2 Les résonateurs piézoélectriques MEMS

L'utilisation d'une couche de matériau piézoélectrique sur un résonateur en silicium permet de résoudre les problèmes inhérents à la transduction capacitive. Les matériaux piézoélectriques utilisés peuvent être du nitrure d'aluminium AlN pour réaliser des poutres en extension compression de longueur [68], de largeur [69] ou du ZnO sur des poutres en extension de longueur [70], de largeur ZnO [71] ou en flexion [72]. Ces résonateurs présentent généralement des caractéristiques similaires : des facteurs de qualité peu élevés de 1000 à moins de 10 000 pour des fréquences de quelques MHz à plusieurs dizaines de MHz pour le mode fondamental, l'utilisation de modes partiels permet d'obtenir des fréquences plus élevées : jusqu'à 208 MHz pour le 9<sup>ème</sup> harmonique dans [69] pour un facteur  $Q \times f$  intéressant de  $1.3 \times 10^{12} \text{ Hz}$ . Un facteur de qualité de 140 000 a été obtenu pour une poutre en extension compression pour une fréquence légèrement inférieure à 1 MHz [73]. Des résonateurs en AlN vibrant en mode de contour ont été étudiés [70] [74]. Ils présentent des facteurs de qualité de l'ordre de quelques milliers et vibrent à plusieurs centaines de MHz.

Le développement industriel des MEMS piézoélectriques s'est fait en parallèle des MEMS en silicium avec notamment la société Discera (rachetée par Micrel en 2013, puis par Microchip Technology en 2015 [75]). La société Tikitin issue du laboratoire finlandais VTT développe des résonateurs MEMS piézoélectriques pour lesquels un très fort dopage du silicium permet une



compensation de la sensibilité thermique [66], des facteurs de qualité de 10 000 sont annoncés pour des plaques en vibration de Lamé à 10 MHz. La société Murata a lancé depuis peu des MEMS piézoélectriques en flexion de très petite taille ( $< 1\text{ mm}^2$ ) vibrant à 32 768 Hz et présentant un facteur de qualité autour de 20 000 dans l'objectif de remplacer les diapasons en quartz dans des applications peu exigeantes [76].

### 1.5.3 Les résonateurs en quartz miniatures

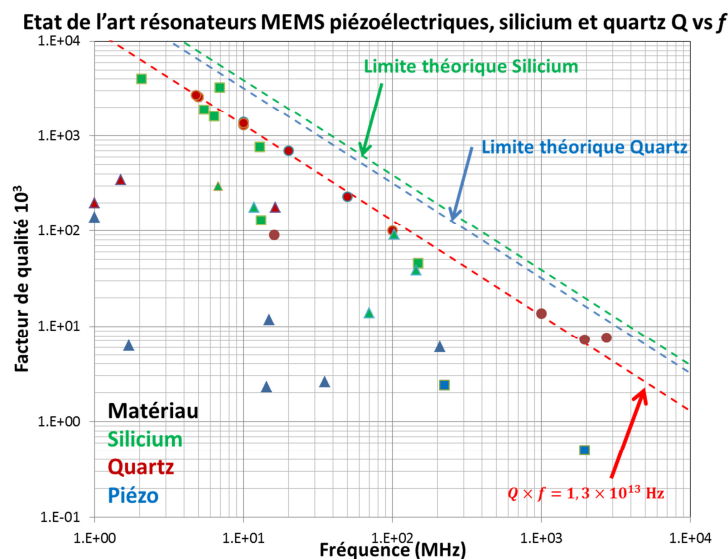
Le quartz a naturellement fait l'objet d'études en vue de le miniaturiser et de rendre les moyens de fabrication collectifs. Une poutre en quartz en coupe horlogère vibrant en extension de longueur à 1 MHz a été développée par R. J. Dinger [77] et présente un facteur de qualité élevé de 200 000. Des améliorations notables ont été réalisées par Kawashima et son équipe sur des dispositifs similaires, des facteurs de qualité aussi hauts que 540 000 ont été obtenus à 500 kHz et 350 000 à 1,5 MHz [78] (produit  $Q \times f = 5.2 \times 10^{11} \text{ Hz}$ ). Ces résonateurs sont réalisés par gravure chimique humide ce qui complique la montée en fréquence par réduction des dimensions. Une alternative trouvée a été l'emploi de poutres en extension-compression de largeur, taillées dans la coupe KT à simple rotation ( $\theta = 27^\circ$ ), les résonateurs ainsi fabriqués ont présenté un facteur de qualité pouvant atteindre 180 000 à 16,3 MHz [79] donnant un facteur  $Q \times f$  élevé de  $2.9 \times 10^{12} \text{ Hz}$ .

L'équipe du HRL de Malibu développe dès le début des années 2000 des résonateurs en quartz de type MEMS en vue de réaliser des oscillateurs et des filtres. Des résonateurs vibrant d'abord à 1,94 GHz pour un facteur de qualité de 7200 et un produit  $Q \times f = 1.8 \times 10^{13} \text{ Hz}$  comparables aux meilleurs pastilles de quartz [80] ont été fabriqués à l'aide de procédés poussés tant sur le développement de la DRIE du quartz que sur les collages de wafers pour réaliser un substrat porteur ou le report des puces [81]. De tels procédés ont été réutilisés dans l'objectif de descendre en fréquence : un résonateur à 995 MHz présentant toujours un produit  $Q \times f$  élevé de  $1.35 \times 10^{13} \text{ Hz}$  [82], puis des résonateurs pour TCXO vibrant à 16 MHz avec un facteur de qualité de 90 000 ( $Q \times f = 1.44 \times 10^{12} \text{ Hz}$ ).

Face au développement des oscillateurs MEMS et la course à la miniaturisation, EPSON lance en 2005 [83] la notion de QMEMS qui présentent des dimensions réduites et utilisent des procédés de photolithographie pour une fabrication à large échelle. Aujourd'hui, tous les constructeurs majeurs (EPSON, Murata, IQD, IDT, Microchip, Rakon...) du domaine proposent des oscillateurs de type XO, VCXO, MCXO ou TCXO de taille miniature ( $< 100 \text{ mm}^3$ ).

### 1.5.4 Comparaison des technologies et des approches

Je présente sur la Figure 30 le graphe du facteur de qualité en fonction de la fréquence des résonateurs miniatures quartz (en rouge), de résonateurs MEMS piézoélectriques (en bleu) et silicium (en vert), ainsi que les résonateurs de haute performance en cisaillement d'épaisseur [84][43] issus de la littérature. Les limites théoriques du quartz et du silicium sont également tracées. Chaque forme de marqueurs correspond à un mode vibration : les triangles pour les modes d'extension compression de longueur ou largeur ou de flexion, les ronds pour les modes de cisaillement et les carrés pour les modes de contour ou de plaque type mode de Lamé pour des plaques carrées ou des disques vibrant en mode elliptique (Wine Disk Glass mode).



**Figure 30** Facteur de qualité des résonateurs de type quartz, MEMS silicium et MEMS piézoélectrique en fonction de la fréquence de résonance de la littérature. Les triangles correspondent à des résonateurs vibrant en mode d'extension-compression ou de flexion, les disques à des modes de cisaillement d'épaisseur et les carrés à des modes de Lamé ou mode de contour.

Les oscillateurs de type MEMS en silicium sont commercialisés depuis plus de 10 ans et concurrencent les oscillateurs à base de résonateur en quartz pour les applications de basse et moyenne gamme. En revanche, pour les applications de hautes performances, les OCXOs à base de résonateurs en quartz à très haut facteur de qualité restent inégalés. Nous dressons dans la Table 6 les spécifications d'oscillateurs commercialisés ou en voie de commercialisation de type OCXO conventionnel, mini OCXO ainsi que les technologies MEMS silicium (SiTime) et piézoélectriques (Tikitin) désignés par OCMO pour Oven Controlled MEMS Oscillator.

**Table 6** Tableau de comparaisons des spécifications d'oscillateurs OCXO et mini OCXO commercialisés ainsi que les principales technologies de type MEMS silicium et MEMS piézoélectrique.

Technologie	OCXO	Mini-OCXO			OCMO	OCMO
Fournisseur/Produit	RAKON RK409	Syrlinks EWOS083 0	Rakon ROM1490 EA	Vectron OX-304	SiTime SiT5711	Tikitin
Fréquence (MHz)	10	10	10	10	10	10
Stabilité vs T (-40 ;85°C) (ppb)	5	10	10	20	8	?
Stabilité court-terme (ADEV @ 1s)	$6 \times 10^{-13}$	$1 \times 10^{-11}$	$1.5 \times 10^{-11}$	$5 \times 10^{-12}$	$2 \times 10^{-11}$	?
Vieillessement/jour (ppb)	?	?	1	0.5	1	?
Vieillessement/an (ppb)	20	?	300	100	300	100
Bruit de phase à 1 Hz (dBc/Hz)	-105	?	-80	-95	-74	-60
Bruit de phase à 1 kHz (dBc/Hz)	-150	-155	-154	-160	-145	-145
Temps de warm up	30 min	?	1 min	5 min	?	10 s
Puissance en steady-state (W)	4	0.35	0.44	1.8	0.16	0.2
Encombrement (mm <sup>3</sup> )	75000	10000	768	5330	410	200

Au vu des performances des dispositifs présentés, il n'existe pas actuellement de solution combinant les performances du quartz (Bruit de phase à 1 Hz  $< 100$  dBc/Hz,  $\sigma_y(\tau = 1s) < 10^{-11}$ ) et l'encombrement et la consommation d'un OCMO (encombrement  $< 1000$  mm<sup>3</sup> et consommation  $< 0.2$  W). Il est alors opportun de développer des oscillateurs à base d'un résonateur miniature en quartz capable d'approcher les performances d'un OCXO haute gamme tout en présentant une consommation et un encombrement comparables aux technologies MEMS silicium et piézoélectrique. Il s'agit donc de développer un résonateur en quartz miniature présentant des dimensions significativement plus petites que celles d'une pastille en quartz traditionnelle tout en assurant un très haut facteur de qualité.

## 1.6 Conclusion du chapitre I

Dans ce chapitre nous avons vu que les oscillateurs étaient des éléments indispensables à bon nombre de circuits électroniques : ils jouent le rôle d'horloge ou participent à la synthèse et la synchronisation des signaux. La performance d'un oscillateur est mesurée par la stabilité de la fréquence du signal qu'il fournit dans le domaine temporel avec la variation d'Allan et dans le domaine fréquentiel par le bruit de phase. L'oscillateur utilise pour fonctionner deux composants élémentaires : un amplificateur et un filtre passe-bande, et c'est la finesse de la bande passante de l'élément filtrant qui détermine en grande partie la stabilité de l'oscillateur. L'utilisation d'un résonateur mécanique à très haut facteur de

qualité, traduisant un taux de dissipation de l'énergie mécanique faible au sein du résonateur, permet d'obtenir un élément filtrant à passe bande étroite. Le quartz est un des matériaux phares pour la réalisation de ce type de dispositif, en raison de ses pertes intrinsèquement faibles, de la bonne stabilité en température et sous contrainte qu'il permet d'atteindre (une fois la coupe cristalline judicieusement choisie), de son caractère piézoélectrique qui facilite l'actionnement des résonateurs et de sa fabrication bien maîtrisée. Pour ces raisons, la technologie des oscillateurs à base de résonateurs en quartz est aujourd'hui la plus répandue et la plus pertinente pour la vaste majorité des applications : de la montre à quartz à la navigation par satellite. Les résonateurs en quartz font principalement appel à deux types de résonateurs : les diapasons horlogers bien adaptés aux applications bon marché et faibles fréquences, et les pastilles en cisaillement d'épaisseurs utilisées pour les plus hautes performances et fréquences. Pour améliorer la stabilité des résonateurs, ces derniers sont placés dans des fours dont la consommation importante, plusieurs watts, l'encombrement, le temps de démarrage et le coût sont liés aux dimensions et à la fabrication du résonateur. La filière classique des résonateurs en quartz ne répond pas aux besoins émergents liés aux technologies embarquées ou aux nouvelles normes de communication du fait de leurs coûts, du faible volume de production, de leurs encombrements et de leurs consommations. Une solution serait donc de réduire les dimensions des résonateurs mais cela n'est pas compatible avec les technologies traditionnelles de fabrication de la filière quartz. Cette limitation est absente dans le cas du silicium dont les procédés de fabrication sont particulièrement avancés : des résonateurs de type MEMS en silicium pour application d'oscillateur ont été développés mais souffrent de deux faiblesses intrinsèques à l'utilisation du silicium à savoir une forte sensibilité thermique et une transduction capacitive. La solution optimale serait de combiner les avantages de miniaturisation démontrés dans le cas du silicium et les propriétés intrinsèquement favorables du quartz : c'est l'objectif de ce travail de thèse. Il faut donc développer un concept de résonateur miniature à grand facteur de qualité conjointement aux procédés de fabrication associés.

## Chapitre 2 : Choix du micro-résonateur

Le développement d'un oscillateur alliant hautes performances, faible consommation et encombrement réduit implique la conception ou l'adaptation d'un résonateur de taille miniature, à très fort facteur de qualité et réalisable à large échelle. Il se trouve que l'ONERA a développé un résonateur en quartz vibrant en extension-compression à 4 MHz et présentant un très haut facteur, jusqu'à 2 millions, dans l'objectif d'observer le régime quantique via un objet macroscopique : un haut facteur de qualité est alors indispensable pour assurer la sensibilité nécessaire. Le résonateur en question, outre un très haut facteur de qualité, est fabriqué collectivement. Toutefois ses dimensions et l'absence de moyen d'excitation sont des inconvénients majeurs en vue des applications d'oscillateur miniature. De ce résonateur massif, deux versions planaires utilisant un mode de vibration identique ont été développées et bénéficient d'un mécanisme de découplage similaire assurant la possibilité d'obtenir de très hauts facteurs de qualité. Nous étudierons la dépendance fréquentielle du résonateur vis-à-vis des paramètres géométriques et montrerons qu'il se comporte comme une poutre encastree-libre, structure bien connue. Typiquement, une poutre de quartz orientée selon l'axe Y dans le plan XY de longueur 270  $\mu\text{m}$  vibrera à 10 MHz. Les fréquences de résonance et les dimensions sont tout à fait en accord avec l'objectif de réaliser des dispositifs miniatures à large échelle, réalisables par des moyens de fabrication collectifs. Le facteur de qualité supposé limitant tire son origine de l'amortissement viscoélastique des électrodes déposées sur le cristal et sera estimé à 600 000 pour une fréquence de 3 MHz à l'aide d'un modèle semi-analytique. Enfin, nous justifierons le choix du réseau d'électrodes, indispensables à l'actionnement de résonateur, par le compromis qu'il réalise vis-à-vis de la simplification des procédés de fabrication et la possibilité d'exciter efficacement le premier mode harmonique.

### 2.1 Genèse et fonctionnement du résonateur

Dans le cadre du programme blanc N° ANR-07-BLAN-2060, l'ONERA en partenariat avec le laboratoire Kastler Brossel, l'Ecole Normale Supérieure et le Laboratoire des Matériaux Avancés du CNRS [85] a développé et réalisé un résonateur en quartz de taille centimétrique pour le projet ARQOMM (Atteindre le Régime Quantique d'un Oscillateur Macroscopique Mécanique). Ce

résonateur a présenté des performances particulièrement intéressantes pour des applications temps-fréquence : son facteur de qualité ou coefficient de surtension  $Q$  a atteint une valeur de  $2 \times 10^6$  pour une fréquence de 4 MHz soit un produit  $Q \times f$  proche de  $10^{13} \text{ Hz}$  et proche de la limite théorique dans le régime de pertes d'Akhiezer.

### 2.1.1 Principe de fonctionnement

Le résonateur constituant notre point de départ, dénommé ARQOMM 3D dans la suite de mémoire, consiste en un pilier en extension-compression, d'un anneau et d'une membrane. En raison de l'effet de Poisson, la vibration d'extension-compression de la poutre induit une déformation latérale sur le pilier en son centre comme présenté sur la Figure 31. Il n'est donc pas possible d'avoir simultanément des nœuds de déplacement et d'énergie vibratoire au sein de la structure vibrante. Pour éviter le transfert d'énergie vibrante vers les supports, l'ARQOMM 3D présente une structure intermédiaire, l'anneau, et permet de compenser la déformation et de minimiser les déplacements dans la membrane extérieure servant d'ancrage [85]. L'énergie acoustique est ainsi confinée au mieux dans la structure vibrante assurant de la sorte un grand facteur de qualité.

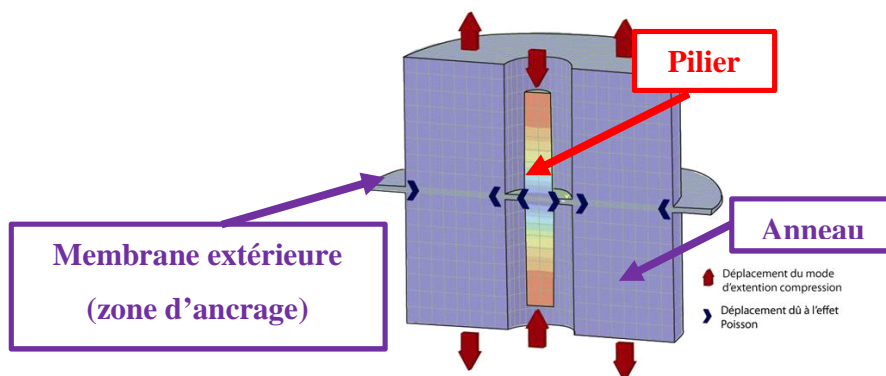
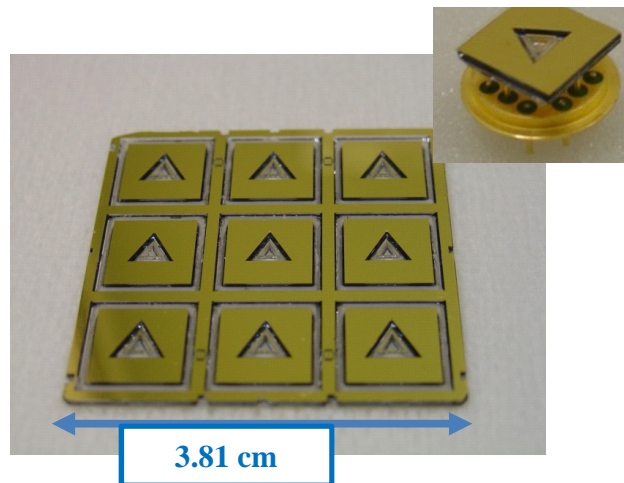


Figure 31 Concept de l'ARQOMM 3D, un pilier vibre en mode d'extension compression créant un déplacement latéral qui est compensé au niveau de l'ancrage par un mouvement de flexion de l'anneau.

### 2.1.2 Caractérisations et performances

Afin de réduire les pertes viscoélastiques dues à la présence d'électrodes en or, l'ARQOMM 3Da été conçu sans électrodes. L'excitation et la détection requièrent un système complexe et encombrant : l'excitation est faite via une plaque piézoélectrique, la détection est réalisée à l'aide d'un dispositif optique utilisant l'interféromètre de Michelson et un laser Nd :YAG à 1064 nm [86]. La mesure du facteur de qualité est réalisée par la méthode du décrétement logarithmique (« ring-down » en

anglais) : l'excitation est subitement coupée et la décroissance caractéristique du résonateur est enregistrée via une photodiode. L'amplitude de déplacement du pilier est enregistrée et la mesure laisse apparaître une décroissance suivant une loi du type  $e^{(-\frac{t}{\tau})}$  avec  $\tau$  relié au facteur de qualité. Des facteurs de qualité atteignant  $2 \times 10^6$  à 4 MHz ont pu être mesurés ce qui est tout à fait comparables aux facteurs de qualité des meilleurs résonateurs en quartz pour les applications de haute stabilité. Le produit  $Q \times f$  avoisine  $10^{13}$  Hz, valeur proche des limites théoriques dans le régime d'Akhiezer. Le résonateur ARQOMM 3D permettrait d'atteindre des performances (bruit de phase proche de la porteuse, plateau de la variance d'Allan) voisines de l'état de l'art des résonateurs en quartz de type BVA tout en étant fabriqué de manière collective et par un procédé relativement simple : une seule étape de gravure chimique par voie humide est requise pour la réalisation des résonateurs. La Figure 32 montre un exemple de réalisation : neuf résonateurs ARQOMM 3D usinés sur une wafer carré de quartz de 500  $\mu\text{m}$  d'épais et 1,5'' (1''=1 pouce=2.54 cm) en coupe Z.



**Figure 32 Exemple de résonateurs ARQOMM usinés par voie chimique sur un wafer de 1.5 pouces (3.81 cm), en encart un résonateur monté sur une embase.**

Le résonateur ARQOMM 3D pourrait donc être envisagé comme un candidat potentiel pour remplacer les coûteuses pastilles de quartz habituellement utilisées pour les références de temps et de fréquence. Toutefois le résonateur ARQOMM 3D présente des inconvénients majeurs :

- L'excitation se fait via une plaque piézoélectrique. Il est en effet très complexe, voire impossible d'exciter le résonateur avec des électrodes. Cela se comprend lorsque nous écrivons la relation constitutive de la piézoélectricité mettant en jeu les déformations induites par l'application de champs électriques en l'absence de contraintes.

$$S = d^t E \quad (40)$$

où les  $d_{ij}^t$  sont les constantes piézoélectriques. Dans le cas du quartz en coupe Z, en présence d'un champ électrique  $\vec{E} = E_x \vec{e}_x + E_y \vec{e}_y + E_z \vec{e}_z$  les déformations s'écrivent :

$$S_1 = d_{11}E_x; S_2 = -d_{11}E_x; S_3 = 0; S_4 = d_{14}E_x; S_5 = -d_{14}E_y; S_6 = d_{11}E_y \quad (41)$$

La déformation correspondant au mode d'extension compression suivant l'axe Z (c.-à-d.  $S_3$ ), n'est pas excitable par le champ électrique résultant de l'application d'un potentiel sur un réseau d'électrodes.

- La détection du signal se fait via un laser et une méthode ring down tout à fait incompatible avec la miniaturisation de l'oscillateur,
- Du fait du moyen de gravure choisi, la gravure chimique par voie humide et de sa très forte anisotropie [87] le choix de la coupe de cristal est limité,
- L'encombrement du résonateur est non négligeable et du même ordre de grandeur que celui des résonateurs en cisaillement d'épaisseur habituellement utilisé.

L'ARQOMM 3D possède un potentiel indéniable en vue de réaliser collectivement des résonateurs à très hauts facteurs de qualité résonant à des fréquences de l'ordre du MHz. Comme vu au chapitre I, les résonateurs à très forts facteurs de qualité possèdent un attrait important pour les applications d'oscillateurs stables. En effet un grand facteur de qualité contribue à :

- Un bruit de phase proche de la porteuse faible,
- Un plateau de la variance d'Allan bas,
- Une réduction des effets de bruit de l'environnement dans l'électronique d'entretien.

Nous rappelons qu'un grand facteur de qualité n'est pas une condition suffisante pour évaluer la pertinence d'un résonateur en vue des applications en oscillateur. Le produit  $Q \times f$  est également à considérer, ainsi que la valeur de la résistance motionnelle, la sensibilité à l'environnement (température, pression) et le vieillissement du dispositif.

## 2.2 Facteur de qualité

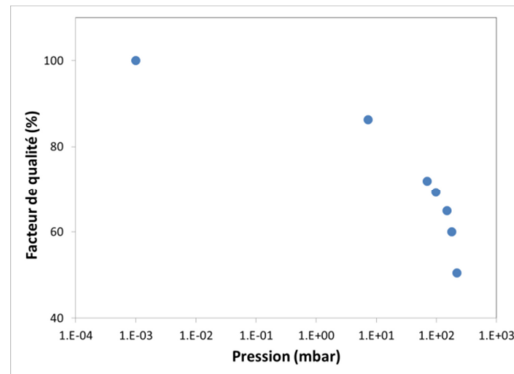
Le facteur de qualité  $Q_{tot}$  a été défini dans le chapitre I comme le rapport de l'énergie stockée sur l'énergie dissipée à chaque cycle. Les mécanismes de pertes d'énergie sont de différentes natures. Une manière pratique de représenter les différentes sources de perte d'énergie est d'écrire l'énergie dissipée totale comme une somme de contributions indépendantes (c.-à-d. les mécanismes de pertes ne sont pas couplés) d'énergies  $E_{dissipée-i}$ , aboutissant à l'écriture bien connue faisant apparaître la somme des inverses des facteurs de qualité.



$$\frac{1}{Q_{tot}} = \frac{1}{2\pi} \frac{E_{dissipée}}{E_{stockée}} = \frac{1}{2\pi E_{stockée}} * \sum E_{dissipée-i} = \sum \frac{1}{Q_i} \quad (42)$$

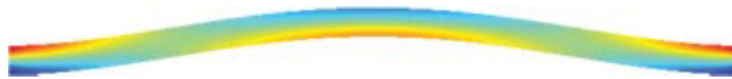
Cette écriture est analogue à celle des résistances en parallèle en électronique : le facteur de qualité total sera limité par le plus petit facteur de qualité des différentes contributions. Nous nous efforçons de les exposer succinctement ici, sachant qu'une étude plus complète pourra être trouvée dans la référence [88].

- $Q_{air}$  : les résonateurs de type MEMS sont des dispositifs de faibles dimensions et présentent généralement des rapports surface sur volume importants. Les molécules du gaz environnant (l'air le plus souvent) interagissent avec les éléments vibrants du résonateur : ce dernier fournit de l'énergie au gaz ambiant, ce qui se traduit par une perte d'énergie. Nous illustrons ce phénomène par la Figure 33 où la variation du facteur de qualité relatif au plus haut facteur de qualité mesuré (à la plus basse pression de 0,001 mbar) en fonction de la remontée en pression a été mesurée sur une cellule étudiée au cours de la thèse (résonateur de type poutre en extension-compression). Nous distinguons deux régimes : le premier entre 1 bar et 10 mbar pour lequel le facteur de qualité est fortement dépendant de la pression, le second entre 0,001 et 10 mbar pour lequel un plateau est quasiment atteint : un vide plus poussé n'améliore que peu le facteur de qualité puisque les échanges d'énergie avec le gaz raréfié tendent vers zéro. Ces régimes sont dépendants de la fréquence de résonance, de la géométrie et du mode de vibration du résonateur. Une solution efficace consiste à placer le résonateur dans un boîtier puis de l'enfermer sous vide. Cette solution n'est efficace que si le boîtier est capable de tenir le vide et ne fuit pas.



**Figure 33** Mesure du facteur de qualité relatif en fonction de la remontée de pression pour un résonateur de type poutre en extension-compression vibrant à 3 MHz étudié au cours de cette thèse.

- $Q_{TED}$  : les pertes thermoélastiques limitent les performances des résonateurs de type poutres en flexion. Au cours d'un mouvement de flexion, une partie de la poutre est en compression et l'autre en extension. La compression de la poutre mène à un échauffement local tandis que l'extension mène à un refroidissement local : un gradient de température apparaît du fait de ce gradient de déformation. Le gradient de température s'accompagne d'un flux de chaleur (loi de Fourier) qui dissipe par diffusion de l'énergie sous forme de chaleur et de manière irréversible.



**Figure 34** Déformée d'une poutre en flexion faisant apparaître les zones de compression chaudes en rouge et les zones en extension froides en bleu, tiré de [88].

D'après Zener [89], le facteur de qualité associé à ces pertes à une température  $T_0$  dans le cas d'une poutre peut être estimé par la quantité:

$$Q_{TED} = \left( \frac{c\rho}{E\alpha^2 T_0} \right) \frac{1 + (\omega\tau)^2}{\omega\tau} \quad \text{où } \tau = \left( \frac{b}{\pi} \right)^2 \left( \frac{c\rho}{k} \right) \quad (43)$$

Avec,  $c$ ,  $E$ ,  $\rho$ ,  $\alpha$ ,  $k$ , respectivement la capacité calorifique volumique, le module d'Young, la densité, le coefficient d'expansion thermique et la conductivité thermique du matériau ;  $\tau$  est une approximation de la période du transfert thermique et dépend de  $b$  la largeur vibrante de la poutre. Nous remarquons que deux régimes existent quand nous traçons  $Q_{TED}$  en fonction de  $\tau$  (ou  $b$ ): i) quand  $\omega\tau \ll 1$  l'équilibre thermique est atteint pendant chaque période de mouvement mécanique, le régime est isotherme est  $Q_{TED}$  varie en  $\omega\tau^{-1}$ , ii) pour  $\omega\tau \gg 1$

l'équilibre thermique n'est jamais atteint et le régime est adiabatique  $Q_{TED}$  varie en  $\omega\tau$ . Les pertes sont maximales ( $Q_{TED}$  minimal) quand  $\omega\tau \approx 1$ . Un modèle plus précis a été développé par Lifschitz et Roukes [90] prenant en compte la déformation due à l'expansion thermique, étendant ainsi le modèle unidimensionnel de Zener.

- $Q_{AKE}$  : Les pertes par effet Akhiezer [91], ou plutôt les pertes par interactions de phonons, qui quantifient les vibrations du cristal dans le régime d'Akhiezer sont une extension des pertes thermoélastiques. Dans le cas où la déformation est uniforme, une poutre en extension-compression, il n'y a pas de gradient thermique et les pertes thermoélastiques sont faibles. Cependant, au cours de l'extension, la longueur d'onde des phonons augmente avec l'augmentation de la maille du cristal et induit une réduction des fréquences des modes phonons ainsi que de l'énergie des modes (par rapport à la position d'équilibre). Le même raisonnement est appliqué pendant la phase de compression : la maille diminue impliquant une augmentation de la fréquence et de l'énergie. Les fréquences des modes propres des phonons sont donc modulées par la déformation plaçant le système hors équilibre thermodynamique à chaque étape successive d'extension ou de compression. Le retour à l'équilibre thermodynamique s'effectue à chaque fois par relaxation non-élastique de phonons accompagnée par une perte d'énergie. L'expression des pertes Akhiezer est donnée par l'expression (44) [92] :

$$Q_{AKE} = \frac{\rho c^4}{2\pi\gamma^2 k T f} \quad (44)$$

Avec  $\rho$ ,  $c$ ,  $k$ ,  $T$ ,  $f$  respectivement la densité du matériau cristallin, la vitesse du acoustique,  $k$  la conductivité thermique du matériau,  $T$  la température et  $f$  la fréquence de la vibration. Le paramètre  $\gamma$  est appelé paramètre de Grüneisen et quantifie le couplage entre la déformation et les phonons thermiques. Nous pouvons faire plusieurs commentaires sur cette expression : i) pour un matériau donné dans le régime d'Akhiezer le produit  $Q \times f$  est majoré par des paramètres intrinsèques au matériau et vaut par exemple  $3,2 \times 10^{13} \text{ Hz}$  dans le cas du quartz, ii) l'expression n'est valable que dans le régime d'Akhiezer, c.-à-d. lorsque la durée de retour à l'équilibre thermodynamique est bien plus faible que la période de la vibration mécanique ce qui est vrai pour des fréquences  $< 10 \text{ GHz}$  et pour des températures pas « trop » basses. Pour des températures inférieures à  $10 \text{ K}$  le temps de vie des phonons augmente et le facteur de qualité  $Q$  ne dépend plus de la fréquence de vibration, c'est le régime de Landau-Rumer, des

facteurs de qualité supérieurs à  $10^9$  ont ainsi pu être mesurés sur des BVA vibrant à 5 MHz à 4 K [93].

- $Q_{encastrement}$  : le facteur de qualité à l'encastrement correspond à l'énergie perdue dans le support du résonateur. La structure vibrante est tenue par des attaches à un cadre ou à un support : cela peut être par exemple les connecteurs d'une embase, un point de colle au niveau de l'embase, ou un substrat sous-jacent dans le cas des wafers de type SOI. Lorsque le résonateur vibre, des forces peuvent s'exercer au niveau de ces attaches et si le déplacement n'est pas nul en ce point, une perte d'énergie apparaît. L'un des moyens les plus efficaces pour réduire ces pertes est de concevoir judicieusement la position de ces attaches et de les faire correspondre à des nœuds de vibration où le déplacement est minimisé. Un des intérêts majeurs de la conception des résonateurs par simulation utilisant la méthode des éléments finis (MEF) est de pouvoir judicieusement placer les zones d'ancrage, de modifier la structure et la géométrie du résonateur pour minimiser les fuites d'énergie vers le support, autrement dit de maximiser l'énergie dans la structure vibrante.
- $Q_{surface}$  : la miniaturisation des dispositifs conduit à une augmentation du rapport surface sur volume. Les effets de surface (défauts, contaminations), qui pouvaient être au préalable masqués par le volume, ne peuvent plus être négligés. Dans [94] et [95], des poutres en silicium vibrant en flexion présentant différentes épaisseurs (épaisseur désigne ici l'épaisseur géométrique et non l'épaisseur vibrante) ont été caractérisées et une dépendance linéaire entre le facteur de qualité mesuré et l'épaisseur a été obtenue. Des améliorations significatives du facteur de qualité (gain d'un facteur  $>3$ ) sont également mentionnées par traitement thermique (recuit pour désorber la couche d'oxyde natif ou les contaminants).
- $Q_{viscoélastique}$  : dans le cas des résonateurs piézoélectriques, des électrodes sont généralement déposées directement sur le cristal pour réaliser l'excitation et la détection. Cette couche de métal est visqueuse et conduit à la dissipation d'énergie au niveau de l'interface cristal/métal. Ce phénomène a été observé dans le cas de poutres en flexion en dioxyde de silicium [96] ou en  $\text{GaPO}_4$  [97]

Une conception pertinente de résonateur tend à minimiser les contributions à la perte d'énergie. Dans le cas de l'AQOMMM 3D, la conception et la précision de réalisation assurent un fort  $Q_{encastrement}$ , la mise sous vide réduit considérablement les pertes par frottement avec les molécules du gaz ambiant, le

rapport surface vibrante sur volume est faible, réduisant les pertes dues à la contamination de surface. L'absence d'électrodes sur le cristal assure qu'aucune énergie n'est dissipée par viscoélasticité. Le mode de vibration, l'extension-compression, n'introduit pas de gradient de déformation et assure donc peu de pertes thermoélastiques. Finalement, le mécanisme prépondérant est constitué par les pertes par diffusion des phonons dans le régime d'Akhiezer ce qui explique les facteurs de qualité très élevés obtenus.

### 2.3 Résonateur ARQOMM 2D mode fondamental

Pour contourner les problèmes majeurs que sont l'excitation-détection et l'encombrement de l'ARQOMM 3D, deux versions modifiées ont été présentées en 2013 [98] et seront nommées ARQOMM 2D dans la suite du manuscrit. La Figure 35 montre les déplacements des deux structures de résonateurs ARQOMM 2D obtenus par simulations modales utilisant la méthode des éléments finis. Les géométries sont modélisées à l'aide de l'interface graphique SAMCEF Field et les calculs sont résolus à l'aide du solveur OOFELIE Multiphysics. Les deux résonateurs ont pour points communs, i) la présence d'une poutre centrale vibrant en extension-compression de longueur, ii) la présence d'un moyen de découplage entre d'une part, la poutre centrale et d'autre part, le cadre et les attaches. La manière d'effectuer ce découplage constitue la différence entre les deux types de résonateur. Le résonateur de type 2 a été breveté par l'ONERA en 2013 [99]. J'ai travaillé à parfaire l'analyse des résonateurs ARQOMM 2D et à poursuivre leur développement.

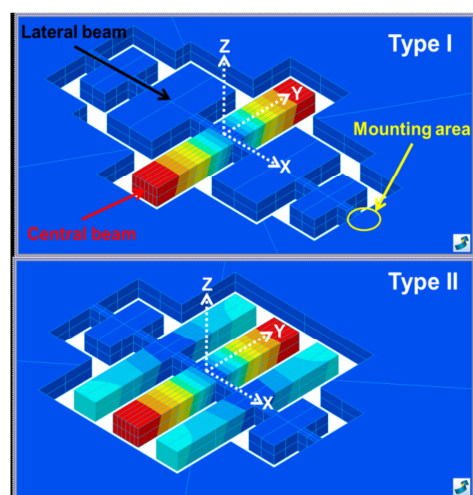


Figure 35 Simulations par éléments finis du déplacement des résonateurs inspirés de l'ARQOMM 3D, mode fondamental, haut : type I, bas : type II. La couleur rouge correspond au maximum de l'amplitude de déplacement tandis que le bleu correspond au minimum.

La relation générale entre la fréquence de résonance  $f$  d'une poutre encastree libre vibrant en extension-compression de longueur et les dimensions géométriques et paramètres matériaux est la suivante :

$$f_n = \frac{n}{2L} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (45)$$

Avec  $L$  la longueur de la poutre dans la direction concernée,  $E$  le module d'Young suivant la direction de déplacement,  $\rho$  la densité du matériau et  $n$  le numéro du mode. Dans le cas d'une poutre de quartz de longueur  $L$  en **mm** vibrant selon l'axe cristallin Y, cette relation s'écrit pour le mode fondamental ( $n=1$ ):

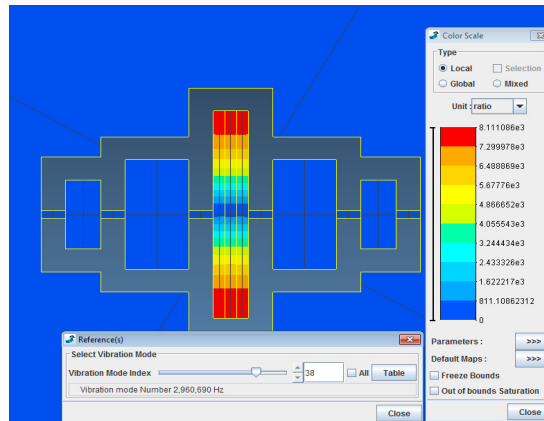
$$f = \frac{1}{2L} \sqrt{\frac{1}{\rho s_{22}}} = \frac{1}{2L} \sqrt{\frac{1}{1.2778810 * 10^{-11} * 2.648}} = \frac{5.436}{2L} \text{ MHz} \quad (46)$$

Avec  $E_y = \frac{1}{s_{22}}$  où est  $s_{22}$  le coefficient de souplesse de l'axe Y. Nous notons que cette relation est fonction des paramètres environnementaux, en particulier de la température : les valeurs numériques données ici sont valides pour une température de 25°C.

Nous supposons que l'ARQOMM 2D se comporte comme une double poutre encastree-libre. L'équation de la fréquence pour le mode d'ordre  $n$  s'écrit alors :

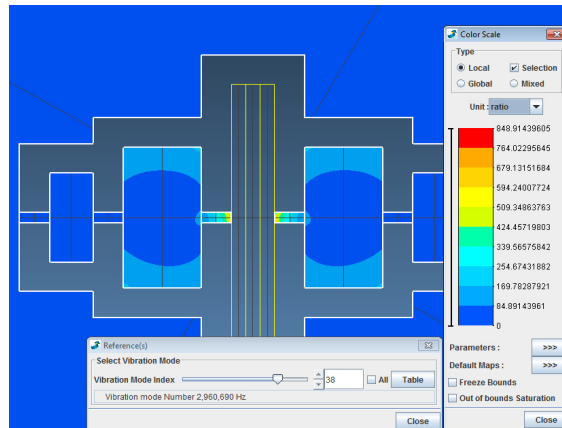
$$f_n = n \frac{2.718}{L} \text{ MHz} \quad (47)$$

Une justification de cette approximation sera présentée par la suite à l'aide de simulations éléments finis. La symétrie de la structure de l'ARQOMM 2D fait apparaître un point de déplacement minimal au centre de la poutre réalisant un nœud de vibration, comme illustré sur la Figure 36 représentant une simulation des amplitudes de déplacement de l'ARQOMM 2D de type I obtenues à l'aide de la méthode des éléments finis. Ce nœud de vibration ne se trouve au centre de la poutre que pour des modes impairs ( $n=1,3,5,\dots$ ), les modes pairs sont inefficaces pour confiner l'énergie acoustique, le déplacement étant maximum au centre de la poutre.



**Figure 36 Amplitude de déplacement relative simulée par la méthode des éléments finis de l'ARQOMM 2D de type I à sa fréquence de résonance vibrant à 2.96 MHz. Les zones rouges correspondent au maximum de l'amplitude de déplacement, les zones bleues au minimum.**

Toutefois, en effectuant un zoom sur l'échelle des déplacements, nous remarquons que le déplacement selon l'axe Y induit un déplacement suivant l'axe X comme illustré sur la Figure 37. Ce déplacement latéral est la traduction du coefficient de Poisson. Le nœud implémenté par un ancrage direct de la poutre dans cette région serait donc loin d'être idéal, ce qui conduirait à une perte importante d'énergie dans l'encastrement, et donc à une réduction drastique du facteur de qualité. L'idée du résonateur ARQOMM est de rajouter des étages pour réduire les déplacements indésirables dans les zones où se situeraient les ancrages. La nécessité d'optimiser la forme des zones d'ancrage est caractéristique des micro-résonateurs monolithiques car la zone d'ancrage ne peut jamais être parfaitement rigide par rapport à la zone dite vibrante et, même si l'ancrage parvient à imposer un déplacement macroscopique très petit, l'énergie de déformation n'y est pas nulle. La zone d'ancrage se comporte alors comme une source rayonnant de l'énergie dans la structure de maintien extérieure. L'idéalisation des conditions aux limites que nous sommes contraints d'imposer en pratique au modèle éléments finis et les limitations d'espace mémoire peuvent induire des erreurs dans la détermination du  $Q_{encastrement}$ , qui requiert donc des compétences et des ressources informatiques.



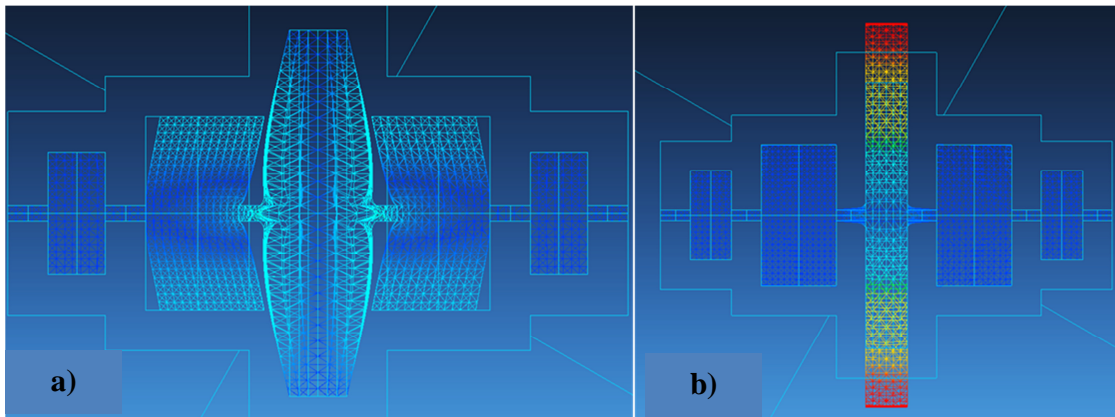
**Figure 37 Amplitude de déplacement relative simulée par la méthode des éléments finis de l'ARQOMM 2D de type I à sa fréquence de résonance vibrant à 2,96 MHz. Les zones rouges correspondent au maximum de l'amplitude de déplacement, les zones bleues au minimum. La poutre centrale n'a pas été sélectionnée afin de réaliser un zoom sur les zones adjacentes au centre de la poutre.**

Au centre de la poutre, le déplacement relatif n'est qu'environ 10 fois inférieur au déplacement maximal en bout de poutre illustrant la nécessité d'un système de découplage.

### 2.3.1 Résonateur de type I

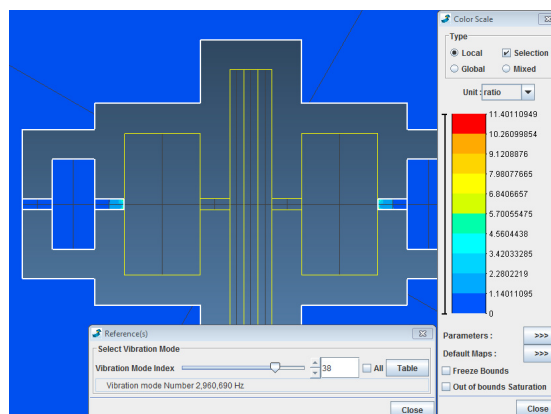
Les volumes latéraux du résonateur de type I agissent comme l'anneau de découplage de l'ARQOMM 3D : une distribution non-uniforme de déplacement X y apparaît, assimilable à un mode de flexion présentant certainement une composante de cisaillement compte tenu du fait que le volume concerné n'est pas élancé. La Figure 38a) représente la déformation du maillage obtenue en retenant uniquement la composante X du déplacement. Nous observons sur la Figure 38b), obtenue en retenant uniquement la composante Y dans la représentation du maillage déformé, que les volumes d'équilibrage ne sont le siège d'aucun déplacement significatif suivant cette direction.





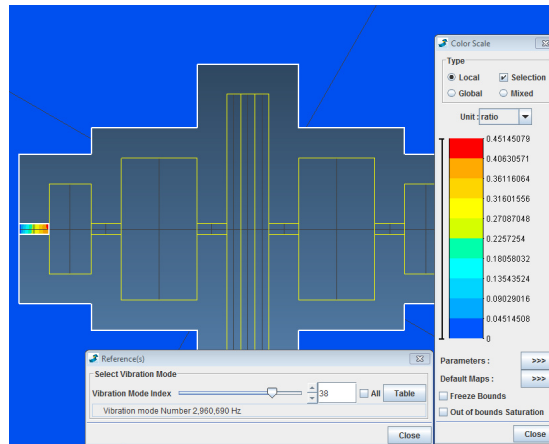
**Figure 38** Amplitudes de déplacement de l'ARQOMM 2D de type I a) selon la composante X en phase de compression de la poutre, b) selon la composante Y en phase d'extension de la poutre. Nous noterons que les deux images ne correspondent pas à la même phase de la vibration mais sont proches de l'opposition de phase.

Ce premier étage de découplage permet une réduction du déplacement : d'un facteur presque 1000 par rapport au déplacement maximal en bout de poutre comme représenté sur la Figure 39.



**Figure 39** Amplitude de déplacement de l'ARQOMM 2D de type I. Ni la poutre centrale ni les piliers latéraux n'ont été sélectionnés afin de réaliser un zoom sur les zones adjacentes aux piliers latéraux.

Avec le second étage de découplage ce déplacement relatif est encore diminué d'un facteur 20.



**Figure 40** Amplitude de déplacement de l'ARQOMM 2D de type I. Ni la poutre centrale ni les piliers latéraux ni le seconde étage de découplage n'ont été sélectionnés afin de réaliser un zoom sur les zones adjacentes au second étage.

Kawashima *et al.* [78] ont présenté un résonateur en quartz vibrant en extension de longueur autour du MHz possédant un étage de découplage proche de celui de l'ARQOMM 2D de type I antérieur ainsi l'invention. L'équipe propose dans les différents articles une méthode de résolution appliquée à ce résonateur mais également à un autre résonateur en extension-compression de largeur [100] afin d'obtenir une équation paramétrique de la fréquence de résonance. Le Lagrangien est écrit pour le système constitué de la poutre centrale et de la structure de découplage en vue d'appliquer le théorème variationnel. Les déplacements sont écrits à l'aide des équations constitutives, une fois simplifiées par considération du matériau employé et de la géométrie. L'énergie cinétique de la poutre, l'énergie potentielle mécanique et le travail des pavés latéraux du cadre de découplage sont écrits à partir des déplacements avec prise en compte des conditions aux limites. Après application du théorème variationnel, une équation de déplacement est obtenue, puis résolue pour obtenir l'équation paramétrique de la fréquence incluant le déplacement latéral de la poutre. Pour obtenir une solution analytique exacte, des hypothèses comme l'absence de cisaillement dans la poutre et dans les piliers latéraux doivent être supposées. La première condition est certainement vérifiée du fait de l'élanement de la poutre centrale qui nous place dans les hypothèses de Bernoulli, la seconde n'est probablement pas vérifiée du fait de la largeur importante des piliers latéraux.

Pour donner une idée de l'influence des paramètres géométriques sur la fréquence de résonance du résonateur ARQOMM 2D de type I, j'ai réalisé des simulations par éléments finis permettant d'estimer l'influence de l'évolution des paramètres géométriques sur la fréquence de résonance : c'est une étude paramétrique.

### 2.3.1.1 Influence de la longueur de la poutre sur la fréquence de résonance

Plusieurs homothéties de résonateurs sont conçues par simulations par éléments finis. La Figure 41 présente une vue de dessus du résonateur ARQOMM 2D avec les noms des grandeurs que nous utiliserons par la suite dans le document. La longueur de la poutre centrale  $L$  vaut  $L = bh + 2 \times b1c$

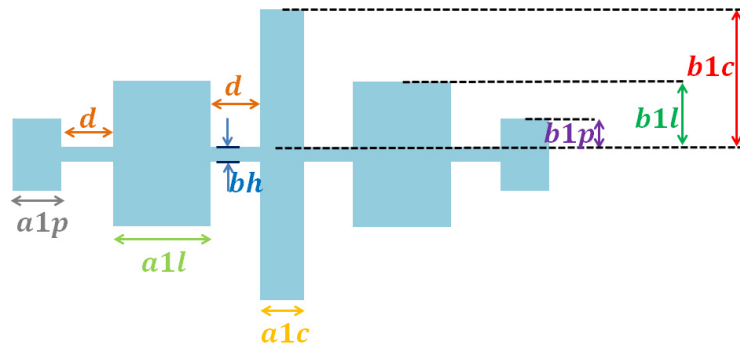


Figure 41 Dessin de l'ARQOMM 2D de type I avec les noms des cotes.

Une face de cadre extérieur est clampée pour assurer le maintien mécanique. Nous cherchons la valeur de fréquence de résonance en fonction des variations des paramètres, la résolution s'effectue donc via une analyse modale. La Figure 42 montre le maillage : les zones proches de l'encastrement sont maillées finement car c'est à ce niveau que s'opèrent les pertes d'énergie de déformation.

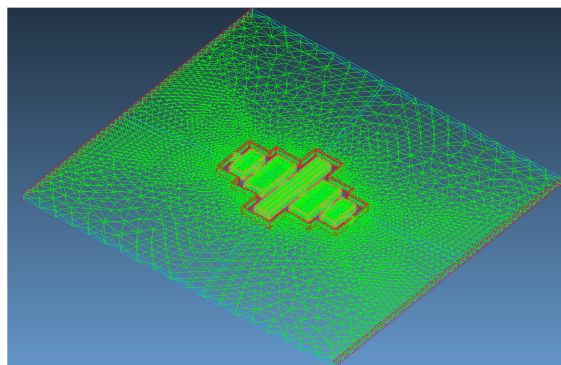
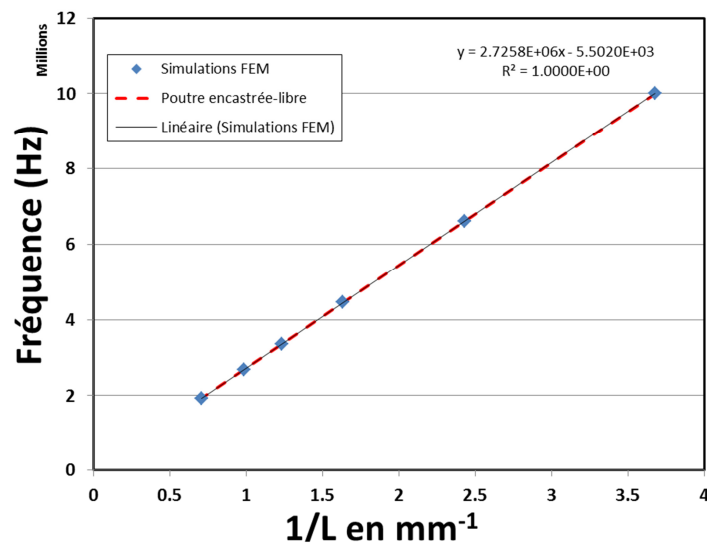


Figure 42 Maillage par simulation éléments finis de la structure ARQOMM 2D de type I.

Les fréquences de résonance simulées sont tracées sur le graphique présenté en Figure 43 en fonction de l'inverse de la longueur de la poutre centrale  $\frac{1}{L}$ , les points s'alignent sur une droite de coefficient directeur 2,7258 MHz.mm quasi confondue avec le modèle analytique de la poutre simple représenté également sur le graphique. La différence relative de fréquence est maximale pour les hautes fréquences (longueur de poutre minimale), ici 10 MHz, et vaut moins de 0.3%. Nous pouvons donc

conclure que vis-à-vis de la longueur de la poutre, le modèle de la poutre est suffisant pour décrire la variation de de fréquence de l'ARQOMM 2D de type I avec la longueur de la poutre centrale. Nous pouvons cependant noter que la fréquence de l'ARQOMM est très légèrement supérieure à la fréquence de la poutre équivalente du fait de la rigidification de la poutre centrale par le système de découplage. Cette observation rejoint la conclusion du travail de Kawashima obtenue à l'aide d'un modèle semi-analytique.



**Figure 43** Variation de la fréquence de résonance en Hz en fonction de l'inverse de la longueur centrale en  $\text{mm}^{-1}$  pour les résonateurs ARQOMM 2D de type I, les losanges bleus correspondent aux points de simulations, la courbe de tendance linéaire associée est en noir continu, la droite en pointillés rouges correspond à la courbe du modèle analytique de la poutre élancée encastrée-libre.

### 2.3.1.2 Influence des autres cotes sur la fréquence de résonance

Pour estimer l'influence des autres cotes sur la fréquence de résonance du mode d'intérêt de la structure ARQOMM 2D de type I, nous réalisons par simulation une structure vibrante autour de 10 MHz puis nous nous décalons de ce point de fonctionnement de quelques dizaines de microns pour les cotes **a1c**, **b1l**, **d** et **a1l**. Les coefficients directeurs des linéarisations des graphes de fréquence de résonance simulée en fonction des variations de cote sont consignés dans la Table 7. Ces coefficients représentent la variation de fréquence pour une variation de  $1 \mu\text{m}$  de la valeur de la cote autour du point de fonctionnement.

**Table 7 Variation absolue en Hz de la fréquence de résonance pour une variation de cote de 1  $\mu\text{m}$ .**

Nom de la cote	Variation linéarisée de fréquence en Hz pour une variation de cote de 1 $\mu\text{m}$
<i>alc</i>	-592
<i>bll</i>	-285
<i>all</i>	29
<i>d</i>	-184

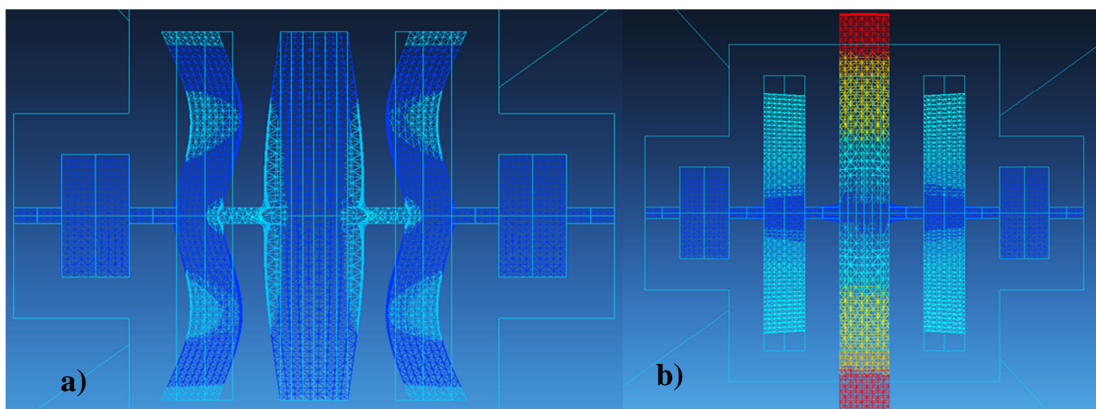
Pour la longueur L de la poutre, cette variation est calculée à partir du nombre dérivé :

$$\frac{\Delta f}{\Delta L} = -\frac{2.7258}{L^2} = -\frac{2.7258}{0.272^2} = -36,7 \text{ kHz}/\mu\text{m}$$

Cette valeur est bien plus grande que celles relatives aux autres cotes. La longueur de la poutre est donc la dimension primordiale à considérer pour le calcul de la fréquence de résonance de l'ARQOMM 2D de type I.

### 2.3.2 Résonateur de type II

La conception de découplage du résonateur de type 2 est protégé par un brevet de 2013 [99]. Pour son découplage, il compte également deux piliers latéraux. Plus fins que dans le cas du type 1, ils sont de même longueur que la poutre centrale. Le mouvement de découplage se compose de la combinaison d'un déplacement en flexion selon l'axe X et d'un mouvement d'extension-compression suivant l'axe Y, comme illustré sur la Figure 44 où sont représentés les déplacements amplifiés du résonateur suivant les axes principaux.



**Figure 44 Amplitudes de déplacement de l'ARQOMM 2D de type II a) selon la composante X en phase de compression de la poutre, les piliers latéraux sont en mouvement de flexion, b) selon la composante Y en phase d'extension de la poutre. Nous noterons que les deux images ne correspondent pas à la même phase de la vibration mais sont proches de l'opposition de phase.**

L'amplitude de déplacement est ainsi réduite d'un facteur 1500 au niveau des zones d'encastrement par rapport au maximum d'amplitude en bout de poutre centrale comme l'illustrent les Figure 45 et Figure 46 où sont représentées respectivement les amplitudes de déplacement obtenues par simulations de la structure complète et après un gros plan sur les zones d'ancrage.

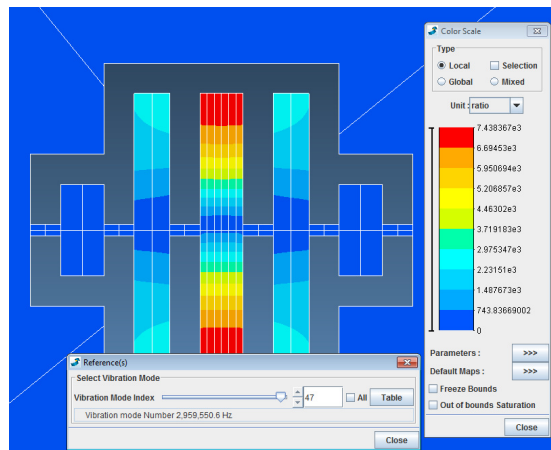


Figure 45 Amplitude de déplacement de l'ARQOMM 2D de type II pendant la phase d'extension du pilier central.

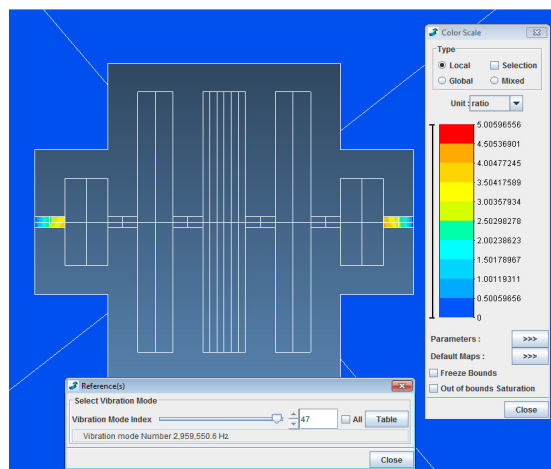


Figure 46 Amplitude de déplacement de l'ARQOMM 2D de type II. Ni la poutre centrale ni les piliers latéraux ni le second étage de découplage n'ont été sélectionnés afin de réaliser un zoom sur les zones adjacentes au cadre découplage et la zone d'ancrage.

Du fait de sa structure présentant trois poutres de même longueur, le résonateur possède des modes de fréquences voisines, modes présentant une dominante proche d'extension-compression de longueur. Ces modes sont représentés sur les Figure 48 et Figure 49. Le mode d'intérêt est également représenté sur la Figure 47. Les trois modes sont présentés en géométrie déformée pour mieux rendre compte des modes de vibration et de leurs différences.

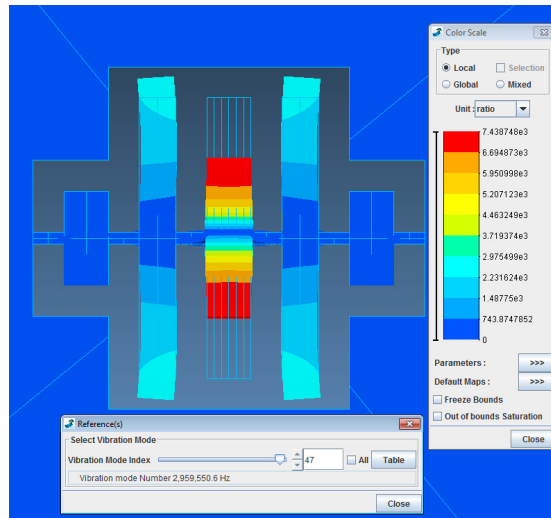


Figure 47 Déformée amplifiée du déplacement du mode d'intérêt du résonateur ARQOMM 2D de type II.

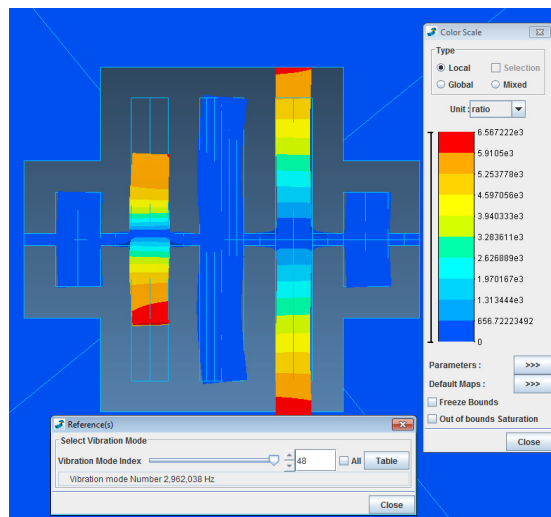
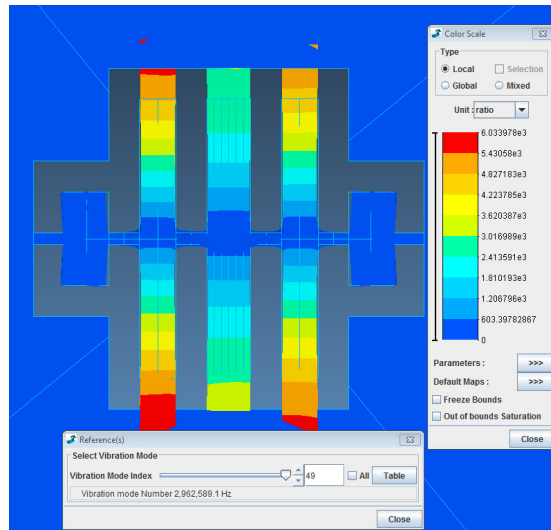


Figure 48 Déformée amplifiée du déplacement du mode suivant le mode d'intérêt du résonateur ARQOMM 2D de type II. Les piliers latéraux vibrent en opposition de phase en extension-compression, La poutre et les piliers vibrent en phase en mouvement de flexion.

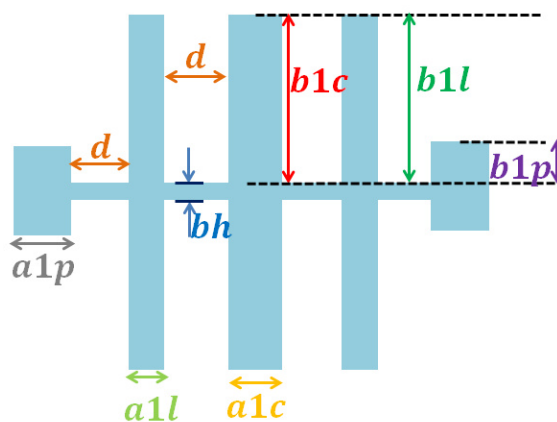


**Figure 49 Déformée amplifiée du déplacement du mode sur suivant le mode d'intérêt du résonateur ARQOMM 2D de type II. Les trois poutres vibrent en opposition en phase en extension compression.**

Les fréquences de ces modes de vibration sont voisines de celle du mode de vibration d'intérêt principal : pour un mode d'intérêt vibrant à 2,959 MHz, le premier mode indésirable est à moins de 2.5 kHz et le second à moins de 3 kHz. Ces modes indésirables peuvent éventuellement interférer – se coupler – avec le mode d'intérêt, une partie de l'énergie apportée par l'électronique d'entretien de l'oscillateur sera alors consommée dans ces modes indésirables, dégradant les performances.

### 2.3.2.1 Influence des cotes sur la fréquence de résonance

Nous menons la même étude que dans cas de l'ARQOMM 2D de type I, la Figure 51 présente les noms des dimensions du résonateur de type II.



**Figure 50 Dessin de l'ARQOMM 2D de type II avec les noms des cotes**



Comme dans le cas précédent de l'ARQOMM 2D de type I, nous simulons le comportement modal de la structure. Dans un premier temps, nous avons effectué des homothéties de la structure et nous relevons la fréquence de résonance du mode d'intérêt. Nous avons ainsi observé que le comportement de l'ARQOMM 2D de type II est globalement assimilable au comportement d'une poutre élancée comme illustré sur la Figure 51, où les points de simulations, la courbe de tendance et la courbe de la poutre élancée sont confondus. Le coefficient directeur de la courbe de tendance est naturellement proche de celui de l'ARQOMM de type 1 et vaut 2,7247 MHz.mm.

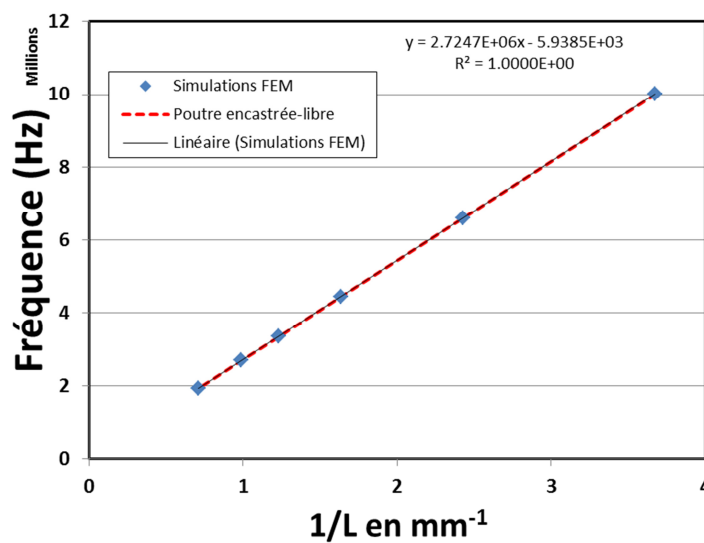


Figure 51 Variation de la fréquence de résonance en Hz en fonction de l'inverse de la longueur centrale en mm<sup>-1</sup> pour les résonateurs ARQOMM de type II, les losanges bleus correspondent aux points de simulations, la courbe de tendance linéaire associée est en noir continu et la droite en pointillés rouges correspond au modèle analytique de la poutre élancée encastree libre.

Table 8 Variation absolue en Hz de la fréquence de résonance pour une variation de cote de 1 μm type 2

Nom de la cote	Variation linéarisée de fréquence en Hz pour une variation de cote de 1 μm
<i>a1c</i>	-576
<i>b1l</i>	-166
<i>a1l</i>	-22

La variation d'1 μm de la longueur L de la poutre vibrant à 10 MHz se traduit par une variation de fréquence de -36.8 kHz.

$$\frac{\Delta f}{\Delta L} = -\frac{2.7247}{0.272^2} = -36,8 \text{ kHz}/\mu\text{m}$$

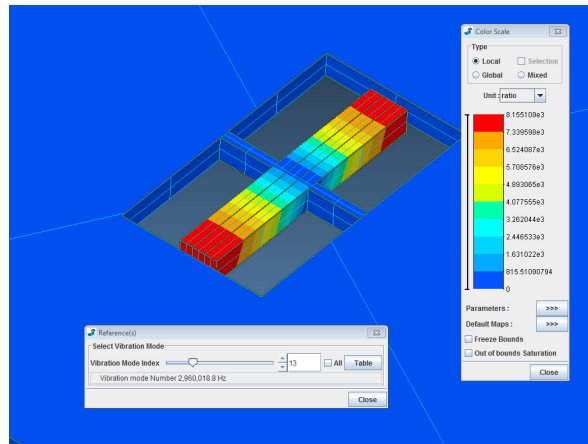
Comme dans le cas du résonateur ARQOMM 2D de type 1, la longueur de la poutre centrale est bien la dimension à considérer pour le calcul de la fréquence.

## 2.4 Facteur de qualité du mode fondamental du résonateur ARQOMM 2D

Nous venons de voir que le comportement fréquentiel des résonateurs ARQOMM 2D était proche de celui d'une poutre élancée. Qu'en est-il du facteur de qualité ?

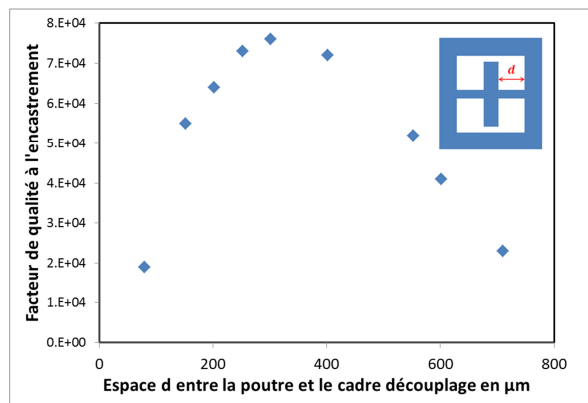
### 2.4.1 Facteur de qualité à l'encastrement

J'ai réalisé des simulations en résolution modale afin d'estimer le facteur de qualité à l'encastrement. Une face du cadre extérieur est encastree pour assurer le maintien mécanique. Nous réalisons le rapport de l'énergie de déformation de l'ensemble de la structure sur celle comprise dans le cadre qui est considérée comme fuyant de la partie vibrante et donc perdue. Nous notons que cette manière de contraindre le résonateur nous place dans le régime le plus favorable en imposant un déplacement nul sur la face du cadre extérieur, ce qui constitue une idéalisation de l'analyse. L'estimation du facteur de qualité à l'encastrement d'un résonateur vibrant autour de 10 MHz est supérieur à  $10^{10}$  dans le cas du résonateur ARQOMM 2D de type I et supérieur à  $10^7$  pour le type II. Les produits  $Q \times f$  réalisés sont supérieurs à la limite théorique dans le régime d'Akhiezer. Cela montre que le facteur de qualité à l'encastrement des structures ARQOMM n'est pas limitant pour une gamme de fréquences de résonance comprises entre 2 et 10 MHz. Pour illustrer l'efficacité du découplage des résonateurs ARQOMM 2D, nous avons également mené des simulations modales sur une structure de poutre simple contrainte dans les mêmes conditions. Comme représenté sur la Figure 52, le mode d'intérêt vibre à 2.96 MHz.



**Figure 52 Amplitude de déplacement relative simulée par la méthode des éléments finis d’une poutre simple à sa fréquence de résonance vibrant à 2.96 MHz. Les zones rouges correspondent au maximum de l’amplitude de déplacement, les zones bleues au minimum. L’espace entre la poutre et le cadre de découplage vaut 202  $\mu\text{m}$ .**

Nous avons fait varier la distance entre la poutre et le cadre de découplage, et le facteur de qualité à l’encastrement simulé est tracé en fonction de cette distance sur le graphe présenté en Figure 53.



**Figure 53 Variation du facteur de qualité à l’encastrement simulé d’une poutre simple vibrant à 2.96 MHz en fonction de la longueur des bras entre la poutre le cadre de découplage.**

Le facteur de qualité à l’encastrement ne dépasse pas 100 000 dans le cas de la poutre simple et s’avère donc au moins 100 fois inférieur à celui de l’ARQOMM 2D. Il n’est *a priori* pas limitant dans le cas des résonateurs ARQOMM 2D et témoigne d’une conception pertinente.

## 2.4.2 Facteur de qualité limitant

Parmi les mécanismes de pertes restant à évaluer, nous pouvons raisonnablement penser que les facteurs  $Q_{air}$  et  $Q_{TED}$  ne seront pas limitants car d’une part le résonateur sera placé dans un boîtier sous vide, et d’autre part le mode de vibration principal est l’extension-compression qui ne présente pas de

gradient de déformation impliquant un gradient de température et une perte d'énergie par transport de chaleur. Le mécanisme limitant apparaît donc être celui lié au dépôt d'électrodes métalliques sur la structure vibrante pour réaliser l'excitation et la détection du signal. Cette couche de métal dissipe de l'énergie par amortissement visqueux à chaque cycle de vibration. Un modèle a été proposé dans le cas de l'ARQOMM 2D et s'applique de manière plus générale aux résonateurs en extension-compression [101]. Ce modèle s'écrit comme le rapport de l'énergie de déformation sur l'énergie dissipée par viscosité dans la couche métallique et prend en compte la variation de la viscosité en fonction de la fréquence par une linéarisation de points expérimentaux issus de la littérature. L'expression simplifiée de ce modèle est la suivante :

$$Q_{viscoélastique} = \alpha \frac{E_{quartz} h_{quartz}}{\eta(f) f h_e} \quad (48)$$

Avec  $E_{quartz}$  le module d'Young du quartz en Pa,  $\eta(f)$  est la viscosité de l'or en fonction de la fréquence en Pa/s,  $f$  la fréquence en Hz,  $\frac{h_{quartz}}{h_e}$  est le rapport de l'épaisseur vibrante de quartz sur l'épaisseur de métal,  $h_{quartz}$  est généralement exprimé en  $\mu\text{m}$  et  $h_e$  en nm. La grandeur  $\alpha$  dépend de la configuration des électrodes et nous l'avons maintenue constante pour les différentes homothéties que nous avons explorées. Le facteur de qualité d'un résonateur ARQOMM 2D vibrant à 3 MHz sur le mode fondamental avec des électrodes sur une seule face est estimé à 600 000, le produit  $Q \times f$  attendu est donc de l'ordre de  $2 \times 10^{12}$  Hz. Pour cette estimation, l'épaisseur vibrante de quartz est de 90  $\mu\text{m}$  et les électrodes en or ont une épaisseur fixée à 200 nm. Nous pouvons estimer  $Q_{viscoélastique}$  des autres homothéties avec la relation (49) :

$$Q_{viscoélastique} = \frac{h_{quartz}}{h_e} * \left(\frac{f}{1.3}\right)^{0.2} \times 1.145 \times 10^6 \quad (49)$$

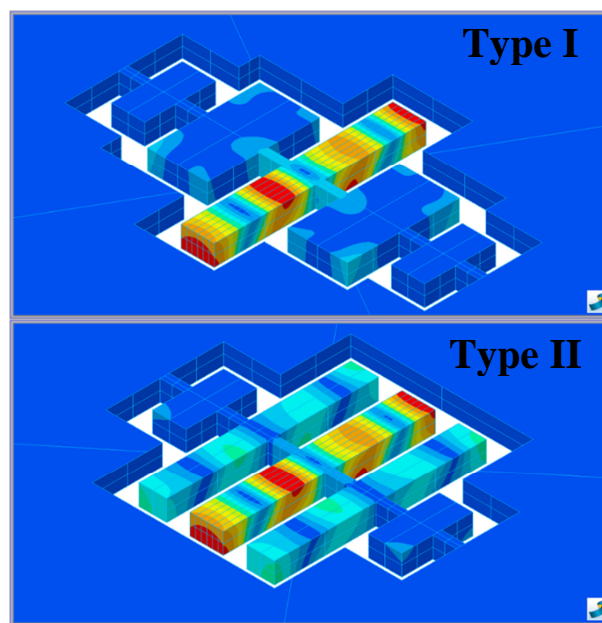
Avec  $h_{quartz}$  l'épaisseur vibrante de quartz en  $\mu\text{m}$ ,  $h_e$  l'épaisseur d'électrode en or et  $f$  la fréquence de résonance en MHz. Nous pouvons faire plusieurs commentaires sachant que dans le cas d'un autre matériau que de l'or, la viscosité  $\eta$  serait naturellement différente. De manière intuitive nous avons intérêt à maximiser le rapport  $\frac{h_{quartz}}{h_e}$ , c.-à-d. à utiliser des poutres épaisses et des électrodes les plus fines possibles. Nous remarquons également que l'augmentation de la fréquence de résonance s'accompagne d'une amélioration du facteur de qualité, toutefois la prise en compte de la fréquence dans le calcul de la viscosité est faite avec des points expérimentaux allant jusqu'à 1,5 MHz. Nous

devons être prudents dans nos estimations et les considérer comme une approximation et non un objectif à atteindre à l'unité près.

Les facteurs de qualité totaux des résonateurs ARQOMM 2D de type I et II sont *a priori* limités par les pertes viscoélastiques.

## 2.5 Résonateurs ARQOMM 2D : modes partiels ou harmoniques

L'équation (47) donne la relation entre la fréquence des modes d'intérêt et les paramètres matériaux. Outre le mode fondamental ( $n=1$ ), il est également possible d'exciter les modes d'ordres supérieurs ou modes partiels ou harmoniques. La Figure 54 montre les simulations de l'amplitude du déplacement des modes partiels d'ordre 3 pour les résonateurs ARQOMM 2D de type I et II.



**Figure 54 Simulations des amplitudes de vibrations du mode partiel d'ordre 3 des résonateurs ARQOMM haut : de type I, bas : de type II.**

La Figure 54 fait apparaître des déplacements importants dans les piliers latéraux dans le cas du résonateur ARQOMM 2D de type I et dans le seconde cadre de découplage dans le cas du résonateur ARQOMM 2D de type II. La présence de ces déplacements nous amène à penser que la conception de découplage des résonateurs ARQOMM 2D n'est pas optimisée pour les modes partiels. Cela est confirmé par les simulations éléments finis réalisées sur les modes partiels d'ordre 3 dans les mêmes conditions : le facteur de qualité à l'encastrement n'est plus que de quelques millions pour le

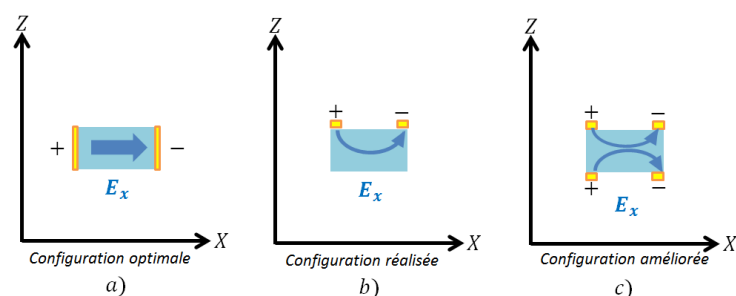
résonateur ARQOMM 2D de type I et peine de 100 000 pour le type II et devient donc dans ce dernier cas le facteur de qualité limitant.

Nous remarquons que pour des raisons de symétrie, il n'est possible d'exciter que les modes impairs. Les modes propres pairs peuvent exister mais il faudrait d'autres configurations pour les exciter. Nous discutons de la conception et de la configuration des électrodes dans la section suivante.

## 2.6 Conception des électrodes

L'excitation et la détection du mode de vibration sont simplement réalisées par l'intermédiaire d'électrodes déposées directement sur le cristal en profitant de la piézoélectricité du quartz.

Pour maximiser le couplage électromécanique, il faut placer judicieusement ces électrodes pour collecter un maximum de charges. La vibration du mode désiré est principalement orientée selon l'axe Y, le champ à appliquer doit donc être orienté suivant l'axe X, compte tenu de la structure du tenseur des coefficients piézoélectriques du quartz. Le champ électrique le plus intense que nous pourrions obtenir avec la coupe Z du quartz serait entretenu par des électrodes dans le plan ZY comme montré sur la Figure 55a), ce qui impliquerait le développement de dépôts métalliques latéraux. Pour simplifier le procédé de fabrication nous créerons et maintiendrons le champ électrique suivant l'axe X en déposant des bandes d'électrodes suivant l'axe Y sur une seule face, comme montré sur la Figure 55b). Une amélioration de la collecte de charges peut être envisagée avec des bandes d'électrodes sur les deux faces comme montré Figure 55c), cependant ce procédé n'est pas compatible pour le moment avec le moyen de fabrication mis en œuvre, qui sera détaillé dans le chapitre suivant.



**Figure 55** Schéma d'électrodes pour l'excitation et la détection du résonateur ARQOMM a) idéal, b) réalisé, c) réalisable.

Nous détaillons ici le lien entre la résistance motionnelle décrite dans le schéma équivalent de la Figure 14 et les charge collectées au niveau des électrodes. A la résonance, l'admittance équivalente est la suivante :

$$Y(\omega = \omega_s) = \frac{1}{R_m} + j\omega_s C_0 \quad (50)$$

En appliquant un potentiel  $V_+$  sur une électrode, et  $V_-$  sur l'autre. Appelons  $V_0$  la différence des potentiels,  $V_0 = V_+ - V_-$ . En supposant le régime sinusoïdal forcé, le courant complexe dans le circuit s'écrit :

$$I(\omega = \omega_s) = j\omega_s q(\omega = \omega_s) = V_0 Y(\omega = \omega_s) \quad (51)$$

Avec  $q$  la charge collectée sur une électrode, qui peut s'écrire sous la forme :

$$q(\omega = \omega_s) = \frac{V_0}{j\omega_s} \left( \frac{1}{R_m} + j\omega_s C_0 \right) \quad (52)$$

En isolant  $R_m$  il vient :

$$R_m = \frac{V_0}{\text{Im}(q)\omega_s} \quad (53)$$

Avec  $\text{Im}(q)$  la partie imaginaire des charges qui est maximale à la résonance. Il est possible d'obtenir la charge électrique totale d'une électrode en effectuant une simulation MEF en régime harmonique en imposant sur les électrodes les potentiels  $V_+$  et  $V_-$ . Nous remarquons que nous pouvons également en déduire la valeur de  $C_0$  par :

$$C_0 = \frac{\text{Re}(q)}{V_0} \quad (54)$$

Nous reviendrons par la suite sur les résultats de simulations afin de déterminer la résistance motionnelle.

Nous utilisons les simulations MEF en résolution modale afin de faire apparaître les charges surfaciques. Pour ce faire nous appliquons un potentiel nul sur l'une des faces du wafer et un potentiel uniforme non nul sur l'autre : pour assurer ce potentiel, le cristal fait apparaître spontanément des charges surfaciques : ce sont les charges que nous voulons collecter.

### 2.6.1 Mode fondamental

La Figure 56 donne la répartition des charges surfaciques pour le mode fondamental d'un ARQOMM 2D type I : il apparaît clairement que les charges surfaciques se répartissent de part et d'autre le long de la poutre centrale. Une cartographie de charges similaire est obtenue pour le résonateur ARQOMM 2D de type II.

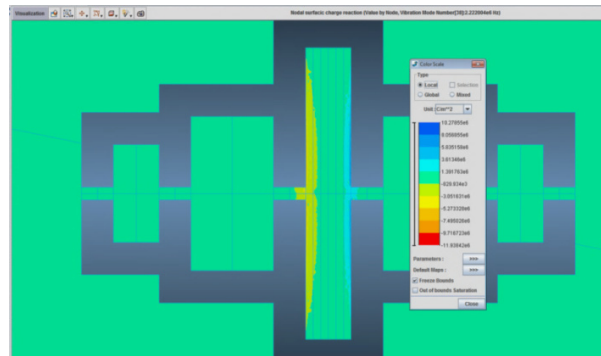


Figure 56 Charges surfaciques du mode fondamental de l'ARQOMM type I

Les simulations par éléments finis renvoient une valeur de 3,2 k $\Omega$  pour un facteur de qualité fixé à 250 000 pour le réseau d'électrodes sur une face du résonateur comme présenté sur la Figure 57.

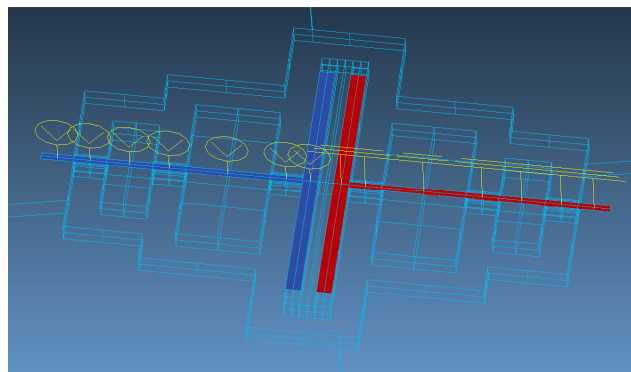


Figure 57 Réseau d'électrodes simulé pour le mode fondamental, l'électrode de gauche en bleu est mise à 1V (symbole V encadré) tandis que celle de droite en rouge est mise à 0 V (symbole de masse électrique).

Nous notons qu'à géométrie de résonateur et de réseau d'électrodes donnés le produit  $Q \times R_m$  est une constante. Un gain d'un facteur 2 sur le facteur de qualité a pour conséquence une diminution d'autant de la résistance motionnelle. Pour faciliter la réalisation des résonateurs nous avons décidé de ne déposer les électrodes que sur une face, l'autre face n'étant pas accessible du fait des cavités. En supposant que nous sommes en mesure de déposer des électrodes sur les deux faces du résonateur,



nous collectons le double de charges et donc pouvons gagner un facteur 2 sur la résistance motionnelle (à facteur de qualité fixe).

### 2.6.2 Mode partiel

Le même raisonnement est suivi pour le premier mode harmonique ( $n=3$ ) vibrant à trois fois la fréquence du mode fondamental. La répartition des charges surfaciques est montrée sur la Figure 58 pour le premier harmonique. La répartition est naturellement plus complexe que dans le cas précédent : la poutre est comme divisée en trois poutres de longueur trois fois plus petite que la poutre physique et les charges sont alternées. Ce dernier point est problématique si nous souhaitons exciter le mode en question avec la disposition des électrodes retenue pour le mode fondamental : en effet, la collecte des charges sera peu efficace et un tiers des charges collectées sera compensé par un autre tiers laissant finalement peu de charges effectives et un champ électrique selon X faible comme illustré sur la Figure 59.

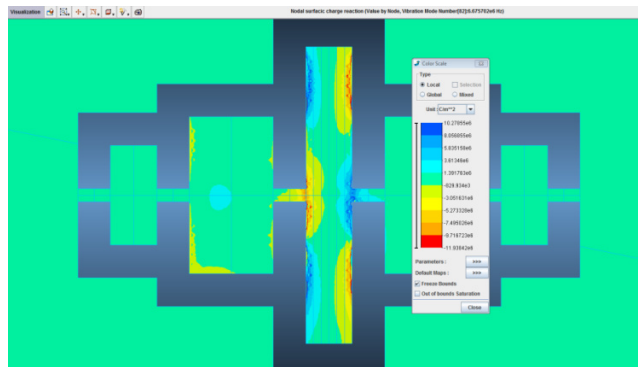


Figure 58 Charges surfaciques du mode partiel de l'ARQOMM type I.

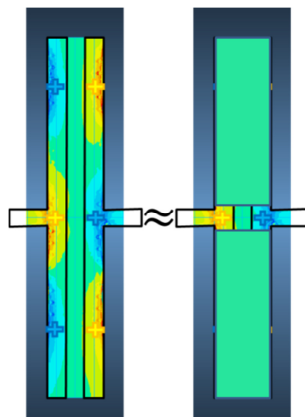


Figure 59 Equivalence de la collecte des charges du mode partiel vibrant à 3 fois la fréquence du fondamental.

Les électrodes des résonateurs caractérisés dans ce travail de thèse étaient initialement conçues pour exciter le mode fondamental. Nous pouvons donc attendre une meilleure valeur, plus faible, de résistance motionnelle que celle mesurée sur le mode partiel. Nous illustrons ce propos avec l'aide des simulations par éléments finis : nous fixons un facteur de qualité, ici 250 000, nous modifions la géométrie des électrodes et relevons la quantité de charges imaginaires au niveau d'une électrode à la résonance. Avec les électrodes réalisées en pratique montrées en Figure 57, la résistance motionnelle simulée pour le mode partiel est proche de 9 k $\Omega$  et de 3 k $\Omega$  pour le mode fondamental. Au vu de la cartographie des charges, les électrodes idéales pour le mode partiel sont présentées sur la Figure 60a) : des électrodes alternées de longueurs sensiblement égales et de longueur égale à un tiers de la poutre centrale. Avec cette configuration, la résistance motionnelle chute jusqu'à atteindre 1,1 k $\Omega$  soit un gain d'une décade par rapport à la configuration précédente. Toutefois la configuration idéale n'est pas réalisable en pratique car il faut connecter les électrodes, une première étape évidente consiste à connecter deux des trois morceaux d'électrodes (configuration 2/3) comme montré sur la Figure 60b). Avec cette configuration, la résistance motionnelle est proche de 7.2 k $\Omega$ , ce qui est une amélioration par rapport à la configuration initiale mais est nettement dégradée par rapport à la configuration idéale. Une solution optimale et réaliste consiste à connecter les trois morceaux d'électrodes par un ruban d'électrodes comme montré sur la Figure 61 au niveau des extrémités de la poutre centrale et par une petite bande en diagonale. Dans le cas le plus idéal, c'est-à-dire sans décalage dû aux erreurs d'alignement de photolithographie ou de sous-gravures, la résistance motionnelle simulée est de 2,1 k $\Omega$ . Cette valeur augmente jusqu'à 2.4 k $\Omega$  avec la prise en compte des défauts importants d'alignement ou de sous gravure des électrodes. Toutes ces configurations avec les rubans alternées sont défavorables au mode fondamental qui voit sa résistance motionnelle grimper à 14 k $\Omega$  dans le cas de la Figure 60b) et dépasse 48 k $\Omega$  dans le cas de la configuration de la Figure 61.

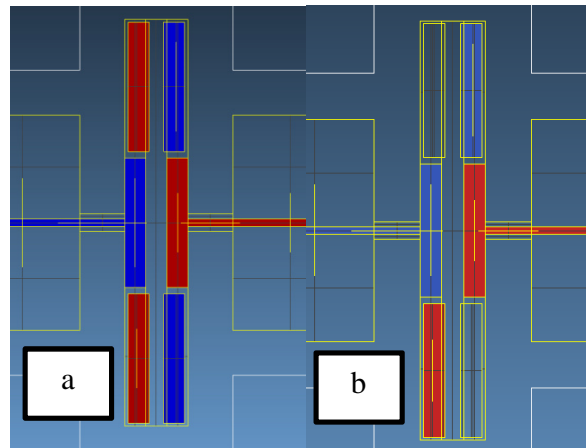


Figure 60 Configurations envisagées pour le mode partiel : a) la configuration idéale, b) configuration avec 2 segments sur 3 connectés. Les rubans de même couleur subissent le même potentiel, l'un est nul l'autre uniforme non nul.

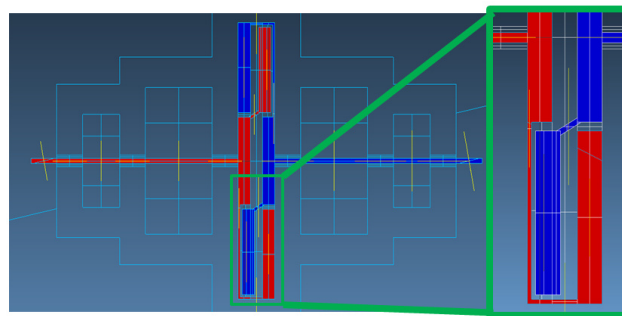


Figure 61 Configuration d'électrodes optimale et réaliste, à droite un gros sur les connexions des trois segments.

Les résultats de simulations sont synthétisés dans la Table 9.

Table 9 Synthèse des résultats de simulations de la résistance motionnelle en fonction des différentes configurations d'électrodes.

		Mode fondamental	Mode partiel (n=3)
Fréquence (MHz)		2.2	6.6
Facteur de qualité imposé		250 000	250 000
R <sub>m</sub> (kΩ)	Configuration mode fondamental Figure 57	<b>3</b>	<b>9</b>
	Configuration mode partiel « 2/3 » Figure 60b)	<b>8</b>	<b>7.2</b>
	Configuration mode partiel idéale Figure 60a)	<b>1250</b>	<b>1.1</b>
	Configuration mode partiel optimale Figure 61	<b>48</b>	<b>2.4</b>

De cette étude, nous concluons qu'il est impossible d'exciter simultanément de manière optimale le mode fondamental et le mode partiel. Le meilleur compromis parmi les configurations proposées est la

configuration pour le mode fondamental : nous pourrions ainsi exciter de manière efficace le mode fondamental et de manière raisonnablement efficace le mode partiel (sous réserve d'obtention d'un haut facteur de qualité), c'est la configuration que nous choisissons en vue de la réalisation des ARQOMM 2D.

## 2.7 Conclusion du chapitre 2

Nous avons décrit le fonctionnement des ARQOMM 2D de types I et II issus d'un résonateur plus massif à grand facteur de qualité. À l'aide de simulations par éléments finis nous avons montré que la fréquence de résonance des modes d'intérêt était principalement fonction de la longueur de la poutre centrale et donc que le comportement fréquentiel des résonateurs ARQOMM 2D était similaire à celui d'une simple poutre encastree-libre. L'analyse par éléments finis indique que la conception permet effectivement de minimiser les pertes à l'encastrement pour qu'elles ne constituent pas, *a priori*, le mécanisme limitant. Le facteur limitant supposé est dû à l'amortissement visqueux des électrodes, le facteur de qualité attendu est estimé à 600 000 pour un résonateur vibrant à 3 MHz. Le produit  $Q \times f$  attendu avoisine donc  $2 \times 10^{12}$  Hz. Nous avons également présenté le réseau d'électrodes qui sera employé. Celui-ci n'est pas totalement optimal en raison de compromis imposés par les contraintes de fabrication du résonateur. Cette fabrication fait l'objet du chapitre suivant.

## Chapitre 3 : Mise en œuvre technologique

L'ARQOMM 2D est un résonateur à fort potentiel en vue de réaliser des oscillateurs de haute stabilité capables de rivaliser avec les performances des pastilles de quartz en cisaillement d'épaisseur, aujourd'hui à l'état de l'art, tout en offrant un gain en matière d'encombrement, de consommation et de fabrication. En particulier, un avantage significatif de l'ARQOMM 2D par rapport à la technologie historique est la possibilité de le réaliser collectivement diminuant ainsi drastiquement les coûts de fabrication. Toutefois les procédés technologiques nécessitent encore un développement pour atteindre un niveau de maturité suffisant à la production. Nous montrons dans un premier temps que le moyen de gravure habituel des résonateurs en quartz, la gravure chimique par voie humide, n'est pas adaptée en vue de la réalisation des ARQOMM 2D : cette méthode de gravure est anisotrope et fait apparaître des figures d'attaque qui deviennent bloquantes dès que le rapport d'aspect dépasse l'unité. Dans la deuxième section du chapitre, nous présentons le moyen de gravure adapté à la réalisation des motifs des ARQOMM 2D, la gravure réactive ionique profonde du quartz : c'est une méthode de gravure sèche assistée par plasma. La combinaison d'un bombardement ionique et le choix d'une chimie fluorocarbonée permettent d'obtenir une gravure directionnelle et sélective. La troisième section de ce chapitre se focalise sur la façon dont les verrous technologiques ont été levés pour permettre la réalisation de dispositifs. L'étude bibliographique et les équipements disponibles ont conduit à privilégier la réalisation d'un masque de gravure en nickel de plusieurs microns d'épaisseur : j'ai été amené en conséquence à optimiser un procédé de photolithographie adapté au dépôt par pulvérisation cathodique de façon à le rendre compatible avec une telle épaisseur en utilisant une structure multicouche de résines. La qualité du fond de gravure a également fait l'objet d'une attention particulière : j'ai mis en évidence l'amélioration de cette caractéristique par la préparation des parois de la chambre et par l'ajout d'oxygène dans la recette. Enfin, j'ai observé le phénomène de baisse de la vitesse de gravure avec l'augmentation du rapport d'aspect permettant d'appréhender les limites de la gravure utilisée.

### 3.1 Limitation de la gravure chimique par voie humide

Le défi réside dans la reproduction de la géométrie souhaitée. En particulier, l’obtention de flancs quasi-verticaux est impossible dans bien des cas avec la gravure chimique par voie humide. La gravure chimique par voie humide est le plus souvent réalisée dans une solution mélangeant de l’acide fluorhydrique (HF) et de fluorure d’ammonium (NH<sub>4</sub>F). Il est également possible de graver le quartz dans une solution basique de soude (NaOH) chauffée à haute température (400°C) [102]. La gravure utilisant le mélange HF-NH<sub>4</sub>F est fortement anisotrope : la vitesse de gravure et le profil de gravure dépendent des plans cristallins. La composition et la température du bain de gravure modifie fortement la vitesse de gravure et l’anisotropie. Toutefois, la vitesse de gravure est bien plus élevée suivant l’axe cristallin Z [87] que suivant les autres axes, et ce d’un facteur pouvant atteindre plusieurs centaines. L’anisotropie de gravure conduit à la révélation de plans cristallins et à l’apparition de figures d’attaque. De telles figures d’attaque (ou facettes) sont illustrées sur la Figure 62 dans le cas de poutres orientées selon les axes cristallins Y et X pour différents mélanges de bains de gravure. Les vues en coupe des poutres présentées sur la Figure 61 correspondent à celles obtenues en gravant simultanément les deux faces d’une plaque de quartz en coupe Z dans une solution de gravure de HF ou un mélange NH<sub>4</sub>F-HF.

		Orientation de la poutre	
Solution de gravure		Selon Y	Selon X
HF			
NH <sub>4</sub> F-HF			

Figure 62 Figures d’attaque obtenues par usinage chimique humide pour deux poutres taillées dans un wafer en coupe et orientées selon les axes X et Y et pour deux bains de gravures différentes, tiré de la référence [103].

Pour donner une idée des contraintes qu’implique l’apparition de ces facettes, nous pouvons faire le calcul du rapport maximum pour le débouchage de la structure. Soit  $ew$  l’épaisseur du wafer,  $d_{max}$  la largeur minimale de la tranchée permettant d’obtenir une gravure débouchante et  $\alpha$  l’angle du trièdre comme représenté sur la Figure 63. Le rapport d’aspect maximum  $A_{max} = \frac{ew}{d_{max}}$  assurant le

débouchage est, dans le cas de la solution  $\text{NH}_4\text{F-HF}$ , de 4,3 pour la poutre selon l'axe Y et de 1,3 pour celle selon X. La figure d'attaque selon X semble particulièrement contraignante puisque le rapport d'aspect de l'ARQOMM est de 0,88.

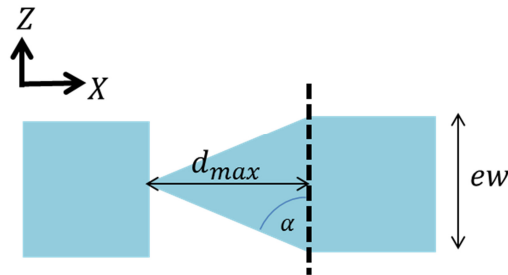


Figure 63 Configuration limite pour laquelle la figure d'attaque bloque le débouchage.

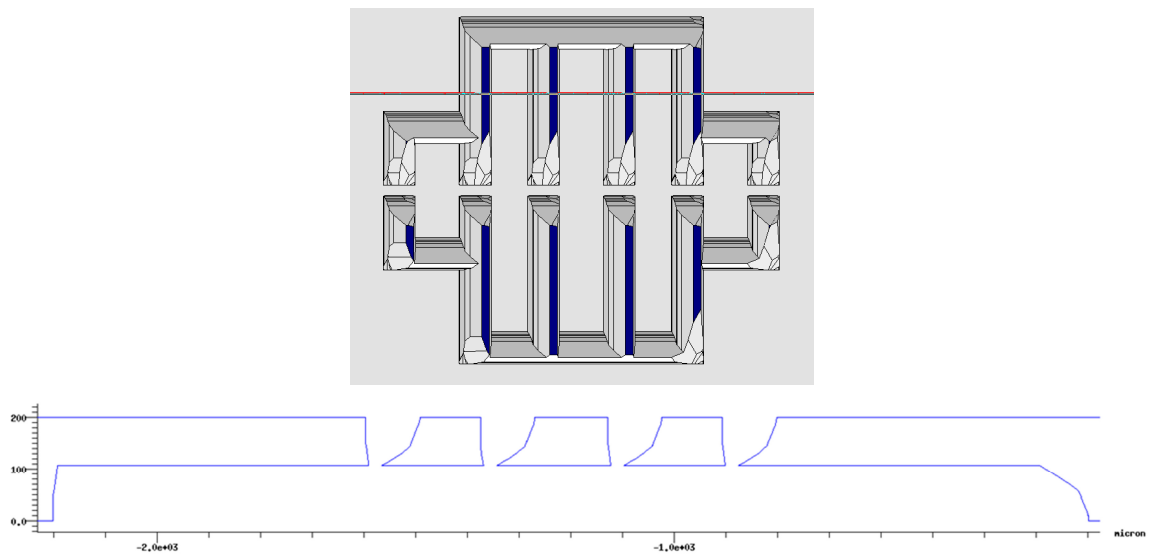
Sans compter les dissymétries introduites par l'apparition des facettes bloquantes, le débouchage n'est pas certain avec ces premiers calculs. Nous complétons l'étude par une analyse sur une structure de résonateur ARQOMM 2D de type 2 à l'aide d'un logiciel spécialisé.

### 3.1.1 Simulations de gravure humide de résonateurs ARQOMM vibrant à 3 MHz avec le logiciel Fabmeister

La structure réelle de nos résonateurs est plus complexe que celle des poutres simples : la géométrie est un ensemble de poutres selon l'axe Y reliées entre elles par une poutre fine selon l'axe X, et une cavité se trouve en face arrière. Cette cavité nous permet d'ajuster l'épaisseur vibrante du résonateur indépendamment de l'épaisseur du wafer, ce qui offre la possibilité de travailler avec des wafers épais moins fragiles. Pour prédire les facettes obtenues après gravure sur des résonateurs ARQOMM 2D de type II, nous avons utilisé un logiciel FabMeister<sup>3</sup> spécifiquement conçu pour cela. Le résonateur simulé possède un espace inter-poutres  $102 \mu\text{m}$  ( $d = 102 \mu\text{m}$ ). Les simulations montrent qu'un usinage d'une durée de 6 heures avec la solution de gravure ONERA est nécessaire pour atteindre l'épaisseur cible des résonateurs de  $90 \mu\text{m}$  lorsqu'on utilise au départ un wafer de quartz de coupe Z d'épaisseur de  $200 \mu\text{m}$ . On constate cependant que le débouchage de la structure est incomplet : la structure est certes bien débouchée de part et d'autre des poutres lorsqu'on est suffisamment éloigné du centre de la structure comme illustré sur la Figure 64. Après un usinage simulé dans la solution de gravure

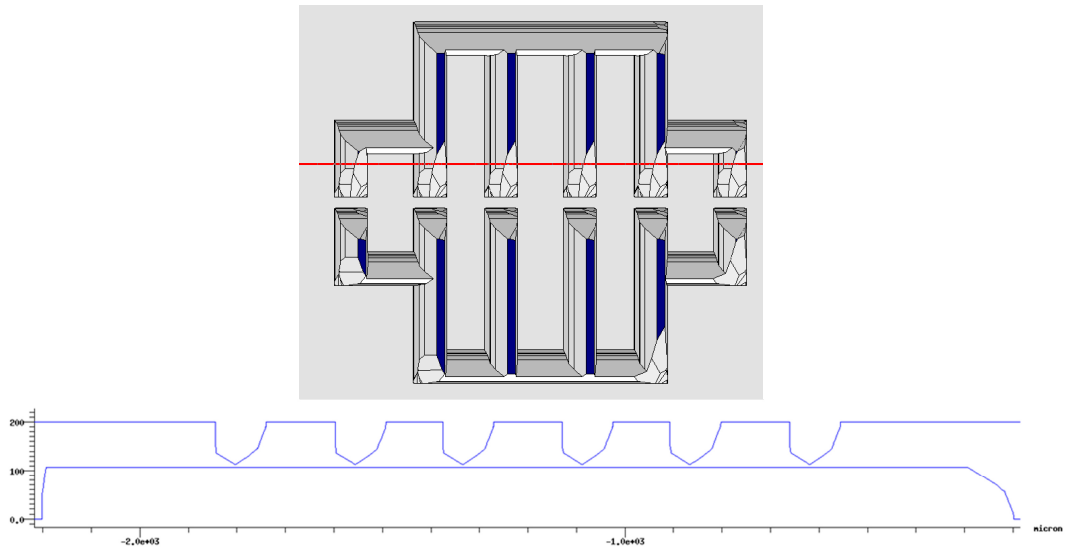
<sup>3</sup> FabMeister est un logiciel permettant de simuler la gravure chimique par voie humide des matériaux comme le quartz ou le silicium et ce pour différents bains de gravure. Le logiciel utilise comme données les mesures expérimentales de vitesse de gravure obtenue par gravure d'une boule de quartz. A partir de la forme résultant de la gravure de cette boule de quartz, les vitesses de gravures suivant toutes les orientations de l'espace sont connues. La simulation tient donc compte de l'anisotropie du quartz.

ONERA de 6 heures à 22°C pour un wafer de quartz de coupe Z d'épaisseur de 200  $\mu\text{m}$ , le débouchage de la structure est complet selon la direction Y en haut de la poutre comme illustré sur la Figure 64. Toutefois, la structure n'est débouchée ni au pied des poutres comme présenté sur la Figure 65, ni au sommet des poutres comme illustré sur la Figure 66 : les poutres ne sont donc pas libres de se mouvoir. On conclut alors qu'un résonateur d'épaisseur vibrante 90  $\mu\text{m}$  avec des motifs ayant un rapport d'aspect cible de 0,88 n'est pas usinable chimiquement par voie humide dans ces conditions.

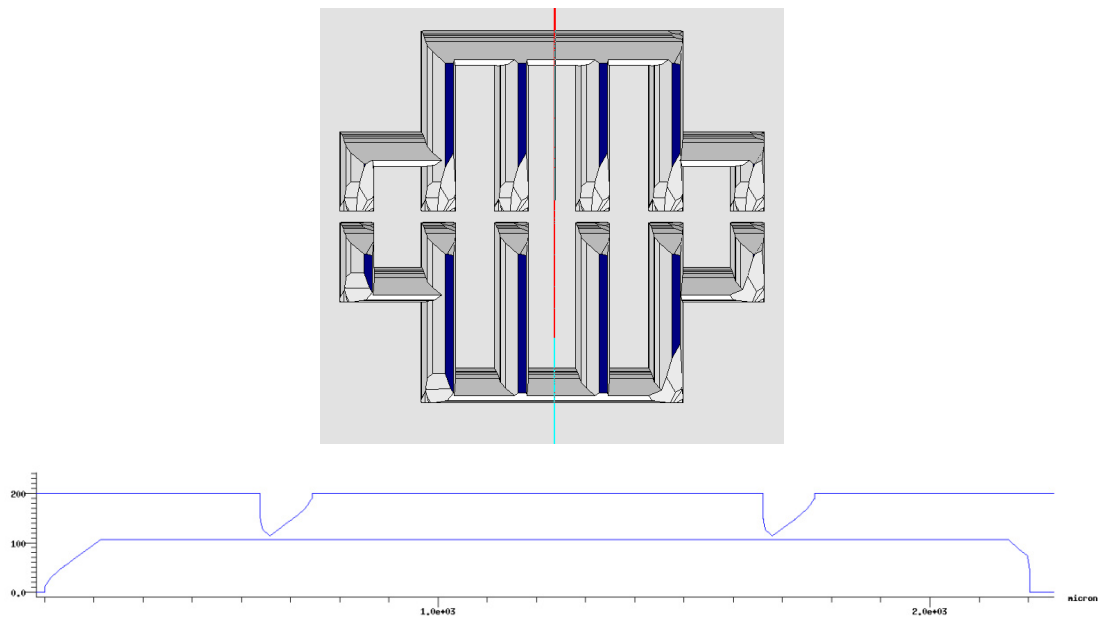


**Figure 64 Haut : géométrie de résonateur ARQOMM de type 2 vibrant à 3 MHz après simulation d'usinage de 6h en utilisant les conditions de gravure ONERA. Section de poutres du résonateur selon l'axe X le long de la ligne rouge.**



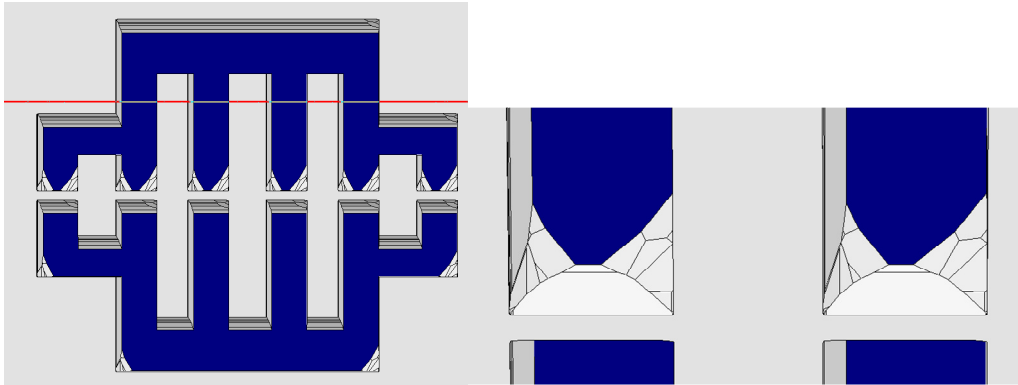


**Figure 65 Haut : géométrie de résonateur ARQOMM de type 2 vibrant à 3 MHz après simulation d’usinage de 6h en utilisant les conditions de gravure ONERA. Section de poutres du résonateur selon l’axe Y le long de la ligne rouge.**

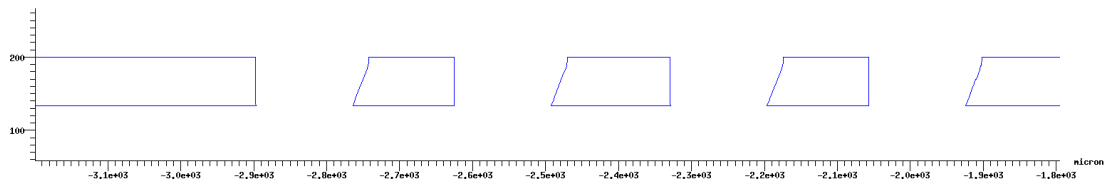


**Figure 66 Haut : géométrie de résonateur ARQOMM de type 2 vibrant à 3 MHz après simulation d’usinage de 6h en utilisant les conditions de gravure ONERA. Section de poutres du résonateur selon l’axe Y le long de la ligne rouge**

Le débouchage entre les poutres s’améliore avec des inter-espaces plus importants comme montré sur les Figure 67 et Figure 68 où la gravure d’un résonateur ARQOMM avec un espace inter-poutres  $d=152\ \mu\text{m}$  a été simulée. En particulier la poutre selon l’axe cristallin Y est complètement débouchée.



**Figure 67** Gauche géométrie de résonateur ARQOMM de type 2 vibrant à 3 MHz après simulation d'usinage de 6h en utilisant les conditions de gravure ONERA. Droite : zoom sur les figures d'attaques au niveau de la jonction des poutres.



**Figure 68** Section de poutres du résonateur selon l'axe Y le long de la ligne rouge de la figure précédente pour  $d = 152 \mu\text{m}$  section correspondant à la ligne rouge sur la figure précédente  $AR = 0.59$ .

Malgré le débouchage quasi-total de la structure, les figures d'attaque résiduelles sont très néfastes pour le fonctionnement du résonateur. Ainsi, la prise en compte de l'angle de flanc au niveau d'une des deux surfaces latérales de la poutre centrale, des piliers latéraux et des pavés du second étage de découplage conduit à une augmentation vertigineuse des pertes à l'encastrement simulées par la méthode des éléments finis d'un facteur 1000. Le facteur de qualité associé plafonne à 200 000 pour un résonateur ARQOMM 2D de type 2 vibrant à 3 MHz et ce pour un angle de  $24^\circ$  le long des poutres orientées suivant l'axe Y correspondant à l'angle obtenu après simulations de la gravure chimique humide.

En conclusion, la gravure chimique par voie humide n'est pas adaptée à la réalisation des résonateurs ARQOMM 2D. Nous devons développer un moyen alternatif de gravure, ce moyen est la gravure ionique réactive profonde du quartz que nous allons présenter dans la section suivante.

## 3.2 Une alternative, la gravure réactive ionique profonde

Après une introduction sur l'historique et les applications de la gravure assistée par plasma, nous présentons les technologies associées à cette gravure avant de nous concentrer sur le cas particulier du quartz en présentant les mécanismes de gravure, l'état de l'art des réalisations usinées en quartz et silice par gravure sèche.

### 3.2.1 Historique et applications

Le besoin toujours croissant d'augmenter le rendement de production des dispositifs micro-électroniques entraîne deux conséquences : d'une part une miniaturisation des dispositifs, d'autre part une réduction de l'espacement entre deux dispositifs. La faible résolution de la gravure chimique par voie humide due à la sous-gravure importante est incompatible avec cette course au rendement et a motivé l'intérêt de développer des moyens alternatifs de gravure, en particulier la gravure assistée par plasma qui reste à ce jour, la seule solution commerciale permettant un contrôle des flancs et donc de l'espacement des dispositifs [104]. Le développement des procédés de gravure plasma du silicium (Si) débute à la fin des années 1970, d'abord avec des plasmas à base de tétrafluorure de carbone ( $\text{CF}_4$ ) puis d'hexafluorure de soufre ( $\text{SF}_6$ ) et a fait émerger le besoin de maîtriser également la gravure de la silice ( $\text{SiO}_2$ ). En effet, une application importante de la gravure sèche est la réalisation de contacts ou Vertical Interconnect Access (VIA) : il faut dans ce cas graver intégralement la couche isolante et s'arrêter sans endommager le substrat de silicium en dessous [105]. La meilleure approche consiste à développer un procédé de gravure hautement sélectif qui ne grave que la silice et préserve le silicium. Les premières gravures du dioxyde de silicium sélectives vis-à-vis du silicium datent de la fin des années 1970 [106][107].

Par ailleurs, la silice et sa forme cristalline le quartz, le verre, les borosilicates présentent également des propriétés qui les rendent pertinents pour la réalisation de MEMS [103] : ils possèdent de faibles coefficients thermiques, sont d'excellents isolants électriques et peuvent limiter au minimum les pertes internes (fort facteur de qualité  $Q$  dans le cas du quartz). Cela a motivé le développement de gravures verticales ou directionnelles contrôlées afin d'augmenter le rapport d'aspect. Dès 1975, Kusters *et al.* ont réalisé des diapasons vibrants de  $40\ \mu\text{m}$  d'épaisseur par une gravure plasma [108], cependant la vitesse de gravure était basse : 14 heures de gravure étaient nécessaires pour la réalisation des dispositifs. Le développement d'équipements plus puissants a permis d'atteindre des vitesses de gravure plus grandes et dès 2003 Fukusawa *et al.* [109] ont réalisé des tranchées profondes de  $100\ \mu\text{m}$

dans du quartz en utilisant une chimie  $C_4F_8/H_2/Ar$  et un masque de gravure en résine épaisse SU-8<sup>4</sup>. Des profondeurs atteignant 300  $\mu m$  ont été rapportées sur de la silice [110] avec des rapports d'aspect allant jusqu'à 3 en vue de réaliser des VIA. En parallèle du développement de la gravure profonde du quartz, des résonateurs pour diverses applications ont été fabriqués : nous citons l'exemple des balances à quartz ou *Quartz Crystal Microbalance QCM* [111][112], de thermomètres [113], de diapasons [114][115][116], de résonateurs pour oscillateurs MEMS [80][117][118], et de BioMEMS [119].

### 3.2.2 Technologies de gravure sèche

La gravure sèche qui nous concerne repose sur la création d'un plasma qui crée et renouvelle les espèces indispensables à la gravure : les ions et les radicaux. Dans un premier temps, nous nous intéressons à la création de ce plasma, puis nous décrivons les technologies développées en vue de la gravure assistée par plasma.

#### 3.2.2.1 Création du plasma

Un plasma est un gaz partiellement ionisé contenant des ions et des électrons, libres de se mouvoir ainsi que des espèces neutres. Un plasma peut être considéré comme quasiment électriquement neutre, la densité de charges négatives étant égale à quelques pour cent près à la densité de charges positives [120]. Dans le cas de la gravure industrielle assistée par plasma, les plasmas sont qualifiés de « froid » car la température des électrons (1-10 eV) est grande devant celle des ions et des composées neutres (28-100 meV), et sont qualifiés de « basse pression » (typiquement 1 à 100 mTorr) car faiblement ionisés. On compte au moins 100 fois plus d'espèces neutres que d'ionisées. Une manière de créer un plasma est de réaliser une décharge luminescente d'un tube à gaz. Ce dernier contient un gaz noble à une pression typique de l'ordre de quelques centaines de milli-Torrs. Une tension continue est appliquée entre les deux électrodes du tube. A la suite d'interactions fortuites (absorption d'un photon ou collision avec une particule chargée par exemple) une molécule du gaz s'ionise et libère un électron. L'application d'une différence de potentiel importante entre la cathode et l'anode (disons que l'anode est polarisée positivement) entraîne la création d'un fort champ électrique continu (typiquement plusieurs centaines de volts par mètre) dirigé de l'anode vers la cathode. Ce champ électrique accélère l'électron issu d'interaction spontanée. Ce dernier va entrer en collision avec une molécule du gaz provoquant de nouvelles ionisations et la création de nouveaux électrons libres qui

---

<sup>4</sup> La résine SU-8 est une résine de type epoxy photosensible négative. Elle est couramment utilisée dans le domaine des MEMS et permet d'atteindre des rapports d'aspects importants.

vont à leur tour provoquer des ionisations, c'est une réaction en chaîne. Le volume entre les électrodes s'ionise et devient conducteur, le plasma est le lieu d'un courant. Le mécanisme est illustré sur la Figure 69.

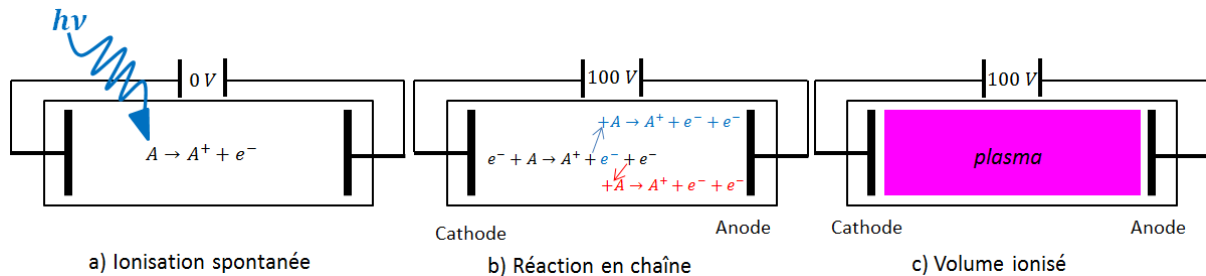


Figure 69 Mécanisme de création et d'entretien d'un plasma dans le cas d'une décharge lumineuse continue.

La création d'un plasma plus dense peut être obtenue également avec deux plaques parallèles, de manière similaire à la décharge dans le tube à gaz, en optant pour l'application d'une tension alternative importante au niveau des deux électrodes. Les électrons libres vont ainsi se déplacer sous l'effet du champ électrique en oscillant d'une électrode à l'autre, réduisant le nombre d'électrons perdus dans les parois et augmentant leur chance d'ioniser des espèces neutres. Une autre manière courante de créer un plasma consiste à faire circuler un courant alternatif dans une bobine de sorte à créer un champ magnétique alternatif qui va à son tour générer un champ électrique induit dans la chambre et aboutir à la naissance du plasma. Les plasmas froids et basse pression sont générés et entretenus électriquement.

Avant de nous intéresser plus particulièrement aux conditions aux limites (mise en contact d'une paroi ou d'un objet avec le plasma) qui possèdent des propriétés de prime importance en vue de l'application de gravure assistée par plasma, nous décrivons les interactions qui existent au cœur du plasma.

### 3.2.2.2 Interactions entre particules dans le plasma

Dans le plasma, les collisions des électrons avec d'autres particules ont pour principales conséquences :

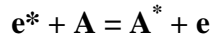
- l'ionisation : l'électron incident de haute énergie ( $e^*$ ) arrache un électron d'un atome (A) ou molécule de gaz, qui devient donc un cation ( $A^+$ ).



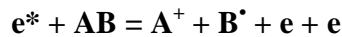
- la dissociation : l'électron incident ( $e^*$ ) rompt les liaisons entre la molécule, séparant ainsi les composants de la molécule (AB) qui deviennent très réactifs du fait de leurs liaisons pendantes : ce sont les **radicaux du plasma** ( $A^*$  et/ou  $B^*$ , les réactifs sont neutres)



- l'excitation : l'électron incident excite la particule cible et place ses électrons dans un état plus énergétique



Les phénomènes d'excitation ou d'ionisation peuvent avoir lieu avec des molécules également et les phénomènes peuvent se combiner entre eux, par exemple l'ionisation dissociative :



Nous retrouvons dans notre plasma : des **molécules neutres du gaz** (en grande majorité, typiquement  $10^{16} \text{ cm}^{-3}$ ), des **particules chargées, électrons et ions** à concentrations égales pour assurer la quasi-neutralité du plasma (typiquement entre  $10^8$  et  $10^{13} \text{ cm}^{-3}$ ) et **des radicaux** (typiquement  $10^{14} \text{ cm}^{-3}$ ). Nous nous limiterons à l'étude des plasmas électropositifs : c.-à-d. ne contenant comme espèces chargées que des cations et des électrons.

### 3.2.2.3 Effet de bords dans un plasma : gaine et bombardement ionique

Supposons qu'un plasma électropositif soit créé, par souci de simplification nous le supposerons unidimensionnel. Le plasma n'est pas infini, il est confiné par des parois reliées à la masse. A l'allumage de la décharge, les électrons, de masse  $m_e$ , non confinés et bien plus mobiles que les ions, de masse  $M$ , car  $\frac{m_e}{M} \ll 1$ , sont rapidement perdus dans les parois qui vont alors se polariser négativement vis-à-vis du potentiel du plasma. Il se crée alors une zone de charge d'espace positive, la gaine (« sheath » en anglais), au niveau de la paroi de manière à équilibrer les flux d'électrons et d'ions. Ainsi : les électrons sont confinés au centre du plasma et les cations sont accélérés vers les surfaces des parois. La situation est illustrée sur la Figure 70.

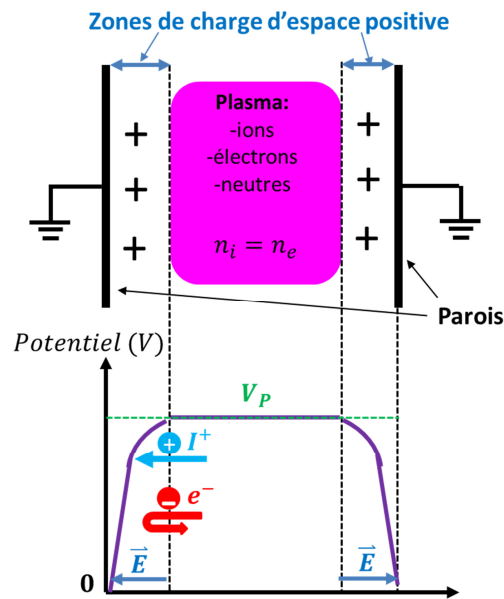
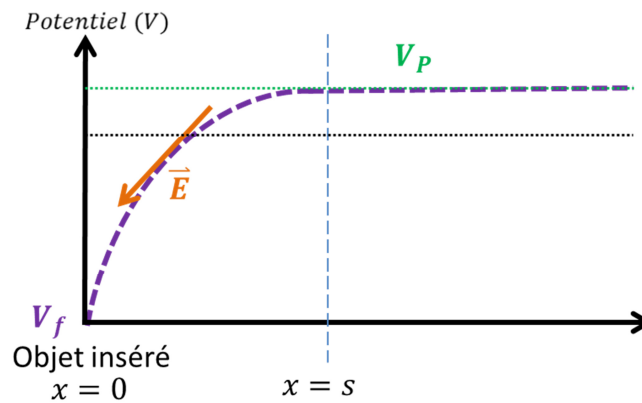


Figure 70 En haut, représentation schématique de la chambre du plasma entouré par des parois reliées à la masse.

Le plasma est séparé en deux régions : la région centrale et la gaine au niveau des parois. En bas, variation du potentiel en fonction de la position suivant l'axe du plasma.

La gaine est donc le lieu d'un bombardement ionique, en supposant que les ions sont au repos à l'entrée de la gaine et qu'il n'y pas de collision, l'ion a gagné une énergie  $E_i = eV_P$  et atteint la surface de la paroi avec la vitesse  $\left(\frac{2eV_P}{M}\right)^{\frac{1}{2}}$ . La chute de potentiel dans la gaine, ici  $V_P$ , s'ajuste de sorte à confiner suffisamment d'électrons pour que le flux d'ions arrivant sur les parois et d'électrons perdus dans les parois soit égaux afin de maintenir la quasi-neutralité du plasma.

Maintenant, si nous plaçons un objet non connecté à la masse à l'intérieur du plasma, il va recevoir des électrons et des ions. Les électrons sont bien plus mobiles que les ions, l'objet inséré va donc accumuler un surplus de charges négatives de manière quasi-instantanée et acquérir un potentiel flottant,  $V_f$  et négatif relativement au potentiel du plasma. Ce potentiel repousse alors les électrons tandis que les ions positifs vont être accélérés vers l'objet : un champ électrique dirigé du plasma vers l'objet est créé par la différence de potentiel comme illustré sur la Figure 71.



**Figure 71** Variation du potentiel en fonction de la position. La gaine se situe entre l'objet et la coordonnée  $s$  à partir de laquelle, le potentiel dans le plasma est quasi-constant et vaut  $V_p$ .

Les ions ainsi accélérés constituent le bombardement ionique et ils sont accélérés par la différence de potentiel  $V_p - V_f$ . Cette zone de charge d'espace positive est appelée la gaine. Le régime stationnaire est atteint lorsque le potentiel est tel que le flux d'électrons et celui d'ions arrivant sur l'objet se compensent. La situation est similaire avec les parois confinant le plasma qui sont mises à la masse, le potentiel du plasma  $V_p$  est positif par rapport à celui des parois. Le champ électrique est toujours dirigé du plasma vers les parois du fait de l'accumulation d'électrons (quasi instantanée car plus légers que les ions) sur ces parois. Nous remarquons que la chute de potentiel est principalement localisée au niveau de la gaine dont la profondeur typique vaut quelques longueurs de Debye  $\lambda_{De}$  donnée par l'expression (55).

$$\lambda_{De} = \sqrt{\frac{\epsilon_0 k T_e}{n_{e0} e^2}} \quad (55)$$

Avec  $k$  la constante de Boltzmann ;  $T_e$  la température des électrons,  $n_{e0}$  la densité d'électrons dans le cœur du plasma et  $e$  la charge électrique élémentaire.

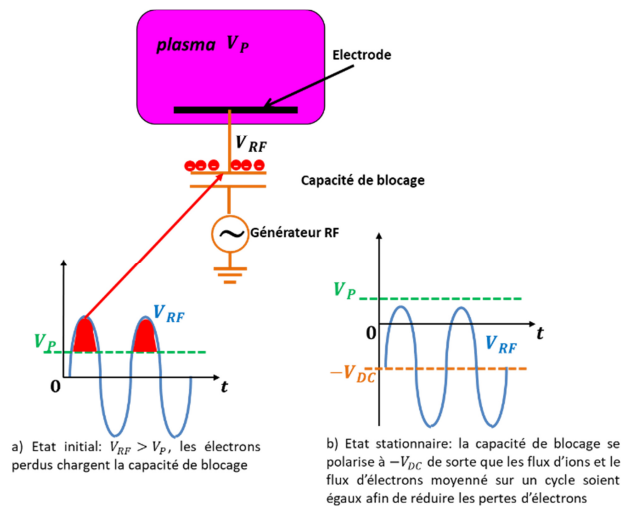
Si l'objet est conducteur, il est possible de le polariser à n'importe quelle valeur de tension sans perdre l'effet du bombardement ionique en contrepartie de la circulation d'un courant.

Maintenant, l'échantillon est placé sur une électrode reliée à un générateur radiofréquence (RF) (typiquement 13,56 MHz). Un bombardement ionique s'opère à la surface de celui-ci. Dans le cas d'un échantillon conducteur, l'intensité du bombardement ionique est contrôlée par la tension imposée par le générateur. Dans le cas d'un échantillon isolant, le courant ne peut circuler et le plasma s'éteint.



Le passage à un champ d'excitation radiofréquence (RF) permet de résoudre ce problème. Rappelons que vis-vis de n'importe quelle surface la chute de potentiel doit toujours être positive pour assurer le confinement des électrons. Le potentiel au niveau de l'électrode varie avec une amplitude  $V_{RF}$ , une tension continue  $V_{DC}$ , appelée tension d'auto-polarisation, se développe pour assurer la positivité de la chute de tension dans la gaine. La gaine rectifie les potentiels RF en potentiels DC [121]. La fréquence du cycle RF est choisie de sorte que les électrons soient en mesure de suivre les variations de tension de l'électrode mais pas les cations. Ces derniers « voient » une moyenne du champ électrique dans la gaine. Du point de vue des cations, tout se passe comme dans le cas de la décharge continue, si ce n'est une légère modulation de la largeur de la gaine et du potentiel de l'électrode. Le potentiel  $V_{DC}$  s'ajuste de manière à ce que le flux d'électrons moyenné sur un cycle RF soit égal au flux quasi-constant d'ions.

En pratique, un générateur applique une tension  $V_{RF}$  oscillante à une électrode immergée dans le plasma au potentiel  $V_P$  à travers une capacité de blocage comme illustré sur la Figure 72.



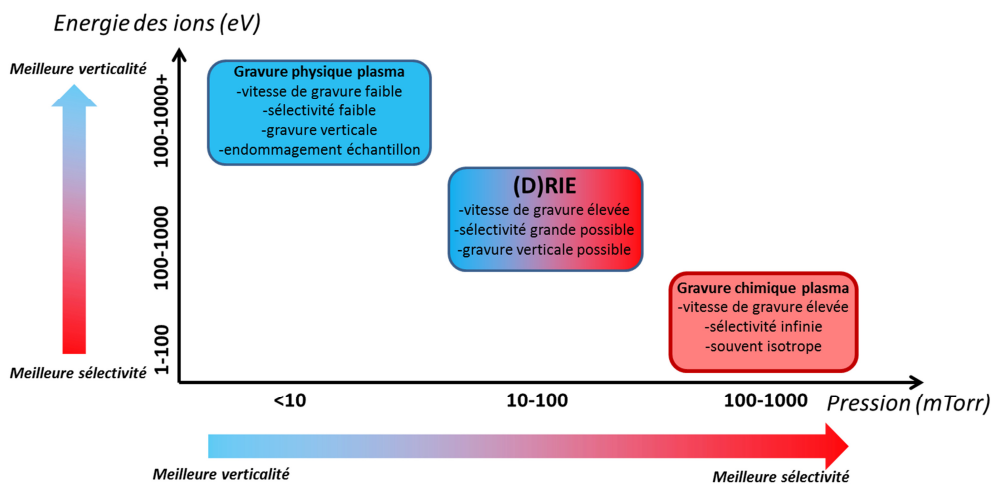
**Figure 72 Haut : schéma de la chambre du plasma, une fois l'électrode polarisée par un générateur RF via une capacité de blocage introduit. Bas : tension aux bornes de la capacité de blocage, a) : à l'état initial, b) : après établissement du régime permanent. Tiré de [121].**

Dans les premiers instants,  $V_{RF} > V_P$ , ce qui implique que le plasma perd des électrons qui vont alors charger la capacité. Cette dernière se polarise à la tension à  $-V_{DC}$  réduisant ainsi la perte d'électrons et égalisant les flux d'ions et d'électrons. Les ions sont donc accélérés vers l'électrode et acquièrent une énergie  $eV_{DC}$ . Maintenant, si la tension RF appliquée à l'électrode augmente, la tension  $V_{DC}$  augmente également pour empêcher une perte excessive d'électrons, en pratique  $V_{RF} \sim V_{DC}$ .

Nous venons de voir que la surface d'un échantillon pouvait être le lieu d'un bombardement ionique dont l'intensité est contrôlable par polarisation de l'électrode de l'échantillon. Ce bombardement ionique joue un rôle clé dans la gravure réactive ionique comme nous allons le voir. La physique des plasmas est un domaine éminemment complexe : nous avons présenté une version simplifiée permettant la compréhension des mécanismes mis en jeu. Une description complète pourra être trouvée dans les références [120] [122].

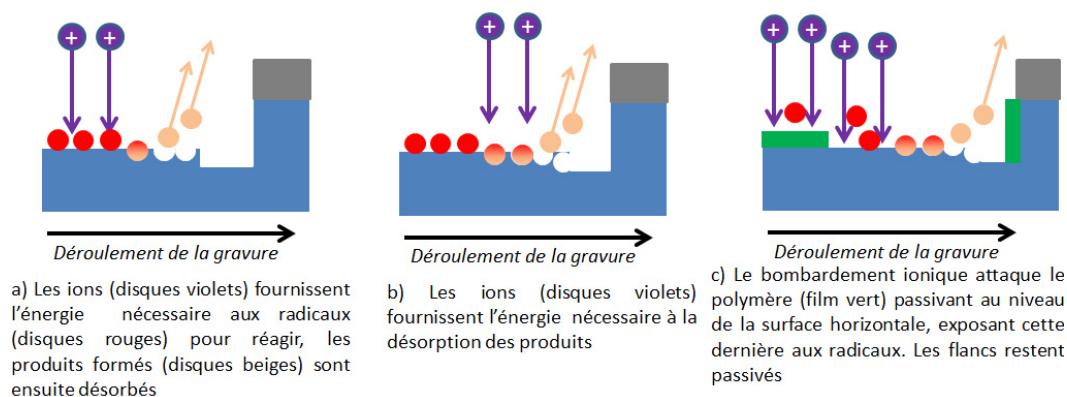
### 3.2.2.4 Technologie Reactive Ion Etching (RIE)

La gravure RIE est une technique de gravure sèche assistée par plasma. Elle se classe entre la gravure plasma purement chimique, sélective mais généralement isotrope et la gravure plasma purement physique peu sélective mais permettant une excellente verticalité des flancs (l'énergie cinétique des ions du bombardement de l'argon par exemple permet d'arracher la matière du matériau à graver). La Figure 73 donne la classification des différents types de gravure assistée par plasma en fonction de l'énergie des ions et de la pression de travail.



**Figure 73 Classification des trois types de gravure plasma suivant la pression de travail et l'énergie du bombardement ionique.**

La gravure RIE permet de réaliser un compromis entre vitesse de gravure élevée, sélectivité et gravure directionnelle. La gravure RIE fait appel à des mécanismes plus complexes dans lesquels interviennent à la fois les radicaux, chimiquement très réactifs, et les ions qui bombardent la surface. La gravure verticale RIE a pour origine un mécanisme ou la combinaison de plusieurs des mécanismes que nous allons décrire et schématiser dans la Figure 74.



**Figure 74 Schémas des mécanismes de la gravure RIE.**

a) Le bombardement ionique fragilise la surface de l'échantillon en arrachant localement des atomes ou des groupements d'atomes (groupe hydroxyle  $-OH$  passivant la surface par exemple). Les atomes en surface se trouvent ainsi avec des liaisons pendantes, réactives et instables et sont plus à même de réagir avec les radicaux du plasma. Le bombardement ionique est également en mesure de fournir de l'énergie pour activer les réactions chimiques.

b) Le bombardement ionique est en mesure de fournir l'énergie nécessaire à la désorption des produits de réactions qui sont évacués par le système de pompage. La désorption des produits de réaction requiert une énergie correspondant à l'énergie de liaison du composé à la surface. Si cette dernière est suffisamment élevée (i.e. grande devant  $kT$  où  $k$  est la constante de Boltzmann et  $T$  la température, soit environ  $28 \text{ meV}$  à  $50^\circ\text{C}$ ), l'énergie thermique n'est pas suffisante et la désorption nécessite l'assistance du bombardement ionique. Dès lors, nous comprenons que ce mécanisme est favorable à l'obtention d'une gravure anisotrope : le bombardement ionique étant principalement perpendiculaire à la surface, les produits de réaction sont moins aisément désorbés lorsqu'ils sont sur les flancs.

c) Le bombardement ionique pulvérise un film inhibiteur sur la surface horizontale tandis que le film passive toujours les flancs : les réactions peuvent avoir lieu uniquement sur la surface horizontale qui n'est plus protégée.

Nous pouvons remarquer que les deux premiers mécanismes sont finalement similaires : le bombardement favorise ou rend possibles les réactions chimiques, que ce soit pendant l'étape d'adsorption, de réaction ou de désorption tandis que le troisième mécanisme interdit, en théorie, la gravure au niveau des flancs.

Il faut noter cependant que la désorption des produits de réaction sur les flancs n'est pas nécessairement négligeable, ce qui peut conduire à une gravure latérale des motifs. Pour contrer ce

phénomène, des procédés de gravure astucieux combinant des mécanismes de passivation de surface et de gravure ont été développés, le procédé Bosch étant le plus célèbre.

La première technologie de gravure RIE montrée dans la Figure 75. Dans cette configuration de réacteur à gravure ionique réactive (Reactive Ion Etcher), l'échantillon repose directement sur l'électrode reliée au générateur RF de puissance.

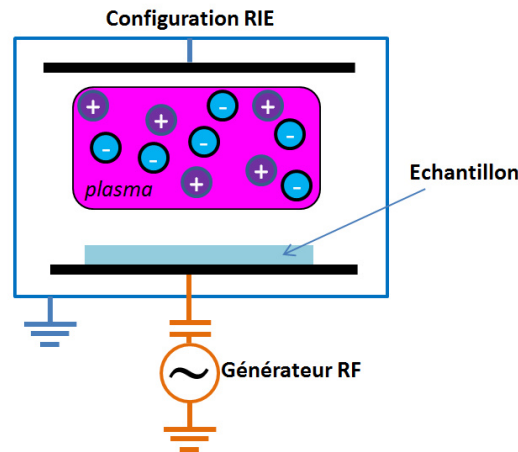


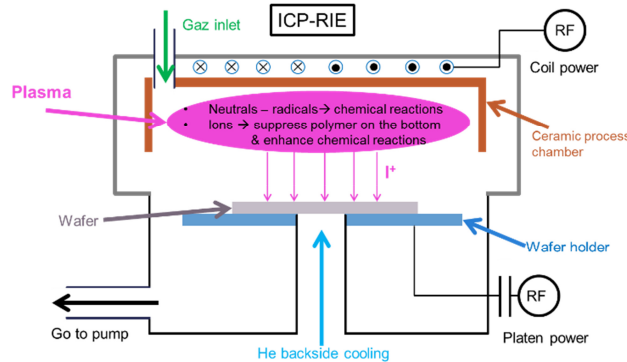
Figure 75 Schéma du dispositif de gravure sèche de type RIE.

Cette configuration présente l'inconvénient majeur de présenter des densités ioniques et radicalaires faibles, ce qui aboutit à des vitesses de gravure relativement faibles et peu adaptées à des matériaux comme le quartz. L'augmentation de la polarisation de l'échantillon induit une augmentation de la vitesse de gravure mais également un risque d'endommagement de l'échantillon. Finalement, une des limitations de la technologie RIE est l'impossibilité de découpler l'aspect chimique (la densité de radicaux et de particules chargées) avec l'aspect physique (intensité du bombardement ionique), ces deux paramètres étant pilotés par une seule et unique différence de tension.

### 3.2.2.5 Technologies à plasma de haute densité

Dans l'objectif d'augmenter les vitesses de gravures, des technologies avec des plasmas plus denses (degrés d'ionisation plus important) ont été mis en œuvre : l'idée est d'augmenter la distance parcourue par les électrons avant que ceux-ci ne soient perdus dans les parois dans le but d'accroître le nombre d'atomes ionisés. La chambre a également été modifiée de façon à découpler les composantes chimique et physique. Pour ce faire, l'échantillon est placé sur une électrode reliée à un générateur tandis que le plasma est généré dans une chambre au-dessus de l'échantillon. L'un des équipements les

plus couramment utilisés est l'ICP (Inductively Coupled Plasma) dont une vue simplifiée est montrée sur la Figure 76.



**Figure 76 Schéma de dispositif à plasma dense en configuration ICP.**

Les bobines autour de la chambre contenant le plasma produisent un fort champ magnétique, les électrons générés sont alors confinés et se déplacent en décrivant des trajectoires hélicoïdales.

L'intérêt du couplage avec le champ magnétique est de pouvoir augmenter la distance que parcourt un électron dans le plasma avant d'être collecté par les parois de la chambre et ainsi d'augmenter sa chance de collision avec des molécules neutres du plasma et donc sa probabilité de créer un ion ou des radicaux. Nous sommes donc en mesure de contrôler la densité de plasma en jouant sur l'amplitude du champ magnétique. Ces évolutions ont été indispensables pour réaliser la gravure des matériaux « durs » comme le quartz, la silice ou le verre.

L'équipement que j'ai utilisé durant ces travaux est de type ICP-RIE de la société STS. Les principales composantes de l'équipement sont montrées sur la Figure 77. L'introduction de l'échantillon se fait à partir du sas qui, une fois mis sous vide, permet le transfert de l'échantillon dans la partie inférieure de la chambre, l'échantillon est maintenu mécaniquement sur l'ensemble porte-sustrat et électrode puis le tout est déplacé vers la partie supérieure de la chambre.

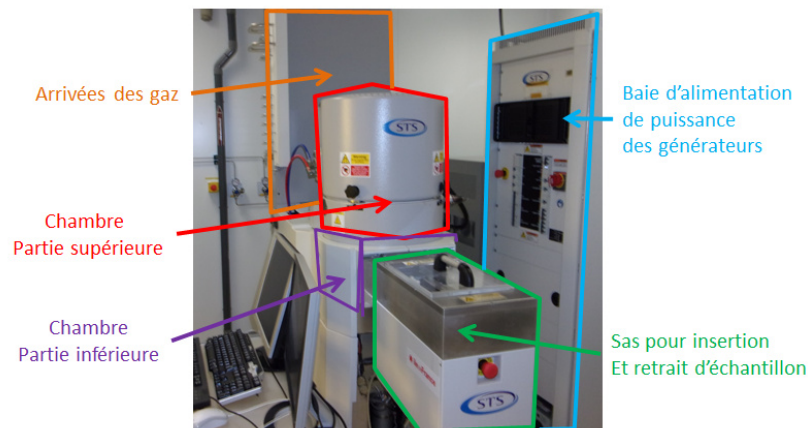


Figure 77 Photographie de l'équipement ICP-RIE utilisé durant les travaux.

Après avoir présenté les mécanismes de formation du plasma, ceux nécessaires au bombardement ionique ainsi que les mécanismes généraux de la RIE, nous allons maintenant passer au cas singulier de la gravure RIE du quartz.

### 3.2.3 Mécanismes de gravure du quartz par des gaz fluorocarbonés

Le radical de fluor  $F$  ne réagit que lentement avec le  $\text{SiO}_2$  [123], près de 40 fois plus lentement que dans le cas du silicium. La décomposition du gaz fluorocarboné dans le plasma par dissociations et ionisations successives ou simultanées dues aux impacts d'électron enrichit le plasma en radicaux  $F^*$  réactifs suivant une réaction type [124] :

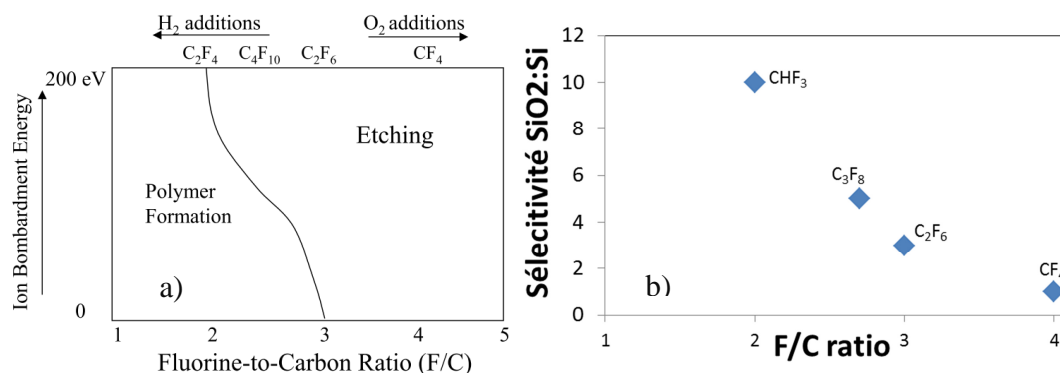


Les radicaux de fluor vont alors réagir avec les atomes de silicium présents à la surface du  $\text{SiO}_2$ , cette réaction étant facilitée par l'activation de surface provoquée par le bombardement ionique qui rompt une partie des liaisons Si-O. Cela conduit à la formation du composant volatil bien connu  $\text{SiF}_4$ , qui après désorption, est évacué par le système de pompage. Les composés du type  $\text{CF}_x$  vont se déposer sur toutes les surfaces aussi bien horizontales que verticales (les flancs) sous la forme d'un polymère passivant de type téflon et tendent à modérer le processus de gravure. Cependant, cette modération est contrecarrée par l'oxygène libéré lors de la dissociation des liaisons Si-O. L'oxygène libéré réagit en partie avec le polymère pour former des produits volatils de type  $\text{CO}_x$  ou  $\text{COF}_x$  détruisant ainsi le polymère sur la surface horizontale et permettant la poursuite de la gravure. La gravure verticale est obtenue par la passivation des flancs : le polymère n'est pas gravé en l'absence de bombardement ionique directif. Nous notons que la gravure du  $\text{SiO}_2$  (cristallin ou amorphe) se fait de manière

continue et ne présente pas une succession d'étapes de passivation bien distinctes comme dans le cas de la gravure alternée du silicium ou procédé Bosch.

Il s'avère que le mécanisme de gravure est en réalité plus subtil. En effet, la gravure se fait en réalité au travers de ce film de polymère fin de quelques nanomètres d'épaisseur. Ce film dicte la vitesse de gravure [125]. A l'interface du polymère et du substrat -ici le  $\text{SiO}_2$ - se forme une monocouche de type  $\text{SiO}_2\text{C}_x\text{F}_y$  qui se dissocie en  $\text{SiOC}_x\text{F}_y$  par bombardement ionique et relâche des composés volatils de type  $\text{COF}_x$ . Une nouvelle étape de dissociation prend place et forme des composés de type  $\text{SiF}_x$  et  $\text{CO}_x$ , ces derniers sont volatils. Les composés  $\text{SiF}_x$  réagissent avec les radicaux  $F^\bullet$  sous l'action du bombardement ionique et libèrent le composé volatil  $\text{SiF}_4$  [126][127]. La présence d'oxygène dans le substrat est donc un point critique qui impacte la vitesse de gravure du polymère passivant sur la surface horizontale. Le polymère formé sur le silicium est plus épais que sur le  $\text{SiO}_2$  [125], ce qui a pour conséquence de ralentir la gravure du silicium : la couche de polymère agit comme un amortisseur pour les ions incidents, plus elle est épaisse plus l'énergie cinétique de l'ion est dissipée. Nous comprenons donc qu'une couche de polymère plus épaisse conduit à une baisse de la vitesse de gravure et il est donc possible de graver de manière sélective le  $\text{SiO}_2$  vis-à-vis du Si. L'épaisseur de cette couche de polymère dépend de la nature du substrat mais également des conditions de la chambre, en particulier la puissance transmise via l'électrode du plateau, la nature et le ratio F/C du gaz introduit et des gaz additifs ( $\text{Ar}$ ,  $\text{H}_2$  ou  $\text{O}_2$ ). Pour une chimie donnée, il existe une tension de polarisation (résultante de la composition du plasma et de la puissance injectée à la cathode) à partir de laquelle la gravure du substrat démarre : nous passons d'un état de déposition nette du polymère (régime de déposition ou polymérisation) à une gravure quasi proportionnelle à la tension de polarisation (régime de surpression); au-delà d'une seconde tension de polarisation seuil, la vitesse de gravure varie comme la racine de la tension de polarisation (régime de pulvérisation) [128][129]. La Figure 78 a) donne la variation de la tension de seuil en fonction du ratio F/C pour les gaz usuels ainsi que les tendances suivies par l'adjonction de gaz additifs comme l' $\text{O}_2$  et le  $\text{H}_2$ .

Les gaz avec les rapports F/C les plus faibles tendent à accélérer la polymérisation, ce qui se traduit par une baisse globale de la vitesse de gravure du  $\text{SiO}_2$  et du silicium tout en augmentant la sélectivité du  $\text{SiO}_2$  vis-à-vis de Si car  $\text{SiO}_2$  est moins sensible à l'absence de radicaux  $F^\bullet$  [130], ce phénomène est illustré par la Figure 78 b). Cela se traduit également par l'augmentation de la polarisation de seuil avec l'inverse du rapport F/C.



**Figure 78 a) Variation de la tension seuil requise en fonction du ratio F/C pour plusieurs gaz additifs [131], b) variation de la sélectivité en fonction du ratio F/C, tiré de [130].**

Pour contrôler l'épaisseur de polymère passivant sur la surface horizontale, et donc la sélectivité SiO<sub>2</sub>/Si et la vitesse de gravure de SiO<sub>2</sub>, il est également possible d'ajouter des gaz additifs comme le H<sub>2</sub> ou le O<sub>2</sub>. L'adjonction d'O<sub>2</sub> dans le plasma conduit à une consommation supplémentaire du polymère passivant donc à une augmentation de la vitesse de gravure du Si [107] et à une baisse de la sélectivité SiO<sub>2</sub>/Si. L'adjonction d'O<sub>2</sub> est équivalente à une augmentation du ratio F/C [132]. A l'opposé, l'ajout de H<sub>2</sub> diminue la proportion des radicaux F<sup>•</sup> par combinaison avec ce dernier pour former la molécule volatile HF, réduisant la quantité de F<sup>•</sup> disponible pour former le SiF<sub>4</sub>. C'est le cas par exemple dans la molécule CHF<sub>3</sub> qui présente un ratio effectif F/C de 2 (Figure 78 b) alors que cette molécule compte trois atomes de fluor pour un seul atome de carbone. Cela réduit ainsi la vitesse de gravure du SiO<sub>2</sub> et Si [133] mais augmente la sélectivité de SiO<sub>2</sub> vis-à-vis de Si : c'est équivalent à une augmentation du ratio F/C.

Nous pouvons également ajouter un gaz neutre : de l'argon ou du xénon afin d'amplifier la contribution physique de la gravure pour éliminer les résidus en fond de tranchées [134][135] et améliorer la verticalité des flancs. Cela se fait toutefois au prix d'une diminution de la sélectivité de SiO<sub>2</sub> vis-à-vis du masque de gravure [136] et d'une baisse de la vitesse de gravure du substrat [132].

### 3.2.4 Caractéristiques, critères et paramètres de gravure

Nous définissons ici les principales caractéristiques de la gravure ainsi que le cahier des charges. Nous discutons des différents paramètres de la gravure en vue de préparer les tests de gravure et les réalisations.



### 3.2.4.1 Caractéristiques de la gravure

La vitesse de gravure verticale moyenne  $v_{\text{substrat}}$  est définie comme la profondeur du motif gravé sur le temps de gravure, on l'exprimera de préférence en nm/min ou en  $\mu\text{m/h}$ . Ici, le terme substrat désigne l'échantillon qui sera le plus souvent du quartz. On notera que dans ce travail de thèse, il n'a pas été possible de mesurer les vitesses instantanées de gravure : la vitesse de gravure se rapporte à des durées de gravure allant de quelques minutes à plusieurs heures.

Sélectivité S : Le transfert de motifs par gravure nécessite qu'une partie du substrat soit protégée par un masque. Idéalement, celui-ci est choisi pour réagir moins vite avec les agents de la gravure que le matériau à graver. La sélectivité  $S_{\text{instantanée}}$  est définie comme le rapport de la vitesse verticale instantanée du matériau à graver  $v_{\text{substrat}}$  sur la vitesse verticale instantanée du masque  $v_{\text{masque}}$ . En pratique, on parle plutôt de sélectivité moyenne  $S_{\text{moyenne}}$  en remplaçant les vitesses instantanées de gravure par les vitesses moyennes relatives au temps de gravure. Par abus de langage, nous parlerons de sélectivité **S** pour désigner la sélectivité moyenne.

$$S = \frac{v_{\text{substrat}}}{v_{\text{masque}}} \quad (57)$$

En supposant la vitesse de gravure constante, si **S=10** nous pouvons espérer graver jusqu'à  $10 \mu\text{m}$  de substrat avec un masque d'épaisseur  $1 \mu\text{m}$ .

Le rapport d'aspect A est défini comme le ratio de la profondeur  $e$  gravée sur l'ouverture du motif  $w$  définie comme la plus petite dimension latérale :

$$A = \frac{e}{w} \quad (58)$$

L'angle de flanc  $\alpha$  en  $^\circ$  est défini comme l'angle entre la surface de l'échantillon avant gravure et la pente des flancs. Pour  $\alpha < 90^\circ$  les flancs seront qualifiés de rentrants et pour  $\alpha > 90^\circ$  de sortants. Nous parlerons également d'angle d'écart à la verticale  $\beta$  en précisant la nature des flancs comme illustré sur la Figure 79.

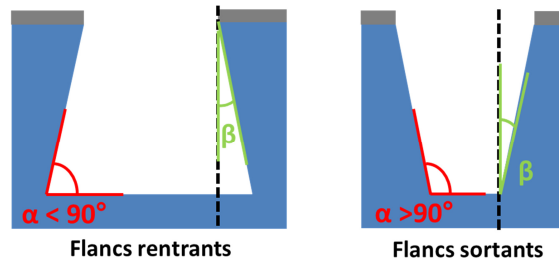


Figure 79 A gauche : exemple de flancs sortants ; à droite : exemple de flancs rentrants.

### 3.2.4.2 Cahier des charges

Plusieurs critères et paramètres ont été imposés pour la réalisation des ARQOMM:

- Nous devons réaliser des gravures profondes dans le quartz (30 à 120  $\mu\text{m}$ ) pour définir les motifs des résonateurs tout en garantissant l'obtention de flancs les plus verticaux possible.
- Nous devons également appliquer la recette de gravure pour la réalisation des cavités en face arrière soit une profondeur de 210-120=90  $\mu\text{m}$  à 210-30=180  $\mu\text{m}$ . Une épaisseur de 210  $\mu\text{m}$  pour un wafer de 1.5'' est choisie car elle représente un bon compromis entre la profondeur maximale à graver et la facilité de manipulation de l'échantillon. Pour la gravure des cavités, la contrainte sur l'angle est moins sévère.
- La contrainte sur le fond de gravure pour la gravure des motifs est faible *a priori* tant que la gravure est débouchante. En revanche, le fond de gravure peut avoir des répercussions sur la rugosité des flancs, qui eux, doivent être les plus lisses possible pour réduire les pertes de surface. On cherchera donc à obtenir un fond de gravure le plus lisse possible, comparable à celui de l'échantillon avant gravure.
- Les flancs doivent être les plus verticaux possible afin d'assurer la symétrie de la structure et donc le confinement de l'énergie acoustique : on cherche donc  $\alpha \cong 90^\circ$ .

### 3.2.4.3 Paramètres de gravure

Afin d'obtenir un résultat de gravure le plus proche des attentes, il s'agit de comprendre le rôle des différents paramètres de la gravure et de comprendre les leviers sur lesquels nous sommes en mesure de jouer. Les principaux paramètres sont la puissance de la bobine ( $P_{\text{bobine}}$ ), la puissance fournie à l'électrode du plateau ( $P_{\text{plateau}}$ ), les débits, la nature et le rapport des gaz de gravure, la pression et la température de la chambre. Comme présenté précédemment, l'intérêt des technologies ICP-RIE est de pouvoir dissocier l'effet chimique et l'effet physique de la gravure, cela se traduit par la présence des deux puissances. D'une part la puissance fournie à la bobine contrôle l'intensité du champ magnétique

permettant l'ionisation des gaz et la création du plasma<sup>5</sup>. Plus le champ magnétique est intense, plus les densités d'électrons et donc d'ions et de radicaux augmentent. L'aspect chimique de la gravure est amplifié : la vitesse de gravure et la sélectivité augmentent. En outre, la puissance du plateau modifie la polarisation de l'échantillon par rapport au potentiel du plasma. Une augmentation (en valeur absolue) de la polarisation se traduit par un bombardement ionique plus intense résultant en une augmentation de la vitesse de gravure, une meilleure verticalité des flancs et une dégradation de la sélectivité. Le rôle de la pression de la chambre sur la vitesse de gravure est moins évident. En effet une baisse de la pression tend à réduire la concentration des espèces du plasma et augmente le temps de parcours moyen des électrons : les électrons sont plus chauds donc plus énergétiques augmentant ainsi leur probabilité d'ioniser un radical ou une molécule : le caractère physique de la gravure est renforcé. Inversement, une augmentation de la pression renforce le caractère chimique de la gravure et la gravure se rapproche d'une gravure chimique par plasma, les interactions entre ions et particules tendent à baisser l'énergie des ions incidents. L'influence de la nature et du rapport des gaz présents dans la chambre a été traitée plus haut. Dans le cas d'une gravure limitée principalement par la vitesse des réactions chimiques, l'augmentation de la température de la chambre et du porte-substrat se traduit par une augmentation de la vitesse de gravure. La Table 10 résume les tendances de modifications des paramètres de gravure sur les caractéristiques de gravure.

**Table 10 Tendances attendues sur les caractéristiques de gravure dues à la variation de paramètres de gravure.**

<b>Caractéristiques de la gravure</b>	<b>S'améliore quand le/les paramètres augmente(nt)</b>	<b>Se dégrade quand le/les paramètres augmente(nt)</b>	<b>N'influe pas de manière significative ou peu connue</b>
Vitesse de gravure	-Puissance plasma -Puissance plateau -Température		
Sélectivité et fond de gravure	-Puissance plasma	-Puissance plateau -Pression	-Température
Angle et qualité des flancs	-Puissance plateau	-Puissance Plasma -Pression	-Température

<sup>5</sup> Le champ électrique induit par le champ magnétique ainsi crée est à l'origine de l'ionisation du gaz : suite à un arrachage spontané d'un électron à un atome (émission spontanée), l'électron libéré sous l'action du champ électrique induit commence une réaction en chaîne en ionisant d'autres molécules. Le champ magnétique augmente la distance parcourue des électrons libres au sein du plasma avant leur capture par les parois assurant la stabilité du plasma.

### 3.2.5 Etat de l'art de la gravure DRIE du quartz, de la silice et du verre

Nous présentons dans cette section l'essentiel des résultats issus de la littérature. La nature du matériau à graver, la nature du masque de gravure et son épaisseur en  $\mu\text{m}$ , la nature chimique et les débits des gaz en  $\text{sccm}$ <sup>6</sup> ainsi que les puissances de la bobine et du plateau en  $\text{W}$  sont consignés dans la section « Paramètres de gravure » de la Table 11. La profondeur gravée  $e_{\text{max}}$  en  $\mu\text{m}$ , la vitesse moyenne  $v$  en  $\mu\text{m/h}$ , le rapport d'aspect maximal  $A_{\text{max}}$ , l'angle de flanc  $\alpha$  et la sélectivité  $S$  moyenne sont données dans la section « Résultats de gravure » de la même table.

**Table 11 Paramètres de gravure et résultats de gravure de la DRIE du quartz, de la silice ou du verre de la littérature. En gras, les paramètres records.**

Paramètres de gravure					Résultats de gravure				
Réf	Matériau <sup>7</sup>	Masque <sup>8</sup> ( $\mu\text{m}$ )	Gaz ( $\text{sccm}$ )	$P_{\text{bobine}}$ ( $\text{W}$ ) / $P_{\text{plateau}}$ ( $\text{W}$ )	$e_{\text{max}}$ ( $\mu\text{m}$ )	$v$ ( $\mu\text{m/h}$ )	$A_{\text{max}}$	$\alpha$	$S$
[137]	Qtz	SU8(90)	CF <sub>4</sub> (25)//Ar(25)	400/200	55	13.7	0.5	86	0.34
[137]	Qtz	SU8(90)	CHF <sub>3</sub> (25)//Ar(25)	400/200	41.3	11.8	0.4	83	0.68
[138]	Pyrex	Ni(E,15)	SF <sub>6</sub>	150/NR <sup>9</sup>	150	26	<b>6</b>	85	>10
[139]	Qtz AT	Ni	SF <sub>6</sub> (10)	150/NR	20	30	NR	NR	30
[109]	Qtz	SU8(95)	C <sub>4</sub> F <sub>8</sub> (10)//H <sub>2</sub> (20)//Ar(30)	800/NR	100	25	2	80	0.83
[140]	Qtz AT	SJR-5740(50)	CF <sub>4</sub> (20)//O <sub>2</sub> (2)	900/25	12	6	NR	NR	1
[117]	Qtz AT	Ni(E,4)	C <sub>4</sub> F <sub>8</sub> //O <sub>2</sub>	NR	100	NR	NR	85	>20
[141]	Silice	Al(P,2)	C <sub>4</sub> F <sub>8</sub> (80)//O <sub>2</sub> (20)	2000/300	10	31	2	83	20

<sup>6</sup>  $\text{sccm}$  pour standard cubic centimeter per minute ou centimètre cube par minute dans les conditions standards est une unité de débit volumique d'un fluide dans les conditions standards de température ( $T=273\text{ K}$ ) et de pression ( $P=1\text{atm}$ ).

<sup>7</sup> Qtz=quartz la coupe est précisée si elle est indiquée dans la référence.

<sup>8</sup> Pour le masque de gravure la première lettre désigne la méthode de gravure E=électro-dépôt, P=pulvérisation ; le nombre l'épaisseur du masque en  $\mu\text{m}$ .

<sup>9</sup> NR=non renseigné.

[141]	Silice	AlN(P)	CF <sub>4</sub> (80)	1800/150	16.5	23.4	3	88	24
[141]	Silice	AlN(P)	SF <sub>6</sub> (100)	1850/180	21	21.6	4	88	38
[142]	Silice	Si(42)	C <sub>4</sub> F <sub>8</sub> (25)//He(50)	1400/600	58	28	3.8	NR	1.4
[143]	Qtz SC	Ni(E)	C <sub>4</sub> F <sub>8</sub> //O <sub>2</sub>	NR	40	<b>40</b>	NR	NR	30
[144]	Qtz AT	Ni(E)	C <sub>4</sub> F <sub>8</sub> //O <sub>2</sub>	1600/120	12.5	25	NR	85	<b>100</b>
[110]	Silice	KMPR(100)	C <sub>4</sub> F <sub>8</sub> (24)//He(84)	3000/200	<b>196</b>	24	3.8	<b>89</b>	2
[145]	Qtz X	KMPR(80)	C <sub>4</sub> F <sub>8</sub> //CF <sub>4</sub> //He	1500/650	70	<b>40</b>	NR	<b>89</b>	1.3
[146]	Qtz Y	Ni(E)	SF <sub>6</sub> //Ar	NR	80	24	NR	NR	10

Les gaz de gravure sont pourvoyeurs de l'atome de fluor  $F$  indispensable à la réaction chimique amplifiée par plasma. Nous reviendrons sur le choix du masque et les conséquences sur la gravure dans la section suivante. Nous remarquons que des profondeurs importantes, proches de 200  $\mu\text{m}$ , ont déjà pu être gravées. Les vitesses de gravure sont comprises entre 6 et 40  $\mu\text{m}/\text{h}$ , ce qui est du même ordre de grandeur que la gravure chimique par voie humide. La sélectivité  $S$  présentée est calculée à partir des valeurs moyennes des vitesses de gravure, nous verrons par la suite que la sélectivité a tendance à baisser au fur à mesure que la profondeur gravée augmente et donc avec le temps de gravure. Ainsi comparer deux sélectivités n'a de sens que si les profondeurs gravées sont également prises en compte. Les performances atteintes sont rassurantes quant à notre cahier des charges : Fukusawa [109] a ainsi démontré en 2003 la possibilité de graver des motifs avec un rapport d'aspect de 2 sur 100  $\mu\text{m}$  de profondeur à une vitesse de 25  $\mu\text{m}/\text{h}$  avec un plasma à base de C<sub>4</sub>F<sub>8</sub>, H<sub>2</sub> et Ar en utilisant un masque en résine SU-8 d'épaisseur 95  $\mu\text{m}$ . L'érosion latérale de la résine conduit néanmoins à des angles de flancs d'environ 4°. Cette recette nécessite du dihydrogène pour accroître la sélectivité, mais l'emploi de ce gaz est complexe à mettre en œuvre en raison du risque d'explosivité. En 2014, Kamijo *et al.* [145] atteint des vitesses de gravure accrues, de l'ordre de 40  $\mu\text{m}/\text{h}$  avec un plasma sans hydrogène (C<sub>4</sub>F<sub>8</sub>/CF<sub>4</sub>/He) et grave jusqu'à 80  $\mu\text{m}$  de profondeur des motifs avec un rapport d'aspect de l'ordre de 2 en employant un masque de résine KMPR de 90  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. En 2017, Kubena *et al.* [117] privilégie les masques métalliques en raison de leur meilleure sélectivité : il parvient à graver 100  $\mu\text{m}$  de quartz en utilisant un masque en aluminium épais de 4  $\mu\text{m}$ . Les masques en nickel présentent des sélectivités plus élevées de 10 à 100 typiquement (suivant l'épaisseur, la

méthode de dépôt et la recette de gravure) et sont bien adaptées aux gravures profondes. L'utilisation des masques métalliques permet généralement un meilleur contrôle des flancs, en effet la sous-gravure de la résine est importante et conduit à une dégradation de la verticalité et des motifs des flancs (excepté dans les travaux de Kamijo). C'est pourquoi nous nous sommes orientés vers cette solution qui pose toutefois de nouveaux verrous technologiques comme le développement d'un moyen de transfert du masque sur le substrat. Ce que nous verrons par la suite.

### **3.3 Détail des étapes et verrous technologiques**

Le remplacement de la gravure humide par la gravure DRIE élargit le champ des structures réalisables, grâce en particulier à l'obtention de flancs droits, à la possibilité d'utiliser n'importe quelle coupe de quartz ou encore à la possibilité de graver des géométries complexes. Les premières investigations dans ce domaine datent des années 2000 : des gravures de presque 100  $\mu\text{m}$  de quartz avec des flancs presque verticaux ont ainsi été démontrées [109][136][147].

#### **3.3.1 Masque de gravure DRIE**

Une des principales problématiques de la DRIE du quartz est le choix et la réalisation du masque de gravure : pendant la gravure, le masque protège une partie du quartz tandis que la partie exposée au plasma est gravée. Pour réaliser un tel masque, deux méthodes sont principalement mentionnées dans la littérature : la réalisation d'un masque « dur » (hard) en métal ou « mou » (soft) en résine. Chacune des deux familles de masques présente des avantages et des inconvénients :

- Les masques durs typiquement en nickel ou en chrome présentent une bien meilleure sélectivité par rapport au quartz, de l'ordre de plusieurs dizaines, mais ils compliquent le procédé de fabrication : d'une part le dépôt du masque implique une étape supplémentaire et généralement contraignante, et d'autre part, le transfert de motifs via ce masque implique une étape de décollement de résine (ou « lift-off » en anglais) ou de gravure chimique du métal.
- Les masques mous en résine photosensible de type époxy SU-8 ou KMPR sont réalisables rapidement par une unique étape de photolithographie mais présentent des sélectivités plus faibles, de l'ordre de l'unité. La gravure latérale de ces masques est également importante pour les gravures profondes.

J'ai réalisé des tests de gravure sur les deux types de masques afin de sélectionner la solution technologique la plus appropriée en vue de réaliser les ARQOMM 2D.

### 3.3.1.1 Tests de gravure sur un masque en résine épaisse

L'utilisation d'une résine épaisse simplifie le procédé de fabrication. La résine épaisse est la SU8-2050 (MicroChem) qui a permis dans la littérature de graver 100  $\mu\text{m}$  de quartz [109]. Il s'agit dans cette section d'évaluer la pertinence de cette technique de masque en vue de la réalisation des ARQOMM 2D : c'est-à-dire la sélectivité du masque et la qualité des flancs que nous pouvons obtenir avec ce masque. J'ai développé un procédé d'enduction spécifique permettant de réaliser une épaisseur proche de 100  $\mu\text{m}$  de résine.

Les Figure 80a) et b) montrent le résultat du procédé après rinçage, les motifs sont correctement définis.

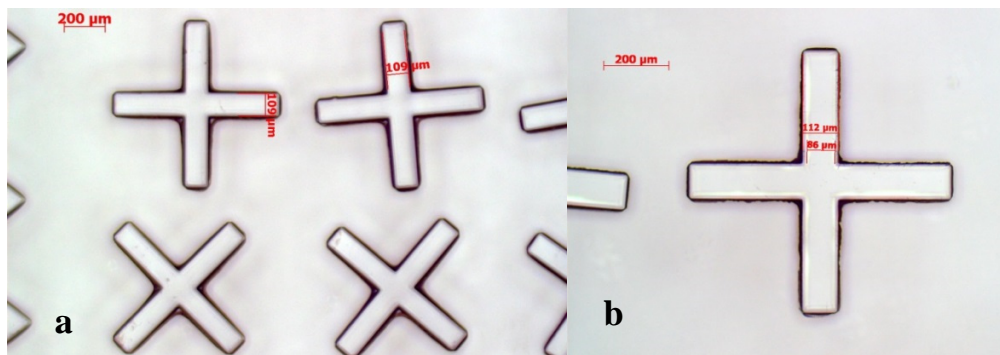
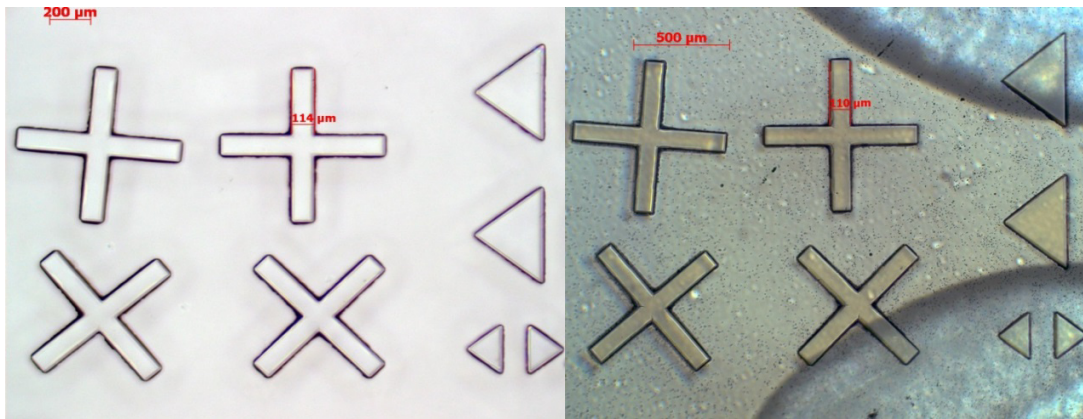


Figure 80 Motifs de croix en résine SU8-2050 après rinçage, a) grandissement x50, b) grandissement x100

L'échantillon est collé à l'aide d'une cire à base de silicone sur un wafer support en silicium puis gravé dans l'équipement ICP-RIE pour une heure. J'ai développé une recette de gravure adaptée, à partir des données de la littérature, au cours de la thèse, et dont les paramètres principaux sont les suivants :  $\text{CF}_4$  (60 sccm) et Ar (30 sccm), pression de la chambre à 10 mTorr, température du plateau à 20°C, puissance du plasma 1600 W, puissance d'accélération 300 W. La Figure 81a) est une image obtenue au microscope optique de l'état des motifs avant la gravure et la Figure 81b) montre la même zone après la gravure d'une heure.



**Figure 81 Observations au microscope optique de motifs du masque en SU8, a) avant gravure, b) après 60 min de gravure avec la recette adaptée au masque de résine épaisse. Sur l'image de droite, l'échantillon est toujours collé sur le support utilisé lors de la gravure DRIE : les motifs arrondis que l'observe en arrière-plan correspondent à la graisse à vide que l'on voit par transparence.**

Nous constatons la présence d'un micro-masquage dense qui trouve son origine dans la pulvérisation et le redépôt de la résine au fond des tranchées.

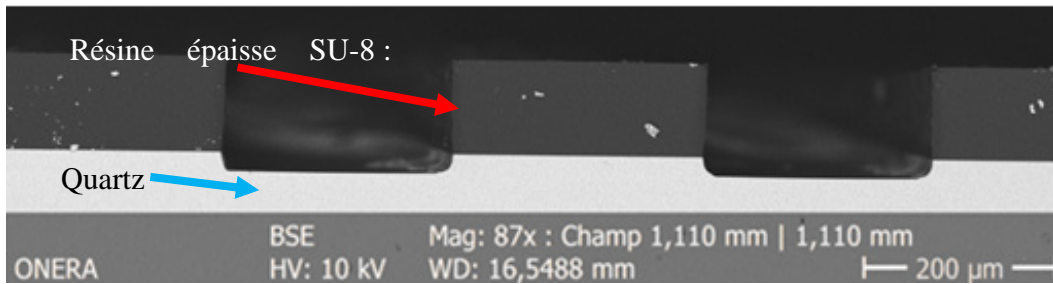
La qualité des flancs est évaluée à l'aide d'images obtenues en microscopie électronique à balayage (MEB). Ces observations sont également indispensables pour estimer la vitesse de gravure et la sélectivité dans le cas de la résine épaisse : en effet la profondeur de quartz gravée n'est pas significative devant l'épaisseur du masque résiduel : la variation de hauteur entre le fond et le sommet du motif que nous pouvons obtenir par mesure au microscope optique ou au profilomètre mécanique n'est pas une bonne estimation de la profondeur gravée. L'échantillon est clivé puis préparé pour les observations MEB. Une couche de graphite est déposée à sa surface pour le rendre conducteur et un filet de colle argent permet de le relier à la masse et ainsi d'évacuer les électrons provenant de la sonde électronique permettant l'analyse de l'échantillon<sup>10</sup>.

La Figure 82 montre une vue en coupe de tranchées gravées obtenues après 1h de gravure en utilisant le microscope à balayage électronique (MEB).

---

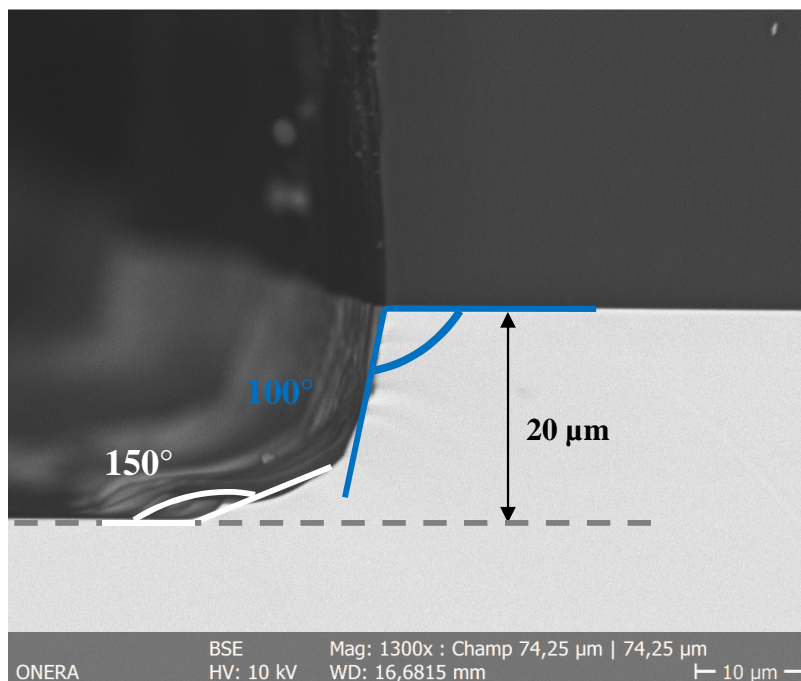
<sup>10</sup> Le quartz étant un isolant électrique, il se charge s'il est soumis à un bombardement électronique et repousse alors les électrons incidents suivants. Dans le cas d'observations MEB, cela se traduit par une image floue d'où la nécessité d'évacuer les charges en cours d'observation.





**Figure 82** Image MEB de poutres de 250 µm de larges après gravure DRIE d'une durée de 1h en utilisant en masque de résine épaisse.

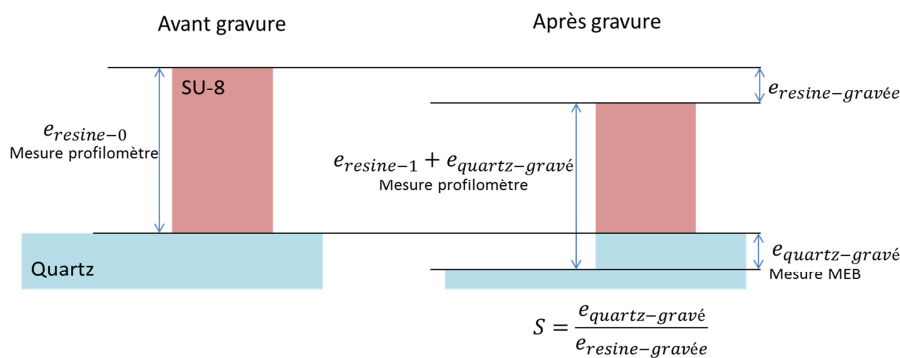
Les flancs de la résine sont légèrement rentrants, de l'ordre de 4°, impliquant une largeur des motifs en résine plus importante au sommet qui va protéger le quartz au pied du motif, cela se traduit par des angles sortants au niveau du quartz de l'ordre de 10° comme nous pouvons l'observer sur la Figure 86 qui présente un zoom de l'image précédente permettant la mesure de l'épaisseur de quartz gravée.



**Figure 83** Image MEB de poutres de 250 µm de larges après gravure DRIE d'une durée de 1h en utilisant en masque de résine épaisse.

Après une heure de gravure, 20 µm de quartz ont été gravés ; la vitesse de gravure est donc proche de 20 µm/h. La sélectivité est estimée de la manière suivante : à l'aide du profil mètre mécanique j'ai relevé sur plusieurs motifs la variation d'épaisseur avant gravure entre le sommet de la résine et le quartz, cette variation d'épaisseur correspond à l'épaisseur initiale de la résine. Le même travail est

réalisé après la gravure sur les mêmes motifs : la variation d'épaisseur correspond cette fois à la somme de l'épaisseur restante de résine et à la profondeur de quartz gravée. On suppose que la profondeur gravée de quartz est plutôt homogène dans les motifs mesurés. L'hypothèse est raisonnable du fait de la durée courte de la gravure et des faibles rapports d'aspects considérés, ce qui implique une variation de rapport d'aspect faible. La sélectivité moyenne est estimée en faisant le rapport de l'épaisseur gravée de quartz sur l'épaisseur de résine gravée comme illustré sur la Figure 84.



**Figure 84** Schéma illustrant la méthode de mesure permettant l'estimation de la sélectivité.

J'ai ainsi estimé la sélectivité de la résine autour de  $0.9 \pm 0.1$ , l'incertitude peut être expliquée par une faible variation de la vitesse de gravure suivant les motifs. Ce résultat rejoint les travaux de Fukusawa en l'absence de dihydrogène [109] et de Chen [137] qui ont mesuré des sélectivités moyennes respectives de 1 et 0,5. Un aspect positif est l'absence de sous-gravure importante au niveau du sommet des motifs, une gravure prolongée serait toutefois nécessaire pour confirmer cette observation. L'unique étape de photolithographie est un atout important de la résine épaisse. Toutefois la sélectivité faible et la non verticalité prononcée des flancs dès la première heure de gravure sont des points qui m'amènent à conclure que le masque en résine épaisse SU-8 n'est pas pour l'instant adapté à la gravure profonde du quartz (typiquement  $100 \mu\text{m}$ ) et à la réalisation des ARQOMM 2D. Sous réserve d'un meilleur contrôle des flancs et de la résolution latérale passant par une optimisation de la photolithographie, cette technique de masquage est une option pertinente dans le cas de gravures moins profondes de 1 à  $20 \mu\text{m}$ .

Je me suis ensuite intéressé à la famille des masques en métal et justifie le choix du métal ainsi que la méthode de dépôt employée.

### 3.3.1.2 Masques de gravure durs

Plusieurs matériaux ont été investigués dans la littérature pour réaliser des gravures profondes de silice ou de quartz : le nickel, le chrome, l'aluminium ou l'alumine. Les masques en aluminium

réalisés par pulvérisation présentent des sélectivités de l'ordre de 20 [141], celle des masques en chrome est plus élevée de l'ordre de 60 [136]. Les masques en nickel sont les plus couramment rencontrés et présentent des sélectivités comprises entre 20 [148] et 100 [144]. La forte disparité entre les valeurs s'explique par le fait que les sélectivités dépendent de la recette de gravure, de la profondeur gravée et du moyen de dépôt. Le nickel ou le chrome apparaissent alors comme les deux métaux pertinents pour des applications de masque de gravure DRIE du fait de leur sélectivité importante. Des études antérieures au sein de l'ONERA ont mis en évidence l'adéquation du chrome pour cette application du fait de la facilité à le retirer après gravure. Cependant, le chrome est employé comme couche d'accroche pour la réalisation des électrodes. Il est préférable d'utiliser un autre métal afin d'éviter tout endommagement des électrodes lors de la gravure du masque en fin de procédé (sous réserve que la solution de gravure du métal choisi ne grave ni le chrome ni l'or), d'où le choix de réaliser un masque de gravure DRIE en nickel. Les techniques de dépôt envisageables pour déposer le nickel sont :

- Le dépôt électrolytique est une technique de dépôt permettant de réaliser des couches de métaux épaisses de plusieurs micromètres. Un courant électrique permet l'électrolyse d'une solution saline contenant les cations correspondant au métal à déposer sur l'échantillon qui fait office de cathode.
- L'évaporation sous vide permet la réalisation de couches minces sur un échantillon. Le matériau à déposer est placé dans une enceinte sous vide secondaire et chauffé fortement de façon à ce que la pression de vapeur saturante du métal à cette température se rapproche de la pression dans la chambre. Les atomes ainsi évaporés dans l'enceinte se condensent sur les surfaces froides de l'enceinte et en particulier la surface de l'échantillon aboutissant à la croissance de la couche.
- La pulvérisation cathodique est un procédé de dépôt sous vide assisté par plasma. Le matériau à déposer (dans notre cas du nickel) est la cible et constitue la cathode du système. L'échantillon est placé en regard de la cathode. Un plasma est créé de manière similaire au cas de la gravure par plasma. Un bombardement ionique apparaît au niveau de la cathode : les ions viennent frapper la cible et arrachent des atomes de la cible qui sont pulvérisés et se condensent sur l'échantillon. Les atomes pulvérisés possèdent des énergies plus importantes que dans le cas de l'évaporation (énergie thermique), forment des couches plus uniformes,

moins sensibles à l'état de surface de l'échantillon, qui sont plus adhérentes que dans le cas de l'évaporation [149].

Avec une sélectivité de la recette de gravure estimée entre 30 et 80 d'après la littérature, nous devons donc disposer d'au moins **1,5 à 4  $\mu\text{m}$  de nickel** pour espérer graver **100  $\mu\text{m}$  de quartz**. L'évaporation sous vide n'est pas adaptée pour des épaisseurs supérieures à quelques centaines de nanomètres : des essais antérieurs ont montré que les couches évaporées s'effritent dès lors que des épaisseurs de l'ordre du micromètre sont atteintes. Nous nous sommes alors orientés vers la pulvérisation cathodique, une technique bien connue et maîtrisée au sein de l'équipe CMT.

La réalisation du masque de gravure peut se faire suivant deux méthodes :

- par gravure chimique: le métal est tout d'abord déposé sur toute la surface du wafer (dépôt dit « pleine plaque ») puis les motifs du masque sont transférés par une photolithographie conventionnelle suivie d'une gravure chimique par voie humide. Cette dernière est réalisée à l'aide d'une solution commerciale (TFB ou TFG de chez Transène) avec agitation pendant plusieurs dizaines de minutes. Un avantage de cette méthode est la simplicité de sa mise en œuvre. En pratique, la qualité des motifs obtenus est décevante : la sous gravure est importante et arrondit les flancs du masque en nickel du fait de l'isotropie de gravure pouvant dégrader la verticalité de ces derniers. Il se forme également une couche au fond des motifs gravés qui résiste à l'attaque chimique et dégrade par la suite le fond de gravure en DRIE, ce phénomène est illustré en Figure 85.

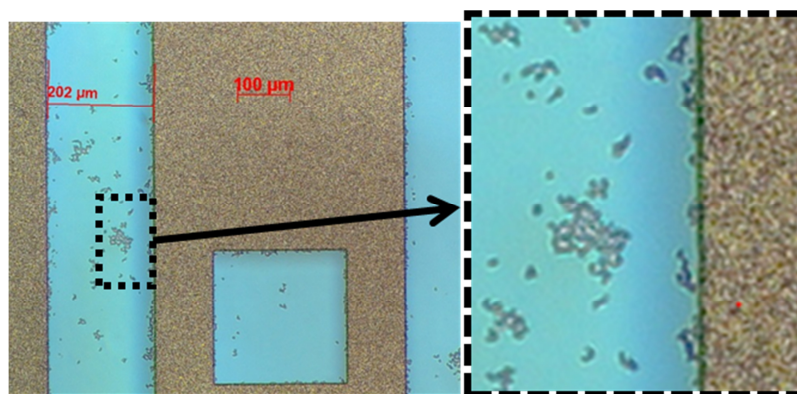


Figure 85 Gauche : exemple de gravure chimique par voie humide de motifs en utilisant le TFB, droite : zoom sur les résidus au fond des tranchées.

- L'autre option pour réaliser le masque de gravure DRIE est le procédé de décollement de résine ou lift-off. Un masque de résine est réalisé avant le dépôt de métal. L'immersion de l'échantillon métallisé dans une solution spécifique de dissolution de la résine conduit à la révélation des motifs.

La piste du décollement de résine est plus prometteuse que la gravure chimique par voie humide du masque de gravure. En effet, le contrôle des flancs est en théorie plus rigoureux et les tests que j'ai réalisés ont présenté un fond de gravure plus propre. Cela fut confirmé par les tests de gravure DRIE que j'ai menés sur des échantillons dont le masque de gravure est en nickel et réalisé par décollement de résine ou gravure chimique. Dans le cas du décollement de résine, le contrôle des flancs est supérieur. Je présente ces résultats de manière détaillée dans la suite. Nous dévoilons de manière anticipée un résultat important : les mesures de sélectivité sur les essais ont indiqué que la sélectivité moyenne était proche de 45. Cette information est primordiale car elle fixe l'épaisseur minimale du masque de métal à déposer : dans notre cas, pour graver 100  $\mu\text{m}$ , au moins 2.2  $\mu\text{m}$  de nickel sont nécessaires. Pour assurer une marge raisonnable, nous ciblerons une épaisseur de 3  $\mu\text{m}$ .

Pour résumer, dans l'objectif de réaliser un masque de gravure DRIE capable d'assurer 100  $\mu\text{m}$  de gravure de quartz, nous nous sommes orientés vers les masques métalliques car ils présentent une meilleure sélectivité et généralement un meilleur contrôle des flancs : l'érosion latérale est réduite par rapport au masque en résine. Le choix du nickel au détriment du chrome est justifié par la présence du chrome dans la technologie actuelle des électrodes. La préférence du dépôt de nickel par pulvérisation cathodique devant l'évaporation sous vide est motivée par la faible épaisseur maximale réalisable par cette dernière technique. Deux méthodes de transfert des motifs sont envisageables : la gravure chimique du masque de métal par voie humide ou le décollement de résine. J'ai mené des tests préliminaires et les résultats de ceux-ci m'ont amené à privilégier le décollement de la résine.

### **3.3.2 Verrous rencontrés en vue d'amélioration du procédé de décollement de résine**

Plusieurs verrous technologiques doivent être levés en vue de la réalisation des résonateurs ARQOMM 2D en DRIE, d'une part au niveau de la technique de masquage avec la tenue de la résine à la pulvérisation cathodique et l'adaptation du décollement de résine à des épaisseurs importantes de métal, d'autre part au niveau du contrôle de la qualité du fond de gravure des motifs gravés.

### 3.3.2.1 Décollement de résine (« lift-off »)

La pulvérisation cathodique induit des températures élevées au niveau de l'échantillon du fait de l'énergie importante des atomes pulvérisés et ce même à faible puissance. La recette de dépôt développée pour réaliser ce masque de nickel est une recette « faible » puissance de 100 W sous une pression d'argon de  $16.9 \times 10^{-3}$  mbar avec une température de dépôt estimée au niveau du substrat comprise entre 100 et 150°C. La résine que nous souhaitons utiliser devrait être en mesure de supporter de telles températures et pendant la durée du dépôt, soit plusieurs heures. Le procédé de décollement de résine est habituellement réalisé à l'aide d'une résine négative inversible et est rendu possible par la présence de casquettes au niveau des flancs. Cependant de telles résines comme la Ti35es ne supportent pas les températures élevées : elles ont tendance à gonfler et à réticuler pendant le dépôt. C'est pourquoi un procédé utilisant une bicouche de résines a été développé antérieurement à l'ONERA. Cette bicouche se compose de résine LOR 5A, une résine non photosensible, recouverte par une couche de S1813, une résine photosensible positive. L'objectif est de réaliser des casquettes, similaire au cas des résines inversibles comme illustré dans la Figure 86.

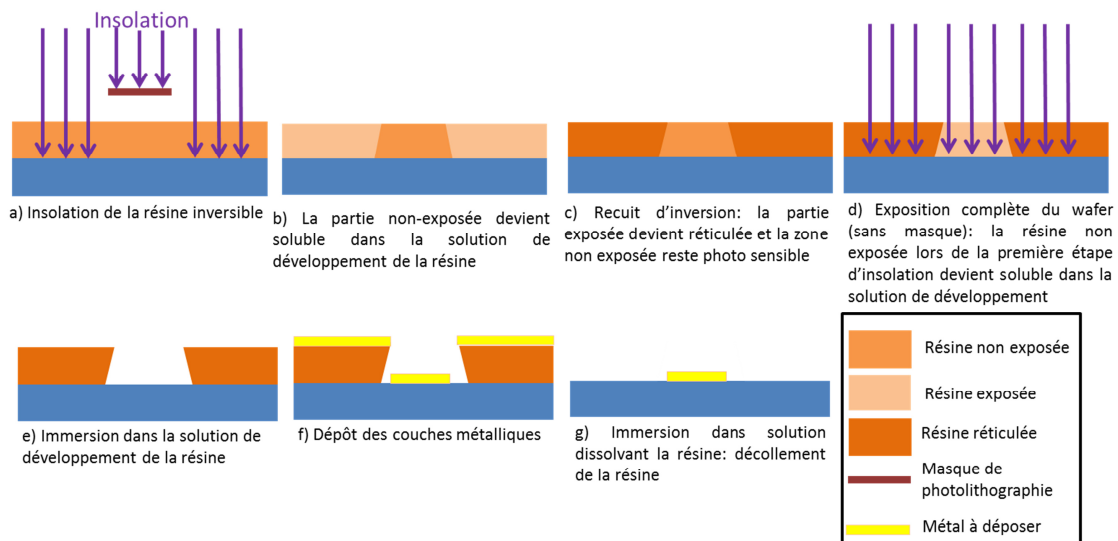
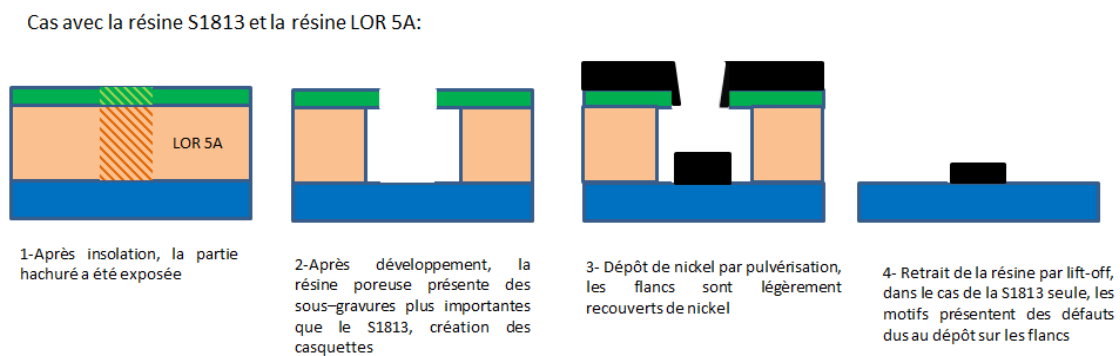


Figure 86 Schéma de procédé du décollement de résine dans le cas habituel d'une résine inversible.

Dans le cas standard des résines inversibles de type TI35es, l'obtention de flancs rentrants favorables au décollement de la résine est obtenue par un recuit dit d'inversion qui induit un changement de polarisation de la résine (de positive vers négative) grâce à une réticulation de la résine exposée. La dose d'insolation à la première insolation est soigneusement choisie de façon à obtenir un gradient du degré d'insolation de la surface vers l'échantillon et obtenir ainsi un gradient du degré de réticulation

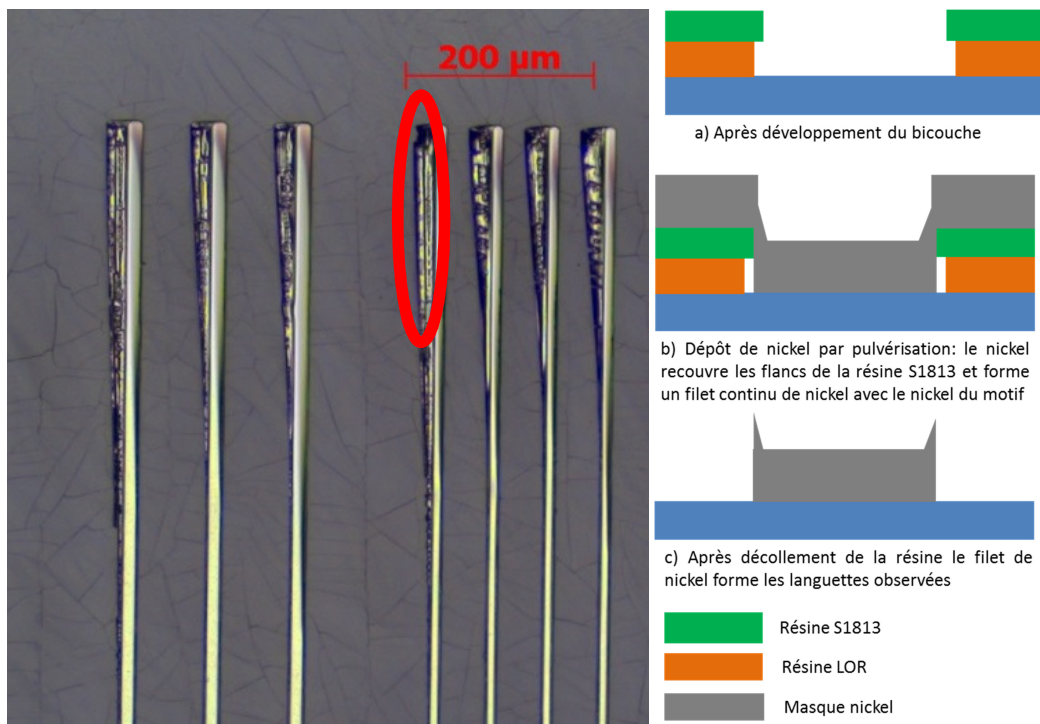
lors du recuit d'inversion. Ce gradient de réticulation provoque alors un développement de la résine moins prononcé en surface qu'en profondeur (d'où les flancs rentrants).

Dans le cas de la photolithographie avec la LOR, le principe est différent : on utilise le fait que la résine LOR se dissout dans la solution de développement qu'elle ait été exposée ou non. Le développement de la résine en dessous des motifs de S1813 conduit à la création de casquettes qui sont cruciales pour parvenir à décoller la résine après dépôt. En effet, le dépôt par pulvérisation est plutôt conforme (c.-à-d. le dépôt est peu directif et a tendance à recouvrir les flancs). Une illustration du procédé de réalisation des casquettes est donnée sur la Figure 87.



**Figure 87 Procédé de décollement de résine ONERA utilisant un empilement de résine.**

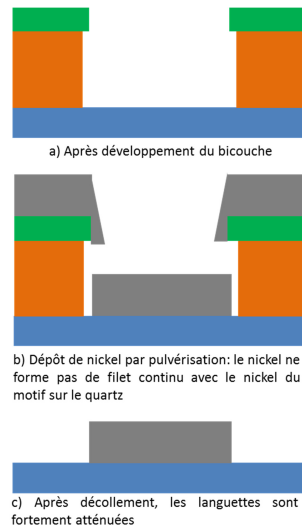
Lors de sa mise en œuvre, ce procédé de décollement de résine a cependant présenté un inconvénient majeur : la présence de languettes d'autant plus marquées que les motifs sont de faibles dimensions. Ce phénomène est illustré sur la Figure 88 où des lignes de largeurs nominales de 15 et 20  $\mu\text{m}$  (de droite à gauche) sont montrées.



**Figure 88 Gauche : images de microscopie optique présentant des exemples de languettes de nickel sur des lignes de largeurs nominales 20 et 15 µm, droite : explication du phénomène observé.**

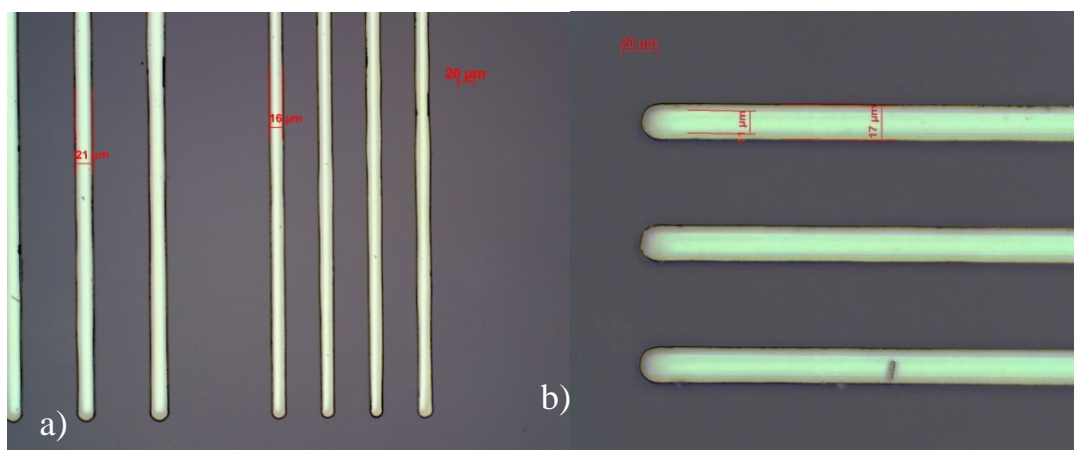
Ces irrégularités risquent de dégrader le transfert des motifs pendant la gravure DRIE. L'hypothèse la plus probable pour expliquer la présence de ces languettes est la trop grande finesse de la couche de résine LOR : il se crée alors un filet continu de nickel entre le nickel déposé sur la résine et celui directement sur le quartz. Il est conseillé d'avoir une épaisseur de LOR supérieure à la couche de métal déposée [150] afin de rendre discontinu le filet comme illustré sur la Figure 89.





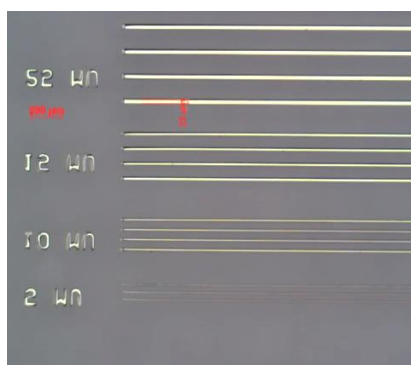
**Figure 89 Schéma de procédé mettant en évidence l'intérêt d'employer une résine LOR plus épaisse : le filet de nickel n'est plus continu.**

Le procédé initial comportait une triple enduction de LOR 5A permettant d'atteindre une épaisseur de LOR de  $2\ \mu\text{m}$  mesurée au profilomètre mécanique KLA Tencor alpha step D-100, ce qui est insuffisant pour un dépôt de métal de  $3\ \mu\text{m}$ . J'ai mené des tests avec une résine plus épaisse, la LOR 10B, en modifiant le nombre de couches de résine et la vitesse de rotation de la tournette. Chaque étape d'enduction est suivie d'une étape de recuit sur plaque de température croissante. L'épaisseur finale cumulée des couches de LOR 10B est suffisante et les languettes ont été minimisées comme le montre la Figure 90.



**Figure 90 images de microscopie optique présentant des exemples de poutres après amélioration du procédé de décollement de résine, a) : poutres de largeurs nominales 15 et 10  $\mu\text{m}$  grandissement x200, b) : poutres de largeur nominale 10  $\mu\text{m}$  grandissement x500.**

Ce procédé de décollement de résine sera utilisé par la suite pour la réalisation des résonateurs ARQOMM. J'ai observé deux inconvénients de ce procédé modifié, 1) les plus petits motifs ne sont pas toujours rendus comme nous pouvons le constater sur la Figure 90a) : les lignes de largeur initiale de  $5\ \mu\text{m}$  ont été entièrement surdéveloppées ; 2) les dimensions latérales sont plus importantes que celles du masque, par exemple la largeur nominale pour les poutres de la Figure 90b) était de  $10\ \mu\text{m}$ , mais en pratique nous mesurons une largeur de  $17\ \mu\text{m}$ .



**Figure 91** Poutre en nickel après décollement de résine avec le procédé optimisé, les lignes de  $5\ \mu\text{m}$  de largeur ont été surdéveloppées.

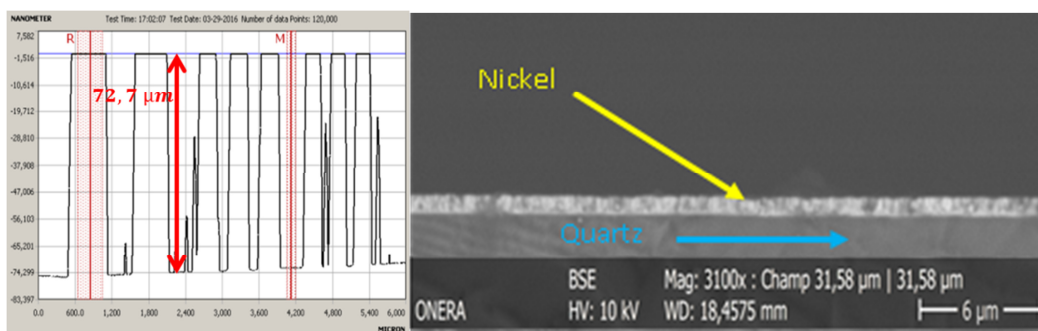
La résolution est limitée, d'une part, par l'étape de photolithographie, l'utilisation d'une couche épaisse de résine dégrade la résolution et d'autre part, par l'emploi d'une méthode de dépôt plutôt conforme. Les défauts peuvent cependant être largement atténués en remarquant que d'une part, les motifs pour les ARQOMM ne présentent pas des rapports d'aspect importants, d'autre part, la largeur excessive peut être prise en compte lors de la réalisation du masque et n'aura d'impact que pour les plus petites structures.

### 3.3.2.2 Optimisation de la recette de gravure DRIE

Une fois le masque de gravure métallique réalisé, je suis en mesure d'évaluer la pertinence de la recette du constructeur (STS) destinée à la gravure profonde du quartz sur des échantillons de tests. Il faut avant tout considérer la sélectivité du masque avec cette recette, ainsi que la profondeur gravée et la qualité des flancs. Les paramètres principaux de la recette sont les suivantes : débit de gaz  $\text{C}_4\text{F}_8$  de 80 sccm et  $\text{O}_2$  de 10 sccm, pression de la chambre de 10 mTorr, puissance RF du plateau de 150 W, puissance de la bobine de 1600 W, température du plateau  $50^\circ\text{C}$ . Des paramètres similaires se retrouvent dans la littérature dans l'objectif de réaliser des gravures profondes de plusieurs dizaines de micromètres sur quartz ou silice [96][100][122][130]. La chimie fluorocarbonée est privilégiée dans le

cas des gravures profondes du fait de la création d'un polymère passivant sur les flancs limitant la sous-gravure.

La Figure 92a) présente une mesure au profilomètre mécanique après 2h30min de gravure, la profondeur mesurée est de  $72 \pm 1 \mu\text{m}$  ce qui correspond à une vitesse moyenne de  $29 \pm 1 \mu\text{m/h}$ . La Figure 92b) montre une image MEB de l'échantillon zoomée au niveau de l'interface nickel et quartz : l'épaisseur initiale de nickel était de  $2,3 \mu\text{m}$  alors que celle restante est estimée à  $0,6 \pm 0,1 \mu\text{m}$ , la sélectivité moyenne est proche de 45.



**Figure 92 a) Mesure de la profondeur de tranchées gravées pendant 2h30min, b) images MEB de l'interface nickel/quartz.**

La Figure 93 montre une image MEB de l'échantillon clivé. Il apparaît un flanc sortant de l'ordre de  $95^\circ$ . Le fond de gravure paraît dégradé, ce qui est confirmé par la Figure 94 qui présente un plan plus large de l'échantillon précédent.

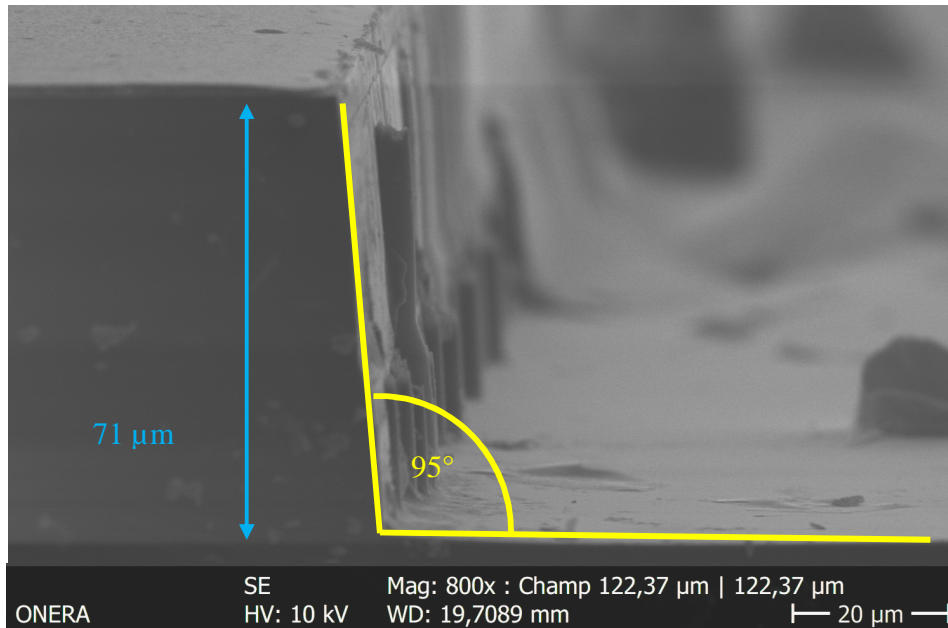


Figure 93 Image MEB d'un échantillon après 2h30 de gravure avec recette constructeur M=800.

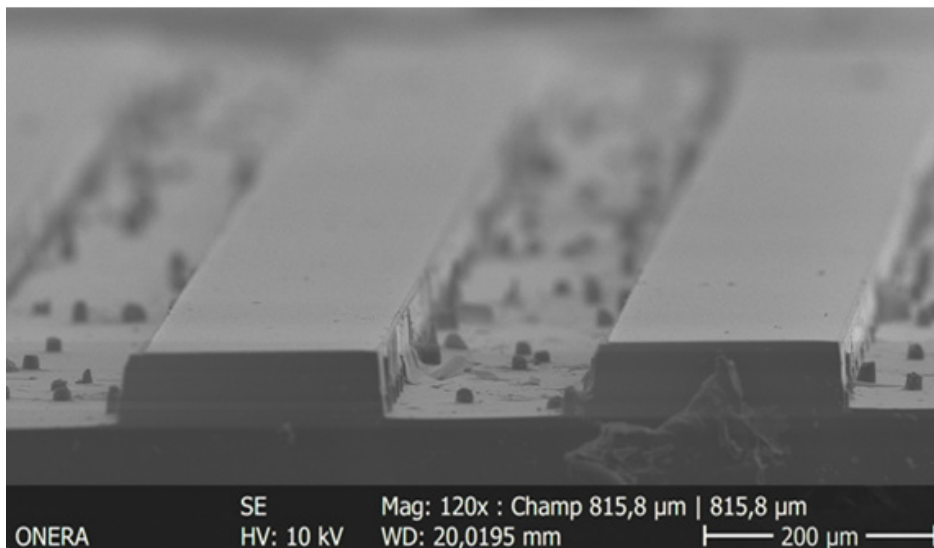


Figure 94 Image MEB d'un échantillon après 2h30min de gravure avec la recette constructeur M=120.

Le phénomène conduisant à ce fond de gravure dégradé est appelé par micro-masquage : il provient d'un dépôt de matériau au fond des tranchées qui vient protéger le quartz sous-jacent et agit comme un masque non voulu. Le micro-masquage est particulièrement gênant en vue de la réalisation des ARQOMM 2D dans le cas de la gravure des cavités (gravure face B) : les pics en face arrière sont susceptibles d'agir comme des centres de diffusion de l'énergie acoustique et augmentent considérablement la rugosité entraînant une baisse certaine du facteur de qualité. Le micro-masquage

est également nuisible dans une moindre mesure pour l'étape de gravure des motifs des résonateurs (gravure face A) : les pics de micro-masquage sont accolés aux flancs et les rendent plus rugueux comme illustré sur la Figure 95.

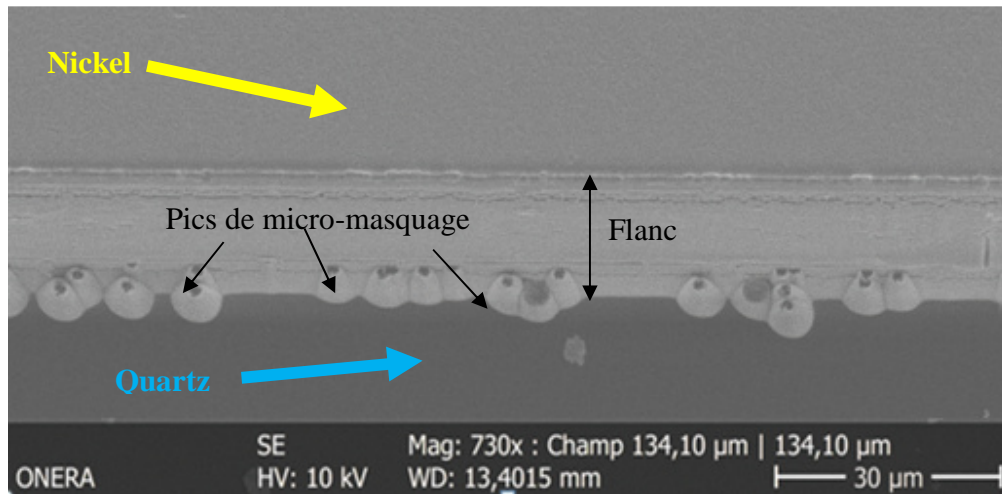
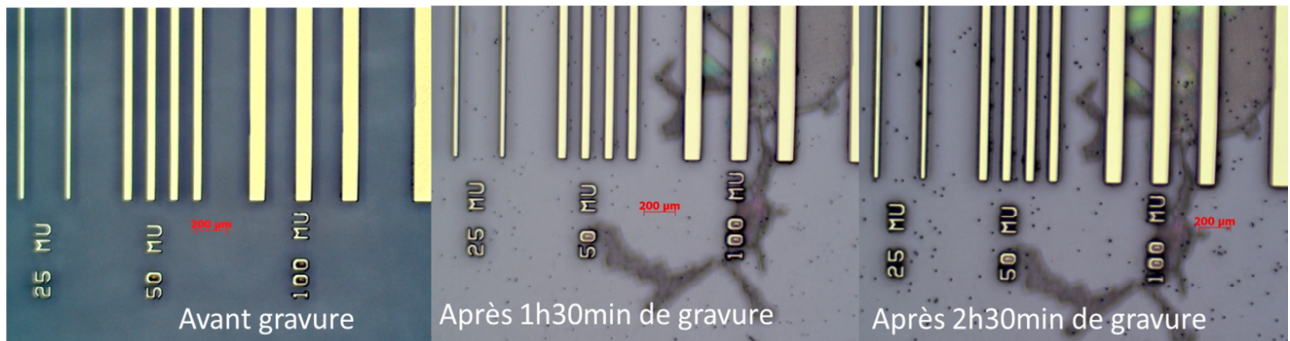


Figure 95 Image MEB d'un flanc après 2h30min de gravure en vue de dessus tournée.

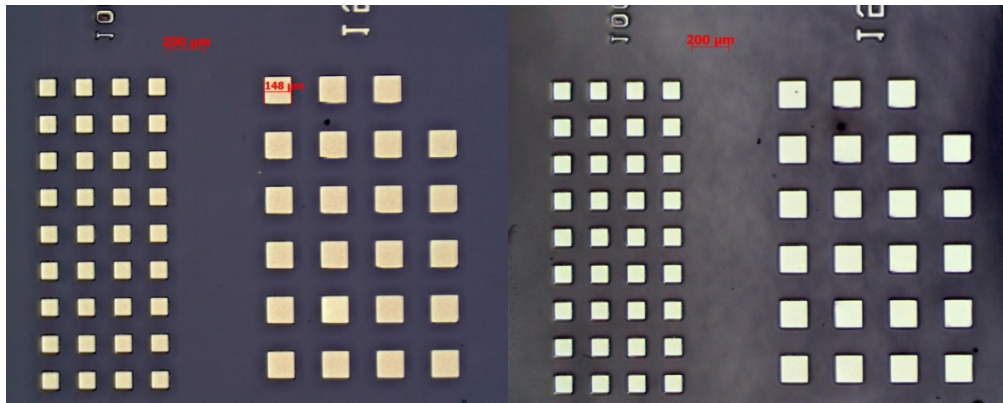
Avant d'investiguer l'origine de ce phénomène et de tenter de le réduire voire de l'éliminer, nous pouvons faire quelques remarques sur ce phénomène : premièrement la densité de pics semble plutôt homogène comme illustré sur les Figure 96b) et c) qui sont des images de microscopie optique des motifs de tests sur un échantillon obtenu par décollement de résine, en particulier, la densité de pics n'a pas augmenté entre 1h30min de gravure et 2h30min de gravure, cette observation est de prime importance puisqu'elle indique que les pics se sont formés durant la première étape de gravure. La seconde observation vient compléter la première: les dimensions latérales des pics sont également homogènes ce qui laisse penser qu'ils se forment au même moment. Un micro-masquage de densité comparable a également été observé pour un échantillon préparé par gravure chimique du nickel et gravé en même temps que celui présenté.



**Figure 96 Images de microscopie optique au grossissement x50 de l'évolution du fond de gravure en cours de gravure sur un échantillon réalisé par décollement de résine.**

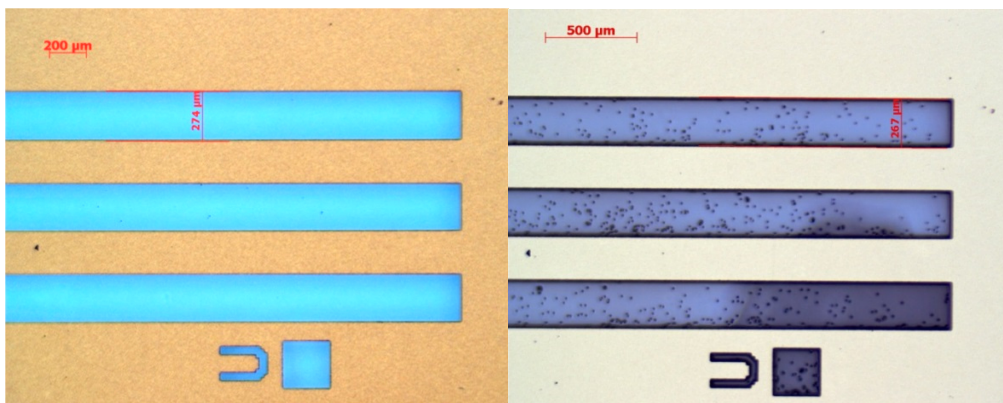
Il s'agit maintenant de comprendre l'origine de ce phénomène, en particulier de discriminer si cette contamination est due à l'environnement de la gravure, intrinsèque à la recette, dépendante de la préparation des échantillons et d'une contamination initiale ou bien une combinaison de plusieurs origines. Notre objectif consiste naturellement à réduire ces contaminations et donc le micro-masquage. J'ai donc mené des essais sur des échantillons provenant des mêmes wafers utilisés lors du premier essai de gravure : un wafer a été préparé par décollement de résine, l'autre par attaque chimique du nickel par voie humide. Chacun des wafers a été ensuite clivé pour réaliser les tests : nous supposons donc que la contamination initiale est la même pour tous les échantillons provenant du même wafer.

La chambre de gravure est susceptible d'accumuler les polluants (typiquement des résidus de polymère de type téflon) qui peuvent se déposer sur l'échantillon. J'ai réalisé un test de gravure sur deux échantillons avec des préparations différentes, précédé d'un nettoyage de la chambre dont les paramètres sont les suivants : gaz  $O_2$  (150 sccm, l'oxygène réagit avec le polymère passivant de type téflon), puissance plasma 2000 W, puissance du plateau 50 W, température plateau  $50^\circ C$ . Le nettoyage de la chambre s'effectue sans échantillon. J'ai observé une diminution drastique du micro-masquage sur l'échantillon préparé par décollement de nickel après une gravure avec la recette constructeur de 90 min comme l'illustrent les images en microscopie MEB de la Figure 97.



**Figure 97** Images de microscopie optique au grossissement x50 de l'évolution du fond de gravure d'un échantillon réalisé par décollement de résine avec un nettoyage de la chambre au préalable, à gauche : avant gravure, à droite : après une gravure de 90 min.

Les contaminants observés après la gravure pour l'échantillon réalisé par décollement de résine ont pour origine ceux présents et visibles avant introduction dans la chambre. La situation est bien différente pour l'échantillon préparé par attaque chimique du nickel : le micro-masquage est prononcé comme illustré sur la Figure 98 qui montre deux images obtenues par microscopie optique avant et après gravure.

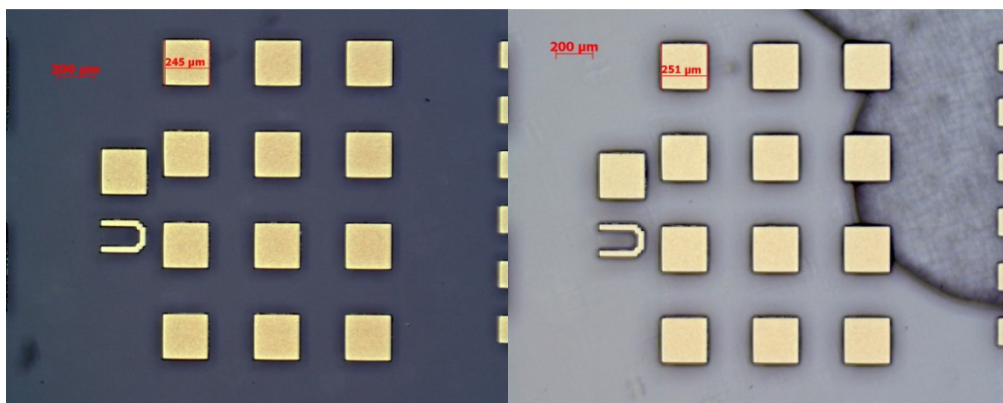


**Figure 98** Images de microscopie optique au grossissement x50 de l'évolution du fond de gravure d'un échantillon réalisé par gravure chimique du nickel avec un nettoyage de la chambre au préalable, à gauche : avant gravure, à droite : après une gravure de 90 min.

La disparition du micro-masquage sur l'échantillon réalisé par décollement de résine après nettoyage de la chambre laisse penser que la contamination initiale de la chambre joue un rôle dans l'apparition du micro-masquage. Nous adoptons par la suite un nettoyage systématique de la chambre avant la gravure afin de conserver un état de la chambre similaire d'une gravure à l'autre et donc d'améliorer la reproductibilité de la gravure. Néanmoins, la persistance du micro-masquage sur l'échantillon réalisé

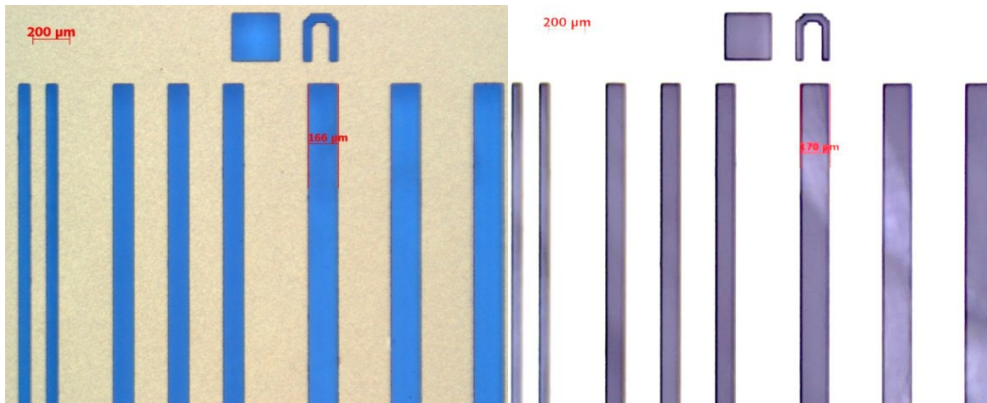
par gravure chimique suggère qu'un mécanisme supplémentaire participe à la contamination finale : il est possible que des micro-résidus de nickel ou d'autres produits utilisés lors de la préparation de l'échantillon et non visibles en microscopie optique contribuent de façon directe ou indirecte au micro-masquage. Un mécanisme de contribution indirecte pourrait être par exemple que ces contaminants favorisent localement la formation de polymère  $C_xF_y$  lors de la gravure plasma. J'ai donc cherché à mettre au point une recette de gravure moins sensible à l'état de surface initial du wafer.

L'approche que j'ai adoptée a consisté à introduire d'avantage d'oxygène dans la chambre lors de la gravure. Les contaminants réagissent donc vraisemblablement avec l'oxygène. Une hypothèse est alors que des contaminants ont pour origine des projections du polymère passivant en cours de gravure. Pour limiter la contamination nous devons contrôler et réduire la quantité de polymère pendant la gravure : cela est faisable en augmentant le taux d'oxygène dans la recette. J'ai donc modifié les débits de gaz de la recette de gravure, augmentant le rapport  $O_2/C_4F_8$ . Après nettoyage de la chambre, j'ai gravé deux échantillons provenant des mêmes wafers utilisés lors des deux essais précédents. Les observations au microscope optique sont présentées sur la Figure 99 pour l'échantillon réalisé par décollement de la résine et la Figure 100 pour celui fabriqué par attaque chimique : elles ne laissent apparaître aucun micro-masquage, et ce pour les deux échantillons.



**Figure 99** Images de microscopie optique au grossissement x50 de l'évolution du fond de gravure d'un échantillon réalisé par décollement de résine avec un nettoyage de la chambre au préalable, à gauche : avant gravure, à droite : après une gravure de 90 min avec la recette enrichie en oxygène.



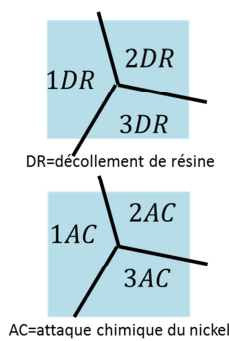


**Figure 100** Images de microscopie optique au grossissement x50 de l'évolution du fond de gravure d'un échantillon réalisé par gravure chimique du nickel avec un nettoyage de la chambre au préalable, à gauche : avant gravure, à droite : après une gravure de 90 min avec la recette enrichie en oxygène. La luminosité a été augmentée sur l'image de droite pour un meilleur aperçu du fond de la tranchée.

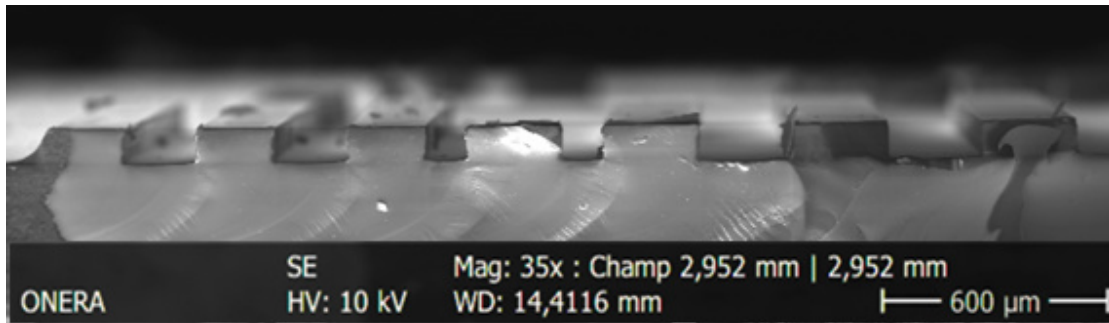
La Table 12 synthétise les essais réalisés : l'obtention d'un fond de gravure lisse dans le cas des échantillons du troisième test confirme le rôle crucial de l'oxygène dans le contrôle du fond de gravure qui passe vraisemblablement par une élimination des contaminants avant la gravure et par une réduction des projections de polymère passivant durant la gravure.

**Table 12** Récapitulatif des essais menés pour investiguer la dégradation du fond de gravure. Tous les échantillons testés fabriqués par décollement de résine ou attaque chimique du nickel proviennent du même wafer.

Numéro échantillon	Recette enrichie en O <sub>2</sub>	Nettoyage chambre	Micro-masquage
1DR	NON	NON	Présent
1AC			Présent
2DR	OUI	OUI	Absent
2AC			Présent
3DR	OUI	OUI	Absent
3AC			Absent

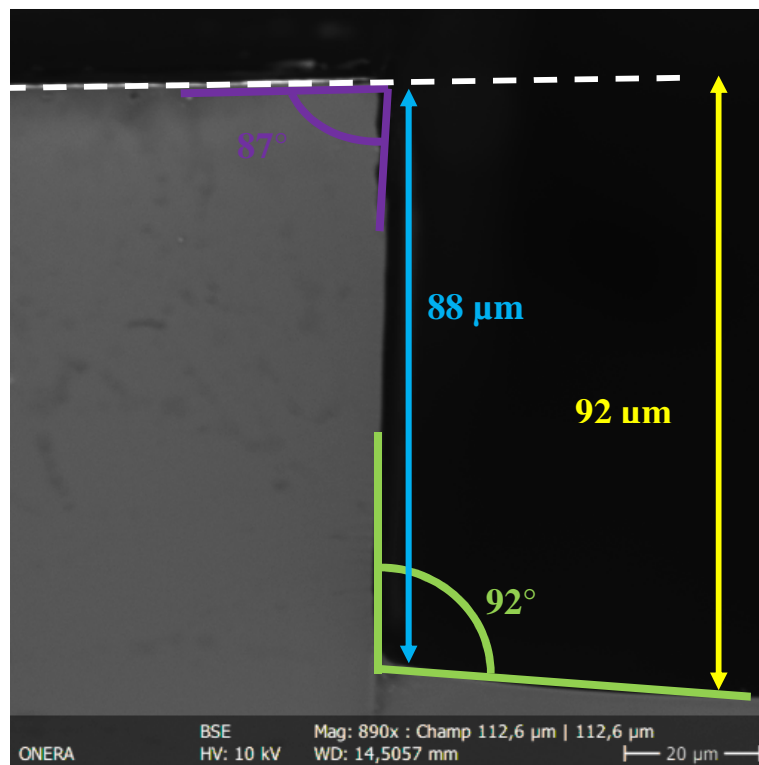


Une solution efficace pour réduire le micro-masquage a été de procéder à un nettoyage de la chambre avant gravure et d'augmenter la proportion d'oxygène dans le plasma afin d'éliminer plus de polymère passivant et donc de réduire le risque de redépôt. La Figure 101 est une image MEB d'une vue des tranchées gravées avec la recette enrichie en O<sub>2</sub> après 4h30min.



**Figure 101** Image obtenue en microscopie électronique de sections de tranchées de quartz après 4h30min de gravure DRIE en utilisant la recette enrichie en oxygène.

La Figure 102 montre une section de tranchée obtenue avec la recette enrichie en oxygène après 4h30min de gravure.



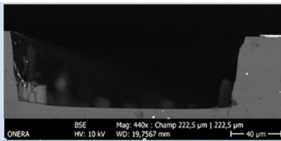
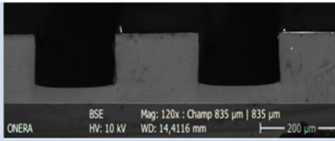
**Figure 102** Image obtenue en microscopie électronique d'un flanc de tranchée de quartz après 4h30min de gravure DRIE en utilisant la recette enrichie en oxygène.

La profondeur gravée est proche de 92 μm : la vitesse de gravure est proche de 20 μm/h et est moins élevée que dans le cas de la recette constructeur : cela s'explique qualitativement par la réduction de la concentration d'espèces fluorées dans le plasma. Après 4h30min de gravure, il reste du nickel au sommet des motifs ce qui indique que la sélectivité moyenne est supérieure à  $\frac{92}{2.3} = 40$ . Nous pouvons

remarquer que les flancs de gravure sont légèrement rentrants, d'environ 3°. Cette observation n'est pas anodine. En effet, dans le cas de la recette constructeur les flancs étaient sortants et déviaient de la verticalité d'un angle proche de 5°: plus la gravure avance moins la gravure latérale s'opère, ce qui témoigne d'une passivation excessive par le polymère de type téflon. En augmentant le rapport d'oxygène, ce polymère est d'avantage consommé pendant la gravure en particulier sur les flancs en fond de tranchées ce qui explique l'aspect rentrant. En fin de compte, l'augmentation de la proportion d'oxygène a contribué à l'obtention d'un fond de gravure lisse et à un meilleur contrôle de la verticalité des flancs par rapport à la recette constructeur. La recette de gravure ainsi modifiée, enrichie en oxygène, sera celle utilisée pour la gravure des résonateurs dans la suite du document sauf mention contraire. Une perspective intéressante pour une optimisation à plus long terme de la recette est la possibilité de passer d'un profil de flanc rentrant à sortant par modification du rapport d'oxygène : il existe donc un point optimal de concentration d'oxygène pour lequel la verticalité rigoureuse des flancs est atteinte, du moins pour des profondeurs gravées de l'ordre de 70-90 µm.

La Table 13 synthétise les principales caractéristiques des deux recettes étudiées.

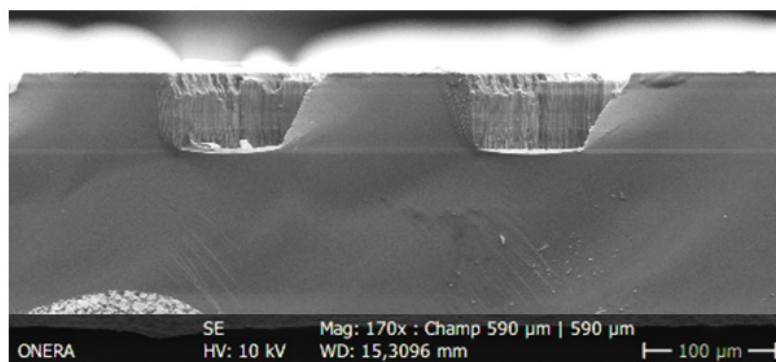
**Table 13 Récapitulatif des caractéristiques principales des deux recettes évaluées : la recette constructeur et la recette enrichie en oxygène.**

Recette Critères	Constructeur	Enrichie en O <sub>2</sub>
Aspect général		
Angles de flancs	<b>95°</b> –flanc sortant	<b>87°</b> -flanc rentrant
Sélectivité	<b>45</b>	<b>&gt;40</b>
Fond de gravure	Présence marquée de pics	Pas de pics
Vitesse de gravure	<b>28 µm/h</b>	<b>20 µm/h</b>
Durée	2h30min	4h30min
Profondeur	<b>70 µm</b>	<b>92 µm</b>

J'ai mis en avant le rôle crucial de l'oxygène dans l'obtention d'un fond de gravure d'apparence lisse et dans le contrôle de la verticalité des flancs : ce gaz permet vraisemblablement de réguler le dépôt de polymère induit par l'utilisation de gaz fluorocarbonés.

### 3.4 Influence de la coupe cristalline du quartz

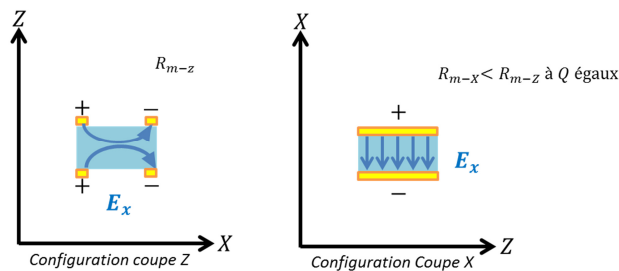
Nous donnons ici des résultats expérimentaux intéressants pour l'exploitation de la DRIE du quartz. La quasi-totalité des tests et des dispositifs proviennent de wafers de quartz en coupe Z. Cette coupe est usinable chimiquement et elle est bien connue de l'équipe CMT de l'ONERA, nous pouvons donc comparer directement les résultats de gravure. Toutefois la DRIE du quartz offre une possibilité inédite par rapport à la gravure chimique par voie humide, celle d'être en mesure de graver toutes les coupes cristallines du quartz. En pratique, la coupe X ( $\theta = 0^\circ, \phi = 90^\circ$  dans la Figure 10) n'est pas usinable par gravure chimique humide car la vitesse d'usinage suivant cette direction est faible  $< 0.02 \mu\text{m/h}$  [102], ce qui implique des durées de gravure excessives mettant en péril la bonne tenue du masque de gravure. J'ai donc réalisé un test de gravure DRIE sur un wafer en coupe X avec la recette enrichie en oxygène pendant 2 h 30. La Figure 103 présente une image MEB correspondant aux flancs de deux tranchées.



**Figure 103 Images MEB de deux tranchées obtenues après 2h30min de gravure en utilisant la gravure enrichie en oxygène sur un échantillon provenant d'un wafer de coupe X.**

L'inclinaison apparente des flancs est exagérée du fait de la non-perpendicularité entre la direction de clivage par rapport à celle de l'observation. Nous pouvons toutefois remarquer une sous-gravure significative au niveau du sommet des motifs : pour des raisons pratiques, le masque de gravure a été préparé par gravure chimique humide du nickel. Le résultat important est l'obtention d'une vitesse de gravure et d'une sélectivité similaires à celles obtenues dans le cas d'un échantillon provenant d'un wafer en coupe Z dans les mêmes conditions de préparation et de gravure. Ce résultat est prometteur car il offre de nouvelles perspectives pour l'optimisation de micro-résonateurs en quartz : dans le cas de poutre en flexion dans le plan à facteur de qualité constant, le changement d'une coupe Z pour une coupe X permettrait de diviser la résistance motionnelle par un facteur 1,4 [151] et donc d'augmenter

d'autant le rapport signal sur bruit. Un tel mode de vibration est utilisé par exemple dans le cas du Vibrating Inertial Accelerometer (VIA) développé par l'ONERA. Le gain sur la résistance motionnelle est même plus important dans le cas d'un ARQOMM 2D usiné dans un wafer en coupe X à la place de la coupe Z, il serait proche de 2 à 3 selon une étude menée au sein de l'équipe [101]. L'utilisation de la coupe X apparaît donc comme une piste envisageable pour réduire la résistance motionnelle. Il faudra toutefois adapter le réseau d'électrode, en particulier déposer des électrodes sur les deux faces comme illustré sur la Figure 104.

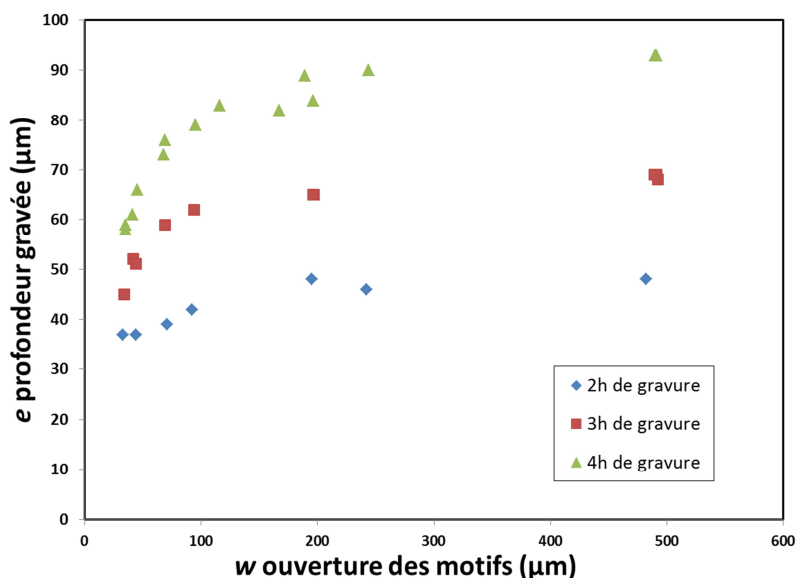


**Figure 104 Réseaux d'électrodes dans le cas de dépôt sur les deux faces pour une poutre vibrant en extension-compression de longueur dans la direction Y, à gauche : la poutre provient d'un wafer de coupe Z, à droite : d'un wafer de coupe X.**

### 3.5 ARDE de la DRIE du quartz

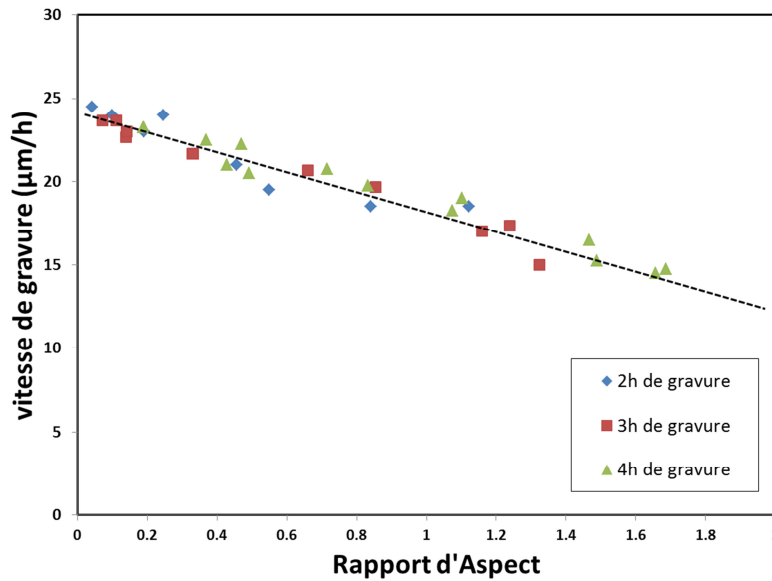
La dépendance de la gravure en fonction du rapport d'aspect (en anglais, Aspect Ratio Dependent Etching ou ARDE) est un phénomène observé dans les cas des gravures plasma sur divers matériaux comme le silicium [152] [153], le GaAs [154] ou la silice [155]. Ce phénomène se traduit le plus souvent par une baisse de la vitesse de gravure avec l'augmentation du rapport d'aspect et donc du temps de gravure. Nous précisons, que dans le cas de la gravure, le rapport d'aspect (A) est défini comme le rapport de la profondeur gravée de matériau sur l'ouverture de dimension minimale et non comme le rapport de la plus petite dimension du masque sur la profondeur gravée. En pratique, une tranchée de faible largeur (et donc de fort rapport d'aspect) est souvent bien plus compliquée à obtenir qu'une poutre de même largeur. Deux autres effets sont également souvent cités dans la littérature des gravures sèches : 1) le microloading qui correspond à la baisse de la vitesse de gravure avec l'augmentation locale de la densité de motif, 2) le macroloading qui correspond à la baisse de la vitesse de gravure avec l'augmentation globale de la surface exposée sans changement de densité. Ces trois effets sont des conséquences de la modification des conditions locales de gravure au cours du temps.

Les caractérisations de l'ARDE ont été réalisées sur des échantillons de tests qui proviennent de wafers de quartz en coupe Z avec un masque de nickel réalisé par décollement de résine. Ces wafers sont collés sur un wafer support en silicium puis sont introduits dans la chambre du plasma après le nettoyage de celle-ci. Ils sont nettoyés à l'aide d'un plasma oxygène puis gravés pour une étape par la recette enrichie en oxygène. Les échantillons sont ensuite retirés de la chambre : les mesures de profondeur au microscope optique sont réalisées en faisant la mise au point au sommet du nickel puis en fond de tranchée. La différence entre les deux niveaux est donnée par la plateforme et le logiciel du microscope optique (Carl Zeiss Axio Imager). L'erreur est directement liée à la profondeur de champ de l'objectif du microscope qui est de l'ordre du micromètre. Les profondeurs des tranchées larges (>200  $\mu\text{m}$ ) ont également pu être mesurées au profilomètre mécanique, ce qui a permis de valider les valeurs lors des mesures optiques. Les dimensions latérales des motifs ont été mesurées au microscope optique. L'opération est répétée pour des temps totaux de gravure de 2h, 3h et 4h. La Figure 105 montre l'évolution de la profondeur mesurée en fonction de la largeur des tranchées pour différentes durées de gravure.



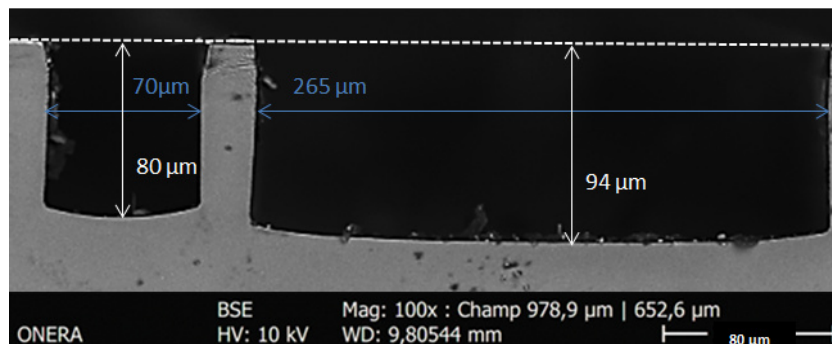
**Figure 105 Profondeurs gravées de quartz e en fonction de largeur w des motifs pour différents temps de gravure**

Les trois séries de données montrent que la profondeur gravée diminue de façon significative pour les largeurs de tranchées plus faibles : c'est le régime d'ARDE. La profondeur gravée est moins dépendante de la largeur des tranchées pour les tranchées les plus larges. La Figure 106 montre l'évolution de la vitesse de gravure moyenne en fonction du rapport d'aspect pour plusieurs durées de gravure.



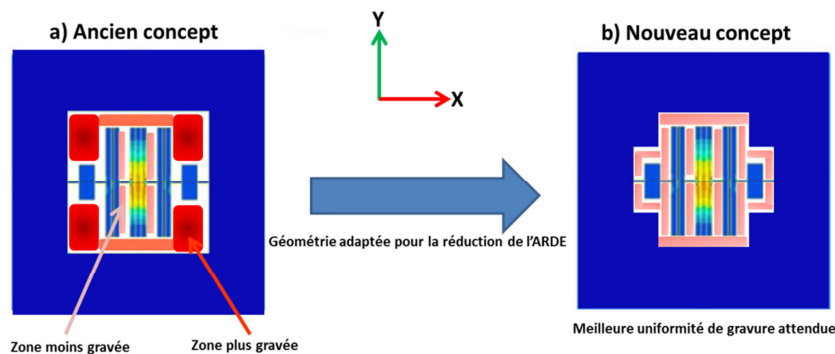
**Figure 106 Mesures expérimentales de vitesses apparentes moyennes de gravure en fonction du rapport d'aspect et pour différentes durées de gravure.**

Les points expérimentaux semblent s'aligner le long d'une droite qui semble indépendante de la durée de gravure. Une conséquence néfaste du phénomène d'ARDE est l'existence d'un rapport d'aspect maximal à partir duquel la vitesse de gravure chute et devient négligeable. Le phénomène d'ARDE constitue donc une limitation de la gravure DRIE : toutes les structures ne sont pas intégralement usinables. Il est cependant possible de le réduire comme nous le verrons par la suite. Le phénomène d'ARDE du quartz est représenté qualitativement sur la Figure 107 : une image MEB où deux tranchées de largeur différentes 70 et 265 µm ont été gravées pendant 4 heures, la plus large est profonde de 94 µm (A=0,37) contre 80 µm (A=1,14) pour la moins large.



**Figure 107 Vue de coupe en imagerie électronique de deux tranchées de largeurs différentes gravées pendant 4 heures avec la recette de gravure enrichie en oxygène.**

Les effets d'ARDE et de micro/macrolading sont généralement indésirables dans le cas où plusieurs rapport d'aspects sont nécessaires, puisque le débouchage des motifs de plus petites dimensions engendre une sur-gravure pour les plus gros motifs ce qui est potentiellement la source d'endommagements. Dans le cas de l'ARQOMM 2D ce phénomène a été contourné par la modification du masque de gravure DRIE que ne comporte désormais qu'un seul rapport d'aspect par rapport à l'ancienne conception comme illustré sur la Figure 108.



**Figure 108 A gauche, ancien dessin de masque de gravure DRIE de l'ARQOMM 2D, à droite le nouveau dessin de masque ne comportant qu'un rapport d'aspect unique.**

Nous discutons de l'origine de ce phénomène dans le cas de la gravure profonde du quartz. Nous rappelons que dans un plasma cohabitent des espèces chargées, les ions et les électrons, et des espèces électriquement neutres, les radicaux. Plusieurs mécanismes ou combinaisons de mécanismes peuvent être à l'origine de l'ARDE [156] [157]: i) les effets d'ombrage des radicaux neutres combinés éventuellement à des processus de diffusion décrits par le modèle de Knudsen, ii) les effets d'ombrage des ions, iii) la déposition ou gravure d'espèces passivantes, iv) la déflexion ionique provoquée par le chargement de la surface, v) la diffusion de surface. L'observation de la dépendance linéaire de la vitesse de gravure avec le rapport d'aspect écarte les mécanismes découlant d'une couche inhibitrice et de déflexion ionique due à une accumulation de charges car ces deux derniers mécanismes dépendent de la largeur initiale des tranchées et non du rapport d'aspect [158] [159]. La baisse de la vitesse de gravure avec l'augmentation du rapport d'aspect est généralement expliquée par une déplétion des espèces réactives en fond des tranchées [160]. Ce phénomène de déplétion touche davantage les radicaux que les ions. En effet, tandis que les ions, accélérés par le champ électrique de la gaine du plasma, ont un vecteur vitesse majoritairement orienté vers la surface de l'échantillon, les radicaux, qui eux sont électriquement neutres, diffusent de manière aléatoire avec des vecteurs vitesse distribués de façon relativement homogène dans l'ensemble des directions de l'espace. Ainsi les radicaux entrant



dans la tranchée ont une probabilité plus forte que les ions de venir percuter une paroi : ils peuvent alors être réfléchis par la paroi ou s'y coller. On comprend alors que l'adsorption des radicaux sur les parois va provoquer une diminution de la concentration des radicaux au fur et à mesure que l'on s'enfonce vers le fond des motifs gravés, cette atténuation étant d'autant plus marquée que le motif gravé est étroit et profond. Dans un premier temps nous essayons d'ajuster les données avec le modèle simple de Knudsen [156]. En supposant le régime de déplétion, c.-à-d. que la vitesse de gravure est limitée par les réactions chimiques et donc par la concentration de radicaux disponibles en fond de tranchées, l'absence de gravure latérale (les radicaux ne réagissent pas avec les parois et diffusent aléatoirement), le modèle de Knudsen permet d'écrire simplement le rapport de la vitesse de gravure en fond de tranchée  $v_{substrat-fond}$  sur celle au sommet de la tranchée  $v_{substrat-som}$  selon l'expression [161] (59) :

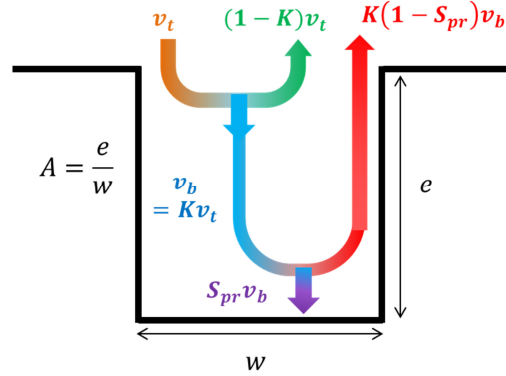
$$\frac{v_{substrat-fond}}{v_{substrat-som}} = \frac{1}{1 + S_{pr} \left( \frac{1}{K} - 1 \right)} \quad (59)$$

Avec  $K$  la probabilité qu'une particule du sommet de la tranchée atteigne le fond de la tranchée,  $S_{pr}$  la probabilité qu'a une particule en fond de tranchée de réagir. Le coefficient  $K$  est dépendant du rapport d'aspect  $A$  et vérifie, dans le cas général des tubes cylindriques [162], la relation (60) :

$$\frac{1}{K} - 1 = \frac{3}{4}A \quad (60)$$

Pour aboutir à l'expression (59); on réalise le bilan des flux des espèces responsable de la gravure du substrat entrant et sortant d'une ouverture, ici circulaire, de diamètre  $w$  et de profondeur  $e$ . Soit  $v_t$  et  $v_b$  les flux de radicaux respectivement en haut et bas de l'ouverture. Le flux en bas de l'ouverture s'écrit  $v_b = K v_t$ . Une partie du flux incident  $(1 - K)v_t$  repart sans atteindre le fond de la tranchée. Le flux consommé par la réaction vaut  $v_b S_{pr}$ , tandis que la fraction du flux en bas de l'ouverture qui n'a pas réagi  $(1 - S_{pr})v_b$  est à même de ressortir de l'ouverture avec la probabilité  $K$ . L'équilibre des flux s'écrit suivant l'expression (61) et est représenté sur la Figure 109.

$$v_t = (1 - K)v_t + S_{pr}v_b + K(1 - S_{pr})v_b \quad (61)$$



**Figure 109** Modèle de flux proposé par Coburn et Winters dans le régime de Knudsen dans le cas d'une ouverture cylindrique [161].

En faisant apparaître le rapport  $v_b/v_t$  dans l'expression (61), on retrouve la formule (59). Nous pouvons remarquer que dans le cas  $S_{pr} = 0$ , aucune particule n'est consommée en fond d'ouverture, nous avons donc égalité des flux (ce cas correspond également à l'égalité des vitesses de réactions qui est nulle). Si  $S_{pr} = 1$ , alors nous avons simplement  $v_b = Kv_t$  puis  $v_{substrat-fond} = Kv_{substrat-som}$ . L'expression (59) donne le rapport des vitesses de gravure instantanées. En négligeant l'épaisseur initiale du masque de nickel dans le calcul de rapport d'aspect, ce qui est raisonnable car les épaisseurs gravées sont rapidement grandes devant l'épaisseur initiale du masque (et donc d'autant plus grandes devant l'épaisseur courante du masque), nous pouvons considérer que la vitesse de gravure instantanée au sommet du motif n'est pas influencée par la présence du masque de nickel. On désignera cette dernière par  $v_{substrat-0}$ . Nous pouvons alors réécrire l'expression (59) comme une équation différentielle en  $e(t)$ ,  $t$  étant la durée de gravure en heure si  $e$  en  $\mu\text{m}$  et  $v_{substrat-0}$  en  $\mu\text{m/h}$ .

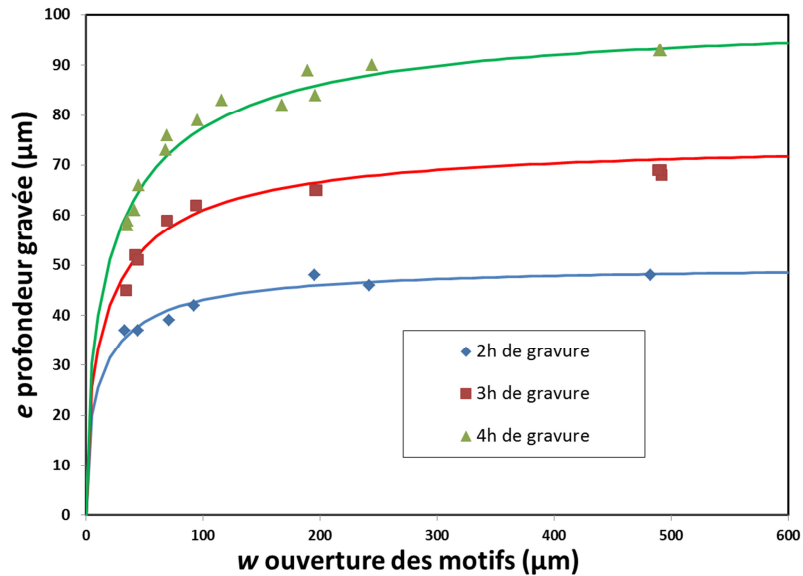
$$v_{substrat-fond}(t) = \frac{de(t)}{dt} = \frac{v_{substrat-0}}{1 + \frac{3e(t)}{4w} S_{pr}} \quad (62)$$

Avec la condition initiale  $e(0) = 0$ , l'équation s'intègre pour aboutir à l'expression de la profondeur gravée  $e(t)$  en fonction du temps et de l'ouverture des motifs  $w$ :

$$e(t) = \left[ \frac{8w}{3S_{pr}} v_{substrat-0} t + \left( \frac{4w}{3S_{pr}} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} - \left( \frac{4w}{3S_{pr}} \right) \quad (63)$$

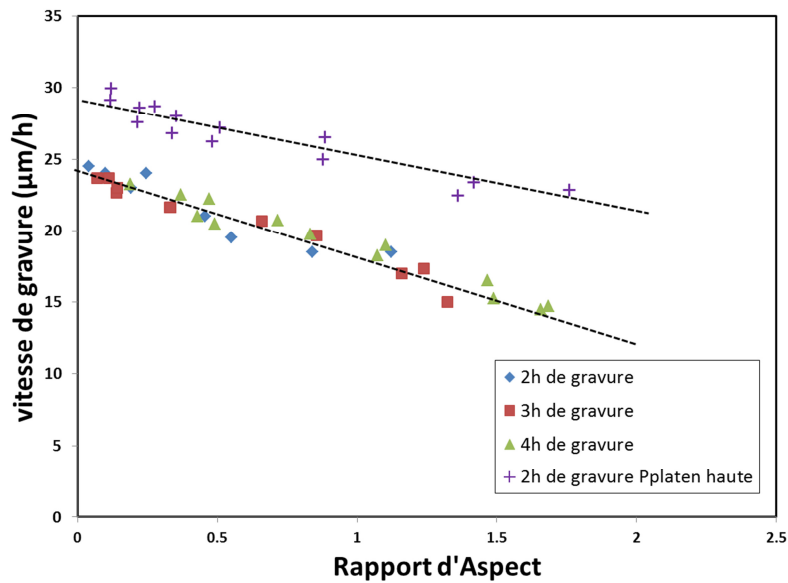
Les courbes de profondeur gravées en fonction de l'ouverture des motifs issues du modèle de Knudsen ainsi que les données expérimentales sont présentées sur le graphe de la Figure 110 où  $S_{pr}$  est pris

comme paramètre d'ajustement et  $S=1$  pour les trois jeux de données,  $v_{substrat-0}$  est extrait de la Figure 106 et vaut  $25 \mu\text{m/h}$ .



**Figure 110** Variation de la profondeur gravée de quartz en fonction de la variation des dimensions latérales des motifs pour différentes durées de gravure des points expérimentaux (marqueurs) et des ajustements associés (lignes continues) pour  $S_{pr}=1$  et  $v_{substrat-0}=25\mu\text{m/h}$ .

L'ajustement prédit de manière satisfaisante l'évolution de la profondeur avec l'ouverture des motifs et différentes durées de gravure. Cependant en augmentant la puissance du plateau et donc le bombardement ionique le modèle présenté précédemment ne prévoit pas une dépendance particulière de la vitesse de gravure si ce n'est un décalage de la vitesse moyenne vers le haut d'un rapport proche du rapport des puissances. Or, l'expérience a montré que la variation du rapport de la vitesse de gravure apparente sur le rapport d'aspect -la pente de la courbe de la Figure 106 est diminuée quand la puissance du plateau augmente comme illustré sur les courbes de la Figure 111. Nous notons que nous obtenons une nouvelle fois une dépendance quasi-linéaire entre la vitesse apparente et le rapport d'aspect.



**Figure 111** Variation de la vitesse de gravure apparente en fonction du rapport d'aspect pour deux puissances de plateau. La puissance haute est 33% supérieure à la basse.

Nous devons toutefois préciser que cette augmentation de la puissance du plateau engendre, certes, une augmentation de la vitesse de gravure et une meilleure homogénéité, mais elle entraîne également une baisse de la sélectivité et donc une profondeur atteignable moins importante à épaisseur de masque de nickel donnée. L'augmentation de la vitesse  $v_{substrat-0}$  à  $30 \mu\text{m/h}$ , en accord avec la Figure 111, n'est pas suffisante pour obtenir un ajustement avec le modèle de Knudsen. Le paramètre d'ajustement  $S_{pr}$  est modifié en conséquence,  $S_{pr} = 0,6$  permet le meilleur ajustement des données expérimentales obtenues avec la puissance plateau haute. L'ensemble des données et des courbes d'ajustement issues du modèle de Knudsen des variations de profondeurs gravées en fonction de l'ouverture des motifs est montré sur la Figure 112.

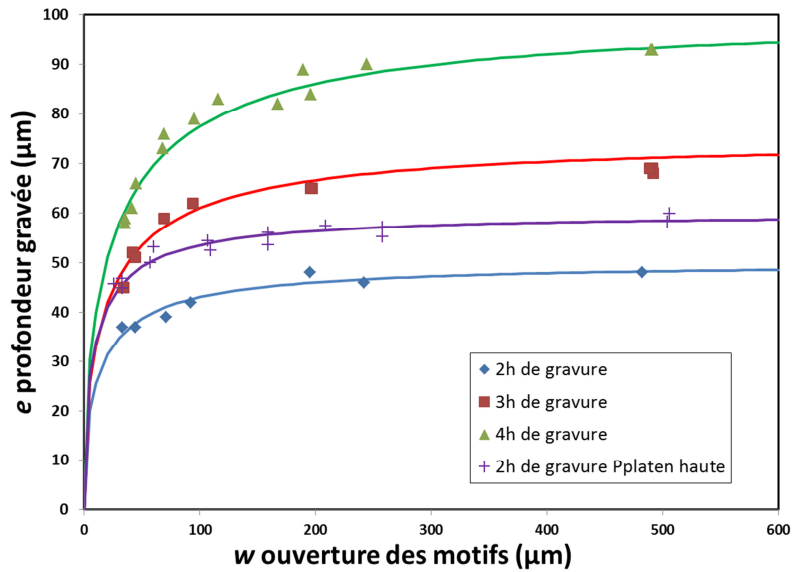


Figure 112 Variation de la profondeur gravée de quartz en fonction de la variation des dimensions latérales des motifs pour différentes durées de gravure des points expérimentaux (marqueurs) et des ajustements associés (lignes continues). Les ajustements des valeurs expérimentales utilisant la puissance plateau basse (jeux de données rouge, vert et bleu) ont été obtenus avec  $S_{pr}=1$  et  $v_{substrat-0}=25\mu\text{m/h}$ . L'ajustement des données utilisant la puissance plateau haute (violet) a été obtenu avec  $S_{pr}=0.6$  et  $v_{substrat-0}=30\mu\text{m/h}$ .

Nous pouvons également exprimer la vitesse moyenne normalisée estimée par le modèle de Knudsen en divisant l'expression (63) par le temps de gravure et la vitesse de gravure à faible rapport d'aspect et la comparer aux données expérimentales de la Figure 111, comme cela est fait sur la Figure 113.

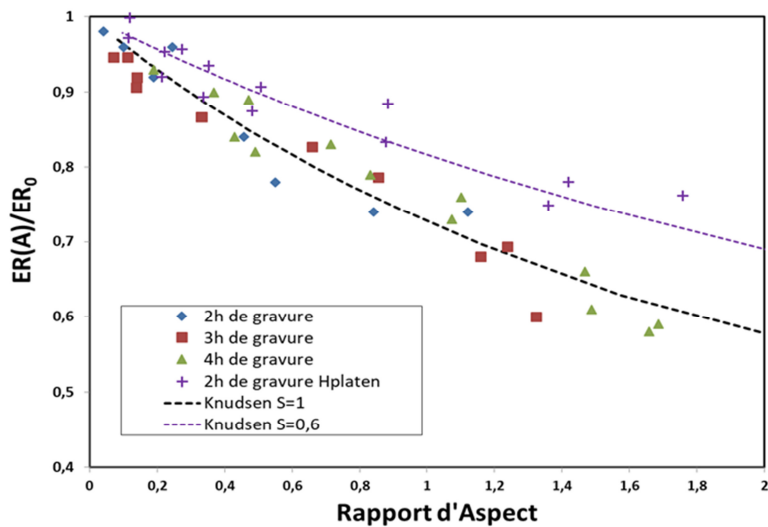


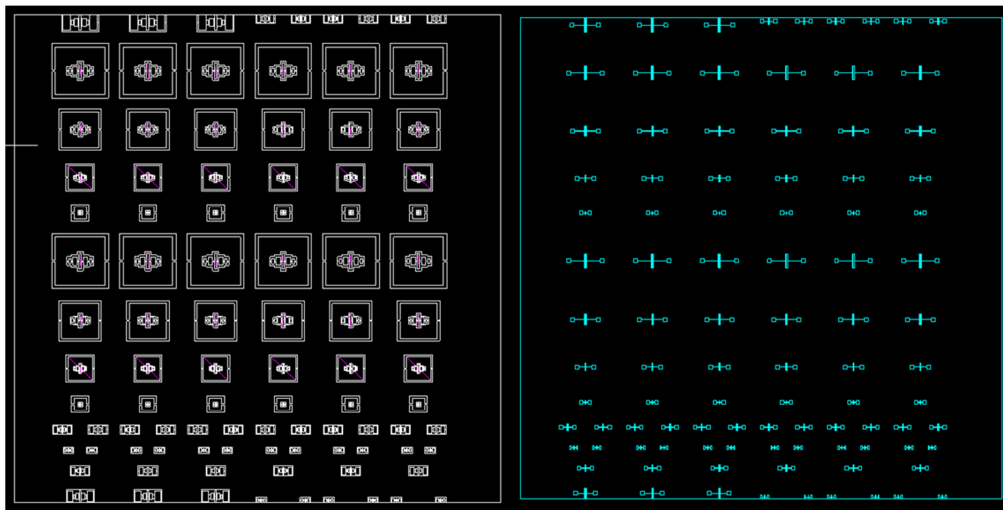
Figure 113 Variation de la vitesse de gravure moyenne normalisée en fonction du rapport d'aspect pour les données expérimentales pour une puissance plateau nominale (marqueurs bleus, rouges et verts) et pour une puissance de

plateau élevée (marqueurs violets) et pour les estimations issues du modèle de Knudsen (lignes pointillées noire pour la puissance plateau nominale et violette pour la puissance plateau élevée). Les ajustements des valeurs expérimentales utilisant la puissance plateau basse (jeux de données rouge, vert et bleu) ont été obtenus avec  $S_{pr}=1$  et  $v_{\text{substrat-0}}=25\mu\text{m/h}$ . L'ajustement des données utilisant la puissance plateau haute (violet) a été obtenu avec  $S_{pr}=0.6$  et  $v_{\text{substrat-0}}=30\mu\text{m/h}$ .

Bien que les prédictions paraissent satisfaisantes, la validité du modèle est à approfondir. L'ajustement des données avec la puissance élevée du plateau est obtenu avec une probabilité de réaction  $S_{pr}$  inférieure au cas nominal, cette baisse de trouve pas d'explication dans l'utilisation du modèle actuel. En effet, l'augmentation de la puissance plateau devrait se traduire par une augmentation de la vitesse nominale de gravure (translation vers le haut des points expérimentaux sur le graphique de la Figure 111) et non une modification de la pente de la courbe. Il s'agira donc par la suite d'étoffer le modèle en tenant en compte la contribution ionique. Nous remarquons également que nous avons utilisé une expression de  $K$ , probabilité qu'une particule partant du sommet de la tranchée atteigne le fond de la tranchée, valide pour les tubes circulaires, alors que les données expérimentales sont issues de mesures sur des tranchées de largeur différente. Comme la tranchée n'est confinée spatialement que dans une direction, on s'attend à avoir une probabilité  $K$  plus favorable que dans le cas des tubes.

### 3.6 Masques de photolithographie

Les procédés décrits dans ce chapitre font intervenir trois masques de photolithographies : le masque de gravure des électrodes, le masque de gravure des motifs des résonateurs (face A) et le masque des cavités (face B). Des masques d'électrodes et de motifs de résonateurs avaient déjà été réalisés avant ces travaux, ils sont présentés sur la Figure 114.



**Figure 114 Masques de photolithographie, gauche : motifs des résonateurs ARQOMM 2D de type I, droite : électrodes.**

Nous nous concentrons sur trois tailles de résonateurs vibrants respectivement aux alentours de 2,2, 3 et 4,5 MHz. Les longueurs des résonateurs sont consignées dans la Table 14. Chaque longueur est légèrement modulée autour d'une fréquence centrale.

**Table 14 Fréquences ciblées des résonateurs et longueurs de la poutre centrale du masque de photolithographie.**

$f_{res-cible}$ simulations éléments finis (MHz)	$L_{cible}$ dimensions sur le masque ( $\mu\text{m}$ )
4.424076	616
4.467591	610
4.511971	604
2.960644	920
2.980079	914
2.999771	908
2.217364	1228
2.220616	1222
2.231157	1216

Un nouveau trio de masques de photolithographie a été réalisé et compte des résonateurs ARQOMM 2D de type I et II. Ces masques superposés sont présentés sur la Figure 115 pour différentes échelles. Les numéros de cellules se situent au niveau du masque d'électrodes. Le réseau d'électrode a également fait l'objet d'un soin particulier : les électrodes de toutes les cellules sont prolongées jusqu'au bord du wafer afin de faciliter les mesures électriques.

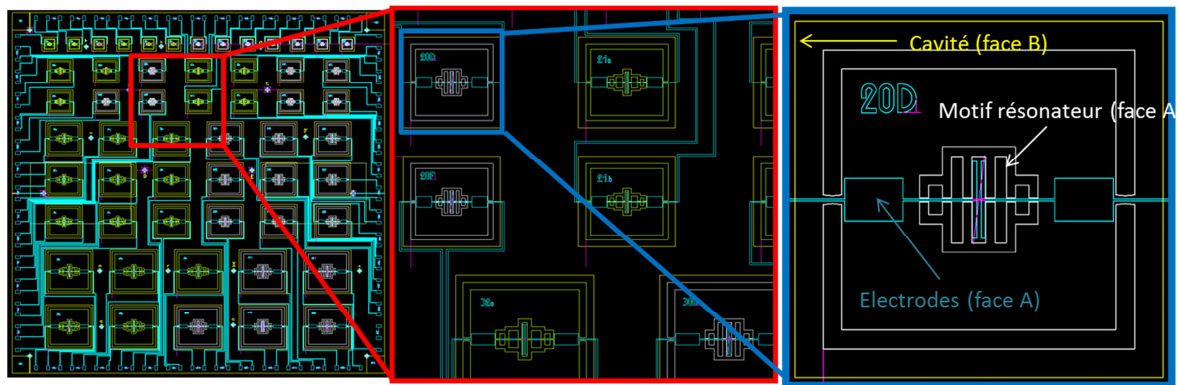


Figure 115 Masques de photolithographie, gauche : vue d'ensemble ; milieu : gros plan sur quelques résonateurs, droite : gros plan sur un ARQOMM 2D de type 2 vibrant à 4,5 MHz.

Deux points importants sont à noter. D'une part, la fréquence ne dépend principalement que de la longueur de la poutre centrale comme démontrée dans le chapitre précédent, nous donnons les mêmes fréquences ciblées pour le type I et le type II. En réalité, il existe une différence relative de fréquence inférieure à 0,1% entre les fréquences des ARQOMM 2D de type 1 et 2. D'autre part, la volonté de réaliser des résonateurs de tailles différentes sur un même échantillon implique que pour des raisons de simplicité pratique les résonateurs auront la même épaisseur (à la modulation près de l'ARDE).

### 3.7 Procédés de fabrication complets

Je conclus ce chapitre en présentant les procédés de fabrications mis au point au cours de mes travaux de thèse. L'originalité principale de ces procédés est le recours à la gravure DRIE du quartz pour la fabrication de structures impossibles à usiner jusqu'alors avec la gravure chimique humide.

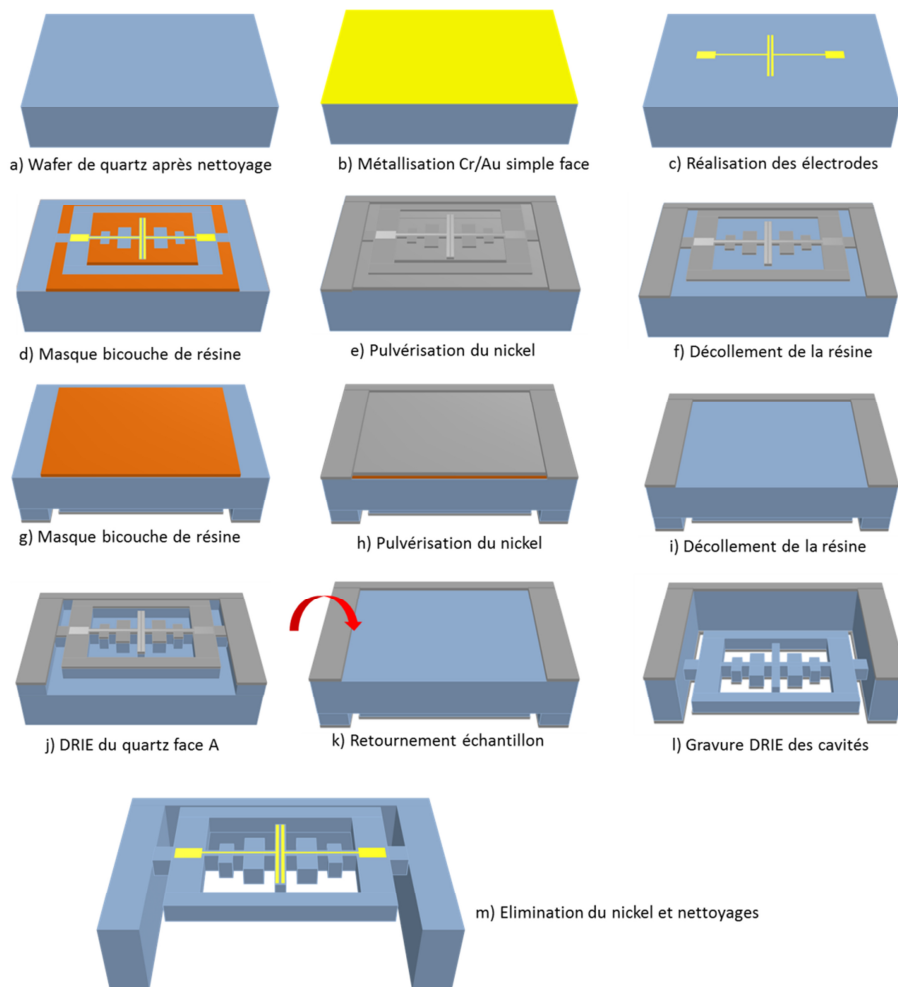
#### 3.7.1 Double gravure DRIE

Le premier procédé de fabrication proposé en vue de la réalisation des résonateurs ARQOMM 2D comporte deux étapes de gravure DRIE du quartz, une pour la réalisation des motifs des résonateurs (face A), et l'autre pour les cavités en face arrière (face B). Le procédé peut être subdivisé en 5 séquences principales :

- Réalisation des électrodes,
- Réalisation du masque de gravure face A,
- Gravure DRIE face A
- Réalisation du masque de gravure face B,
- Gravure DRIE face B



Le procédé de fabrication est présenté schématiquement sur la Figure 116.



**Figure 116 Procédé de fabrication utilisant la gravure DRIE double face**

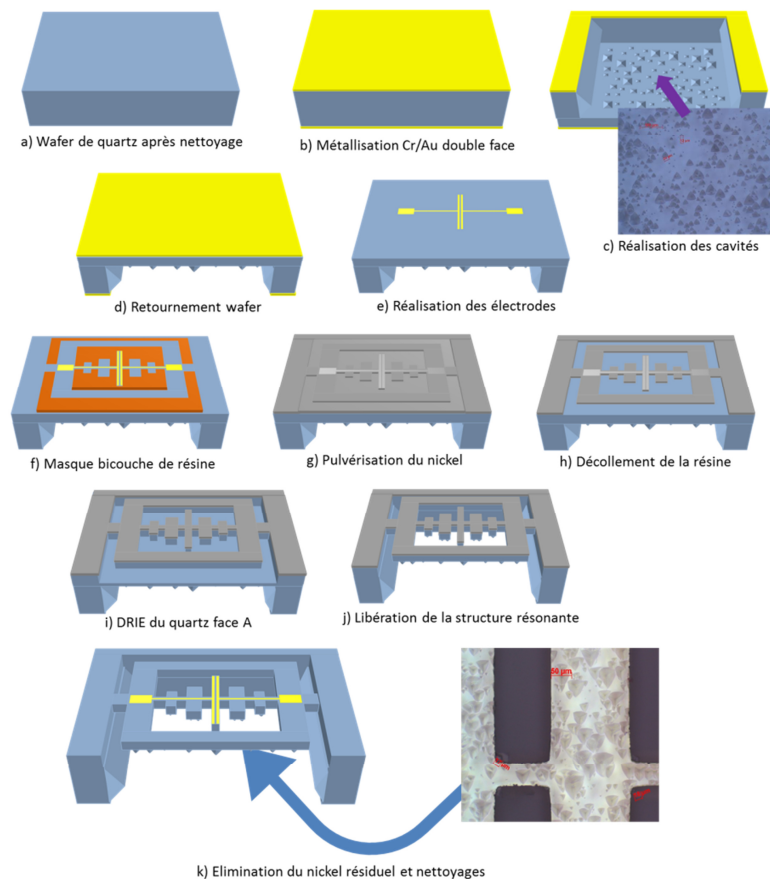
Le procédé présenté suscite quelques remarques :

- Après observation et suivant l'état des résonateurs, des étapes courtes (typiquement 10 à 30 minutes) de gravure peuvent être réalisées pour améliorer le débouchage de la structure, et ce en face A ou face B.
- L'expérience a montré que dans le cas des résonateurs ARQOMM 2D, il était préférable de commencer par graver les cavités et non la face des motifs des résonateurs (face A). En effet, après retournement de l'échantillon, la surface est souvent légèrement contaminée, ce qui peut conduire à un fond de gravure de moins bonne qualité (micro-masquage). En commençant par la gravure des cavités, on s'assure que la face arrière des résonateurs n'a pas de micro-masquage. La seconde gravure, qui consiste alors à graver les motifs des résonateurs en face avant, est quant à elle traversante : l'impact d'un fond de gravure dégradée est donc relativement limité.
- Le procédé de fabrication ne compte finalement que 13 étapes, cependant nous attirons l'attention sur la durée nécessaire minimale pour l'obtention d'échantillons caractérisables.

Deux étapes sont en particulier gourmandes en temps : la gravure DRIE bien évidemment et le dépôt de nickel par pulvérisation. Avec une vitesse de gravure moyenne typiquement comprise entre 20 et 30  $\mu\text{m}/\text{h}$  nous devons compter près de 10 heures de gravure pour déboucher un échantillon. Il faut également ajouter un temps similaire pour le nettoyage de la chambre après chaque étape de gravure (de 15 min à 1h30 min) afin d'éliminer les contaminants. Au total chaque wafer nécessite près de 20 h d'occupation de l'équipement de DRIE. Le dépôt de nickel s'effectue à basse puissance pour réduire la réticulation des résines et les endommager au minimum. Ce besoin de basse puissance implique une vitesse de dépôt lente : 6 heures sont nécessaires pour le dépôt des 3  $\mu\text{m}$  de nickel.

### 3.7.2 Gravure DRIE et gravure chimique par voie humide

Un procédé alternatif comprenant une étape de gravure chimique par voie humide pour la réalisation des cavités a également été développé. La motivation derrière le développement de ce procédé alternatif a été de réduire le temps de gravure DRIE, afin de limiter l'apparition des fissures dans le quartz. L'agencement des étapes schématisé sur la Figure 117



**Figure 117 Procédé de fabrication alternatif comprenant une étape de gravure DRIE et une étape de gravure chimique par voie humide.**

### 3.8 Conclusion du chapitre 3

Au cours de chapitre nous avons vu que la réalisation des résonateurs ARQOMM 2D impliquait le développement d'un moyen alternatif de gravure au vue des limitations de la gravure chimique par voie humide du quartz. La gravure sèche assistée par plasma de type DRIE est la candidate idéale pour remplacer la gravure chimique humide pour l'usinage des motifs. Elle permet l'obtention de flancs verticaux par l'action d'un bombardement ionique directif de l'échantillon qui favorise les réactions chimiques sur les surfaces horizontales exposées au plasma. Dans le cas du quartz, les gaz utilisés conduisent au dépôt d'un polymère passivant qui améliore l'anisotropie de gravure en ralentissant les réactions sur les flancs. Le développement de la gravure sèche du quartz s'est accompagné de points techniques à soulever comme la technique de masquage ou l'obtention d'un fond de gravure lisse. Nous avons ainsi pu mettre en évidence le rôle crucial de l'oxygène dans la réduction des contaminations. Le besoin de graver près de 100  $\mu\text{m}$  de quartz nous a conduits à privilégier un masque métallique en nickel. La réalisation de ce dernier par décollement de résine a été rendue possible par le développement d'une méthode de photolithographie adaptée utilisant un empilement de résines. La possibilité de graver la coupe X du quartz en DRIE ouvre de nouvelles perspectives pour l'optimisation des performances de l'ensemble des résonateurs. Nous avons également discuté de l'ARDE qui est un phénomène limitant les géométries réalisables par DRIE, ce phénomène n'est cependant pas contraignant dans le cas des ARQOMM 2D. Nous avons présenté les procédés de fabrication complets permettant, à partir d'un wafer nu, d'aboutir aux dispositifs caractérisables. La réalisation des ARQOMM 2D peut commencer.

## Chapitre 4 : Caractérisations des dispositifs et analyses

La mise en œuvre technologique décrite dans le chapitre précédent a permis une montée en maturité des procédés de fabrication des résonateurs en quartz par gravure plasma au sein de l'unité CMT. Cette montée en maturité s'est traduite par la réalisation avec succès de résonateurs ARQOMM 2D caractérisables. Dans une première partie, nous présentons les moyens de caractérisations des résonateurs avant de présenter, dans une deuxième partie, les réalisations pertinentes et leurs performances. Un facteur de qualité avoisinant 340 000 a pu être mesuré sur un résonateur vibrant à 2,2 MHz et un produit  $Q \times f$  maximal de  $1.7 \times 10^{12} \text{ Hz}$  sur un mode harmonique ce qui est proche des performances attendues et constitue une amélioration notable des performances atteignables sur des résonateurs en quartz vibrant en extension-compression de longueur. Je discuterai alors des mécanismes limitants. Je mettrai en évidence l'importance des pertes liées à la viscoélasticité des électrodes et des pertes à l'encastrement et je donnerai des pistes pour les futurs travaux. Nous présentons enfin les mesures de performances du premier oscillateur prototype synchronisé par un résonateur ARQOMM 2D : un palier de la variance d'Allan de la fréquence normalisée de  $10^{-10}$  entre 0,1 et 5 s ainsi qu'un vieillissement quotidien de 3 ppb, une fois le dispositif placé dans une enceinte thermostatée autour du point d'inversion ont été mesurés, faisant de l'oscillateur un dispositif aux performances comparables à celles des OCXOs miniatures actuels. Le facteur de qualité du premier résonateur ainsi intégré est cependant 3 à 4 fois inférieur à ceux qui ont pu être obtenus après amélioration du procédé de fabrication et une meilleure compréhension des mécanismes limitants. La résistance motionnelle associée est importante ce qui induit une réduction du facteur de qualité chargé. L'intégration des meilleures cellules en oscillateur devrait aboutir à une amélioration significative des performances, en particulier vis-à-vis de la stabilité court-terme, traduite par un plateau de la variance d'Allan aussi bas que quelques  $10^{-11}$ . Pour conclure je donnerai quelques perspectives en vue de la réalisation d'un OCMO vibrant à 10 MHz intégrant un résonateur ARQOMM 2D.

## 4.1 Moyens de caractérisations des résonateurs

Les paramètres mécaniques du résonateur ( $f$ ,  $Q$ ,  $R_m$ ) sont calculés à partir de mesures faites à l'impédance-mètre ou par la méthode dite de l'amplificateur de charges. Nous les détaillons dans cette section.

### 4.1.1 Mesure à l'impédance-mètre

Les impédance-mètres utilisés sont les équipements Agilent 4294A ou le Keysight EA990. Un impédance-mètre, comme son nom l'indique, permet de mesurer l'impédance  $Z(f)$  des composants (condensateurs, inductances résistance ou combinaisons) pour des fréquences comprises entre 40 Hz et 110 MHz. La technique de mesure employée est la méthode d'auto-équilibrage [163] dont le schéma de principe est présenté sur la Figure 118. L'amplificateur crée une masse fictive au point M. Un générateur de tension est relié à une borne du résonateur. Le courant dans la branche connectée à l'entrée « - » de l'amplificateur est nulle, ce qui impose que la somme du courant  $i_R$  traversant la résistance R et du courant  $i_x$  dans la branche du résonateur d'impédance  $Z_x$  vaut 0. L'écriture de cette condition conduit ainsi à la relation suivante (65), où  $V_x$  et  $V_R$  sont les tensions mesurées par les voltmètres  $V_1$  et  $V_2$ .

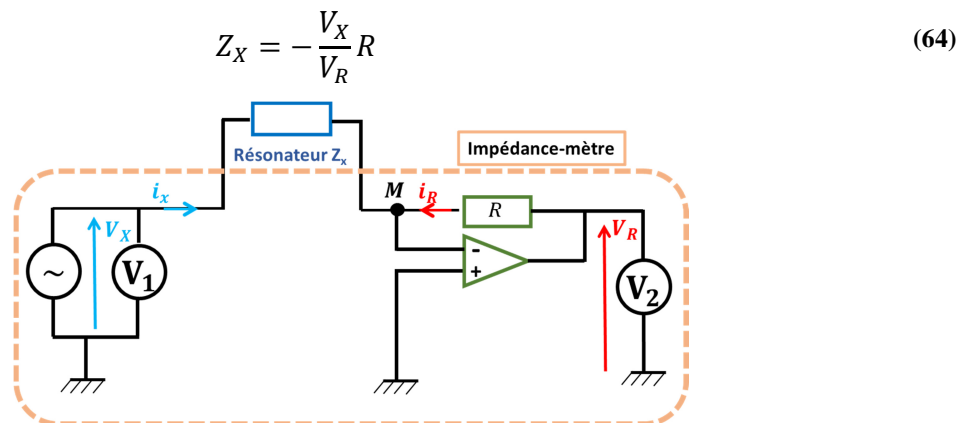
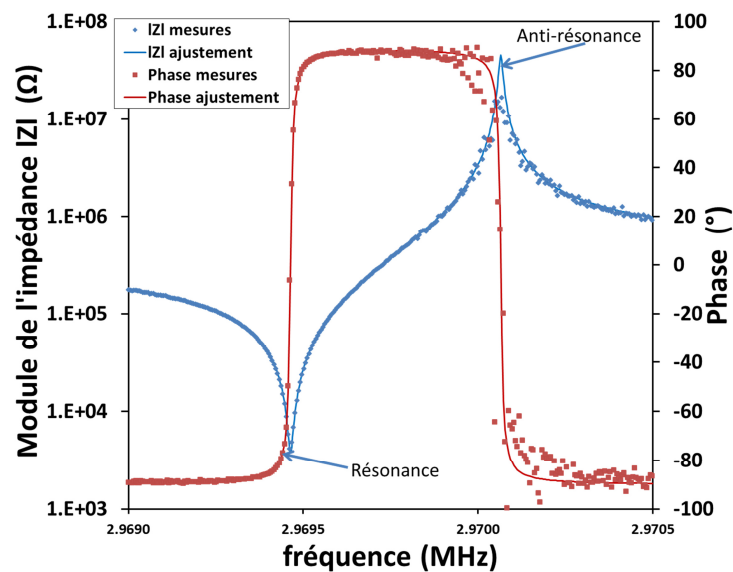


Figure 118 Schéma de principe de la mesure par pont auto équilibré.

Pour réduire les erreurs introduites par les fils de connexions entre l'appareil et le résonateur à caractériser, plusieurs calibrations sont faites : (i) en circuit ouvert (« open ») permettant de supprimer les capacités parasites, (ii) en court-circuit (« short »), pour réduire les impédances en série avec le composant à caractériser et (iii) en plaçant une résistance de charge à la place du composant à caractériser (« load »). Il est souhaitable d'utiliser une résistance de charge proche de l'impédance à la

résonance de notre résonateur, typiquement quelques  $k\Omega$  dans notre cas comme prévu par la partie simulation par éléments finis (cf section 2.6).

Le module et la phase de l'impédance sont mesurés et tracés en fonction du balayage de la fréquence. Les paramètres motionnels  $L_1, C_1, R_1$  et statique  $C_0$  sont obtenus par ajustement avec les expressions de module et de phase découlant de l'expression (34). La Figure 119 montre respectivement des mesures du module (points bleus) et de la phase de l'impédance (points rouges) en fonction de la fréquence autour de la fréquence de résonance ainsi que les courbes d'ajustement issues du modèle BVD.



**Figure 119 Mesures du module de l'impédance en échelle semi logarithmique (point bleus) et la courbe d'ajustement associé au modèle BVD (ligne continue bleue), de la phase de l'impédance (points rouges) et de la courbe d'ajustement associée (ligne continue rouge) d'un résonateur ARQOMM 2D en fonction du balayage en fréquence proche de la résonance et de l'antirésonance.**

La précision de mesure sur le module et la phase de l'impédance est donnée par le constructeur. Dans nos conditions de mesures les plus défavorables, c.-à-d. pour des tensions d'excitation faibles (mesures sous vide), l'erreur relative est inférieure à 1% pour la phase et le module de l'impédance autour de la résonance. L'erreur augmente à quelques pour cent pour les zones de transition et explose à l'antirésonance (plus de 100% d'erreur dans le cas de la Figure 119). Pour réduire l'erreur, il faut naturellement maximiser le rapport signal sur bruit, ce qui peut être fait en augmentant la tension d'excitation ou en diminuant l'impédance à mesurer. On comprend donc que l'erreur est minimale à la résonance et maximale à l'antirésonance. La résolution de fréquence est donnée par le rapport de la plage de fréquence affichée sur le nombre de points (fixé à 800 points) : elle vaut 5 Hz pour les

mesures sous pression atmosphérique et 0,5 Hz pour les mesures sous vide car on centre la plage autour de la fréquence de résonance.

### 4.1.2 Mesure par la méthode dite de l'amplificateur de charge

Un moyen de caractérisation présentant le point commun du potentiel nul est traditionnellement employé à l'ONERA. Le schéma simplifié est présenté sur la Figure 120.

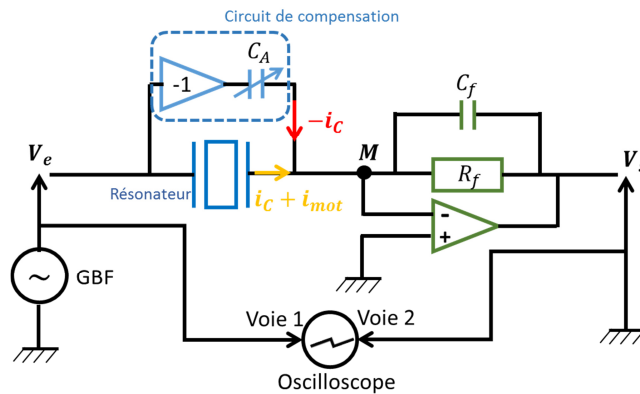


Figure 120 Schéma du montage de la méthode mesure dite de l'amplificateur de charges.

Le montage permet la conversion du courant motionnel  $i_{mot}$  en tension  $V_s$  qui est alors une image du déplacement de la poutre du résonateur. Un générateur de signaux basses fréquences (GBF) permet d'exciter le résonateur. Un oscilloscope permet de visualiser les tensions d'excitation et le signal de sortie. Hors résonance, la capacité statique  $C_0$  est compensée par la capacité variable  $C_A$  : le résonateur se comporte alors comme une résistance à la fréquence de résonance  $f_0$ . Cette dernière correspond au maximum d'amplitude du signal de sortie par balayage de la fréquence du signal généré par le GBF<sup>11</sup>. Les signaux d'entrée et de sortie sont en phase si la compensation est correctement réalisée. En régime linéaire, l'amplitude de sortie est une image de l'amplitude de déplacement du résonateur, nous pouvons donc calculer le facteur de qualité  $Q$  à partir des mesures de la bande passante du résonateur qui correspond à différence  $f_2 - f_1$  des fréquences pour lesquelles  $V_s(f_2) = V_s(f_1) = \frac{V_{smax}}{\sqrt{2}} = \frac{V_s(f_0)}{\sqrt{2}}$  et  $f_1 < f_2$ . La valeur de  $R_m$  est donnée par la relation  $R_m = \frac{V_s(f_0)}{V_e(f_0)} R_f$ . Une fois les paramètres  $f_0, Q, R_m$  connus, il est possible de remonter aux paramètres électriques équivalents  $C_1$  et  $L_1$  avec les relations de l'expression (30).

<sup>11</sup> Il est donc également possible de mesurer la fréquence de résonance en mesurant la fréquence pour laquelle la différence de phase entre les signaux  $V_e$  et  $V_s$  est nulle.

L'incertitude sur la fréquence générée est donnée par le constructeur et vaut 1 ppm. La résolution de fréquence utilisée est 0,1 Hz. La précision sur l'amplitude générée est de 1%. Comme nous utilisons les deux fréquences,  $f_1$  et  $f_2$ , pour calculer le facteur de qualité, nous majorons l'erreur relative sur le facteur de qualité par 2%.

## 4.2 Réalisations de résonateurs ARQOMM 2D

J'ai consacré une partie importante du temps de travail de thèse au développement et l'adaptation des moyens de fabrication, en particulier la gravure DRIE et la réalisation du masque associé mais également à la fabrication et aux caractérisations des résonateurs. J'ai réalisé la totalité des étapes de fabrication des résonateurs au sein de la centrale technologique Platine de l'ONERA aux exceptions des étapes de dépôts, réalisées par Messieurs Marc Pernice et Claude Gageant, des étapes de gravure chimique par voie humide du quartz et nettoyages piranha réalisées par Madame Claude Chartier.

J'ai ainsi été en mesure de fabriquer environ 200 résonateurs ARQOMM 2D caractérisables en une dizaine de lots et mesuré près de 80 résonateurs sous vide. Nous présentons dans cette partie les réalisations pertinentes : il ne s'agit pas d'énumérer tous les lots réalisés ni de présenter l'intégralité des résonateurs mais de comprendre les motivations derrière les choix de modification des paramètres ou de procédés.

### 4.2.1 Procédé de fabrication avec double gravure DRIE

Le procédé de fabrication, détaillé dans la section 3.7 était celui développé initialement et fut naturellement le premier à être expérimenté.

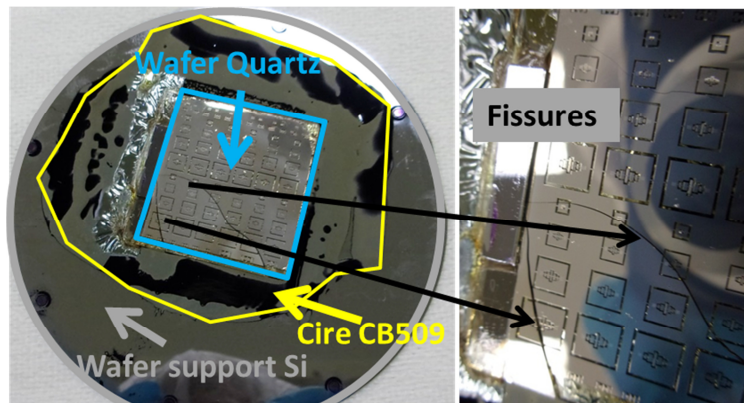
#### 4.2.1.1 Le premier résonateur ARQOMM 2D fabriqué

Un premier résonateur a pu être fabriqué. Nous détaillons les résultats en cours de gravure car ceux-ci sont riches en enseignements pour la suite.

L'échantillon est un wafer de quartz de 1,5'' d'épaisseur 210  $\mu\text{m}$ . Le nickel a été déposé uniquement sur la face A, celle des motifs des résonateurs. L'échantillon est collé à l'aide de la cire CB509 sur un wafer support en silicium de 4'' et d'épaisseur 500  $\mu\text{m}$ . Ce collage est nécessaire car l'équipement de gravure est conçu pour des wafers de 4'' La gravure étant sélective vis-à-vis du silicium comme



expliqué dans la section 3.2, nous nous attendons à un amincissement faible<sup>12</sup> du wafer support. Après un nettoyage de l'échantillon dans un plasma à base d'oxygène, l'échantillon est gravé durant 90 min avec la recette enrichie en oxygène. La Figure 121 montre le résultat de gravure à l'échelle du wafer : le wafer s'est fissuré après cette première longue séquence de gravure.

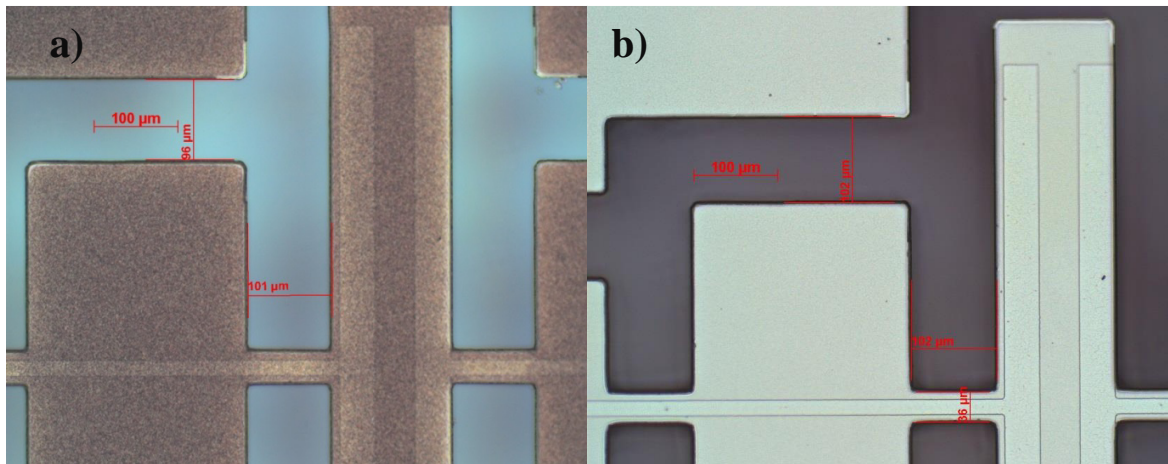


**Figure 121** Photographie de l'échantillon collé sur son wafer support après 1h30min de gravure DRIE, à gauche : vue d'ensemble ; à droite : gros plan sur l'échantillon et mise en évidence des fissures.

La réduction du phénomène de fissuration du wafer est étudiée dans la section 4.2.2. La cire en dehors de l'échantillon a été également entièrement consommée tandis que celle sous l'échantillon paraît séchée. Les images a) et b) sur la Figure 122 sont, respectivement, des images au microscope optique d'un résonateur ARQOMM 2D de type 1 vibrant à 3 MHz avant la gravure la première étape de gravure et après 90 min de gravure avec la recette enrichie en oxygène.

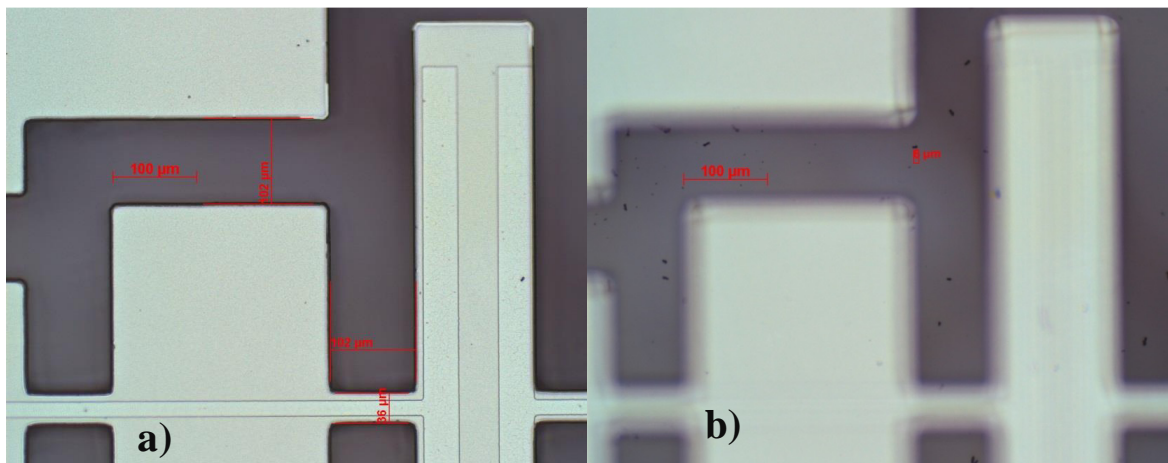
---

<sup>12</sup> Un amincissement important, ie de plusieurs dizaines de microns par étape de gravure est susceptible de modifier la thermique de l'ensemble wafer support/cire/échantillon et donc de rajouter une inconnue supplémentaire.



**Figure 122** Images au microscope optique au grossissement x100 d'une poutre et d'un pilier latéral d'un résonateur ARQOMM 2D de type I vibrant en théorie à 3 MHz : a) avant gravure DRIE, b) après 90 min de gravure en utilisant la recette de gravure enrichie en oxygène.

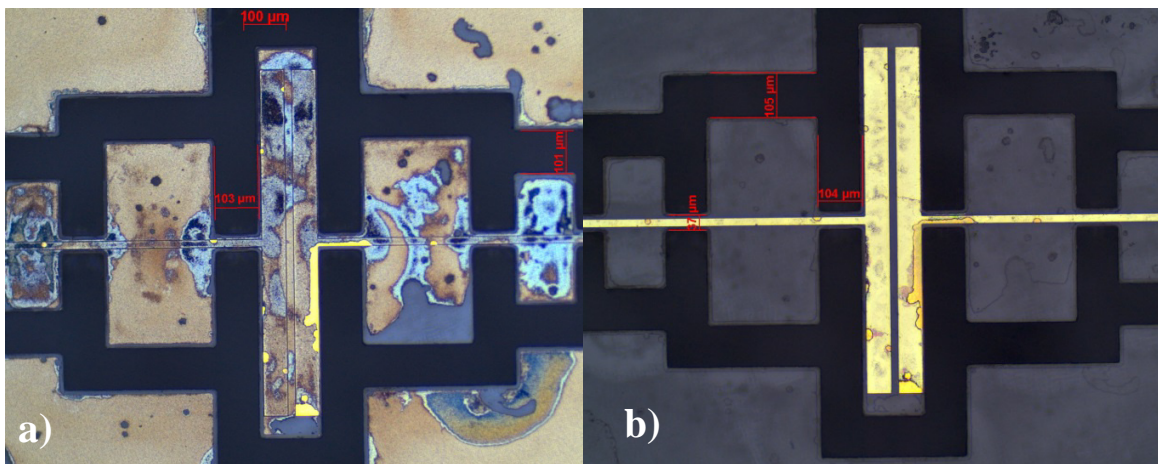
La profondeur gravée en fin de gravure est de l'ordre de 44 µm. Deux mesures sont faites : la première en mesurant la variation de hauteur de la plate-forme du microscope optique pour réaliser la mise au point en fond de tranchée et la deuxième en opérant la mise au point sur le nickel. Les deux images sont montrées sur les images a) et b) de la Figure 123. Nous observons quelques pics de micro-masquage probablement liés à la présence de miettes de nickel après le décollement de résine.



**Figure 123** Images au microscope optique au grossissement x100 d'une poutre et d'un pilier latéral d'un résonateur ARQOMM 2D de type I vibrant en théorie à 3 MHz : a) après gravure DRIE et focalisation sur le masque de nickel, les points noirs correspondent à des pics de micro-masquage ; b) après gravure DRIE et focalisation sur le fond de tranchées.

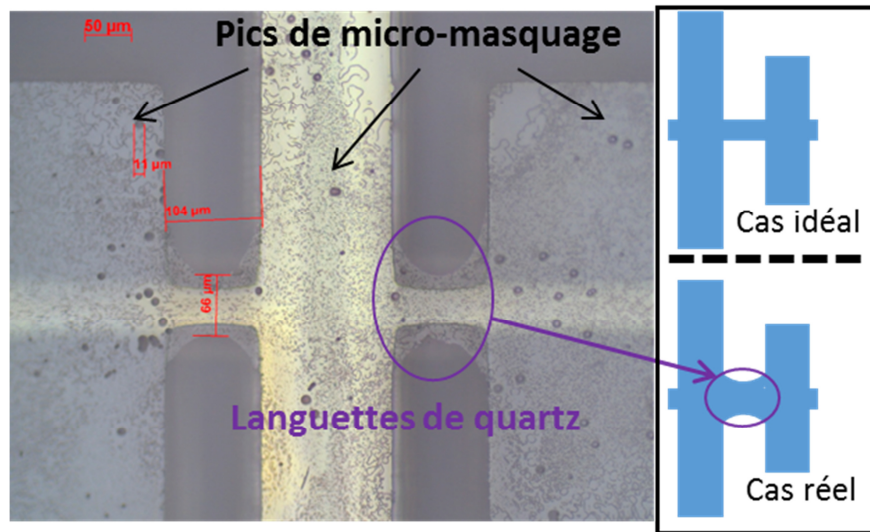
La seconde mesure est réalisée au profilomètre mécanique. La profondeur gravée est alors estimée à  $43.6 \pm 1.0 \mu\text{m}$ , en accord avec la mesure optique.

Cette méthodologie combinant observations et mesures au microscope optique avec des mesures réalisées au profilomètre mécanique a été répétée après chaque sortie de l'échantillon de la chambre de gravure afin de s'assurer du bon déroulement du procédé. Une fois la profondeur gravée souhaitée obtenue, le procédé de fabrication se poursuit : les motifs des cavités sont transmis en face arrière (face B) par la même méthode de photolithographie employant la triple couche de résine LOR et la couche de résine photosensible s1813. Après dépôt et décollement de la résine, la face arrière est gravée jusqu'à la libération des résonateurs. L'échantillon est décollé du wafer support en silicium par immersion dans l'acétone. Le nickel résiduel éliminé par immersion dans un bain de gravure de solution commerciale (TFB). Il reste des résidus qui sont par la suite éliminés en partie par immersion dans une solution piranha. Les Figure 124 a) et b) montrent respectivement la face A du résonateur après immersion de celui-ci dans l'acétone pour le décoller du wafer support et après les différentes étapes de nettoyage.



**Figure 124** Images de microscopie optique obtenues au grossissement x100 de la face A du premier résonateur ARQOMM 2D fabriqué, a) une fois le résonateur décollé du wafer support, b) après les étapes de nettoyages.

Mise à part quelques résidus restants, la face A paraît qualitativement satisfaisante. En revanche l'état de surface de la face B semble très dégradé comme illustré sur la Figure 125 : présence d'un micro-masquage et de résidus et de languettes de quartz au niveau des zones correspondant aux tranchées entre la poutre centrale et les piliers latéraux (le même phénomène est également présent entre les piliers latéraux et les piliers du second étage de découplage).



**Figure 125** Image de microscopie optique obtenue au grossissement x200 de la face B du premier résonateur ARQOMM 2D.

Ce débouchage non complet du résonateur est susceptible de modifier les souplesses des parties vibrantes et donc de réduire l'efficacité du découplage. Les caractéristiques mécaniques du résonateur ont pu être mesurées à l'aide de l'impédance-mètre. La fréquence de résonance vaut 2,954 MHz, elle est proche de la valeur cible (0.2%) et peu sensible à la variation de pression. Le facteur de qualité et la résistance motionnelle à pression atmosphérique valent respectivement près de 6 750 et 139 kΩ. Sous vide le facteur de qualité grimpe à 94 000 et la résistance motionnelle décroît pour atteindre 11 kΩ. Le produit  $Q \times f$  calculé avoisine  $2.7 \times 10^{11}$  Hz. Ces performances sont encourageantes pour un premier prototype mais bien loin des performances attendues. Le facteur de qualité attendu avoisine 600 000.

#### **4.2.1.2 Amélioration du facteur de qualité pour le procédé utilisant la gravure double face DRIE**

Les lots suivants, utilisant le même procédé de fabrication, ont abouti à la réalisation de résonateurs caractérisables comme illustré sur la Figure 126.

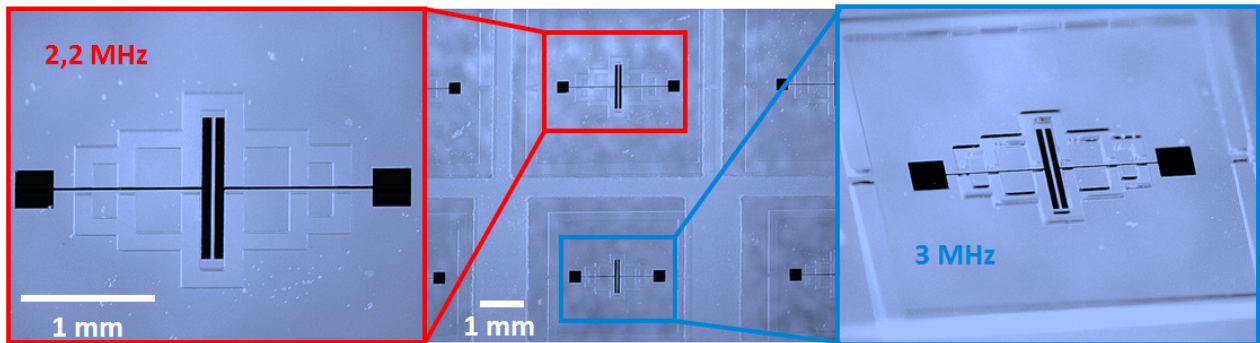


Figure 126 Photographies de résonateurs ARQOMM 2D de type I réalisés à l'aide du procédé de double gravure DRIE, à gauche : gros plan sur un résonateur vibrant à 2,2 MHz, au milieu : plan large sur des résonateurs vibrant à 2,2 MHz (rangée supérieure) et 3 MHz (rangée inférieure, à droite : vue tournée d'un résonateur vibrant à 3 MHz.

Une amélioration notable du débouchage, c'est-à-dire l'absence de languettes de quartz montrées sur la Figure 125, a été obtenue en poursuivant la gravure DRIE en face arrière pour quelques minutes. La disparition des languettes est illustrée sur le Figure 127 qui présente deux images de microscopie optique montrant l'évolution de la face arrière au niveau de la poutre centrale d'un résonateur vibrant à 3 MHz en fin de gravure.

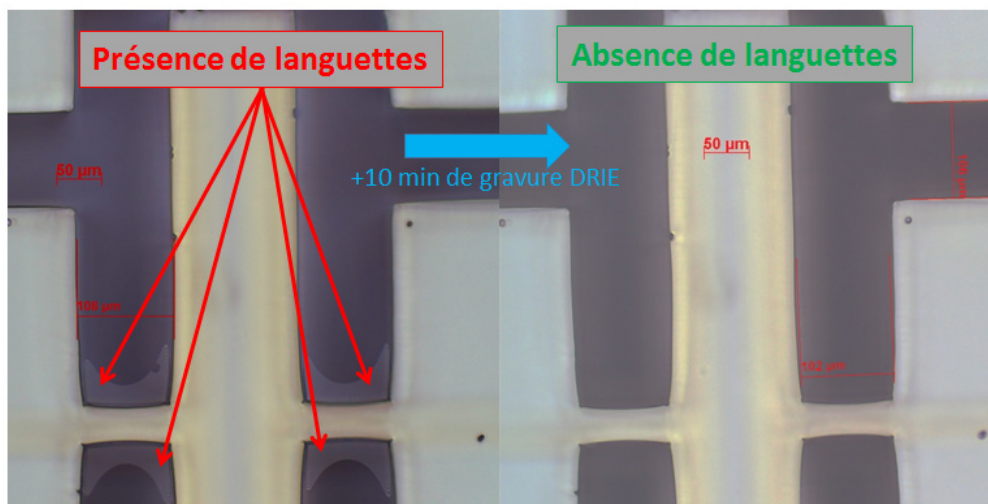
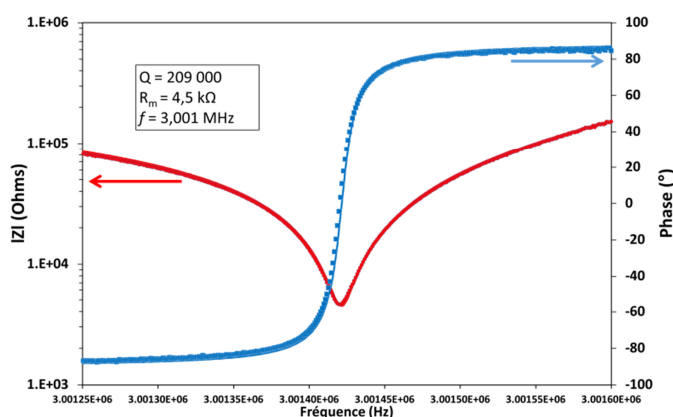


Figure 127 Images de microscopie optique au grossissement x200 de la face arrière au niveau de la poutre centrale d'un résonateur vibrant à 3 MHz, à gauche : présence de languettes de quartz aux jonctions entre la poutre centrale et les piliers, à droite : élimination des languettes après 10 min de gravure DRIE supplémentaires.

La qualité de l'état de surface de la face arrière est globalement meilleure que pour le premier résonateur. Les facteurs de qualité maximaux atteints sont plus de deux supérieurs à ceux du premier

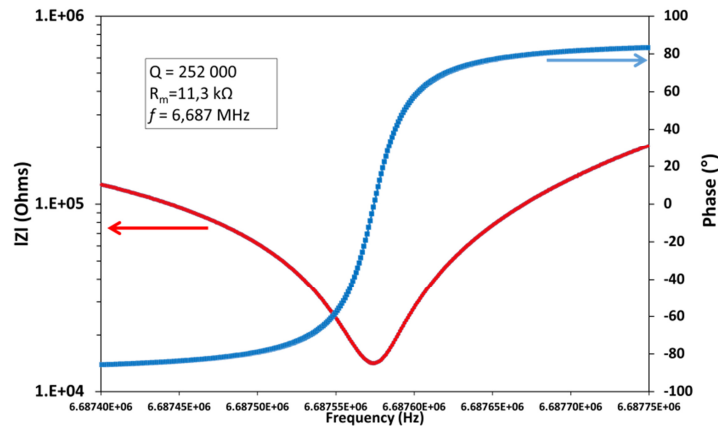
résonateur. Pour des résonateurs vibrants à 2,2 MHz, ils valent 250 000 et la résistance motionnelle  $R_m$  associée vaut  $3.8 \text{ k}\Omega$ . Pour les structures vibrant à 3 MHz, on obtient  $Q \sim 200\,000$  et  $R_m = 4.5 \text{ k}\Omega$ . Ces chiffres sont donnés pour des ARQOMM 2D de type 1. La Figure 128 présente les mesures de module et de phase d'impédance ainsi que les ajustements associés en fonction de la fréquence balayée pour un résonateur ARQOMM 2D de type I vibrant à 3 MHz obtenus à partir du modèle BVD. Les mesures ont été réalisées à l'impédancemètre Agilent 4294A.



**Figure 128 Mesures expérimentales (marqueurs) des variations du module (rouge) et de la phase (bleu) de l'impédance d'un résonateur ARQOMM 2D de type I vibrant à 3 MHz ainsi que les ajustements associés en fonction de la fréquence balayée.**

J'ai obtenu des résultats de facteurs de qualité maximaux du même ordre de grandeur sur les résonateurs ARQOMM 2D de type 2 : ils dépassent respectivement 240 000 ( $R_m \sim 4.3 \text{ k}\Omega$ ) et 150 000 ( $R_m \sim 7.6 \text{ k}\Omega$ ) pour des résonateurs vibrants à 2,2 et 3 MHz. Le nombre de résonateurs de type II caractérisés sous vide est faible : un seul lot avec le masque 2 a été réalisé contre 3 avec le masque 1.

Un résultat remarquable a été l'obtention de facteurs de qualité supérieurs à 200 000 pour les modes harmoniques d'ordre 3 vibrant à 6,6 MHz pour des résonateurs de type 1 atteignant un produit  $Q \times f$  proche de  $2 \times 10^{12} \text{ Hz}$  et donc des performances attendues. La Figure 129 présente les mesures de la phase et du module de l'impédance correspondant.

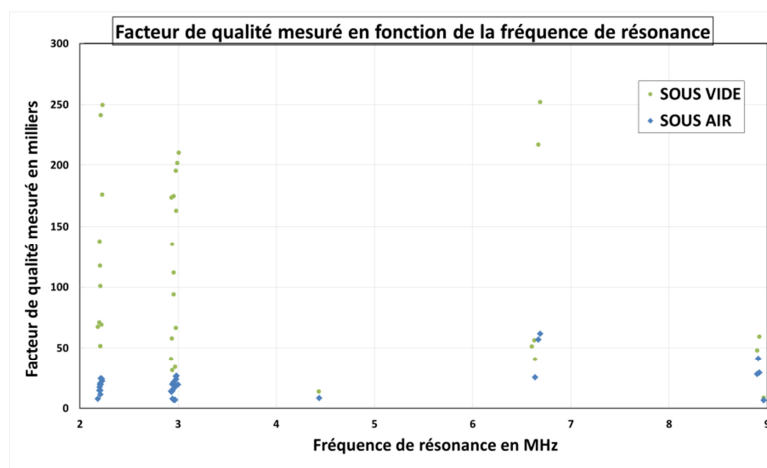


**Figure 129 Mesures expérimentales (marqueurs) des variations du module (rouge) et de la phase (bleu) de l'impédance d'un résonateur ARQOMM 2D de type I vibrant à 6,6 MHz sur le mode partiel ainsi que les ajustements associés en fonction de la fréquence balayée.**

Nous pouvons remarquer que la valeur de la résistance motionnelle,  $R_m = 11,3\text{ k}\Omega$  est supérieure à celle du mode fondamental pour un facteur de qualité équivalent, cela s'explique par une collection de charges moins efficace comme mentionné dans la section 2.6. Avec une géométrie parfaite des électrode, nous attendions pour un facteur de qualité de 250 000, une résistance motionnelle de  $3\text{ k}\Omega$  (respectivement  $9\text{ k}\Omega$ ) pour le mode fondamental (resp. et le premier harmonique) vibrant  $2,2\text{ MHz}$  (resp  $6,6\text{ MHz}$ ) tandis que les valeurs mesurées sont proches de  $3,8\text{ k}\Omega$  (resp.  $11,3\text{ k}\Omega$ ). L'hypothèse qui vient à l'esprit pour expliquer cet écart est que la géométrie réelle des électrodes diffère de la géométrie : la concentration des charges sur les bords des poutres pourraient rendre la résistance motionnelle très sensible à la distance entre les électrodes et le bord des poutres. La prise en compte de cet effet dans les simulations éléments finis des cotes effectives et des défauts d'alignement à partir d'images en microscopie optique conduit à une analyse plus conforme à la réalité des structures réalisées. Les valeurs ainsi simulées valent  $3,1\text{ k}\Omega$  (resp.  $11,7\text{ k}\Omega$ ) pour des résonateurs de type I vibrant sur le mode fondamental (resp. premier harmonique) et sont plus en accord avec les valeurs expérimentales. Toutefois, l'écart entre les valeurs simulées et mesurées de 20 % pour le mode fondamental indique que la collecte de charges est moins efficace qu'attendue. Je précise que de tels facteurs de qualité mesurés sur le premier harmonique n'ont été obtenus que pour des résonateurs de type 1 vibrants à  $2,2\text{ MHz}$  sur le mode fondamental. Les simulations réalisées dans la section 2.5 suggèrent que le résonateur de type 2 était moins favorable au mode partiel d'ordre 3.

Le faible nombre de résonateurs de type 2 réalisés et caractérisés sous vide ne nous permet pas de conclure sur la supériorité ou non du mécanisme de découplage de cette structure.

La casse de l'échantillon est récurrente et pose un sérieux problème sur la quantité de résonateurs que nous sommes en mesure de fabriquer et donc de caractériser. Pour illustrer le problème nous indiquons que sur les quatre lots réalisés par double gravure DRIE (3 avec le masque 1 et 1 avec le masque 2), nous n'avons pu caractériser que 26 résonateurs sous vide sur les 148 possibles. En particulier, seulement quelques résonateurs vibrants à 4,5 MHz sont caractérisables et un seul a pu être mesuré sous vide et présente un facteur de qualité faible (<15 000). Nous discutons dans la suite des résultats du procédé global sur les performances, fréquence de résonance et facteur de qualité, des résonateurs. Nous évaluons la dispersion des mesures par l'écart type pour le facteur de qualité et la fréquence. L'écart type correspond à la reproductibilité des performances d'un résonateur à l'autre. La précision estime l'écart en la valeur moyenne mesurée et la valeur ciblée. La Figure 130 montre un graphe présentant les facteurs de qualité des résonateurs mesurés sous air (pression atmosphérique) et sous vide.

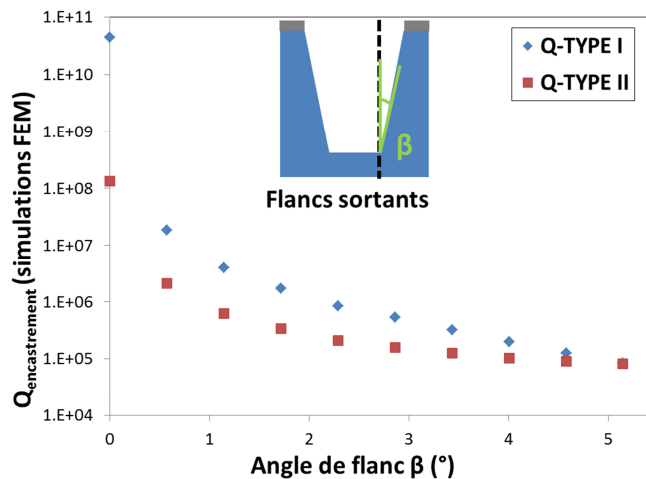


**Figure 130 Mesures expérimentales du facteur qualité des résonateurs mesurés sous air et sous vide en fonction de la fréquence de résonance. Les fréquences 2,2 ; 3 et 4,5 MHz correspondent au mode fondamental, les fréquences 6,6 et 8,9 MHz au premier harmonique.**

La dispersion des facteurs de qualité mesurés sous air est importante, l'écart type relatif est compris entre 24 et 28% suivant la fréquence du mode fondamental. L'écart type devient beaucoup plus grand une fois les résonateurs mesurés sous vide, entre 48 et 55%. Sous pression atmosphérique nous supposons que les frottements avec les molécules du gaz environnant limitent le facteur de qualité. Sous vide, les interactions entre le résonateur et les molécules de gaz raréfié sont limitées, nous pouvons négliger la contribution de  $Q_{air}$  aux pertes totales. Cela fait un effet de loupe sur les autres mécanismes limitants. Les facteurs de qualité atteignables sur les lots utilisant la double gravure DRIE sont à l'état de l'art des résonateurs en quartz usinés par DRIE. Ils sont de l'ordre de 250 000 sur le



mode fondamental et le mode partiel d'ordre 3. Toutefois, les performances mesurées restent inférieures à celles attendues : nous avons vraisemblablement négligé ou sous-estimé un mécanisme de pertes. Il se trouve que la structure que nous avons utilisée dans les simulations par éléments finis est moins symétrique que celle réalisée avec la gravure sèche du quartz. Comme illustré sur la Figure 102, les flancs ne sont pas strictement verticaux et nous observons un angle de flanc rentrant proche de  $3^\circ$ . En prenant en compte cet angle de flanc dans les simulations, nous nous rendons compte que celui-ci a un effet désastreux sur le facteur de qualité à l'encastrement. La Figure 131 illustre ce phénomène : des simulations éléments finis sont réalisées pour les structures vibrant à 3 MHz de type I et II, nous varions l'angle de flanc  $\beta$  et nous relevons le facteur de qualité à l'encastrement  $Q_{encastrement}$ . Ce dernier qui était très grand ( $Q_{encastrement} > 10^7$  pour les deux types) dans les simulations de la phase de conception, décroît rapidement avec l'augmentation de l'angle de flanc : il ne vaut plus que quelques millions à quelques centaines de milliers pour un angle de flancs de l'ordre de quelques degrés.



**Figure 131** Variation du facteur de qualité à l'encastrement des structures ARQOMM 2D de type I et II obtenue par simulations MEF en fonction de l'angle de flanc sortant  $\beta$ .

Dans le cas le plus favorable, c.-à-d. en ne prenant en compte que les angles de flancs induits par la recette de gravure DRIE actuelle, les valeurs de  $Q_{encastrement}$  ainsi estimées laissent penser que ce dernier devient comparable au mécanisme limitant supposé au préalable, à savoir les pertes viscoélastiques induites par les métaux des électrodes. L'ARQOMM 2D réalisé en pratique ne semble donc pas limité par un seul mécanisme mais par une combinaison de deux mécanismes : les pertes par amortissement visqueux et les pertes à l'encastrement. La dispersion observée sur les facteurs de

qualité mesurés est vraisemblablement due aux variations de  $Q_{encastrement}$  étendu et la prise en compte de défauts supplémentaires induits par les contaminations, la rugosité, le micro-masque ou des variations de cotes.

L'étude de la précision et de la dispersion de la fréquence de résonance des résonateurs ainsi fabriqués est primordiale. En, effet la capacité à atteindre une fréquence donnée de manière précise est indispensable au bon fonctionnement de l'électronique d'entretien de l'oscillateur. En pratique, la fréquence de résonance du résonateur peut être ajustée après sa fabrication (étape de « trimming » en anglais), puis à l'aide d'une capacité de tirage qui permet typiquement un ajustement de 0,1 à 100 ppm (dans le cas de certains VCXO). La Table 15 récapitule les moyennes et dispersions des fréquences de résonance des résonateurs caractérisés sous vide en fonction des fréquences cibles pour le mode

fondamental ainsi que la précision  $Précision = \frac{|f_{res-cible} - f_{res-moyenne}|}{f_{res-moyenne}} \times 100$  et les variations de longueurs équivalentes  $\Delta L_{\acute{e}qui}$  associées  $\Delta L_{\acute{e}qui} = Précision \times L_{cible}$ .

**Table 15** Tableau récapitulatif des fréquences et longueurs cibles et des mesures expérimentales de fréquences, ainsi que les valeurs d'écart type, de précisions et de variations de longueurs équivalentes des mesures expérimentales dans le cas des résonateurs dont les cavités ont été usinées par DRIE.

Simulations MEF		Mesures expérimentales				
$f_{res-cible}$ (MHz)	$L_{cible}$ ( $\mu\text{m}$ )	Nombre de résonateurs	$f_{res-moyenne}$ (MHz)	Ecart-type (%)	Précision (%)	$\Delta L_{\acute{e}qui}$ ( $\mu\text{m}$ )
2.960644	920	3	2.933843	0.12	0.91	+8.3
2.980079	914	6	2.952991	0.38	0.91	+8.3
2.999771	908	5	2.985747	0.40	0.47	+4.2
2.217364	1228	4	2.198089	0.40	0.87	+10.7
2.220616	1222	7	2.216991	0.42	0.16	+2.0

Les valeurs de la longueur ciblée de la poutre centrale  $L_{cible}$  correspondent aux valeurs nominales du masque de photolithographie permettant la réalisation du masque physique de gravure. Nous devons noter que la précision de la fréquence de résonance donnée ici correspond à l'ensemble du procédé de fabrication : il est possible que chaque étape introduise une contribution qui tend à dégrader la valeur de précision finale ou bien au contraire, une (ou plusieurs) étape peut compenser une autre étape. La dispersion est limitée sur la fréquence <0.5% et à la précision de l'appareil de mesure. La précision est inférieure à 1% ou 10 000 ppm, cette valeur est bien supérieure à celle que l'on peut espérer atteindre à l'aide d'une capacité de tirage : il faudra donc envisager par la suite une étape post-fabrication d'ajustement de la fréquence, qui reste à définir.

Avant de nous intéresser aux stratégies mises en place pour la réduction des fissures, nous proposons une première analyse des résultats.

Pour conclure sur cette première analyse, en supposant que la valeur de  $Q_{viscoélastique}$  du modèle soit correctement estimée, la comparaison entre valeurs attendues et valeurs mesurées indique qu'au moins un mécanisme de pertes a été sous-estimé. En prenant en compte l'angle de flanc induit par la gravure DRIE dans le calcul de  $Q_{encastrement}$  par simulation, il apparaît que ce dernier est particulièrement sensible à l'angle de flanc qui rompt la symétrie. Les pertes liées à l'encastrement contribuent potentiellement à la dispersion des valeurs mesurées. De nouveaux essais sont nécessaires pour discriminer les mécanismes limitants.

#### **4.2.2 Procédé de fabrication avec usinage par voie chimique des cavités**

Les facteurs de qualité atteignables ont été grandement augmentés par un meilleur contrôle de la qualité de la surface lors de la gravure DRIE des cavités en face arrière et un meilleur débouchage. Toutefois, le phénomène de casse du wafer est un problème majeur : le rendement est faible ce qui limite la possibilité d'extraire des tendances à partir des résultats. Pour réduire les fissures et la casse du wafer, plusieurs pistes ont été envisagées. L'utilisation d'un masque en aluminium, déposé par pulvérisation, a conduit à l'absence de fissures mais à une réduction importante de la sélectivité, qui chute pour atteindre une valeur proche de 20. Il s'agit alors de modifier la recette ou de réduire la durée de la gravure DRIE. Nous optons pour la réalisation des cavités par usinage chimique, qui est un domaine d'expertise de l'unité CMT. Nous avons vu dans la section 3.1 que la gravure chimique était fortement anisotrope. Un autre défaut est l'apparition de pyramides sur les surfaces horizontales gravées, résultant de la révélation de plans cristallins à la surface, dont les dimensions et la densité ne sont pas toujours reproductibles d'un bain de gravure à l'autre. Les pyramides ainsi créées augmentent la rugosité et dissymétrisent la structure et sont potentiellement néfastes à la conservation de l'énergie au sein du résonateurs.

L'utilisation de ce procédé de fabrication modifié a conduit à une augmentation significative du nombre de résonateurs caractérisables par wafer passant de 16 dans le cas des cavités usinées par voie sèche contre 25 par voie humide, en particulier il a été possible de caractériser des résonateurs vibrant à 4,5 MHz. La Figure 132 montre un vue d'ensemble des réalisations obtenue à la loupe binoculaire tandis que la Figure 133 et la Figure 134 présentent des images obtenues en microscopie optique à plus fort grossissement.

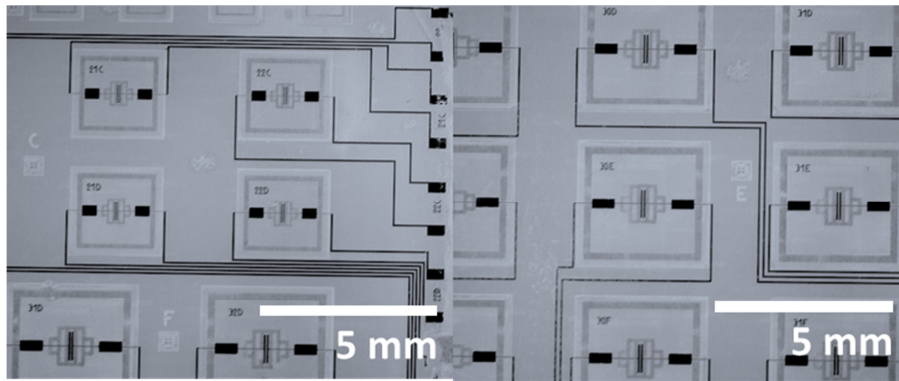


Figure 132 Images obtenues à la binoculaire de réalisation d'ARQOMM de type I et II en utilisant le procédé de fabrication avec usinage chimique par voie humide des cavités, à gauche : résonateurs vibrants à 4,5 et 3, MHz ; à droite : structures vibrants à 3 MHz.

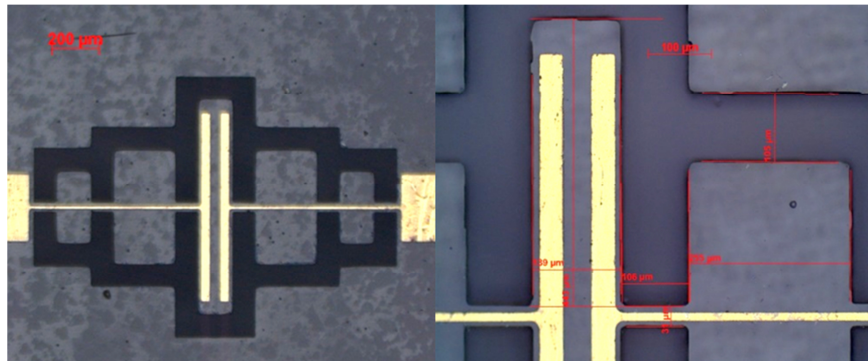


Figure 133 Images de microscopie optique d'un résonateur ARQOMM 2D de type I vibrant à 3 MHz au grossissement x100 à gauche et x200 à droite.

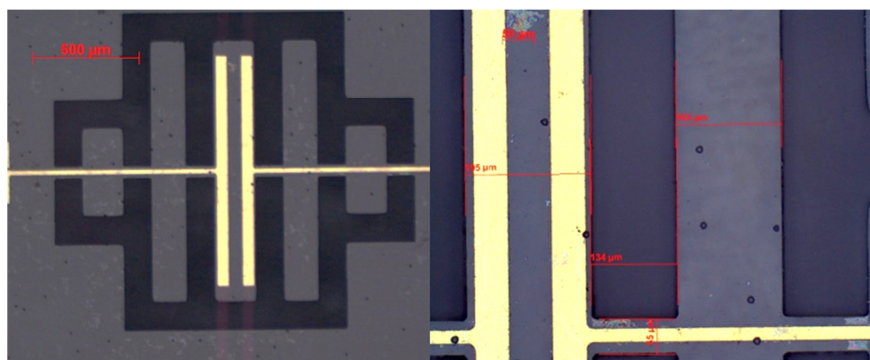
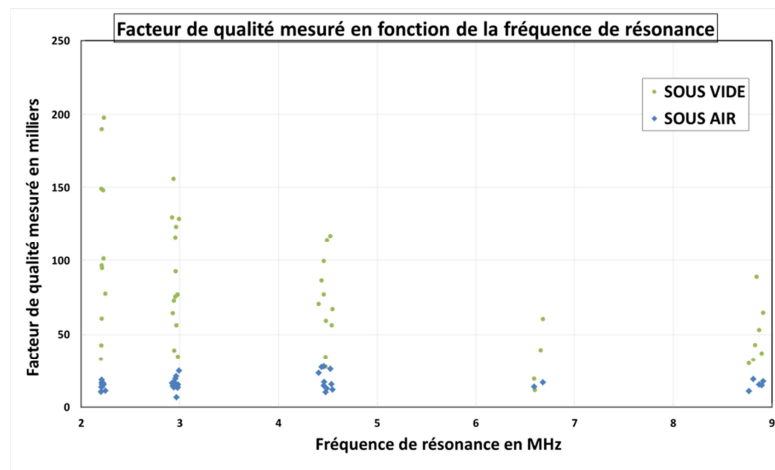


Figure 134 Images de microscopie optique d'un résonateur ARQOMM 2D de type II vibrant à 2,2 MHz au grossissement x100 à gauche et x200 à droite.

Les résonateurs ARQOMM 2D dont les cavités ont été gravées par usinage chimique présentent cependant des facteurs de qualité maximaux inférieurs, d'environ 20%, à ceux dont les cavités ont été

gravées par usinage DRIE : ils valent respectivement 200 000, 160 000, et 127 000 pour des résonateurs vibrants à 2,2; 3 et 4,5 MHz.

La dispersion du facteur de qualité est légèrement réduite par rapport aux lots précédents entièrement réalisés par gravure DRIE. L'écart type relatif est de 34% pour les résonateurs vibrants à 4,5 MHz et 3 MHz, et de 46% pour ceux vibrants à 2,2 MHz.



**Figure 135** Mesures expérimentales du facteur qualité des résonateurs mesurés sous air et sous vide en fonction de la fréquence de résonance. Les fréquences 2,2 ; 3 et 4,5 MHz correspondent au mode fondamental, les fréquences 6,6 et 8.9 MHz au premier harmonique.

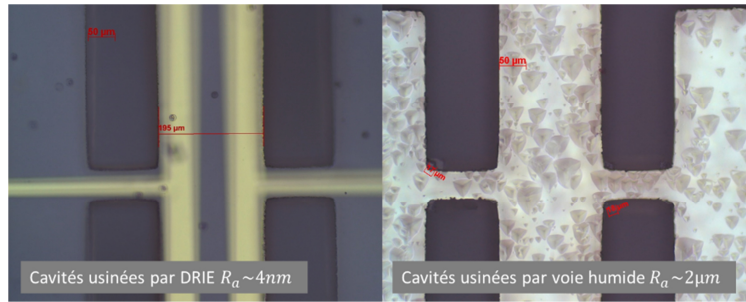
La Table 16 récapitule les moyennes et dispersions des fréquences de résonance des résonateurs caractérisés sous vide en fonction des fréquences cibles pour le mode fondamental ainsi que la précision de fréquence, qui est dans le pire des cas légèrement supérieur au pour cent et donc comparable au procédé de gravure utilisant la double grave DRIE.

**Table 16** Tableau récapitulatif des fréquences et longueurs cibles et des mesures expérimentales de fréquences, ainsi que les valeurs d'écart type, de précisions et de variations de longueurs équivalentes des mesures expérimentales dans le cas des résonateurs dont les cavités ont été usinées par gravure chimique humide.

Simulations MEF		Mesures expérimentales				
$f_{res-cible}$ (MHz)	$L_{cible}$ ( $\mu\text{m}$ )	Nombre de résonateurs	$f_{res-moyenne}$ (MHz)	Ecart-type (%)	Précision (%)	$\Delta L_{\text{équi}}$ ( $\mu\text{m}$ )
4.424076	616	4	4.442655	0.44	0.42	-2.6
4.467591	610	2	4.484680	0.15	0.38	-2.3
4.511971	604	4	4.525203	0.49	0.25	-1.5
2.960644	920	6	2.948399	0.34	0.41	+3.8
2.980079	914	3	2.962599	0.60	0.58	+5.4

2.999771	908	5	2.966305	0.67	1.12	+10.1
2.217364	1228	2	2.206247	0.18	0.50	+6.2
2.220616	1222	4	2.224914	0.64	0.19	-2.4
2.231157	1216	4	2.214036	0.32	0.77	-9.3

La présence des pyramides, qui correspondent aux zones sombres des Figure 133 et Figure 134, conduit à une rupture de la symétrie de la structure et à une augmentation de la rugosité de la surface en face arrière :  $R_a$  vaut  $1,9 \mu\text{m}$  pour une mesure longue de  $1,3 \text{ mm}$  et un filtre passe bas de longueur de coupure  $800 \mu\text{m}$ . Cette valeur est beaucoup plus faible dans le cas des cavités usinées par DRIE :  $R_a$  vaut  $4 \text{ nm}$  pour une mesure longue de  $300 \mu\text{m}$  et un filtre passe bas de longueur de coupure  $80 \mu\text{m}$ . Des images de microscopie optique des faces arrière pour les deux procédés de fabrication sont présentées sur la Figure 136.



**Figure 136** Images obtenues avec un microscope optique des faces arrière de structures vibrant à 3 MHz au grossissement  $\times 200$ , à gauche : usinage DRIE des cavités, à droite : usinage chimique par voie humide des cavités.

Nous supposons que c'est bien la présence des pyramides qui aboutit à une baisse du facteur de qualité maximal mesuré et nous assimilons cette baisse à une augmentation des pertes à l'encastrement.

Il est possible d'exploiter les mesures de facteurs de qualité pour estimer la contribution des pertes à l'encastrement et donc la performance ultime du résonateur sous les hypothèses suivantes.

Hypothèse 1 : le modèle prédisant le facteur de qualité viscoélastique en fonction du rapport des épaisseurs de quartz vibrant et d'or des électrodes est une estimation valable.

Hypothèse 2 : les mécanismes limitants sont les pertes viscoélastiques et les pertes à l'encastrement.

$$\frac{1}{Q_{tot}} = \frac{1}{Q_{viscoélastique}} + \frac{1}{Q_{encastrement}} \rightarrow Q_{encastrement} = \frac{Q_{tot} Q_{viscoélastique}}{(Q_{viscoélastique} - Q_{tot})} \quad (65)$$

La Table 17 présente un récapitulatif des facteurs de qualité maximaux associés aux mécanismes de pertes.

**Table 17 Récapitulatif des valeurs de facteurs de qualité, en milliers, correspondant aux mécanismes de pertes supposés et mesurés pour les résonateurs vibrant à différentes fréquences et dont les cavités ont été usinées par gravure DRIE ou gravure chimique par voie humide.**

$f_{res}$ (MHz)	$Q_{viscoélastique} \times 10^3$ Estimé par le modèle	$Q_{tot} \times 10^3$ Mesuré		$Q_{encastrement} \times 10^3$ Estimé par calcul	
		Usinage DRIE des cavités	Usinage chimique des cavités	Usinage DRIE des cavités	Usinage chimique des cavités
<b>2.2</b>	<b>572</b>	<b>250</b>	<b>200</b>	<b>444</b>	<b>308</b>
<b>3</b>	<b>609</b>	<b>200</b>	<b>160</b>	<b>298</b>	<b>217</b>
<b>4.5</b>	<b>660</b>	Pas de résonateurs	<b>127</b>	Pas d'estimation	<b>157</b>

Nous pouvons faire quelques remarques au sujet de ces estimations : d'une part la différence entre les procédés de fabrication est marquée, d'autre part, la dépendance fréquentielle de  $Q_{encastrement}$  n'était pas attendue et est gênante dans l'optique d'utiliser un mode fondamental à plus haute fréquence. Ainsi, le produit  $Q \times f$  est limité à  $10^{12} Hz$  en supposant négligeables les pertes viscoélastiques des électrodes : ce qui peut être le cas en réduisant l'épaisseur des métallisations. On rappelle que ces estimations découlent d'hypothèses fortes : nous avons en effet supposé que pour les résonateurs présentant les plus hauts facteurs de qualité, deux mécanismes étaient limitants : les pertes viscoélastiques des électrodes et les pertes à l'encastrement étendues avec la prise en compte des défauts de géométrie et de rugosité de surface.

Le passage de la gravure DRIE à la gravure chimique pour la réalisation des cavités a permis une augmentation du nombre de cellules caractérisables mais à une dégradation des performances de celles-ci.

### 4.2.3 Variation de l'épaisseur des électrodes

Deux mécanismes limitent vraisemblablement les performances maximales du facteur de qualité du résonateur ARQOMM : d'une part, les pertes par amortissement viscoélastique des électrodes, d'autre part l'existence de l'angle de flanc induit par la gravure rompt la symétrie de la structure et diminue la capacité à conserver l'énergie acoustique dans le résonateur.

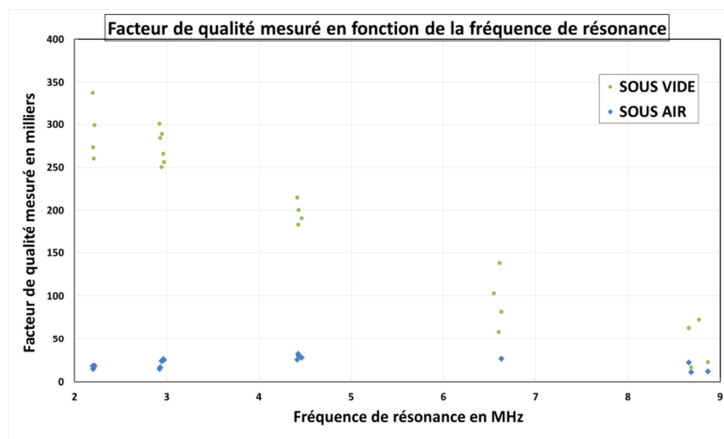
Pour augmenter le facteur de qualité du résonateur, plusieurs pistes peuvent être envisagées : premièrement, augmenter le facteur de qualité à l'encastrement ce qui implique une modification de la recette de gravure dont une piste pourrait être la modification du rapport des gaz de gravure ou une

révision de la conception du résonateur pour rendre le facteur de qualité à l'encastrement de la structure modifiée moins sensible à l'angle de flanc. Une seconde piste est d'augmenter le facteur de qualité due à la viscoélasticité des électrodes, un moyen simple selon le modèle est de réduire l'épaisseur des électrodes. Nous réalisons donc un lot de résonateurs dont les électrodes sont épaisses de 100 nm au lieu des 200 nm habituels sans modifier l'épaisseur du chrome. L'épaisseur d'or nominale de 200 nm est nécessaire pour assurer la tenue du masque en or lors de la gravure chimique humide des résonateurs inertiels développés à l'ONERA sur des épaisseurs typiques de 500  $\mu\text{m}$ . Dans le cas des résonateurs ARQOMM 2D dont les cavités sont usinées chimiquement, cette épaisseur peut être réduite du fait de la durée de gravure chimique limitée correspondant à une profondeur de quartz de 120  $\mu\text{m}$ . Un point important est le suivant : les cavités de ce lot à électrodes affinées ont été usinées en même temps et dans les mêmes conditions de gravure chimique qu'un des lots à électrodes non-affinées, nous considérerons alors que les pertes à l'encastrement seront égales pour des résonateurs vibrants à la même fréquence issus de lots avec électrodes affinées ou non.

Les résonateurs ainsi fabriqués ont présenté des facteurs de qualité supérieurs à ceux dont les électrodes sont épaisses de 200 nm indépendamment du choix de la gravure pour les cavités, également la dispersion sur les résonateurs caractérisés est limitée. Les facteurs de qualité maximaux atteints pour le mode fondamental sont proches de 340 000, 300 000 et 200 000 pour des résonateurs vibrant respectivement à 2,2 MHz ; 3 MHz et 4,5 MHz. C'est donc une amélioration de plus de 30% par rapport aux résonateurs fabriqués par double étapes DRIE et plus de 75% dans le cas de résonateurs ont les cavités ont été usinées chimiquement par voir humide avec des électrodes épaisses de 200 nm. Les produits  $Q \times f$  sont compris en 0,6 et  $1 \times 10^{12} \text{ Hz}$  soit entre un tiers et la moitié des performances espérées. Nous remarquons également que les lots de résonateurs dont les cavités ont été usinées chimiquement n'ont jamais présenté de très hauts facteurs de qualité comparables aux lots utilisant la double gravure DRIE : le meilleur produit  $Q \times f$  mesuré sur une mode harmonique vaut  $130\,000 \times 6.6 = 0.91 \times 10^{12} \text{ Hz}$ .

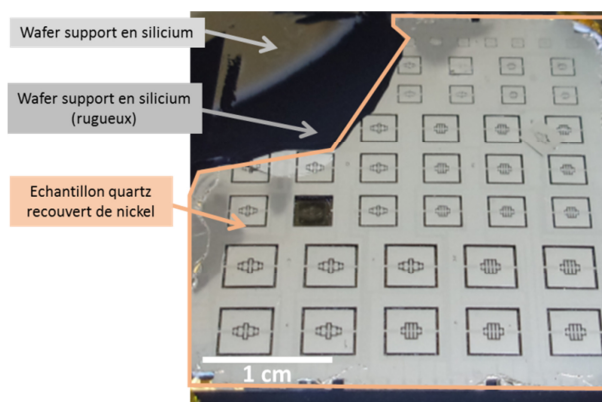
La Figure 137 présente les mesures de facteurs de qualité en fonction de la fréquence de résonance de ce lot dont les cavités ont usinées chimiquement et avec des électrodes affinées. Sur ce lot en particulier, la dispersion du facteur de qualité est limitée : autour de 6% pour les résonateurs vibrants à 4,5 MHz et 3 MHz et moins de 10% pour les résonateurs vibrants à 2,2 MHz.





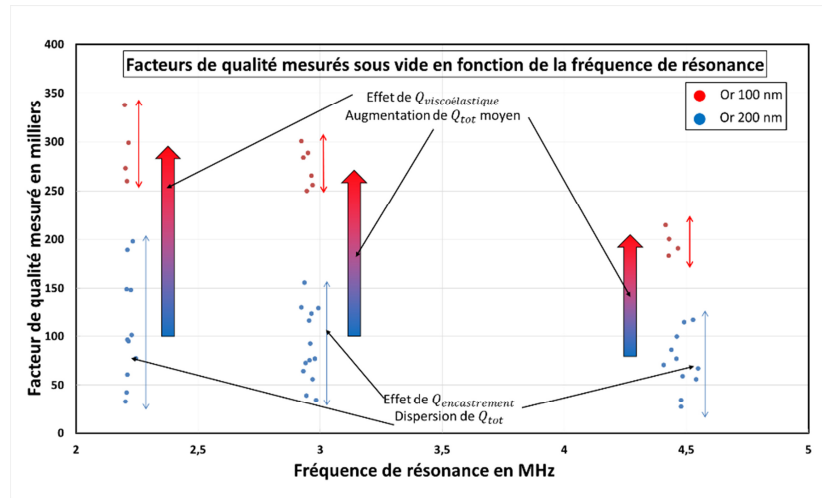
**Figure 137 Mesures expérimentales du facteur qualité des résonateurs mesurés sous air et sous vide en fonction de la fréquence de résonance. Les fréquences 2,2 ; 3 et 4,5 MHz correspondent au mode fondamental, les fréquences 6,6 et 8.9 MHz au premier harmonique.**

Les fissures et la casse du wafer ont été réduites de manière considérable comme nous pouvons le constater sur la Figure 138, qui présente l'échantillon après l'une des dernières étapes de gravure DRIE.



**Figure 138 Photographie du wafer dont les cavités ont été usinées chimiquement et présentant des électrodes affinées. Le silicium fait apparaître deux zones, l'une gris brillant, l'autre noire et mate qui traduit une rugosité élevée.**

La modification du collage de l'échantillon sur le wafer support en silicium et la suppression de la cire pour un procédé limitant les contaminations ont vraisemblablement contribué à l'obtention de ces deux résultats remarquables : réduction des fissures et de la dispersion des mesures. La Figure 139 présente les facteurs de qualité mesurés sous vide des lots de résonateurs dont les cavités ont été usinées chimiquement pour les deux épaisseurs d'or 100 et 200 nm.



**Figure 139** Facteur de qualité mesuré sous vide en fonction de la fréquence de résonance des résonateurs dont les cavités ont été usinées chimiquement par voie humide pour des épaisseurs différentes d'électrodes. Les points rouges correspondent à une épaisseur d'or de 100 nm, les points bleus à une épaisseur d'or de 200 nm.

La diminution de l'épaisseur des électrodes a pour effet une augmentation du facteur de qualité total, traduit par un décalage vers le haut des points du graphe. En supposant que les pertes viscoélastiques soient relativement constantes pour une géométrie donnée, nous sommes amenés à penser que les pertes à l'encastrement sont variables et sont la cause de la dispersion observée sur les facteurs de qualité mesurés. La Table 18 récapitule les moyennes et dispersions des fréquences de résonance des résonateurs caractérisés sous vide en fonction des fréquences cibles pour le mode fondamental ainsi que la précision. Comme pour les essais précédents, la précision de fréquence est de l'ordre du pourcent.

**Table 18** Tableau récapitulatif des fréquences et longueurs cibles, des mesures expérimentales de fréquences, et des valeurs d'écart type, de précisions et de variations de longueurs équivalentes des mesures expérimentales dans le cas des résonateurs dont les cavités ont été usinées par gravure chimique humide.

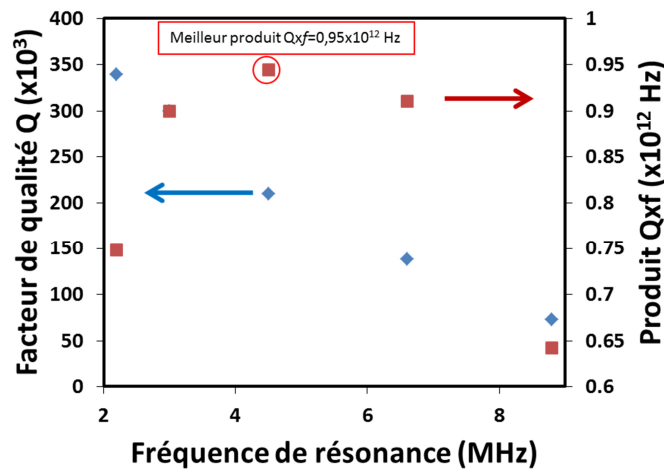
Simulations MEF		Mesures expérimentales				
$f_{res-cible}$ (MHz)	$L_{cible}$ ( $\mu\text{m}$ )	Nombre de résonateurs	$f_{res-moyenne}$ (MHz)	Ecart-type (%)	Précision (%)	$\Delta L_{\acute{e}qui}$ ( $\mu\text{m}$ )
4.467591	610	3	4.423361	0.13	0.99	+6.0
4.511971	604	1	4.644774		1.00	+6.3
2.960644	920	2	2.947383	0.06	0.44	+4.1
2.980079	914	3	2.939525	0.57	1.36	+12.4
2.999771	908	1	2.969462		1.01	+9.2
2.217364	1228	2	2.208662	0.29	0.39	+4.8
2.220616	1222	2	2.204171	0.22	0.74	+9.0

La Table 19 récapitule les facteurs de qualité maximaux obtenus en fonction du moyen de gravure des cavités et de l'épaisseur des électrodes.

**Table 19 Récapitulatif des meilleurs facteurs de qualité mesurés des résonateurs en fonction de la fréquence de résonance du mode fondamental, de la méthode d'usinage des cavités et de l'épaisseur des électrodes.**

		$Q_{tot} \times 10^3$ Mesuré		
		Usinage DRIE des cavités	Usinage chimique des cavités	Usinage chimique des cavités
Epaisseur d'or des électrodes (nm)		200	200	100
$f_{res}$ MHz	2.2	250	200	340
	3	200	160	300
	4.5	Pas de résonateurs	127	215

Les facteurs de qualité maximaux mesurés du mode partiel vibrant à 6,6 MHz des résonateurs dont les cavités ont été usinés par DRIE sont proches de celui du fondamental vibrant à 2,2 MHz ( $Q \approx 250\,000$  pour 2,2 et 6,6 MHz), ce qui laisse penser que la corrélation du facteur de qualité n'est pas à faire avec la fréquence mais bien avec les dimensions du résonateur. Nous avons donc tout intérêt, dans ce cas, à utiliser le mode partiel d'un « gros » résonateur afin de maximiser le produit  $Q \times f$ . En revanche, la situation est différente pour les résonateurs dont les cavités ont été usinées chimiquement par voie humide et dans le cas des électrodes affinées. Les facteurs de qualité maximaux baissent avec l'augmentation de la fréquence de résonance, que ce soit sur le mode fondamental ou le premier harmonique comme illustré sur la Figure 140. Le meilleur produit  $Q \times f$  mesuré vaut quasiment  $10^{12} Hz$  et a été obtenu sur un mode fondamental d'un résonateur vibrant à 4,5 MHz.



**Figure 140** Facteurs de qualité maximaux mesurés (losanges bleus) et produits  $Q \times f$  (carrés rouges) calculés en fonction de la fréquence de résonance des résonateurs dont les cavités ont été usinées chimiquement et dans le cas des électrodes affinées.

Pour les perspectives, il paraît pertinent de mener une étude du facteur de qualité mesuré en fonction de plusieurs épaisseurs d'or et pour différentes fréquences (utilisation du mode fondamental et des modes partiels) sur des résonateurs entièrement gravés en DRIE. En particulier, la mesure de facteur de qualité sur des résonateurs ARQOMM 2D sans électrodes serait une indication importante afin d'estimer les performances ultimes du résonateur.

Nous avons présenté dans cette section les performances des résonateurs ARQOMM 2D fabriqués. Les facteurs de qualité obtenus sont à l'état de l'art pour des résonateurs en quartz usinés par DRIE, il dépasse 300 000 pour un résonateur vibrant à 3 MHz. Le produit  $Q \times f$  maximal sur un mode fondamental vaut  $0,95 \times 10^{12}$  Hz, il est à l'état de l'art des résonateur en quartz vibrant en extension-compression de longueur. Le produit  $Q \times f$  maximal a été calculé sur le mode partiel d'ordre 3 d'un résonateur vibrant à 6,6 MHz et vaut  $1,7 \times 10^{12}$  Hz, valeur qui est proche de celle attendue. La précision de fréquence du procédé de fabrication est plutôt constante sur les lots réalisés, elle est de l'ordre de 1%, ce qui implique le développement à plus long terme d'une étape d'ajustement de la fréquence après fabrication. L'usinage DRIE a cependant présenté un inconvénient majeur : des fissures apparaissent pendant la gravure et peuvent conduire à un morcèlement de l'échantillon, réduisant le nombre de résonateurs caractérisables. Ce phénomène indésirable est certainement dû aux contraintes mécaniques imposées par le nickel au quartz, lorsque le premier est soumis aux hautes températures pendant la gravure DRIE, plus de 200°C. La réduction de la durée de gravure DRIE par l'emploi d'une gravure chimique par voie humide pour réaliser les cavité a permis une augmentation

de 50% du nombre de résonateurs caractérisables par lot mais a également conduit à une dégradation du facteur de qualité d'au moins 20%. L'augmentation significative de la rugosité de la surface correspondant à la face arrière des résonateurs, due à la présence des pyramides, rompt la symétrie de la structure et contrecarre le confinement de l'énergie acoustique. La rugosité élevée est susceptible de favoriser également les pertes en surface. L'utilisation d'électrodes plus fines a contribué à l'obtention des plus hauts facteurs de qualité mesurés durant ces travaux, près de 340 000 pour un résonateur vibrant à 2,2 MHz. Nous avons mis en évidence l'importance du rôle de l'épaisseur d'or des électrodes et de la méthode de réalisation des cavités sur le facteur de qualité mesurés des modes fondamentaux. L'emploi d'électrodes encore plus fines et un meilleur contrôle de la rugosité de la face arrière devront mener à l'obtention de meilleurs facteurs de qualité. La situation est plus ambiguë pour les facteurs de qualité mesurés sur les premiers harmoniques, les facteurs de qualité mesurés sont variables en fonction de la fréquence, des dimensions et de la méthode d'usinage des cavités. Cependant, l'obtention de très hauts facteurs de qualité, supérieurs à 200 000 à 6,6 MHz, permet d'entrevoir le développement d'un résonateur prometteur en adaptant le mécanisme de découplage au mode partiel ; l'obtention d'un facteur de qualité proche du million à 10 MHz paraît accessible. Nous n'avons pas mis en évidence de différences significatives sur les facteurs de qualité des modes fondamentaux des résonateurs selon les types, en revanche les résonateurs de type 1 ont présenté de meilleurs facteurs de qualité sur le premier mode partiel.

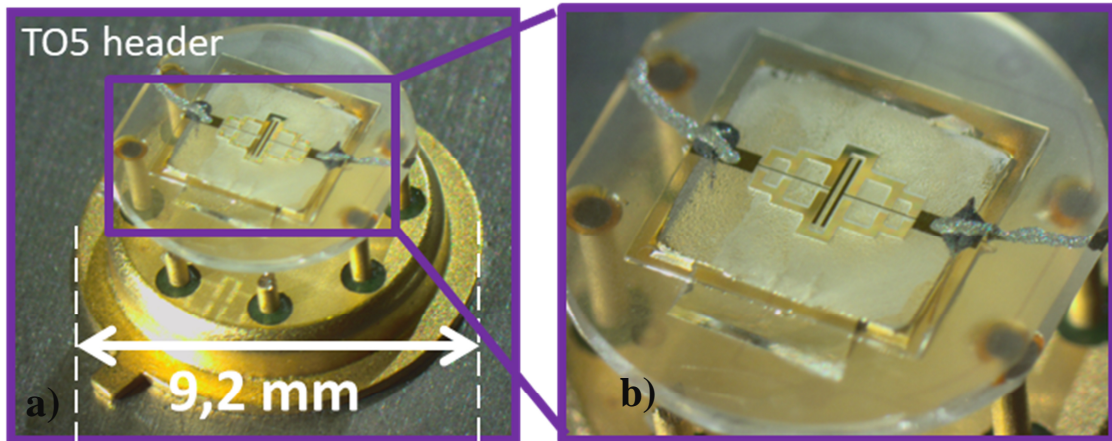
### **4.3 Premier oscillateur incluant un résonateur ARQOMM 2D**

Suite à la réalisation avec succès et à la caractérisation des ARQOMM 2D, la conception et la réalisation d'un oscillateur prototype constituent les étapes indispensables à l'évaluation des performances des résonateurs.

#### **4.3.1 Le résonateur**

Pour ce premier essai, il reste des zones d'ombre comme le montage des résonateurs ARQOMM 2D sur les embases via des couronnes de quartz. Cette opération est délicate c'est pourquoi nous avons choisi d'utiliser un résonateur ne présentant pas les meilleures performances. Le résonateur est de type 1 et provient d'un lot réalisé avec une étape de gravure chimique par voie humide en face arrière. Il présente un facteur de qualité proche de 90 000 pour une résistance motionnelle voisine de 11 k $\Omega$  et vibre à 2,210 MHz. Le facteur de qualité est bien en deçà des meilleures performances atteintes avec la

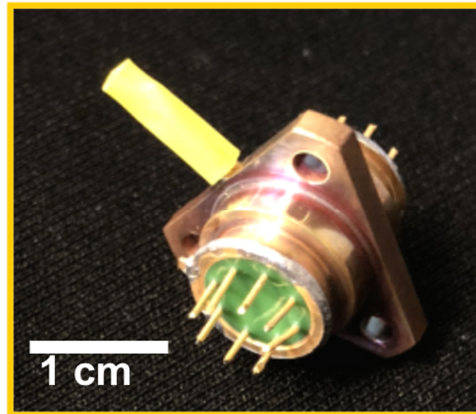
montée en maturité des procédés de fabrication. Le résonateur est monté sur embase comme montré sur les Figure 141a) et b), puis dans un boîtier cuivre.



**Figure 141** Image du résonateur ARQOMM 2D monté sur une embase TO5 par l'intermédiaire d'une couronne de quartz, a) vue d'ensemble, b) : zoom sur le résonateur. Les connexions entre les pads du résonateurs et les broches de l'embase sont réalisées avec de la colle H20E, le collage de la couronne sur l'embase et du résonateur sur la couronne sont faits avec la colle 353ND.

Nous notons que nous n'avons pas observé de modifications significatives des paramètres mécaniques du résonateur entre la mesure sur wafer, sur embase et dans le boîtier cuivre.

Le résonateur est ensuite placé dans un boîtier cuivre, un cordon de soudure permet de rendre étanche l'ensemble. Le tout est alors placé sur un banc de pompage. Après plusieurs cycles thermiques réalisés par une module Peltier, le boîtier est queusoté (le cuivre du tube est pincé jusqu'au contact, ce qui assure l'étanchéité du boîtier). Un boîtier cuivre contenant deux embases TO8 est montré sur la Figure 142.



**Figure 142** Photographie de deux résonateurs ARQOMM 2D montés sur deux embases TO8, elles-mêmes intégrées dans un boîtier cuivre.

### 4.3.2 Electronique d'entretien

Le résonateur est associé à un circuit électronique permettant le maintien des oscillations. Nous le présentons brièvement dans ce paragraphe. Il a été conçu et réalisé par Monsieur Raphaël Levy, responsable de l'unité CMT. Le circuit d'entretien se compose d'un amplificateur de courant et d'un amplificateur inverseur différentiel à saturation. Pour ce dernier, la sortie inverseuse actionne le résonateur tandis que la sortie non-inverseuse génère le courant d'annulation de la capacité inter-électrodes. L'architecture différentielle permet une meilleure stabilité de la compensation de la capacité inter-électrodes. Les résistances  $R_{f1}$  et  $R_{f2}$  forment le gain au démarrage de l'oscillateur. Leur choix est un compromis entre la rapidité du démarrage (résistance élevée) et la linéarité du signal d'excitation du résonateur en régime établi (résistance faible). Les deux diodes permettent la saturation. Les capacités  $C_{f1}$  et  $C_{f2}$  permettent un filtrage des fréquences supérieures à la fréquence d'intérêt.

Les amplificateurs opérationnels ont été choisis pour leur faible bruit ainsi que pour leur faible consommation de sorte à obtenir une consommation de l'oscillateur comprise entre un oscillateur quartz classique et un oscillateur MEMS en silicium.

Table 20 Spécifications techniques des amplificateurs utilisés dans le circuit oscillateur.

	LTC6240	THS4531
Consommation [VDD=5V]	8 mW	3mW
Bruit blanc de tension	7 nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$	10 nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$
Bruit blanc de courant / capacité d'entrée	0.56 fA/ $\sqrt{\text{Hz}}$ / 3pF	pas critique
Fréquence de transition bruit blanc/bruit Flicker	50 Hz	10 Hz

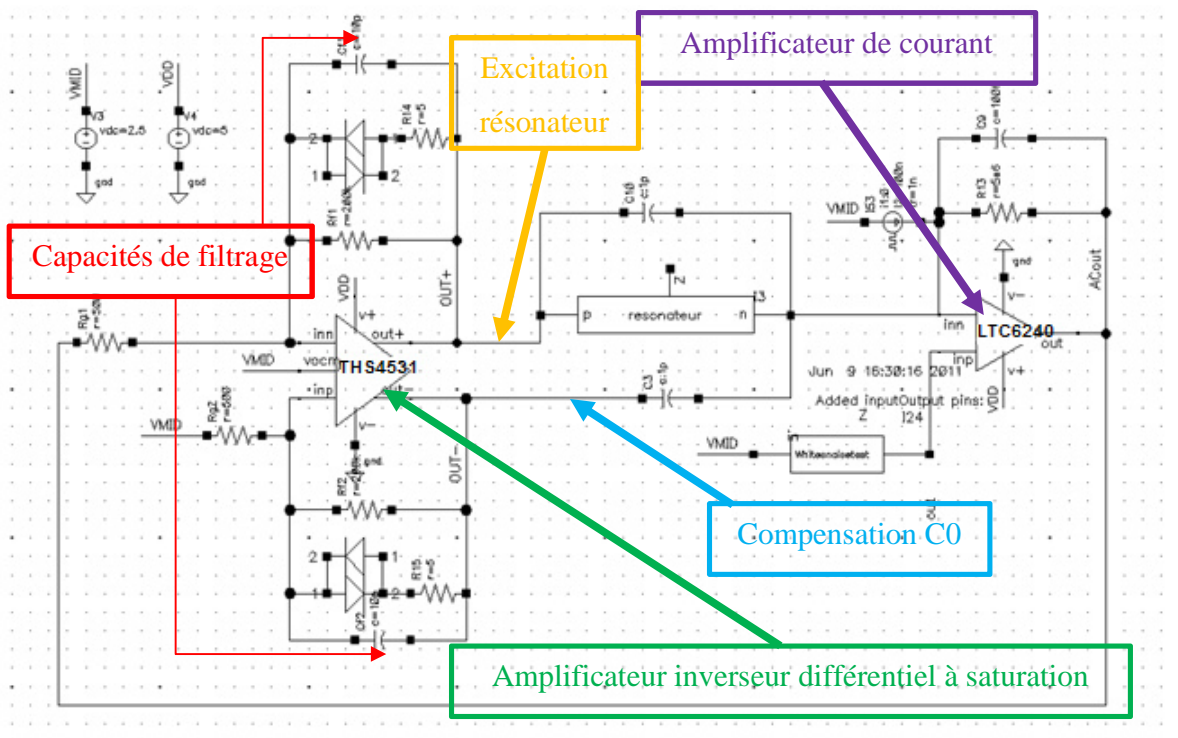


Figure 143 Schéma de l'oscillateur complet mesuré.

Le montage complet de l'oscillateur est montré sur la Figure 144, le dispositif complet est encombrant et bien loin pour l'instant des dimensions d'un oscillateur miniature. Nous gardons à l'esprit que pour l'instant ce n'est qu'un prototype, le packaging du résonateur est loin d'être optimal et le circuit électronique à composants discrets classiques est forcément beaucoup plus volumineux qu'un circuit présentant un degré élevé d'intégration.



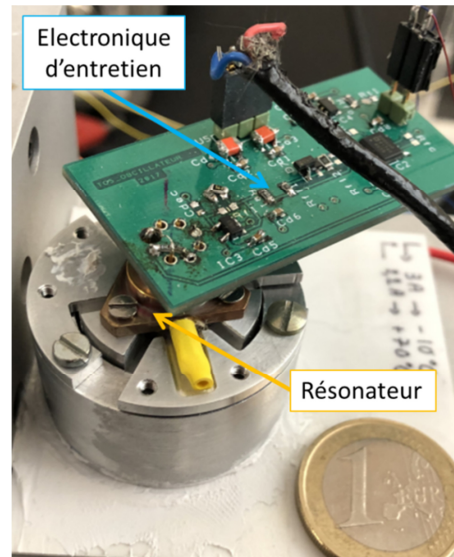


Figure 144 Image du dispositif oscillant complet composé de l'électronique d'entretien et du résonateur.

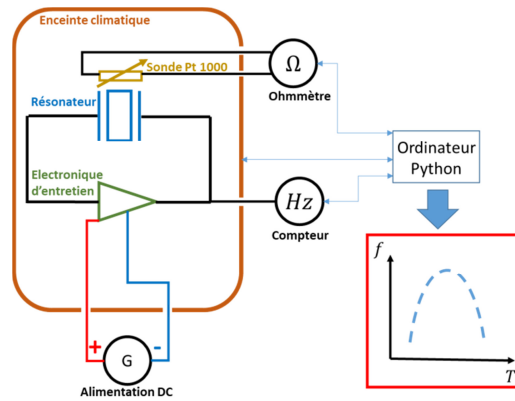
### 4.3.3 Mesure de la sensibilité thermique

L'oscillateur prototype est placé dans la chambre climatique (équipement VT-7004 de chez Vötsch), présentée sur la Figure 145.



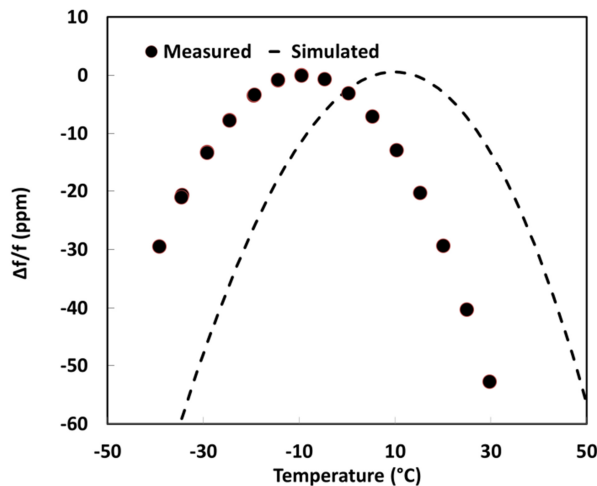
Figure 145 Photographie du dispositif expérimental de la mesure de la sensibilité thermique : a) enceinte climatique Vötsch, b) intérieur de l'enceinte.

L'oscillateur est alimenté par une tension continue  $-5/+5$  V. La température est mesurée à l'aide d'une sonde platine Pt 1000 vissée sur le boîtier en cuivre contenant le résonateur. Un multimètre relève la résistance en fonction de la température et une table de conversion permet de remonter à la température. La fréquence est relevée par un compteur de haute précision (Agilent53230A) dont le temps d'échantillonnage  $\tau$  est modifiable. Un schéma du montage est présenté sur la Figure 146.



**Figure 146 Schéma du montage expérimental réalisé pour la mesure de la sensibilité thermique.**

Un programme Python est développé et permet de faire varier la température de consigne de l'enceinte climatique tout en relevant la fréquence et la température mesurée au niveau de la sonde. L'inertie thermique du système implique une durée nécessaire pour l'établissement d'un régime stationnaire. C'est pourquoi chaque nouvelle étape de consigne une durée d'attente typique de 1 à 2 heures est nécessaire pour la stabilisation du palier. La mesure de fréquence est réalisée sur une moyenne de points, une fois le palier stabilisé. La courbes de sensibilité thermique du mode fondamental, normalisée par rapport au maximum de la fréquence mesurée, et simulée sont montrées sur la Figure 147.

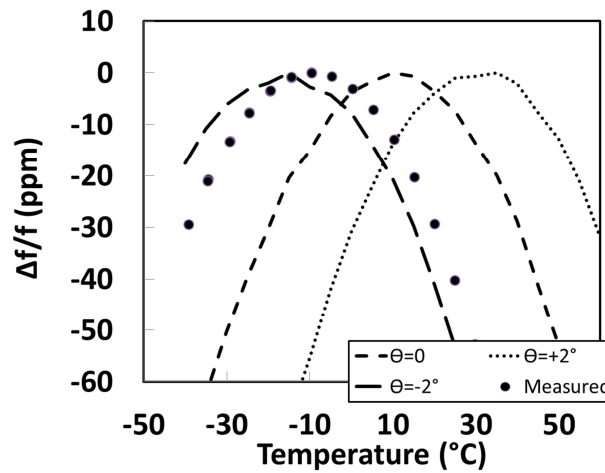


**Figure 147 Variation de la fréquence mesurée et simulée normalisée en fonction de la température.**

La fréquence simulée est obtenue par simulations éléments finis en analyse modale en modifiant les paramètres géométriques via la prise en compte des coefficients d'expansion thermique ainsi que la

prise en compte des variations des paramètres matériaux (coefficients de rigidité, piézoélectrique et diélectrique) avec la température jusqu'à l'ordre trois à chaque changement de température.

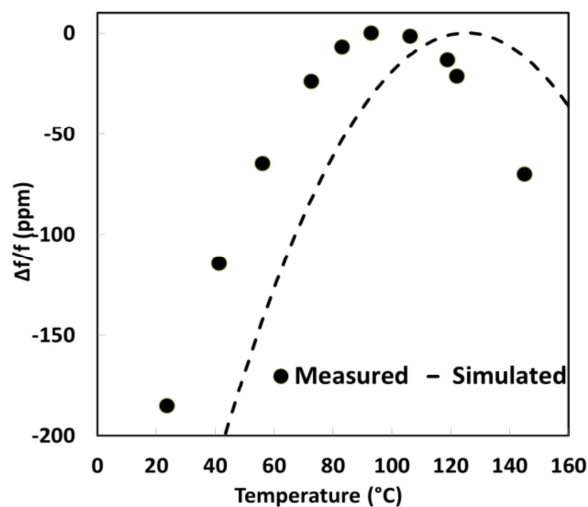
Le point d'inversion, où la pente de la sensibilité thermique est nulle, est de prime importance dans les oscillateurs de type OCXO. Dans le cas classique des OCXOs contenant une pastille en coupe SC le point de fonctionnement - d'annulation de la sensibilité thermique - se trouve autour de 85°C et le résonateur est placé dans un four maintenu à une température la plus proche possible du point de fonctionnement. La température du point de fonctionnement est préférentiellement choisie à une valeur supérieure à la gamme de température d'utilisation, typiquement comprise entre -40 et 80°C. Dans le cas de l'ARQOMM 2D, nous pouvons remarquer que la température d'inversion mesurée du mode fondamental se situe vers -10 °C tandis que celle simulée se situe à un peu plus de 10 °C. La tendance de la courbe est en revanche bien respectée. Plusieurs hypothèses sont avancées pour expliquer cet écart significatif de plus de 20°C. La prise en compte d'un angle de flancs de 3° dans les simulations ne modifie que marginalement la courbe de sensibilité thermique. Une rotation de la coupe autour de l'axe X (causée lors de la découpe des wafers) ne permet pas d'expliquer cet écart comme le montre la Figure 148 sur laquelle sont tracées les sensibilités thermiques des résonateurs pour différentes rotations autour de l'axe X. On prédit, certes, un effet non négligeable d'une rotation d'un angle  $\theta$  autour des axes de coordonnées fixes sur la fréquence de résonance (cela revient à une rotation des axes cristallins d'un angle  $-\theta$ ). Mais pour expliquer l'écart des températures d'inversion, un angle de rotation d'environ 1,5° autour de l'axe X est à considérer, ce qui est bien supérieur aux tolérances précisées par le constructeur (typiquement 0,25 ° pour les rotations autour des axes X et Y dans le cas d'une coupe Z)



**Figure 148** Sensibilités thermiques du mode fondamental simulées du résonateur ARQOMM 2D de type I vibrant à 2,2 MHz pour différents angles autour de l'axe X et la sensibilité thermique mesurée.

Une dernière hypothèse réside dans la rugosité de la face arrière du quartz. Dans le passé, l'équipe CMT a mis en avant le décalage de température d'inversion vers les températures basses dans le cas de diapasons en quartz usinés chimiquement. Cette hypothèse pourra être confirmée ou infirmée dans le futur par la caractérisation de résonateurs usinés intégralement par gravure DRIE.

La sensibilité thermique du partiel d'ordre 3 a également été mesurée et nous la montrons sur le graphique de la Figure 149. Il est utile de mentionner que la mesure est quelque peu différente de celle du mode fondamental dans la mesure où des températures élevées au-delà de la capacité de l'enceinte thermique doivent être atteintes. La mesure est faite sur le banc de pompage à l'aide d'un module Peltier, d'une sonde platine et d'un multimètre pour la mesure de température. La mesure de la fréquence de résonance est réalisée par la méthode de l'amplificateur de charges.



**Figure 149** Variation de la fréquence mesurée et simulée normalisée du mode partiel d'ordre 3 en fonction de la température.

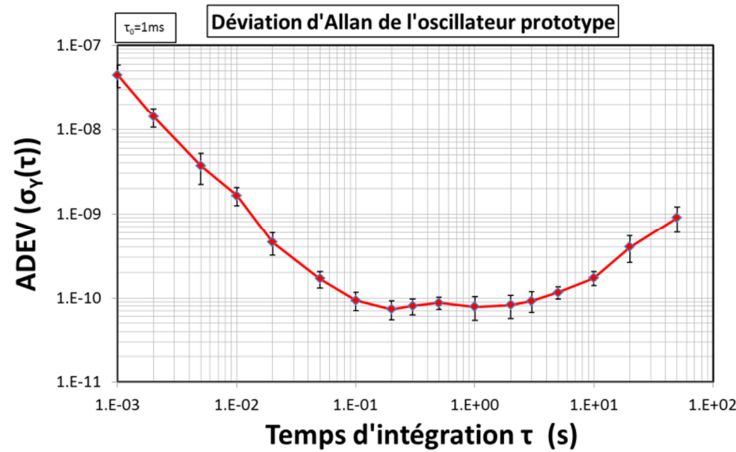
La valeur de la température d'inversion est de 99°C tandis que les simulations par éléments finis renvoient une valeur proche de 123°C. L'écart, de plus de 20°C, est comparable au cas du fondamental.

Contrairement au cas du mode fondamental qui est peu propice aux applications de type OCMO, le mode partiel d'ordre 3 paraît particulièrement bien adapté aux applications thermostatées et ce pour des gammes de températures allant jusqu'à 95 °C soit 10°C de plus que les OCXOs à base de pastilles de quartz en coupe SC.

#### 4.3.4 Mesure de la variance d'Allan

L'objectif de la mesure de la variance d'Allan consiste à estimer la performance ultime de l'oscillateur par la mesure du palier de bruit comme expliqué dans la section 1.3. Dans cet objectif, il est indispensable de réduire au minimum la contribution au bruit total des autres composantes de bruits, en particulier le bruit d'origine thermique. La mesure de la sensibilité thermique décrite précédemment est bien utile ; nous nous plaçons au point de sensibilité thermique minimale autour duquel la fréquence en sortie de l'oscillateur varie peu avec les variations de température qui se trouve autour de -9.5°C. Le schéma du montage est similaire à la Figure 146 aux différences suivantes près : la température de consigne est fixée et le fréquencemètre est contrôlé par ordinateur afin de varier automatiquement sa durée d'échantillonnage  $\tau$ . La durée minimale d'échantillonnage est de 1 ms. La

courbe d'écart-type d'Allan de la fréquence normalisée pour le premier oscillateur prototype est présentée sur la Figure 150.



**Figure 150** Mesure de la déviation d'Allan de l'oscillateur prototype placé dans l'enceinte thermostatée autour du point d'inversion du mode fondamental. Chaque point de la courbe correspond à une moyenne des 20 points les plus bas sur une série de 100 mesures. Chaque point de mesure des 100 séries est réalisé pour N=5 d'échantillons.

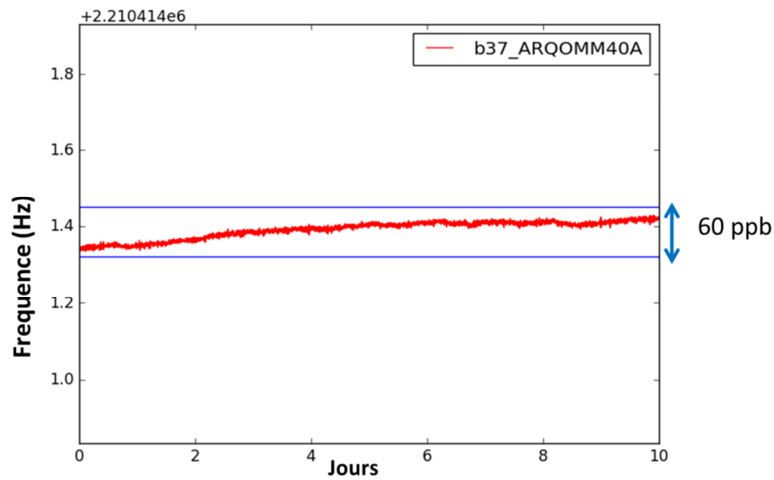
Nous mesurons un palier de  $\sigma_{Y-Flücker} = 8 \times 10^{-11}$  entre 0.1 et 5 s. Nous rappelons que le facteur de qualité du résonateur était proche de 90 000. L'utilisation de la fréquence normalisée nous permet de comparer les performances d'oscillateurs à différentes fréquences. Deux dispositifs de la littérature se prêtent bien à l'évaluation du résonateur ARQOMM 2D monté en oscillateur : le résonateur en quartz en cisaillement d'épaisseur de l'équipe de Kubena [117] qui présente un facteur de qualité de 90 000 à 16 MHz et un palier de déviation d'Allan à  $3 \times 10^{-11}$  une fois le résonateur monté en oscillateur et le résonateur composé de 4 anneaux en extension de contour de la société SiTime [63] qui vibre à 48 MHz, présente un facteur de qualité de 148 000 et une déviation d'Allan  $2 \times 10^{-11}$  une fois le dispositif monté en oscillateur. Pour ces deux dispositifs le produit du plateau de la déviation d'Allan par le facteur de qualité mesuré du résonateur (sans électronique)  $\sigma_{y-Palier} \times Q_{résonateur}$  est une constante. Pour un facteur de qualité équivalent, la déviation d'Allan mesurée sur l'oscillateur intégrant un résonateur ARQOMM 2D paraît donc anormalement haute (dégradée) d'un facteur 3. Une explication plausible réside dans la résistance motionnelle élevée qui complique l'adaptation d'impédance et se traduit par une perte d'énergie dans le circuit électronique. En supposant que nous soyons en mesure d'atteindre un palier de déviation d'Allan de  $3 \times 10^{-11}$  avec le résonateur actuellement monté en travaillant le circuit électronique, nous pouvons alors envisager de mesurer

un palier de déviation d'Allan inférieur à  $10^{-11}$  sur des oscillateurs intégrant les meilleures cellules obtenues à ce jour.

#### 4.3.5 Mesure de la stabilité long terme

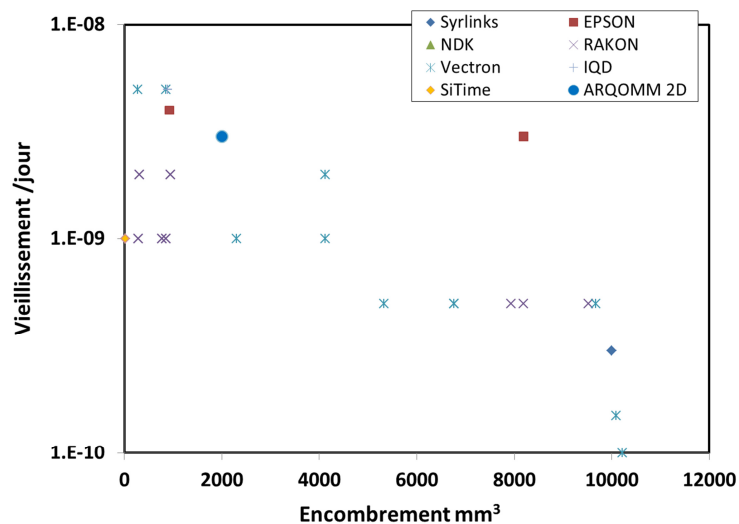
La variance d'Allan est un outil efficace pour estimer la stabilité court-terme de l'oscillateur qui est principalement limitée par le facteur de qualité du résonateur et son implémentation au sein du circuit électronique. La stabilité sur le long terme est également un paramètre déterminant. Il faut bien noter que la stabilité court-terme, typiquement visible sur des durées de fractions de seconde à plusieurs minutes, est le fruit de phénomènes aléatoires tandis que la stabilité long terme, souvent appelée vieillissement, est mesurable sur des temps beaucoup plus longs (de plusieurs jours à plusieurs années) et est systématique. Dans le cas des résonateurs en cisaillement d'épaisseur à hautes performances, deux phénomènes principaux sont mis en évidence pour expliquer le vieillissement : 1) la variation de l'épaisseur à l'échelle atomique due à l'adsorption ou la désorption de contaminants, 2) le relâchement des contraintes du résonateur au niveau de l'encastrement (zone reliant mécaniquement le résonateur au monde extérieur) ou à l'interface avec les électrodes [164]. Le vieillissement est également plus important pour les premiers jours à premières semaines de mise en marche de l'oscillateur, puis devient moins importante pour les périodes plus longues et la fréquence suit une dépendance linéaire avec la durée de mesure (sans changement d'environnement). Les industriels donnent généralement le vieillissement journalier de leurs dispositifs hautes performances (OCXO) pour une période d'utilisation typique de plusieurs semaines (typiquement 30 jours) pour s'affranchir du vieillissement initial important. Nous avons mesuré la stabilité de fréquence sur le long terme de l'oscillateur prototype pour le mode fondamental (2,210 MHz) placé dans la chambre climatique au point d'inversion (-9.5°C). Après une mise en marche de plusieurs jours, nous avons mesuré une variation de fréquence  $\frac{f_{max}-f_{min}}{2f_{moyenne}}$  inférieure à 60 ppb soit un vieillissement quotidien inférieur à  $\pm 3$  ppb/jour.

Le graphe de la Figure 151 présente la mesure de fréquence en fonction de la durée de mesure.



**Figure 151** Variation de la fréquence de sortie de l'oscillateur placé dans la chambre climatique autour du point d'inversion en fonction de la durée de la mesure.

Cette valeur est tout à fait comparable aux valeurs typiques d'OCXOs miniatures commercialisés (encombrement  $< 10 \text{ cm}^3$ ) comprise entre  $10^{-10}$  et  $10^{-8}$  comme illustré sur le graphique de la Figure 152 qui présente le vieillissement quotidien d'oscillateurs commerciaux de type OCXOs miniatures et OCMOs de différents acteurs du marché en fonction de l'encombrement du dispositif. Pour l'ARQOMM 2D, nous nous sommes projetés vers l'objectif d'un oscillateur dont l'encombrement serait de l'ordre de  $2 \text{ cm}^3$ .



**Figure 152** Vieillessement quotidien d'oscillateurs de type OCXO miniatures et OCMO commerciaux en fonction de l'encombrement.



Nous pouvons remarquer que le compromis performances/encombrement mis en évidence au chapitre I pour les différentes classes d'oscillateurs (XO, TCXO et OCXO), se retrouve également au sein d'une même catégorie.

#### **4.4 Perspectives de l'ARQOMM intégré en OCMO**

Nous discutons dans cette section des perspectives pour le résonateur ARQOMM 2D en vue d'intégrer ce dernier en oscillateur de type OCMO. Les performances des résonateurs ARQOMM 2D vis-à-vis du facteur de qualité sont à l'état de l'art des résonateurs en quartz vibrant en extension-compression de longueur et des résonateurs en quartz fabriqués par DRIE. Il paraît alors pertinent d'exploiter le résonateur pour des applications nécessitant des performances élevées combinées à une faible consommation, un encombrement réduit et possiblement un fort volume de production. Trois domaines en particulier pourraient tirer profit d'un tel OCMO : le spatial (développement du « New Space » et multiplication du nombre des satellites miniatures lancés), l'automobile avec le développement des véhicules autonomes et la télécommunication, en particulier la téléphonie mobile, avec le développement de la 5G. L'utilisation de fréquences plus élevées, de 30 à 300 GHz pour la 5G, contre 6 GHz pour la 4G, va permettre une augmentation extraordinaire de la vitesse de connexion (10 fois plus rapide), de la bande passante et une réduction de la latence mais conduit également à une modification des infrastructures. En effet, l'utilisation de fréquences plus élevées conduit à des longueurs d'ondes plus courtes et à la multiplication de dispositifs de relais pour couvrir l'intégralité de réseau. Une croissance importante des stations de bases, de toutes tailles est attendue. Ces dispositifs incluent des horloges permettant la synchronisation à court-terme ou à plus long terme en cas d'absence de signal satellite. La Table 21 dresse le tableau des performances ciblées de l'oscillateur OCMO en vue d'applications spatiales, télécoms ou automobiles. Les performances du résonateur quartz à atteindre en conséquence sont également précisées. Le besoin d'une excellente stabilité court-terme de l'oscillateur implique la nécessité de très hauts facteurs de qualité compris entre  $4 \times 10^5$  à  $10^6$  pour un résonateur vibrant à 10 MHz. Les meilleurs facteurs de qualité obtenus à ce jour sont proches de la valeur nécessaire pour les applications télécoms ou automobile mais vibrent à des fréquences encore trop basses. La première perspective est donc d'augmenter la fréquence de résonance pour atteindre les 10 MHz. Deux possibilités viennent à l'esprit pour augmenter la fréquence : d'une part, réduire les dimensions du résonateur et d'autre part, employer un mode partiel.

**Table 21** Tableau des performances ciblées de l'oscillateur OCMO et du résonateur quartz MEMS selon les applications visées.

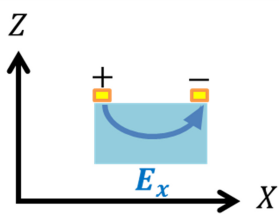
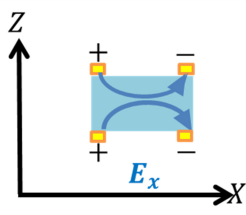
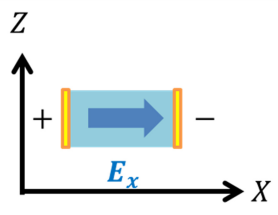
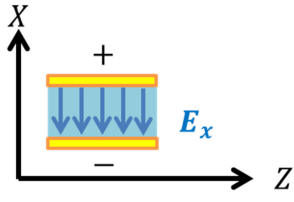
Application	Spatial	Télécoms/Automobile
<b>MEMS Oscillateur-OCMO</b>	Performances ciblées	Performances ciblées
<b>Fréquence (MHz)</b>	10	10
<b>Stabilité vs T (-40 ;85°C) (ppb)</b>	10	80
<b>Stabilité court-terme (ADEV @ 1s)</b>	$2 \times 10^{-12}$	$10^{-11}$
<b>Vieillessement/jour (ppb)</b>	0,1	1
<b>Vieillessement/an (ppb)</b>	20	100
<b>Vieillessement/10 ans (ppm)</b>	100	300
<b>Bruit de phase à 1 Hz (dBc/Hz)</b>	-100	-90
<b>Bruit de phase à 1 kHz (dBc/Hz)</b>	-150	-150
<b>Bruit de phase Floor (dBc/Hz)</b>	-165	-165
<b>Temps de warm up</b>	1 min	30 s
<b>Puissance pendant warm up (W)</b>	1	1
<b>Puissance en steady-state (W)</b>	0.4	0.1
<b>Encombrement (mm<sup>3</sup>)</b>	2000	1000 Hauteur <12mm (télécoms)
<b>Sensibilité à g (ppb)</b>	0.1	1
<b>Résonateur MEMS</b>	Performances ciblées	Performances ciblées
<b>Facteur de qualité (10<sup>6</sup>)</b>	1	0.4
<b>Résistance Série (Ohms)</b>	100	100
<b>Température d'inversion (°C)</b>	95	95 >105 (automobile)
<b>Encombrement (mm<sup>3</sup>)</b>	1	1

Dans l'hypothèse de la conservation de la coupe Z pour réaliser les résonateurs ARQOMM 2D, l'utilisation du mode partiel semble plus pertinente pour des applications d'OCMO. En effet, la température d'inversion mesurée sur ce mode est de l'ordre de 99°C, au-delà de la gamme usuelle d'application (-40 ; 80°C). Maintenu autour de son point d'inversion, le résonateur est peu sensible aux variations de température de l'environnement car le transfert thermique s'opère alors du résonateur vers l'extérieur et la baisse de température peut être rapidement et simplement compensée par le four. Pour atteindre 10 MHz, il semble judicieux d'utiliser le premier harmonique d'un résonateur vibrant à 3,33 MHz sur le mode fondamental, ce qui correspond à une longueur totale de poutre proche de 817 μm.

L'augmentation du facteur de qualité constitue la deuxième perspective de développement de l'ARQOMM 2D. Il s'agit d'accompagner la hausse de la fréquence de résonance par une augmentation du facteur de qualité. L'utilisation du mode partiel demande cependant une importante étude par simulations éléments finis afin d'adapter les dimensions du résonateur et d'optimiser le mécanisme de découplage de l'ARQOMM 2D, qui, nous le rappelons, a été conçu pour le mode fondamental.

La troisième perspective concerne la réduction de la résistance motionnelle. L'augmentation du facteur de qualité mènera à une baisse de celle-ci de manière automatique et proportionnelle. L'utilisation d'un dépôt sur les deux faces, toujours en coupe Z, permet de réduire de moitié la résistance motionnelle rapport à la configuration utilisée pour ce travail de thèse (électrodes sur une seule face) à facteur de qualité constant. Ainsi, avec les électrodes sur les deux faces un résonateur vibrant à 1,3 MHz et présentant un facteur de qualité de  $10^6$  possède une résistance motionnelle de  $370 \Omega$  contre près de  $750 \Omega$  avec la configuration réalisée pendant ces travaux. Pour atteindre les valeurs ciblées de l'ordre de  $100 \Omega$ , il faudra passer un dépôt latéral d'électrodes pour maximiser le champ électrique, comme cela a pu être fait sur un gyromètre en arséniure de gallium [154], ou des structures vibrant dans un mode similaire en extension-compression [77][78]. Une résistance motionnelle de  $125 \Omega$  est attendue pour un résonateur vibrant à 1,3 MHz et présentant un facteur de qualité de  $10^6$ . Cette solution demande un développement technologique important car il doit être adapté aux dimensions, plus faibles, des résonateurs ARQOMM 2D. Une solution élégante et pratique d'un point de vue technologique serait de passer à des échantillons en coupe X, la poutre vibrant toujours selon l'axe Y mais dans le plan YZ. Le dépôt en surface serait alors équivalent à un dépôt d'électrodes sur les flancs en coupe Z, dans les mêmes conditions la résistance motionnelle attendue est de  $140 \Omega$ . Il faudra cependant s'intéresser à la variation du facteur de qualité avec le changement de coupe cristalline, adapter si nécessaire les dimensions du résonateur pour optimiser le découplage et estimer les pertes viscoélastiques dues à l'or dans cette nouvelle configuration d'électrodes. La Table 22 récapitule les valeurs de  $R_m$  pour les différentes options envisagées.

**Table 22 Influence du choix de dépôt des électrodes et de la coupe cristalline sur la valeur de résistance motionnelle pour un résonateur de type poutre vibrant en extension-compression de longueur selon l'axe Y. Toutes les valeurs sont données pour un résonateur vibrant à 1 MHz et présentant un facteur de qualité de  $10^6$ .**

Dépôt métallique			
Coupe	Simple face	Double face	Dépôt latéral
<b>Z</b>	 <p style="text-align: center;"><math>R_m = 750\Omega</math> Facilité de réalisation mais <math>R_m</math> grand</p>	 <p style="text-align: center;"><math>R_m = 370\Omega</math> Difficulté de réalisation modérée</p>	 <p style="text-align: center;"><math>R_m = 125\Omega</math> Développement technologique à mener</p>
<b>X</b>	 <p style="text-align: center;"><math>R_m = 140\Omega</math> Facilité de réalisation mais étude sur Q à mener</p>		

D'autres aspects comme la consommation, la stabilité thermique ou la sensibilité à l'accélération seront à étudiées et feront l'objet de compromis. Par exemple, la consommation et l'encombrement sont principalement dictés par le fonctionnement du four et son gain thermique, qui correspond au rapport de la variation de température de l'environnement sur la variation de température du four. Dans [165], les auteurs estiment des consommations inférieures à 20 mW pour des résonateurs en silicium idéalement assimilés à des sphères de rayon 1 mm et une enceinte assimilée à une sphère de rayon 2 mm, un isolant thermique de type aérogel (conductivité estimée de 4 mW/m/K) et une excursion de température de 140°C (les pertes thermiques par les broches et la consommation de l'électronique d'entretien ont été négligées). Un calcul similaire en remplaçant la cellule de silicium par une sphère de dimension plus importante (qui correspond plus au résonateur ARQOMM 2D), rayon de 3 mm, et une enceinte également de rayon 3 fois plus important (9 mm), nous obtenons une consommation comparable de 32 mW. Nous pouvons noter que la sensibilité thermique du quartz est généralement plus faible que celle du silicium, la stabilité thermique de l'oscillateur sera donc meilleure à consommation équivalente (ou à stabilité thermique d'oscillateur fixée, le gain thermique nécessaire du four sera réduit dans le cas du quartz).

## 4.5 Conclusion du chapitre 4

Dans ce chapitre, nous avons présenté les réalisations et les caractérisations d'ARQOMM 2D. L'amélioration du fond de gravure et un meilleur débouchage ont permis l'obtention de facteurs de qualité aussi hauts que 250 000 pour un mode fondamental vibrant à 2,2 MHz. Un tel facteur de qualité a également pu être mesuré sur le premier harmonique vibrant à 6,6 MHz. Le procédé de fabrication utilisant la gravure DRIE a cependant conduit à l'apparition de fissures indésirables qui limitent le nombre de résonateurs caractérisables par lot. L'utilisation d'une gravure chimique humide pour réaliser les cavités a contribué à une diminution des fissures mais également à une réduction des performances. L'emploi d'électrodes métalliques d'épaisseur réduite a permis l'obtention des facteurs de qualité les plus élevés sur le mode fondamental, jusqu'à 340 000 sur le mode fondamental vibrant à 2,2 MHz. La dispersion des facteurs de qualité sur l'essentiel des réalisations tend à indiquer que les pertes à l'encastrement ne sont pas négligeables et sont fortement variables au sein d'un même lot. Les pertes à l'encastrement et les pertes dues à la viscoélasticité des électrodes limitent les performances de l'ARQOMM 2D. Une augmentation du facteur de qualité passera donc par une diminution des pertes liées à chaque mécanisme. La réduction de l'épaisseur des électrodes est simple à mettre en œuvre, la seule contrainte étant d'assurer la conduction. L'amélioration du facteur de qualité à l'encastrement passe par une optimisation de la recette et en particulier l'obtention de flancs plus verticaux. Une autre approche serait de concevoir une cellule moins sensible aux défauts de fabrication comme l'angle de flanc. Un premier oscillateur intégrant un résonateur ARQOMM 2D a été caractérisé, la variance d'Allan mesurée est de l'ordre de  $10^{-10}$  pour des temps d'intégration compris entre 0,1 et quelques secondes, le vieillissement quotidien est inférieur à 3 ppb. L'intégration d'un des meilleurs résonateurs fabriqués devrait mener à une augmentation significative de la stabilité court-terme. Les performances, les dimensions et les moyens de fabrication collectifs de l'ARQOMM 2D font de lui un candidat idéal pour des applications d'oscillateurs contrôlés en température combinant hautes performances, faible consommation et encombrement réduit. Les applications ciblées sont les stations de bases des réseaux de télécommunication portable, l'industrie automobile et le spatial. Les prochaines étapes sont le développement d'un résonateur vibrant à 10 MHz (possiblement sur un premier harmonique) et une réduction de la résistance motionnelle par l'optimisation du réseau d'électrodes.

## Conclusion générale

Les oscillateurs sont des éléments indispensables aux circuits électroniques : ils sont les gardiens du temps. Ils jouent le rôle d'horloge, et participent à la synchronisation ou à la génération des signaux. La performance d'un oscillateur se caractérise par sa stabilité, c'est-à-dire sa capacité à délivrer un signal dont la fréquence reste constante tant à court terme qu'à long terme et reste peu sensible à l'environnement. Les oscillateurs les plus couramment utilisés sont les oscillateurs électromécaniques dont l'élément filtrant est un résonateur en quartz. Le quartz est choisi pour ses faibles pertes internes, l'existence de coupes cristallines compensées en température ou en contraintes mécaniques statiques, la piézoélectricité et sa facilité de production. Les oscillateurs les plus stables sont réalisés à base de pastilles en quartz fonctionnant en cisaillement d'épaisseur. Ces pastilles présentent de très forts facteurs de qualité (typiquement 2 millions à 5 MHz) mais sont encombrantes et particulièrement coûteuses du fait de leur réalisation individuelle. Le dispositif est placé dans une enceinte thermostatée au point de sensibilité thermique moindre du résonateur afin de limiter les effets de variations de température de l'environnement sur la fréquence du signal délivré. Les dimensions de la pastille, indispensables à l'obtention du facteur de qualité et de la fréquence de résonance, entraînent une consommation importante de plusieurs Watts, un temps de démarrage de plusieurs minutes et un encombrement pouvant atteindre le litre. Ces caractéristiques sont incompatibles avec le développement des télécommunications et des systèmes embarqués pour lesquels performances, faible consommation et encombrement réduit doivent être atteints simultanément du fait des contraintes telles que la durée de vie des batteries, le volume disponible ou la masse transportable. Une diminution drastique des dimensions du résonateur tout en conservant des performances proches des pastilles permettrait une réduction conséquente de la consommation et de l'encombrement. Des résonateurs de types MEMS en silicium ou en silicium recouverts d'une couche piézoélectrique ont été développés dès les années 2000 : les dimensions de ces résonateurs ont permis de réduire les puissances consommées. Les facteurs de qualité des résonateurs tout silicium sont également comparables à ceux des meilleures pastilles en quartz : cela s'explique en grande partie par la maturité des moyens de fabrication issus de la microélectronique. Cependant, la transduction capacitive des résonateurs en silicium induit des instabilités de fréquence. Le dépôt d'une couche piézoélectrique permet d'obtenir

une transduction piézoélectrique plus efficace mais cela se fait au prix d'une dégradation du facteur de qualité du fait de l'amortissement visqueux de cette couche. De plus, la stabilité thermique du silicium est faible et doit être compensée, ce qui implique i) un dépôt de couche supplémentaire et une perte de facteur de qualité, ii) une compensation électronique et la consommation associée, ou iii) un dopage dégénéré du silicium et donc des étapes de fabrication supplémentaires. Les technologies de type MEMS en silicium sont prometteuses pour remplacer la technologie historique dans les applications moins exigeantes, mais l'adaptation du silicium aux applications demandant une haute stabilité reste conjecturale. Par exemple, les modes permettant d'obtenir le meilleur couplage électromécanique par transduction électrostatique sont ceux qui présentent un déplacement hors-plan important. Pour s'affranchir des pertes thermoélastiques, il faut alors augmenter la fréquence de résonance en réduisant les dimensions. Le savoir-faire des principaux acteurs du domaine a effectivement permis de miniaturiser les résonateurs tout silicium en maîtrisant l'impact des pertes dans les supports sur le coefficient de qualité. Mais la miniaturisation des surfaces d'électrodes drainant les charges impose un accroissement de la résistance motionnelle. Celle-ci nécessite en retour de grands gains de la boucle de réaction afin de compenser les pertes. Pour remédier à cet inconvénient, plusieurs équipes (MIT, Cambridge, Stanford) ont envisagé de remplacer le résonateur MEMS par plusieurs résonateurs en parallèle. Mais alors, les tolérances de fabrication et les inévitables petites différences entre les résonateurs individuels élargissent le pic de réponse électrique de l'ensemble. Ce contexte ne facilite pas l'utilisation des résonateurs tout silicium pour les applications de haute stabilité en dépit de leurs succès obtenus dans le domaine des oscillateurs produits en masse.

C'est pourquoi nous choisissons d'utiliser le quartz qui apparaît comme le matériau le plus adéquat pour réaliser des micro-résonateurs en vue de les intégrer dans des oscillateurs de hautes performances et faible consommation. L'équipe Capteurs et Microtechnologies de l'ONERA a développé un concept de résonateur miniature planaire à très fort facteur de qualité de l'ordre de 600 000 pour une fréquence de quelques mégahertz. Le résonateur se compose d'une poutre en extension-compression associé à un système de découplage composé de deux pavés latéraux en mode de flexion ou de deux poutres en mode de flexion et d'extension-compression en opposition de phase permettant de minimiser les déplacements au niveau de la zone d'ancrage et donc de confiner l'énergie de déformation au sein de la structure vibrante. Cependant, la taille et la géométrie du résonateur sont défavorables à l'utilisation du moyen de gravure conventionnel qu'est la gravure chimique du quartz par voie humide. L'anisotropie de la gravure chimique révèle les plans cristallins et entraîne l'apparition de figures d'attaque qui dégradent le facteur de qualité, et dans le pire des cas, s'avèrent bloquantes. La gravure

sèche assistée par plasma, plus précisément de type gravure ionique réactive profonde, est une technologie prometteuse en vue de l'obtention de structures présentant des flancs verticaux, et ce, indépendamment de l'orientation cristalline de l'échantillon. La gravure ionique réactive profonde est mature dans le cas du silicium et a permis un développement intensif des MEMS en silicium présentant des forts rapports d'aspect. Bien que l'intérêt de la gravure réactive ionique profonde du dioxyde de silicium ait été identifié dès les années 1970, celle-ci n'a connu un réel développement qu'à partir des années 2000 avec l'émergence d'équipements de gravure plus adéquats. Il devient alors possible de générer des plasmas plus denses mais également de découpler la génération du plasma d'avec l'intensité du bombardement ionique. La gravure du quartz, forme cristalline de la silice, utilise généralement des gaz fluorocarbonés en raison de leur capacité à former un dépôt de polymère sur les surfaces horizontales et verticales exposées. Ce polymère joue un rôle clé dans le contrôle de la cinétique de gravure et la verticalité des flancs. L'étude menée durant cette thèse a permis de mettre en évidence le rôle crucial de l'oxygène dans le contrôle de ce polymère. La recette de gravure ainsi développée rend possible l'obtention d'un fond de gravure lisse, la rugosité est de l'ordre de quelques nanomètres, tout en assurant une quasi verticalité des flancs sur une profondeur de 100  $\mu\text{m}$ . Une technique de masquage basée sur un masque épais de plusieurs microns en nickel, métal choisi pour sa grande sélectivité, a fait l'objet d'une attention particulière. Le procédé repose sur une méthode originale de décollement de résine utilisant une double couche de résines spécialement adaptée aux températures élevées de la pulvérisation cathodique lors de dépôt du nickel. La gravure DRIE a été intégrée dans un procédé de fabrication complet, qui a conduit à la réalisation de résonateurs prototypes ARQOMM 2D caractérisables. Les caractérisations de ces derniers ont démontré de très hauts facteurs de qualité, jusqu'à 340 000 pour une structure vibrant à 2,2 MHz, à l'état de l'art des résonateurs en quartz réalisés par DRIE et des résonateurs en quartz en extension-compression de longueur. L'analyse des résultats met en évidence deux mécanismes contribuant à la limitation du facteur de qualité mesuré, les pertes à l'encastrement et les pertes viscoélastiques dues à l'utilisation d'électrodes métalliques. L'augmentation du facteur de qualité du résonateur et donc des performances (en particulier la stabilité court-terme) de l'oscillateur, passe par une réduction des pertes liées à ces deux mécanismes. La réduction de l'épaisseur d'or simple à mettre en place et est, *a priori*, possible car la gravure DRIE n'impose pas de contrainte sur l'épaisseur des métallisations (contrairement à la gravure chimique humide pour laquelle la métallisation sert également de masque de gravure) tant que la conduction électrique est assurée. En revanche, la réduction des pertes à l'encastrement implique une modification de la recette, et en particulier, une compréhension fine des mécanismes de



passivation afin d'améliorer la verticalité de flancs. La piste privilégiée est la modification du rapport des débits des gaz entrant dans la composition du plasma. Il faudra également se poser la question de la modulation de la recette en cours de gravure, la mise en évidence du phénomène d'ARDE démontre le changement des caractéristiques de la recette en cours de gravure. A l'inverse, une autre approche possible est de conserver la recette développée en tenant compte des limitations technologiques actuelles et d'optimiser la structure en conséquence, modification des dimensions ou ajout d'un étage de découplage, afin de piéger l'énergie mécanique plus efficacement. L'obtention d'un très haut facteur de qualité ; supérieur à 200 000, pour un mode partiel vibrant à 6.6, MHz est une voie d'amélioration prometteuse. D'une part, le produit  $Q \times f$  atteint avoisine  $2 \times 10^{12} Hz$ , le plus haut mesuré au cours de cette thèse, d'autre part la température d'inversion mesurée se situe autour de 100°C, ce qui favorise à une application d'oscillateur MEMS avec contrôle de la température par thermalisation. Les performances du premier oscillateur incluant un ARQOMM 2D fonctionnant sur un mode fondamental et placé dans une enceinte climatique autour de son point d'inversion, sont comparables à l'état de l'art des OCXOs miniatures. La variance d'Allan de la fréquence normalisée mesurée est de l'ordre de  $10^{-10}$  pour des temps d'intégration compris entre 0,1 et quelques secondes, le vieillissement quotidien est inférieur à 3 ppb. Le résonateur intégré présente des performances en retrait de celles atteintes après optimisation des procédés de fabrication. L'intégration d'un meilleur résonateur va mener à une amélioration significative de la stabilité court-terme. Les perspectives du résonateur ARQOMM 2D sont identifiées. Ses performances, ses dimensions et la possibilité de le fabriquer à large échelle par des moyens de fabrication collectifs font de lui un candidat idéal pour des applications d'oscillateurs alliant hautes performances, encombrement réduit et consommation limitée. Les applications ciblées sont les stations de bases des réseaux de télécommunication sans fils, l'industrie automobile et le spatial. Les prochaines étapes sont le développement d'un résonateur vibrant à 10 MHz, probablement sur le premier harmonique, et une réduction de la résistance motionnelle par l'optimisation du réseau d'électrodes. A plus long terme, il s'agira de s'intéresser à un procédé post-fabrication d'ajustement de la fréquence et d'encapsulation.

## Bibliographie

- [1] J. R. Norton and J. M. Cloeren, “Precision Quartz Oscillators And Their Use Aboard Satellites,” *Johns Hopkins APL Tech. Dig.*, vol. 15, no. 1, pp. 1–8, 1994.
- [2] C. T. Nguyen, “Vibrating RF MEMS for Next Generation Wireless Applications,” in *IEEE Custom Integrated Circuits Conf*, 2004, pp. 257–264.
- [3] P. P. Grassé and A. Couder, “Comptes rendus des séances de la treizième conférence générale des poids et mesures,” 1967. [Online]. Available: <https://www.bipm.org/utis/common/pdf/CGPM/CGPM13.pdf>.
- [4] BIPM, Ed., “Comité international des poids et mesures 88ème session,” 1999. [Online]. Available: <https://www.bipm.org/utis/en/pdf/CIPM/CIPM1999-EN.pdf>.
- [5] “Brochure SI Annexe 2. Réalisation pratique de la définition de l’unité de temps,” 2019. [Online]. Available: <https://www.bipm.org/utis/en/pdf/si-mep/SI-App2-second.pdf>.
- [6] R. Li, K. Gibble, and K. Szymaniec, “Improved accuracy of the NPL-CsF2 primary frequency standard: evaluation of distributed cavity phase and microwave lensing frequency shifts,” *Metrologia*, vol. 48, pp. 283–289, 2011.
- [7] N. Hinkley, “An Atomic Clock with 10–18 Instability,” *Science (80-. )*, vol. 341, no. 1215, 2013.
- [8] “Résolutions adoptées lors du 26e CGPM 13-16 novembre 2018,” 2018. [Online]. Available: <https://www.bipm.org/utis/common/pdf/CGPM-2018/26th-CGPM-Resolutions.pdf>.
- [9] H. Michel, “Une clepsydre antique grecque,” 1971. [Online]. Available: [http://www.astrolabium.be/IMG/pdf/1028.\\_une\\_clepsydre\\_antique\\_grecque\\_4\\_.pdf](http://www.astrolabium.be/IMG/pdf/1028._une_clepsydre_antique_grecque_4_.pdf).
- [10] J.-P. MOURAT, “Les sabliers,” 2015. [Online]. Available: <https://www.google.com/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=1&cad=rja&uact=8&ved=2ahUKEwiV257TlsznAhUHUhoKHf5uAGQQFjAAegQIBBAB&url=http%3A%2F%2Fw>

ww.mdt.besancon.fr%2Fwp-content%2Fuploads%2F2015%2F02%2FLes-sabliers.pdf&usg=AOvVaw1SvvaBv79HS8tQqawPv6Jq. [Accessed: 12-Feb-2020].

- [11] J. Curie and P. Curie, “Développement par compression de l’électricité polaire dans les cristaux hémihédres à faces inclinées,” *Bull. la Société minéralogique Fr.*, vol. 3, pp. 90–93, 1880.
- [12] W. G. Cady, “THE PIEZO-ELECTRIC RESONATOR\*,” *Proc. Inst. Radio Eng.*, vol. 6, pp. 83–114, 1921.
- [13] J. W. Horton and W. A. Marrison, “Precision determination of frequency,” *Proc. Inst. Radio Eng.*, vol. 16, no. 2, pp. 137–154, 1927.
- [14] C. Stephens, M. Dennis, and V. Press, “Engineering time : inventing the electronic wristwatch,” vol. 33, pp. 477–497, 2000.
- [15] “Seiko Quartz Astron 35SQ,” *EPSON*, 1969. [Online]. Available: [https://global.epson.com/company/corporate\\_history/milestone\\_products/05\\_35sq.html](https://global.epson.com/company/corporate_history/milestone_products/05_35sq.html).
- [16] H. Lyons, “The atomic clock,” *Instruments*, vol. 22, pp. 133–135, 1949.
- [17] L. Essen and J. Parry, “An atomic standard of frequency and time interval: a cesium resonator,” *Nature*, vol. 176, pp. 280–281, 1955.
- [18] J. Vig, “Quartz Crystal Resonators and Oscillators - For Frequency Control and Timing Applications - A Tutorial. 10.13140/2.1.2134.0962.” 2016.
- [19] J. Rutman, “Characterization of Phase and Frequency Instabilities in Precision Frequency Sources: Fifteen Years of Progress,” in *PROCEEDINGS OF THE IEEE*, 1978, vol. 66, no. 9, pp. 1048–1075.
- [20] J. Rutman, S. Member, and F. L. Walls, “Characterization of Frequency Stability In Precision Frequency Sources,” in *PROCEEDINGS OF THE IEEE*, 1991, vol. 79, no. 6, pp. 952–960.
- [21] F. Vernotte, “Stabilité temporelle et fréquentielle des oscillateurs : modèles,” *Techniques de l’ingénieur*, vol. R680 V1, 2006.
- [22] “IEEE Standard Definitions of Physical Quantities for Fundamental Frequency and Time Metrology — Random Instabilities,” *IEEE Std 1139-1999*, pp. 1–40, 1999.

- [23] F. L. Walls and D. W. Allan, "Measurements of Frequency Stability," in *Proceedings of the IEEE*, 1986, vol. 74, no. 1.
- [24] J. A. Barnes *et al.*, "Characterization of Frequency Stability," in *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 1971, vol. IM-20, no. 2.
- [25] D. W. Allan, "Statistics of Atomic Frequency Standards," in *Proceedings of the IEEE*, 1966, vol. 54, no. 2.
- [26] J. F. Balascio and T. Lind, "The growth of piezoelectric alpha quartz crystals," *Solide State Mater. Sci.*, vol. 2, pp. 588–592, 1997.
- [27] E. Bureau, "Piezoelectric Constants of Alpha- and Beta-Quartz at Various Temperatures," *Phys. Rev.*, vol. 80, no. 4, pp. 712–716, 1950.
- [28] H. Busignies *et al.*, "Standards on Piezoelectric Crystals," in *Proceedings of the Institute of Radio Engineers*, 1950, pp. 1378–1395.
- [29] D. Royer and E. Dieulesaint, *Ondes élastiques dans les solides Tome 1 Propagation libre et guidée*. Paris, 1996.
- [30] "Quartz cuts thermal sensitivity." [Online]. Available: <https://www.electronicdesign.com/analog/minimize-frequency-drift-crystals>.
- [31] S. Butterworth, "On Electrically-maintained Vibrations," in *Proc. Phys. Soc. London*, 1914, pp. 410–424.
- [32] K. S. Van Dyke, "The piezo-electric resonator and its equivalent network by k. s. van dyke," in *New York Institute Meeting*, 1928, pp. 742–764.
- [33] J. Staudte, "USA Patent MICRORESONATOR OF TUNING FORK CONFIGURATION," 3,683,213, 1971.
- [34] "About QMEMS." [Online]. Available: [https://www5.epsondevice.com/en/information/technical\\_info/qmems/](https://www5.epsondevice.com/en/information/technical_info/qmems/).
- [35] M. Tanaka, "An Overview of Quartz MEMS Devices," in *2010 IEEE International Frequency Control Symposium*, 2010, pp. 162–167.

- [36] A. Clairet, “Modélisation et analyse numérique de résonateur à quartz à ondes de volume,” Université de Franche-Comté, 2016.
- [37] E. Lane, “A NEW MEASUREMENT OF THE BASIC ELASTIC AND DIELECTRIC CONSTANTS OF QUARTZ,” in *42nd Annual Frequency Control Symposium*, 1988, pp. 146–154.
- [38] R. J. Besson, “A new ‘electrodeless’ resonator design,” in *31st Annual Symposium on Frequency Control*, 1977, pp. 147–152.
- [39] C. S. Lam, “A Review of the Timing and Filtering Technologies in Smartphones,” *2016 IEEE Int. Freq. Control Symp.*, pp. 1–6, 2016.
- [40] D. Rabus, “Résonateur à ondes élastiques de volume à harmoniques élevés (HBARs) pour mesures gravimétriques : application à la détection de gaz,” UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ, 2014.
- [41] A. Akhiezer, “On the absorption of sound in solid,” *J. Phys.*, vol. 1, no. 1, pp. 277–287, 1939.
- [42] S. A. Chandorkar, M. Agarwal, R. Melamud, R. N. Candler, K. E. Goodson, and T. W. Kenny, “LIMITS OF QUALITY FACTOR IN BULK-MODE,” in *MEMS*, 2008, pp. 74–77.
- [43] R. J. Besson and M. M. Mourey, “BVA resonators and oscillators : a review. Relation with space requirements and quartz material characterization.,” *1995 IEEE Int. Freq. Control Symp.*, 1995.
- [44] J. P. Aubry, S. Galliou, M. Goryachev, R. Bourquin, P. Abbe, and M. E. Tobar, “Extremely Low Loss Phonon-Trapping Physical Experiments,” *Sci. Rep.*, pp. 1–6, 2013.
- [45] Y. Tsaturyan, A. Barg, E. S. Polzik, and A. Schliesser, “Ultra-coherent nanomechanical resonators via soft clamping and dissipation dilution,” *Nat. Nanotechnol.*, vol. 12, pp. 776–783, 2017.
- [46] A. H. Ghadimi *et al.*, “Elastic strain engineering for ultralow mechanical dissipation,” *Science (80-. )*, vol. 6939, no. April, pp. 1–10, 2018.
- [47] V. J. Gokhale and J. J. Gorman, “Approaching the intrinsic quality factor limit for micromechanical bulk acoustic resonators using phononic crystal tethers,” *Appl. Phys. Lett.*,

vol. 13501, 2017.

- [48] D. B. Leeson, "Simple Model of Feedback Oscillator Noise Spectrum," in *Proceedings of the IEEE*, 1966, pp. 329–330.
- [49] J. J. Gagnepain, J. Uebersfeld, G. Goujon, and P. Handel, "RELATION BETWEEN 1/f NOISE AND Q-FACTOR IN QUARTZ RESONATORS AT ROOM AND u)kl TEMPERATURES, FIRST THEORETICAL INTERPRETATION," in *IEEE Frequency Control Symposium*, 1981, pp. 476–483.
- [50] Verified Market Research, "Global Crystal Oscillators Market Size and Forecast To 2025," 2018. [Online]. Available: <https://www.verifiedmarketresearch.com/product/global-crystal-oscillators-market-size-and-forecast-to-2025/>.
- [51] J. T. M. van Beek, "A review of MEMS oscillators for frequency reference and timing Topical Review," *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 22, 2012.
- [52] I. Jokić, M. Frantlović, Z. Djurić, and M. L. Dukić, "RF MEMS / NEMS RESONATORS FOR WIRELESS COMMUNICATION SYSTEMS AND ADSORPTION- DESORPTION PHASE NOISE," *Electron. Energ.*, vol. 28, no. September, pp. 345–381, 2015.
- [53] F. Ayazi, "The HARPSS process for fabrication of precision MEMS inertial sensors," *Mechatronics*, vol. 12, pp. 1185–1199, 2002.
- [54] T. Mattila, J. Kiihamäki, and T. Lamminmäki, "A 12 MHz micromechanical bulk acoustic mode oscillator," *Sensors Actuators A Phys.*, vol. 101, pp. 1–9, 2002.
- [55] V. Kaajakari, T. Mattila, and A. Oja, "Square-Extensional Mode Single-Crystal Silicon Micromechanical Resonator for Low-Phase-Noise Oscillator Applications," in *IEEE Electron Device Letters*, 2004, vol. 25, pp. 173–175.
- [56] J. E. Lee and A. A. Seshia, "5.4-MHz single-crystal silicon wine glass mode disk resonator with quality factor of 2 million," *Sensors Actuators A Phys.*, vol. 156, pp. 28–35, 2009.
- [57] L. Khine, M. Palaniapan, and W.-K. Wong, "6 MHz bulk-Mode Resonator With Q Values Exceedings one Million," in *Transducers & Eurosensors*, 2007, pp. 2445–2448.
- [58] L. Khine, M. Palaniapan, and W.-K. Wong, "12.9 Lame Differential SOI Bulk Resonator,"

*Transducers & Eurosensors*, pp. 1753–1756, 2007.

- [59] J. E. Lee and A. A. Seshia, “Wine Glass Mode Resonator with Quality Factor of 4 Million,” in *IEEE Sensors*, 2008, no. November 2008, pp. 1257–1260.
- [60] G. Xereas and V. P. Chodavarapu, “Wafer-Level Vacuum-Encapsulated Lamé Mode Resonator With f-Q Product of  $2.23 \times 10^{13}$  Hz,” *IEEE Electron Device Lett.*, vol. 36, no. 10, pp. 1079–1081, 2015.
- [61] H. C. Nathanson and R. A. Wickstrom, “A Resonant-Gate Silicon Surface Transistor With High-Q Band-Pass Properties,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 7, no. 4, pp. 84–86, 1965.
- [62] C. R. Johnson, “Last MEMS Oscillator Maker Standing,” 2016. [Online]. Available: [https://www.eetimes.com/author.asp?section\\_id=36&doc\\_id=1329232#](https://www.eetimes.com/author.asp?section_id=36&doc_id=1329232#).
- [63] A. Partridge, H. Lee, P. Hagelin, V. Menon, and S. Corp, “We Know that MEMS is Replacing Quartz . But Why ? And Why Now ?,” *2013 Jt. Eur. Freq. Time Forum Int. Freq. Control Symp.*, pp. 411–416, 2013.
- [64] V. Kaajakari, J. K. Koskinen, and T. Mattila, “Phase Noise in Capacitively Coupled Micromechanical Oscillators,” *IEEE Trans. Electron Devices*, vol. 52, no. 12, pp. 2322–2331, 2005.
- [65] K. Sundaresan, G. K. Ho, S. Pourkamali, and F. Ayazi, “Bulk Acoustic Resonator Reference Oscillators,” *IEEE J. Solid-State Circuits*, vol. 42, no. 6, pp. 1425–1434, 2007.
- [66] A. Jaakkola, “Piezoelectrically transduced temperature compensated silicon resonators for timing and frequency reference applications,” Aalto University, 2016.
- [67] V. Kaajakari, *Practical MEMS*. Small Gear Publishing, 2009.
- [68] O. Mareschal *et al.*, “MODELING AND FABRICATION OF PIEZOELECTRIC ALUMINUM NITRIDE RESONATOR AND ITS APPLICATION IN OSCILLATORS,” in *TRANSDUCERS*, 2009, pp. 565–568.
- [69] R. Abdolvand, H. M. Lavasani, G. K. Ho, and F. Ayazi, “Thin-Film Piezoelectric-on-Silicon Resonators for High-Frequency Reference Oscillator Applications,” *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 55, no. 12, pp. 2596–2606, 2008.

- [70] S. Humad, R. Abdolvand, G. K. Ho, G. Piazza, and F. Ayazi, "High frequency micromechanical piezo-on-silicon block resonators," *IEDM*, pp. 957–960, 2003.
- [71] F. Ayazi, S. Pourkamali, G. K. Ho, and R. Abdolvand, "High-Aspect-Ratio SOI Vibrating Micromechanical Resonators and Filters," in *2006 IEEE MTT-S International Microwave Symposium Digest*, 2006, pp. 676–679.
- [72] G. Piazza, R. Abdolvand, G. K. Ho, and F. Ayazi, "Voltage-tunable piezoelectrically-transduced single-crystal silicon micromechanical resonators &," *Sensors Actuators A. Phys.*, vol. 111, pp. 71–78, 2004.
- [73] D. Ruffieux, F. Krummenacher, A. Pezous, and G. Spinola-durante, "Silicon Resonator Based 3.2  $\mu$ W Real Time Clock With 10 ppm Frequency Accuracy," *224 IEEE J. SOLID-STATE CIRCUITS*, vol. 45, no. 1, pp. 224–234, 2010.
- [74] G. Piazza, P. J. Stephanou, and A. P. Al Pisano, "Piezoelectric Aluminum Nitride Vibrating Contours Mode MEMS Resonators," *J. Microelectromechanical Syst.*, vol. 15, no. 6, pp. 1406–1418, 2006.
- [75] "Microchip Announces the Acquisition of Micrel," 2015. [Online]. Available: <http://www.microchip.com/announcements/microchip-announces-the-acquisition-of-micrel>.
- [76] V. Kaajakari *et al.*, "A 32.768 kHz MEMS Resonator with +/-20 Ppm Tolerance in 0.9 Mm X 0.6 Mm Chip Scale Package," in *IEEE International Frequency Control Symposium and European Frequency and Time Forum (EFTF/IFC) 2019*, 2019.
- [77] R. J. Dinger, "A miniature quartz resonator vibrating at 1 MHz," *Proc. 35 th Ann. Freq Control Symp.*, pp. 144–148, 1981.
- [78] H. Kawashima and M. Nakazato, "Variational analysis of new shape length extensional mode quartz crystal resonator taking account of lateral motion," *Proc. 44 th Ann. Symp. Freq. Control*, pp. 378–386, 1990.
- [79] H. Kawashima, "New Cuts for Width-Extensional Mode Quartz Crystal Resonators," in *IEEE Frequency Control Symposium*, 1992, pp. 525–531.
- [80] R. L. Kubena, F. P. Stratton, D. T. Chang, R. J. Joyce, and T. Y. Hsu, "NEXT GENERATION QUARTZ OSCILLATORS and FILTERS for VHF-UHF SYSTEMS," in *2006 IEEE MTT-S*



*International Microwave Symposium Digest*, 2006, pp. 668–671.

- [81] D. T. Chang, F. P. Stratton, R. L. Kubena, and R. J. Joyce, “Optimized DRIE Etching of Ultra-Small Quartz Resonators,” in *Proceedings of the 2003 IEEE International Frequency Control Symposium*, 2003, pp. 829–832.
- [82] R. G. Nagele *et al.*, “A 995MHz Fundamental Nonlinear Quartz MEMS Oscillator,” in *Joint UFFC, EFTF and PFM Symposium*, 2013, pp. 566–570.
- [83] K. Yamashita, “Part7. Casting About for a Restorative Offensive Weapon,” 2013. [Online]. Available: [https://www5.epsondevice.com/en/information/technical\\_info/qmems/story2\\_7.html](https://www5.epsondevice.com/en/information/technical_info/qmems/story2_7.html).
- [84] W. Cui, L. Pan, L. Ye, W. Zhou, and W. Zheng, “Development of Small BVA Quartz Resonator,” *2016 IEEE Int. Freq. Control Symp.*, pp. 1–3, 2016.
- [85] O. Le Traon, M. Bahriz, O. Ducloux, S. Masson, and D. Janiaud, “A Micro-Resonator for Fundamental Physics Experiments and its Possible Interest for Time and Frequency Applications,” *Jt. Conf. IEEE Int. Freq. Control Eur. Freq. Time Forum Proc.*, 2011.
- [86] M. Bahriz *et al.*, “A micromechanical resonator to reach the quantum regime,” *Proc. IEEE Sensors*, pp. 1991–1995, 2010.
- [87] R. Pelle, H. Christer, V. K. Ilia, and B. Ylva, “Etch rates of crystallographic planes in Z -cut quartz - experiments and simulation,” *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 8, no. 1, p. 1, 1998.
- [88] O. Brand, I. Dufour, S. M. Heinrich, and F. Josse, *Resonant MEMS–Fundamentals, Implementation and Application*, First Edit. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2015.
- [89] C. Zener, “Internal Friction in Solids,” *Phys. Rev. A*, vol. 52, no. 1937, pp. 230–235, 1937.
- [90] R. Lifshitz and M. L. Roukes, “Thermoelastic damping in micro- and nanomechanical systems,” *Phys. Rev. B*, vol. 61, no. 8, pp. 5600–5609, 2000.
- [91] R. Tabrizian and F. Ayazi, “EFFECT OF PHONON INTERACTIONS ON LIMITING THE  $f \cdot Q$  PRODUCT OF,” *TRANSDUCERS 2009 - 2009 Int. Solid-State Sensors, Actuators Microsystems Conf.*, no. 3, pp. 2131–2134, 2009.
- [92] S. Ghaffari *et al.*, “Accurate Modeling of Quality Factor Behavior of Complex Silicon MEMS

- Resonators,” *J. MICROELECTROMECHANICAL Syst.*, vol. 24, no. 2, pp. 276–288, 2015.
- [93] S. Galliou, P. Abb, M. Goryachev, M. E. Tobar, and R. Bourquin, “Quality Factors of Quartz Crystal Resonators Operating at 4 Kelvins,” in *2015 Joint Conference of the IEEE International Frequency Control Symposium & the European Frequency and Time Forum*, 2015, pp. 2–6.
- [94] J. Yang, T. Ono, and M. Esashi, “Energy Dissipation in Submicrometer Thick Single-Crystal Silicon Cantilevers,” *J. MICROELECTROMECHANICAL Syst.*, vol. 11, no. 6, pp. 775–783, 2002.
- [95] K. Y. Yasumura *et al.*, “Quality Factors in Micron- and Submicron-Thick Cantilevers,” *J. MICROELECTROMECHANICAL Syst.*, vol. 9, no. 1, pp. 117–125, 2000.
- [96] R. Sandberg, K. Mølhave, A. Boisen, and W. Svendsen, “Effect of gold coating on the Q -factor of a resonant cantiliver,” *J. OFMICROMECHANICS ANDMICROENGINEERING*, vol. 15, pp. 2249–2253, 2005.
- [97] O. Le Traon, S. Masson, C. Chartier, and D. Janiaud, “LGS and GaPO<sub>4</sub> piezoelectric crystals : New results,” *Solid State Sci.*, vol. 12, pp. 318–324, 2010.
- [98] B. Bourgeteau *et al.*, “Quartz resonator for MEMS oscillator,” in *2014 European Frequency and Time Forum, EFTF 2014*, 2014, pp. 286–289.
- [99] O. Le Traon, “Structure plane de résonateur mécanique découplé par des vibrations de flexion et d’extension compression,” n° 13/00322, 2013.
- [100] O. Ochiai, A. Kudo, A. Nakajima, and H. Kawashima, “A Method of Adjusting Resonant Frequency and Frequency- Temperature Coefficients of Miniaturized GT Cut Quartz Resonator,” in *36th Annual Frequency Control Symposium 7982*, 1982.
- [101] B. Bourgeteau-verlhac, R. Lévy, T. Perrier, P. Lavenus, J. Guérard, and O. Le Traon, “Gold Thin Film Viscoelastic Losses of a Length Extension Mode Resonator,” *Eur. Freq. Time Forum*, pp. 1–4, 2016.
- [102] J.-S. Danel, “Micro-usinage des matériaux monocristallins,” *Techniques de l’ingénieur*, vol. BM7290 V1, 1998.
- [103] J. S. Danel and G. Delapierre, “Quartz : a material for microdevices,” *J. Micromechanics*

*Microengineering*, vol. 1, pp. 187–198, 1991.

- [104] M. A. Lieberman and A. J. Lichtenberg, *Principles of Plasma Discharges and Materials Processing*, Second edi. John Wiley & Sons, 2005.
- [105] L. M. Ephrath, “Selective Etching of Silicon Dioxide Using Reactive Ion Etching with CF<sub>4</sub>-H,” *J. Electrochem. Soc.*, pp. 2–4, 1979.
- [106] L. M. Ephrath, “THE EFFECT OF CATHODE MATERIALS ON REACTIVE ION ETCHING OF SILICON AND SILICON DIOXIDE IN A CF<sub>4</sub> PLASMA,” *J. Electron. Mater.*, vol. 7, no. 3, pp. 415–428, 1977.
- [107] C. J. Mogab, A. C. Adams, and D. L. Flamm, “Plasma etching of Si and SiO<sub>2</sub> - The effect of oxygen additions to CF<sub>4</sub> plasmas,” *J. Appl. Phys.*, vol. 49, no. 7, pp. 3796–3803, 1978.
- [108] J. A. Kusters and C. A. A. L. H. E. Karrer, “ANALYTICAL AND EXPERIMENTAL INVESTIGATIONS 32KHz QUARTZ TUNING FORKS,” in *30th Annual Symposium on Frequency Control*, 1976.
- [109] T. Fukasawa and Y. Horiike, “Deep dry etching of quartz plate over 100 μm in depth employing ultra-thick photoresist (SU-8),” *Japanese J. Appl. Physics, Part 1 Regul. Pap. Short Notes Rev. Pap.*, vol. 42, no. 6 A, pp. 3702–3706, 2003.
- [110] Y.-H. Tang, Y.-H. Lin, M.-H. Shiao, and C.-S. Yu, “Development of thin quartz glass utilising through-glass-via (TGV) formation by dry etching technology,” *Micro Nano Lett.*, vol. 11, no. 10, pp. 568–571, 2016.
- [111] P. Kao, D. Allara, and S. Tadigadapa, “Fabrication and performance characteristics of high-frequency micromachined bulk acoustic wave quartz,” *Meas. Sci. Technol. Relat.*, vol. 20, pp. 1–9, 2009.
- [112] V. N. Hung, T. Abe, P. N. Minh, and M. Esashi, “Miniaturized , highly sensitive single-chip multichannel quartz-crystal microbalance,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 5069, no. 2002, pp. 21–24, 2010.
- [113] M. B. Pisani, K. Ren, P. Kao, and S. Tadigadapa, “Room temperature infrared imaging array fabricated using heterogeneous integration methods,” *Procedia Eng.*, vol. 5, pp. 952–955, 2010.

- [114] S. Grousset *et al.*, “Quartz-based vibrating MEMS fabricated using a wafer-bonding process with sealed cavities,” in *IEEE Frequency Control Symposium*, 2014, pp. 5–8.
- [115] E. Song, S. Kang, H. Kim, Y. Kim, and J. An, “Wafer-Level Fabrication of a Fused-Quartz Double-Ended Tuning Fork Resonator Oscillator Using Quartz-on-Quartz Direct Bonding,” *IEEE Electron Device Lett.*, vol. 34, no. 5, pp. 692–694, 2013.
- [116] A. Kamijo, S. Monoe, N. Murayama, T. Saito, and N. Kimura, “Wafer-level quartz dry etching technology,” *IFCS 2014 - 2014 IEEE Int. Freq. Control Symp. Proc.*, pp. 81–84, 2014.
- [117] R. L. Kubena *et al.*, “A Fully Integrated Quartz MEMS VHF TCXO,” *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 3010, no. c, pp. 3–7, 2017.
- [118] J. J. Boy, H. Tavernier, X. Vacheret, T. Laroche, and A. Clairet, “Collective fabrication of 20 MHz resonators by deep Reactive Ion Etching on 3" quartz wafers,” *Proc. IEEE Int. Freq. Control Symp. Expo.*, pp. 3–7, 2011.
- [119] P. Kao, A. Patwardhan, D. Allara, and S. Tadigadapa, “Human Serum Albumin Adsorption Study on 62-MHz Miniaturized Quartz Gravimetric Sensors,” *Anal. Chem.*, vol. 80, no. 15, pp. 5930–5936, 2008.
- [120] P. Chabert and N. Braithwaite, *Physics of Radio-Frequency plasmas*, First edit. Cambridge, 2011.
- [121] E. Despiiau-Pujo, “Plasmas Radiofréquence Basse Pression : Des Sources aux Procédés,” in *Journées du Réseau Plasmas Froids 2014-La Rochelle*, 2014, pp. 1–61.
- [122] R. J. Shul and S. J. Pearton, *Handbook of advanced plasma processing techniques*, First. Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 2000.
- [123] D. L. Flamm, V. M. Donnelly, J. A. Mucha, B. Laboratories, and M. Hill, “The reaction of fluorine atoms with silicon The reaction of fluorine atoms with silicon,” *J. Appl. Phys.*, vol. 52, pp. 3633–3639, 1981.
- [124] C. Steinbruchel, H. W. Lehmann, and K. Frick, “Mechanism of Dry Etching of Silicon Dioxide,” *J. Electrochem. Soc.*, no. 11, pp. 180–186, 1985.
- [125] T. E. F. M. Standaert, C. Hedlund, E. A. Joseph, G. S. Oehrlein, and T. J. Dalton, “Role of

fluorocarbon film formation in the etching of silicon , silicon dioxide , silicon nitride , and amorphous hydrogenated silicon carbide Role of fluorocarbon film formation in the etching of silicon , silicon dioxide , silicon nitride , and amorphou,” *J. Vac. Sci. Technol. A*, vol. A, no. 22, pp. 53–60, 2004.

- [126] A. Sankaran and M. J. Kushner, “Integrated feature scale modeling of plasma processing of porous and solid SiO<sub>2</sub>. I. Fluorocarbon etching,” *J. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film.*, vol. 22, no. 4, p. 1242, 2004.
- [127] J. W. Butterbaugh, D. C. Gray, and H. H. Sawin, “Plasma – surface interactions in fluorocarbon etching of silicon dioxide,” *J. Vac. Sci. Technol. B*, vol. B, no. 9, pp. 1461–1470, 1991.
- [128] O. Joubert, G. S. Oehrlein, and M. Surendra, “Fluorocarbon high density plasma. VI. Reactive ion etching lag model for contact hole silicon dioxide etching in an electron cyclotron resonance plasma,” *J. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film.*, vol. 12, no. 1994, p. 665, 1994.
- [129] M. Schaepkens and G. S. Oehrlein, “A Review of SiO<sub>2</sub> Etching Studies in Inductively Coupled Fluorocarbon Plasmas,” *J. Electrochem. Soc.*, vol. 148, no. 3, p. C211, 2001.
- [130] P. D. Rack, “Plasma Etching Outline,” *University of Tennessee*. [Online]. Available: <https://www.google.com/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=2&cad=rja&uact=8&ved=2ahUKEwi-xt6pl4HoAhURzoUKHXvPBzUQFjABegQIAxAB&url=http%3A%2F%2Fweb.utk.edu%2F~prack%2FThin%2520films%2FEtching.pdf&usg=AOvVaw0iUxuxAT3fTF666vtFU66v>.
- [131] J. W. Coburn and H. F. Winters, “Plasma etching — A discussion of mechanisms,” *J. Vac. Sci. Technol.*, vol. 16, no. 391, 1979.
- [132] X. Li *et al.*, “Effects of Ar and O<sub>2</sub> additives on SiO<sub>2</sub> etching in C<sub>4</sub>F<sub>8</sub>-based plasmas,” *J. Vac. Sci. Technol. A*, vol. 21, no. 1, pp. 284–293, 2003.
- [133] H. Doh *et al.*, “Mechanism of selective SiO<sub>2</sub> / Si etching with fluorocarbon gases ( CF<sub>4</sub> , C<sub>4</sub>F<sub>8</sub> ) and hydrogen mixture in electron cyclotron resonance plasma etching system Mechanism of selective SiO<sub>2</sub> / Si etching with fluorocarbon gases ( CF<sub>4</sub> , C<sub>4</sub>F<sub>8</sub> ) and hydrogen mi,” *J. Vac. Sci. Technol. A*, vol. 2827, no. 1996, 2014.
- [134] L. Li, T. Abe, and M. Esashi, “Smooth surface glass etching by deep reactive ion etching with

SF 6 and Xe gases,” *J. Vac. Sci. Technol. B*, vol. 2545, no. May, 2003.

- [135] M. D. Minnick, G. a Devenyi, and R.N.Kleiman, “Optimum reactive ion etching of x -cut quartz using SF6 and Ar,” *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 23, p. 117002, 2013.
- [136] T. Ujiie, T. Kukuchi, I. Takanori, and Y. Horiike, “Fabrication of Quartz Microcapillary Electrophoresis Chips Using Plasma Etching,” *Japan J. Appl. Phys.*, vol. 39, pp. 3677–3682, 2000.
- [137] H. Chen and C. Fu, “An investigation into the characteristics of deep reactive ion etching of quartz using SU-8 as a mask,” *J. Micromech.Microeng.*, vol. 18, pp. 1–8, 2008.
- [138] X. Li, T. Abe, Y. Liu, and M. Esashi, “Fabrication of High-Density Electrical Feed-Throughs by Deep-Reactive-Ion Etching of Pyrex Glass,” *J. MICROELECTROMECHANICAL Syst.*, vol. 11, no. 6, pp. 625–630, 2002.
- [139] T. Abe and M. Esashi, “One-chip multichannel quartz crystal microbalance fabricated by deep RIE.pdf,” *Sensors and Actuators*, vol. 82, pp. 139–143, 2000.
- [140] D. T. Chang, F. P. Stratton, R. L. Kubena, and R. J. Joyce, “Optimized DRIE etching of ultra-small quartz resonators,” *IEEE Int. Freq. Control Symposium PDA Exhib. Jointly with 17th Eur. Freq. Time Forum, 2003. Proc. 2003*, pp. 829–832, 2003.
- [141] V. Bliznetsov, H. M. Lin, Y. J. Zhang, and D. Johnson, “Deep SiO<sub>2</sub> etching with Al and AlN masks for MEMS devices,” *Tech. Note SPTS Technol.*
- [142] Z. Wu *et al.*, “PIEZOELECTRICALLY TRANSDUCED HIGH- Q SILICA MICRO RESONATORS,” *2013 IEEE 26th Int. Conf. Micro Electro Mech. Syst.*, pp. 122–125, 2013.
- [143] A. Zarzycki, X. Vacheret, O. Bel, D. Picchedda, and J. J. Boy, “Collective Fabrication of BAW Resonators on 4 ’’ SC-cut Quartz Wafers,” *2012 Eur. Freq. Time Forum*, pp. 58–61, 2012.
- [144] S. Queste, G. Ulliac, J. Jeannot, and C. K. Malek, “DRIE of non-conventional materials: first results,” *Multi-Material Micro Man*, pp. 2–5, 2008.
- [145] A. Kamijo, S. Monoe, N. Murayama, T. Saito, and N. Kimura, “Wafer-level quartz dry etching technology,” *IFCS 2014 - 2014 IEEE Int. Freq. Control Symp. Proc.*, vol. 1035, pp. 6–9, 2014.
- [146] P. Kao and S. Tadigadapa, “Micromachined quartz resonator based infrared detector array,”

*Sensors Actuators, A Phys.*, vol. 149, no. 2, pp. 189–192, 2009.

- [147] Y. Morikawa, T. Koidesawa, T. Hayashi, and K. Suu, “A novel deep etching technology for Si and quartz materials,” *Thin Solid Films*, vol. 515, no. 12, pp. 4918–4922, 2007.
- [148] P. Kao, D. Allara, and S. Tadigadapa, “Fabrication and performance characteristics of high-frequency micromachined bulk acoustic wave quartz,” *Meas. Sci. Technol.*, 2009.
- [149] J.-J. Bessot, “Dépôts par pulvérisation cathodique,” *Tech. l’Ingénieur*, vol. V1, no. M1657, pp. 1–24, 1985.
- [150] S. Hickman, “CNS STANDARD OPERATING PROCEDURE SOP112 Lift-off Photoresist Processing,” 2011.
- [151] J. A. N. Soderkvist, “Piezoelectric Materials,” in *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 1990, no. 37, pp. 577–586.
- [152] S. L. Lai, D. Johnson, and R. Westerman, “Aspect ratio dependent etching lag reduction in deep silicon etch processes,” *J. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film.*, vol. 24, no. 4, p. 1283, 2006.
- [153] J. Yeom, Y. Wu, and M. A. Shannon, “Critical aspect ratio dependence in deep reactive ion etching of silicon,” *TRANSDUCERS 2003 - 12th Int. Conf. Solid-State Sensors, Actuators Microsystems, Dig. Tech. Pap.*, vol. 2, pp. 1631–1634, 2003.
- [154] A. Piot, “Etude de la fabrication et de la transduction d’un microgyromètre piézoélectrique tri-axial en GaAs,” Université Paris Sud, 2018.
- [155] M. Pedersen and M. Huff, “Plasma Etching of Deep High-Aspect Ratio Features Into Fused Silica,” *J. Microelectromechanical Syst.*, vol. 26, no. 2, pp. 448–455, 2017.
- [156] A. D. B. Iii, M. C. M. Van De Sanden, J. A. Gregus, and R. A. Gottscho, “Scaling of Si and GaAs trench etch rates with aspect ratio , feature width , and substrate temperature,” *J. Vac. Sci. Technoloy B*, vol. 13, no. March 1994, pp. 92–104, 1995.
- [157] R. A. Gottscho, “Microscopic uniformity in plasma etching,” *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanom. Struct.*, vol. 10, no. 5, p. 2133, 1992.
- [158] C. M. Horwitz, “Ion deflection due to sheath field curvature,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 62, 1993.

- [159] G. S. Hwang and K. P. Giapis, "Aspect ratio independent etching of dielectrics," *Appl. Phys. A Mater. Sci. Process.*, vol. 71, no. May, pp. 458–460, 1997.
- [160] J. M. F. Zachariasse and A. N. Broers, "The dependence of nanostructure etch rates on feature size," *Microelectron. Eng.*, vol. 30, pp. 349–352, 1996.
- [161] J. W. Coburn and H. F. Winters, "Conductance considerations in the reactive ion etching of high aspect ratio features," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 55, no. 26, pp. 2730–2732, 1989.
- [162] P. Clausing, "The Flow of Highly Rarefied Gases through Tubes of Arbitrary Length," *J. Vac. Sci. Technol.*, vol. 8, no. 5, p. 636, 1971.
- [163] A. Technologies, "Technical Overview Agilent 4294A Precision Impedance Analyzer 40 Hz to 110 MHz Agilent 4294A Precision Impedance Analyzer," *datasheet*. [Online]. Available: <https://www.keysight.com/en/pd-1000000858%3Aeps%3Apro-pn-4294A/precision-impedance-analyzer-40-hz-to-110-mhz?cc=CA&lc=eng>.
- [164] J. R. Vig, "Quartz Crystal Resonators and Oscillators For Frequency Control and Timing Applications - A Tutorial." 2014.
- [165] J. Vig and Y. Kim, "The low-power potential of oven-controlled mems oscillators," *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 60, no. 4, pp. 851–853, 2013.



## Liste des figures

Figure 1 Simulations du signal de sortie d'un oscillateur idéal en bleu et d'un oscillateur réel en vert ; haut : tension du signal délivré en fonction du temps, bas : fréquence du signal délivré en fonction du temps.....	7
Figure 2 Schéma de principe d'un banc de mesure de bruit de phase. ....	11
Figure 3 Représentation schématique de la loi en puissances des densités spectrale de phase et de fréquence.....	11
Figure 4 Haut : mesures représentatives de la fréquence normée temporelle pour deux valeurs de temps d'intégration, bas : variance d'Allan en fonction du temps d'intégration tiré de [18].....	13
Figure 5 Représentation de la fonction $h\tau$ représentant le cycle de mesure de la variance d'Allan en fonction du temps d'intégration $\tau$ .....	14
Figure 6 Gauche : représentation en loi de puissance de la densité spectrale de bruit de fréquence normalisé, droite : représentation en loi de puissance de la variance d'Allan.....	15
Figure 7 Morphologie du cristal de quartz $\alpha$ tournée gauche, tiré de [28]. ....	17
Figure 8 Composantes des tenseurs élastiques, piézoélectriques, diélectriques pour la classe trigonal.	18
Figure 9 Composantes de déformations longitudinales possiblement générées par un champ électrique adapté de [18].....	19
Figure 10 Angles conventionnels de rotation du wafer de quartz autour de ses axes cristallins tiré de [28].....	19
Figure 11 Variation de fréquence normalisée en fonction de la température pour différentes coupes de quartz [30]. ....	20
Figure 12 Représentation schématique d'un oscillateur mécanique vibrant à un seul degré de liberté.	20
Figure 13 Circuit RLC modélisant un oscillateur électrique .....	21
Figure 14 Schéma équivalent du résonateur piézoélectrique.....	22
Figure 15 En haut : module de l'admittance du circuit BVD, en bas : phase de l'admittance du circuit BVD. ....	23
Figure 16 En haut : module de l'impédance du circuit BVD, en bas : phase de l'impédance du circuit BVD. ....	24

Figure 17 Variation du rapport de la fréquence de résonance du circuit complet sur la fréquence de résonance de la branche série en fonction de la valeur de la capacité de la branche statique. ....	24
Figure 18 Diapason en quartz utilisé dans l'industrie horlogère. ....	25
Figure 19 Exemples de pastille de quartz vibrant en cisaillement d'épaisseur, gauche : montage en 4 points, droite : montage en 2 points [36]. ....	26
Figure 20 Exemple de résonateur de type BVA, la pastille de cisaillement est maintenue par des pinces entre deux morceaux de quartz métallisés servant d'électrodes, tiré de [1]. ....	27
Figure 21 Schéma de principe de fonctionnement d'un résonateur d type SAW, tiré de [41]. ....	27
Figure 22 Variation de l'amplitude d'oscillation après l'arrêt de l'excitation en fonction du temps. ....	28
Figure 23 Amplitude de déplacement en fonction de la fréquence et mesure du facteur de qualité. ....	29
Figure 24 Structure d'un oscillateur la plus simple comprenant un élément filtrant et un amplificateur. ....	31
Figure 25 Modèles de Leeson. En haut : fonction de transfert de l'amplificateur, au milieu : fonction de transfert de filtrage du résonateur, en bas : bruit de phase résultant de l'association. ....	33
Figure 26 Schéma de fonctionnement d'un VCXO. ....	35
Figure 27 Schéma de fonctionnement d'un TCXO et MCXO. ....	36
Figure 28 Principe du fonctionnement d'un oscillateur monté en OCXO. ....	36
Figure 29 Performances de stabilité thermique d'oscillateurs commercialisés et classés suivant les catégories. ....	37
Figure 30 Facteur de qualité des résonateurs de type quartz, MEMS silicium et MEMS piézoélectrique en fonction de la fréquence de résonance de la littérature. Les triangles correspondent à des résonateurs vibrant en mode d'extension-compression ou de flexion, les disques à des modes de cisaillement d'épaisseur et les carrés à des modes de Lamé ou mode de contour. ....	42
Figure 31 Concept de l'ARQOMM 3D, un pilier vibre en mode d'extension compression créant un déplacement latéral qui est compensé au niveau de l'ancrage par un mouvement de flexion de l'anneau. ....	46
Figure 32 Exemple de résonateurs ARQOMM usinés par voie chimique sur un wafer de 1.5 pouces (3.81 cm), en encart un résonateur monté sur une embase. ....	47
Figure 33 Mesure du facteur de qualité relatif en fonction de la remontée de pression pour un résonateur de type poutre en extension-compression vibrant à 3 MHz étudié au cours de cette thèse. ....	50
Figure 34 Déformée d'une poutre en flexion faisant apparaître les zones de compression chaudes en rouge et les zones en extension froides en bleu, tiré de [89]. ....	50

Figure 35 Simulations par éléments finis du déplacement des résonateurs inspirés de l'ARQOMM 3D, mode fondamental, haut : type I, bas : type II. La couleur rouge correspond au maximum de l'amplitude de déplacement tandis que le bleu correspond au minimum..... 53

Figure 36 Amplitude de déplacement relative simulée par la méthode des éléments finis de l'ARQOMM 2D de type I à sa fréquence de résonance vibrant à 2.96 MHz. Les zones rouges correspondent au maximum de l'amplitude de déplacement, les zones bleues au minimum..... 55

Figure 37 Amplitude de déplacement relative simulée par la méthode des éléments finis de l'ARQOMM 2D de type I à sa fréquence de résonance vibrant à 2,96 MHz. Les zones rouges correspondent au maximum de l'amplitude de déplacement, les zones bleues au minimum. La poutre centrale n'a pas été sélectionnée afin de réaliser un zoom sur les zones adjacentes au centre de la poutre. .... 56

Figure 38 Amplitudes de déplacement de l'ARQOMM 2D de type I a) selon la composante X en phase de compression de la poutre, b) selon la composante Y en phase d'extension de la poutre. Nous noterons que les deux images ne correspondent pas à la même phase de la vibration mais sont proches de l'opposition de phase. .... 57

Figure 39 Amplitude de déplacement de l'ARQOMM 2D de type I. Ni la poutre centrale ni les piliers latéraux n'ont été sélectionnés afin de réaliser un zoom sur les zones adjacentes aux piliers latéraux..... 57

Figure 40 Amplitude de déplacement de l'ARQOMM 2D de type I. Ni la poutre centrale ni les piliers latéraux ni le seconde étage de découplage n'ont été sélectionnés afin de réaliser un zoom sur les zones adjacentes au second étage. .... 58

Figure 41 Dessin de l'ARQOMM 2D de type I avec les noms des cotes..... 59

Figure 42 Maillage par simulation éléments finis de la structure ARQOMM 2D de type I..... 59

Figure 43 Variation de la fréquence de résonance en Hz en fonction de l'inverse de la longueur centrale en  $\text{mm}^{-1}$  pour les résonateurs ARQOMM 2D de type I, les losanges bleus correspondent aux points de simulations, la courbe de tendance linéaire associée est en noir continu, la droite en pointillés rouges correspond à la courbe du modèle analytique de la poutre élancée encastree-libre. .... 60

Figure 44 Amplitudes de déplacement de l'ARQOMM 2D de type II a) selon la composante X en phase de compression de la poutre, les piliers latéraux sont en mouvement de flexion, b) selon la composante Y en phase d'extension de la poutre. Nous noterons que les deux images ne correspondent pas à la même phase de la vibration mais sont proches de l'opposition de phase. 61

Figure 45 Amplitude de déplacement de l'ARQOMM 2D de type II pendant la phase d'extension du pilier central. .... 62

Figure 46 Amplitude de déplacement de l'ARQOMM 2D de type II. Ni la poutre centrale ni les piliers latéraux ni le second étage de découplage n'ont été sélectionnés afin de réaliser un zoom sur les zones adjacentes au cadre découplage et la zone d'ancrage. ....	62
Figure 47 Déformée amplifiée du déplacement du mode d'intérêt du résonateur ARQOMM 2D de type II. ....	63
Figure 48 Déformée amplifiée du déplacement du mode suivant le mode d'intérêt du résonateur ARQOMM 2D de type II. Les piliers latéraux vibrent en opposition de phase en extension-compression, La poutre et les piliers vibrent en phase en mouvement de flexion.....	63
Figure 49 Déformée amplifiée du déplacement du mode sur suivant le mode d'intérêt du résonateur ARQOMM 2D de type II. Les trois poutres vibrent en opposition en phase en extension compression. ....	64
Figure 50 Dessin de l'ARQOMM 2D de type II avec les noms des cotes .....	64
Figure 51 Variation de la fréquence de résonance en Hz en fonction de l'inverse de la longueur centrale en $\text{mm}^{-1}$ pour les résonateurs ARQOMM de type II, les losanges bleus correspondent aux points de simulations, la courbe de tendance linéaire associée est en noir continu et la droite en pointillés rouges correspond au modèle analytique de la poutre élancée encastree libre. ....	65
Figure 52 Amplitude de déplacement relative simulée par la méthode des éléments finis d'une poutre simple à sa fréquence de résonance vibrant à 2.96 MHz. Les zones rouges correspondent au maximum de l'amplitude de déplacement, les zones bleues au minimum. L'espace entre la poutre et le cadre de découplage vaut $202 \mu\text{m}$ . ....	67
Figure 53 Variation du facteur de qualité à l'encastrement simulé d'une poutre simple vibrant à 2.96 MHz en fonction de la longueur des bras entre la poutre le cadre de découplage.....	67
Figure 54 Simulations des amplitudes de vibrations du mode partiel d'ordre 3 des résonateurs ARQOMM haut : de type I, bas : de type II. ....	69
Figure 55 Schéma d'électrodes pour l'excitation et la détection du résonateur ARQOMM a) idéal, b) réalisé, c) réalisable.....	70
Figure 56 Charges surfaciques du mode fondamental de l'ARQOMM type I.....	72
Figure 57 Réseau d'électrodes simulé pour le mode fondamental, l'électrode de gauche en bleu est mise à 1V (symbole V encerclé) tandis que celle de droite en rouge est mise à 0 V (symbole de masse électrique).....	72
Figure 58 Charges surfaciques du mode partiel de l'ARQOMM type I.....	73
Figure 59 Equivalence de la collecte des charges du mode partiel vibrant à 3 fois la fréquence du fondamental.....	73

Figure 60 Configurations envisagées pour le mode partiel : a) la configuration idéale, b) configuration avec 2 segments sur 3 connectés. Les rubans de même couleur subissent le même potentiel, l'un est nul l'autre uniforme non nul.....	75
Figure 61 Configuration d'électrodes optimale et réaliste, à droite un gros sur les connexions des trois segments.....	75
Figure 62 Figures d'attaque obtenues par usinage chimique humide pour deux poutres taillées dans un wafer en coupe et orientées selon les axes X et Y et pour deux bains de gravures différentes, tiré de la référence [104]. ....	78
Figure 63 Configuration limite pour laquelle la figure d'attaque bloque le débouchage. ....	79
Figure 64 Haut : géométrie de résonateur ARQOMM de type 2 vibrant à 3 MHz après simulation d'usinage de 6h en utilisant les conditions de gravure ONERA. Section de poutres du résonateur selon l'axe X le long de la ligne rouge. ....	80
Figure 65 Haut : géométrie de résonateur ARQOMM de type 2 vibrant à 3 MHz après simulation d'usinage de 6h en utilisant les conditions de gravure ONERA. Section de poutres du résonateur selon l'axe Y le long de la ligne rouge. ....	81
Figure 66 Haut : géométrie de résonateur ARQOMM de type 2 vibrant à 3 MHz après simulation d'usinage de 6h en utilisant les conditions de gravure ONERA. Section de poutres du résonateur selon l'axe Y le long de la ligne rouge ....	81
Figure 67 Gauche géométrie de résonateur ARQOMM de type 2 vibrant à 3 MHz après simulation d'usinage de 6h en utilisant les conditions de gravure ONERA. Droite : zoom sur les figures d'attaques au niveau de la jonction des poutres.....	82
Figure 68 Section de poutres du résonateur selon l'axe Y le long de la ligne rouge de la figure précédente pour $d = 152 \mu\text{m}$ section correspondant à la ligne rouge sur la figure précédente $AR = 0.59$ .....	82
Figure 69 Mécanisme de création et d'entretien d'un plasma dans le cas d'une décharge luminescente continue.....	85
Figure 70 En haut, représentation schématique de la chambre du plasma entouré par des parois reliées à la masse. Le plasma est séparé en deux régions : la région centrale et la gaine au niveau des parois. En bas, variation du potentiel en fonction de la position suivant l'axe du plasma. ....	87
Figure 71 Variation du potentiel en fonction de la position. La gaine se situe entre l'objet et la coordonnée $s$ à partir de laquelle, le potentiel dans le plasma est quasi-constant et vaut $V_p$ . ....	88
Figure 72 Haut : schéma de la chambre du plasma, une fois l'électrode polarisée par un générateur RF via une capacité de blocage introduit. Bas : tension aux bornes de la capacité de blocage, a) : à l'état initial, b) : après établissement du régime permanent. Tiré de [123]. ....	89

Figure 73 Classification des trois types de gravure plasma suivant la pression de travail et l'énergie du bombardement ionique.....	90
Figure 74 Schémas des mécanismes de la gravure RIE.....	91
Figure 75 Schéma du dispositif de gravure sèche de type RIE.....	92
Figure 76 Schéma de dispositif à plasma dense en configuration ICP. ....	93
Figure 77 Photographie de l'équipement ICP-RIE utilisé durant les travaux. ....	94
Figure 78 a) Variation de la tension seuil requise en fonction du ratio F/C pour plusieurs gaz additifs [133], b) variation de la sélectivité en fonction du ratio F/C, tiré de [132] .....	96
Figure 79 A gauche : exemple de flancs sortants ; à droite : exemple de flancs rentrants. ....	98
Figure 80 Motifs de croix en résine SU8-2050 après rinçage, a) grandissement x50, b) grandissement x100.....	103
Figure 81 Observations au microscope optique de motifs du masque en SU8, a) avant gravure, b) après 60 min de gravure avec la recette adaptée au masque de résine épaisse. Sur l'image de droite, l'échantillon est toujours collé sur le support utilisé lors de la gravure DRIE : les motifs arrondis que l'observe en arrière-plan correspondent à la graisse à vide que l'on voit par transparence..	104
Figure 82 Image MEB de poutres de 250 µm de larges après gravure DRIE d'une durée de 1h en utilisant en masque de résine épaisse.....	105
Figure 83 Image MEB de poutres de 250 µm de larges après gravure DRIE d'une durée de 1h en utilisant en masque de résine épaisse.....	105
Figure 84 Schéma illustrant la méthode de mesure permettant l'estimation de la sélectivité. ....	106
Figure 85 Gauche : exemple de gravure chimique par voie humide de motifs en utilisant le TFB, droite : zoom sur les résidus au fond des tranchées. ....	108
Figure 86 Schéma de procédé du décollement de résine dans le cas habituel d'une résine inversible. ....	110
Figure 87 Procédé de décollement de résine ONERA utilisant un empilement de résine.....	111
Figure 88 Gauche : images de microscopie optique présentant des exemples de languettes de nickel sur des lignes de largeurs nominales 20 et 15 µm, droite : explication du phénomène observé. ....	112
Figure 89 Schéma de procédé mettant en évidence l'intérêt d'employer une résine LOR plus épaisse : le filet de nickel n'est plus continu. ....	113
Figure 90 images de microscopie optique présentant des exemples de poutres après amélioration du procédé de décollement de résine, a) : poutres de largeurs nominales 15 et 10 µm grandissement x200, b) : poutres de largeur nominale 10 µm grandissement x500.....	113
Figure 91 Poutre en nickel après décollement de résine avec le procédé optimisé, les lignes de 5 µm de largeur ont été surdéveloppées.....	114

Figure 92 a) Mesure de la profondeur de tranchées gravées pendant 2h30min, b) images MEB de l'interface nickel/quartz. ....	115
Figure 93 Image MEB d'un échantillon après 2h30 de gravure avec recette constructeur M=800. ...	116
Figure 94 Image MEB d'un échantillon après 2h30min de gravure avec la recette constructeur M=120. ....	116
Figure 95 Image MEB d'un flanc après 2h30min de gravure en vue de dessus tournée.....	117
Figure 96 Images de microscopie optique au grossissement x50 de l'évolution du fond de gravure en cours de gravure sur un échantillon réalisé par décollement de résine.....	118
Figure 97 Images de microscopie optique au grossissement x50 de l'évolution du fond de gravure d'un échantillon réalisé par décollement de résine avec un nettoyage de la chambre au préalable, à gauche : avant gravure, à droite : après une gravure de 90 min.....	119
Figure 98 Images de microscopie optique au grossissement x50 de l'évolution du fond de gravure d'un échantillon réalisé par gravure chimique du nickel avec un nettoyage de la chambre au préalable, à gauche : avant gravure, à droite : après une gravure de 90 min.....	119
Figure 99 Images de microscopie optique au grossissement x50 de l'évolution du fond de gravure d'un échantillon réalisé par décollement de résine avec un nettoyage de la chambre au préalable, à gauche : avant gravure, à droite : après une gravure de 90 min avec la recette enrichie en oxygène.....	120
Figure 100 Images de microscopie optique au grossissement x50 de l'évolution du fond de gravure d'un échantillon réalisé par gravure chimique du nickel avec un nettoyage de la chambre au préalable, à gauche : avant gravure, à droite : après une gravure de 90 min avec la recette enrichie en oxygène. La luminosité a été augmentée sur l'image de droite pour un meilleur aperçu du fond de la tranchée. ....	121
Figure 101 Image obtenue en microscopie électronique de sections de tranchées de quartz après 4h30min de gravure DRIE en utilisant la recette enrichie en oxygène.....	122
Figure 102 Image obtenue en microscopie électronique d'un flanc de tranchée de quartz après 4h30min de gravure DRIE en utilisant la recette enrichie en oxygène.....	122
Figure 103 Images MEB de deux tranchées obtenues après 2h30min de gravure en utilisant la gravure enrichie en oxygène sur un échantillon provenant d'un wafer de coupe X. ....	124
Figure 104 Réseaux d'électrodes dans le cas de dépôt sur les deux faces pour une poutre vibrant en extension-compression de longueur dans la direction Y, à gauche : la poutre provient d'un wafer de coupe Z, à droite : d'un wafer de coupe X.....	125
Figure 105 Profondeurs gravées de quartz e en fonction de largeur w des motifs pour différents temps de gravure.....	126

Figure 106 Mesures expérimentales de vitesses apparentes moyennes de gravure en fonction du rapport d'aspect et pour différentes durées de gravure. ....	127
Figure 107 Vue de coupe en imagerie électronique de deux tranchées de largeurs différentes gravées pendant 4 heures avec la recette de gravure enrichie en oxygène. ....	127
Figure 108 A gauche, ancien dessin de masque de gravure DRIE de l'ARQOMM 2D, à droite le nouveau dessin de masque ne comportant qu'un rapport d'aspect unique. ....	128
Figure 109 Modèle de flux proposé par Coburn et Winters dans le régime de Knudsen dans le cas d'une ouverture cylindrique [164]. ....	130
Figure 110 Variation de la profondeur gravée de quartz en fonction de la variation des dimensions latérales des motifs pour différentes durées de gravure des points expérimentaux (marqueurs) et des ajustements associés (lignes continues) pour $S_{pr}=1$ et $v_{substrat-0}=25\mu\text{m/h}$ . ....	131
Figure 111 Variation de la vitesse de gravure apparente en fonction du rapport d'aspect pour deux puissances de plateau. La puissance haute est 33% supérieure à la basse. ....	132
Figure 112 Variation de la profondeur gravée de quartz en fonction de la variation des dimensions latérales des motifs pour différentes durées de gravure des points expérimentaux (marqueurs) et des ajustements associés (lignes continues). Les ajustements des valeurs expérimentales utilisant la puissance plateau basse (jeux de données rouge, vert et bleu) ont été obtenus avec $S_{pr}=1$ et $v_{substrat-0}=25\mu\text{m/h}$ . L'ajustement des données utilisant la puissance plateau haute (violet) a été obtenu avec $S_{pr}=0.6$ et $v_{substrat-0}=30\mu\text{m/h}$ . ....	133
Figure 113 Variation de la vitesse de gravure moyenne normalisée .....	133
Figure 114 Masques de photolithographie, gauche : motifs des résonateurs ARQOMM 2D de type I, droite : électrodes. ....	135
Figure 115 Masques de photolithographie, gauche : vue d'ensemble ; milieu : gros plan sur quelques résonateurs, droite : gros plan sur un ARQOMM 2D de type 2 vibrant à 4,5 MHz. ....	136
Figure 116 Procédé de fabrication utilisant la gravure DRIE double face .....	137
Figure 117 Procédé de fabrication alternatif comprenant une étape de gravure DRIE et une étape de gravure chimique par voie humide. ....	138
Figure 118 Schéma de principe de la mesure par pont auto équilibré. ....	141
Figure 119 Mesures du module de l'impédance en échelle semi logarithmique (point bleus) et la courbe d'ajustement associé au modèle BVD (ligne continue bleue), de la phase de l'impédance (points rouges) et de la courbe d'ajustement associée (ligne continue rouge) d'un résonateur ARQOMM 2D en fonction du balayage en fréquence proche de la résonance et de l'antirésonance. ....	142
Figure 120 Schéma du montage de la méthode mesure dite de l'amplificateur de charges. ....	143



Figure 121 Photographie de l'échantillon collé sur son wafer support après 1h30min de gravure DRIE, à gauche : vue d'ensemble ; à droite : gros plan sur l'échantillon et mise en évidence des fissures. .... 145

Figure 122 Images au microscope optique au grossissement x100 d'une poutre et d'un pilier latéral d'un résonateur ARQOMM 2D de type I vibrant en théorie à 3 MHz : a) avant gravure DRIE, b) après 90 min de gravure en utilisant la recette de gravure enrichie en oxygène. .... 146

Figure 123 Images au microscope optique au grossissement x100 d'une poutre et d'un pilier latéral d'un résonateur ARQOMM 2D de type I vibrant en théorie à 3 MHz : a) après gravure DRIE et focalisation sur le masque de nickel, les points noirs correspondent à des pics de micro-masquage ; b) après gravure DRIE et focalisation sur le fond de tranchées..... 146

Figure 124 Images de microscopie optique obtenues au grossissement x100 de la face A du premier résonateur ARQOMM 2D fabriqué, a) une fois le résonateur décollé du wafer support, b) après les étapes de nettoyages. .... 147

Figure 125 Image de microscopie optique obtenue au grossissement x200 de la face B du premier résonateur ARQOMM 2D..... 148

Figure 126 Photographies de résonateurs ARQOMM 2D de type I réalisés à l'aide du procédé de double gravure DRIE, à gauche : gros plan sur un résonateur vibrant à 2,2 MHz, au milieu : plan large sur des résonateurs vibrant à 2,2 MHz (rangée supérieure) et 3 MHz (rangée inférieure, à droite : vue tournée d'un résonateur vibrant à 3 MHz. .... 149

Figure 127 Images de microscopie optique au grossissement x200 de la face arrière au niveau de la poutre centrale d'un résonateur vibrant à 3 MHz, à gauche : présence de languettes de quartz aux jonctions entre la poutre centrale et les piliers, à droite : élimination des languettes après 10 min de gravure DRIE supplémentaires. .... 149

Figure 128 Mesures expérimentales (marqueurs) des variations du module (rouge) et de la phase (bleu) de l'impédance d'un résonateur ARQOMM 2D de type I vibrant à 3 MHz ainsi que les ajustements associés en fonction de la fréquence balayée..... 150

Figure 129 Mesures expérimentales (marqueurs) des variations du module (rouge) et de la phase (bleu) de l'impédance d'un résonateur ARQOMM 2D de type I vibrant à 6,6 MHz sur le mode partiel ainsi que les ajustements associés en fonction de la fréquence balayée. .... 151

Figure 130 Mesures expérimentales du facteur qualité des résonateurs mesurés sous air et sous vide en fonction de la fréquence de résonance. Les fréquences 2,2 ; 3 et 4,5 MHz correspondent au mode fondamental, les fréquences 6,6 et 8.9 MHz au premier harmonique. .... 152

Figure 131 Variation du facteur de qualité à l'encastrement des structures ARQOMM 2D de type I et II obtenue par simulations MEF en fonction de l'angle de flanc sortant  $\beta$ ..... 153

Figure 132 Images obtenues à la binoculaire de réalisation d'ARQOMM de type I et II en utilisant le procédé de fabrication avec usinage chimique par voie humide des cavités, à gauche : résonateurs vibrants à 4,5 et 3,MHz ; à droite : structures vibrants à 3 MHz. ....	156
Figure 133 Images de microscopie optique d'un résonateur ARQOMM 2D de type I vibrant à 3 MHz au grossissement x100 à gauche et x200 à droite. ....	156
Figure 134 Images de microscopie optique d'un résonateur ARQOMM 2D de type II vibrant à 2,2 MHz au grossissement x100 à gauche et x200 à droite. ....	156
Figure 135 Mesures expérimentales du facteur qualité des résonateurs mesurés sous air et sous vide en fonction de la fréquence de résonance. Les fréquences 2,2 ; 3 et 4,5 MHz correspondent au mode fondamental, les fréquences 6,6 et 8.9 MHz au premier harmonique. ....	157
Figure 136 Images obtenues avec un microscope optique des faces arrière de structures vibrant à 3 MHz au grossissement x200, à gauche : usinage DRIE des cavités, à droite : usinage chimique par voie humide des cavités. ....	158
Figure 137 Mesures expérimentales du facteur qualité des résonateurs mesurés sous air et sous vide en fonction de la fréquence de résonance. Les fréquences 2,2 ; 3 et 4,5 MHz correspondent au mode fondamental, les fréquences 6,6 et 8.9 MHz au premier harmonique. ....	161
Figure 138 Photographie du wafer dont les cavités ont été usinées chimiquement et présentant des électrodes affinées. Le silicium fait apparaître deux zones, l'une gris brillant, l'autre noire et mate qui traduit une rugosité élevée. ....	161
Figure 139 Facteur de qualité mesuré sous vide en fonction de la fréquence de résonance des résonateurs dont les cavités ont été usinées chimiquement par voie humide pour des épaisseurs différentes d'électrodes. Les points rouges correspondent à une épaisseur d'or de 100 nm, les points bleus à une épaisseur d'or de 200 nm. ....	162
Figure 140 Facteurs de qualité maximaux mesurés (losanges bleus) et produits Qxf (carrés rouges) calculés en fonction de la fréquence de résonance des résonateurs dont les cavités ont été usinées chimiquement et dans le cas des électrodes affinées. ....	164
Figure 141 Image du résonateur ARQOMM 2D monté sur une embase TO5 par l'intermédiaire d'une couronne de quartz, a) vue d'ensemble, b) : zoom sur le résonateur. Les connexions entre les pads du résonateurs et les broches de l'embase sont réalisées avec de la colle H20E, le collage de la couronne sur l'embase et du résonateur sur la couronne sont faits avec la colle 353ND. ....	166
Figure 142 Photographie de deux résonateurs ARQOMM 2D montés sur deux embases TO8, elles-mêmes intégrées dans un boîtier cuivre. ....	167
Figure 143 Schéma de l'oscillateur complet mesuré. ....	168

Figure 144 Image du dispositif oscillant complet composé de l'électronique d'entretien et du résonateur.....	169
Figure 145 Photographie du dispositif expérimental de la mesure de la sensibilité thermique : a) enceinte climatique Vötsch, b) intérieur de l'enceinte.....	169
Figure 146 Schéma du montage expérimental réalisé pour la mesure de la sensibilité thermique. ....	170
Figure 147 Variation de la fréquence mesurée et simulée normalisée en fonction de la température.	170
Figure 148 Sensibilités thermiques du mode fondamental simulées du résonateur ARQOMM 2D de type I vibrant à 2,2 MHz pour différents angles autour de l'axe X et la sensibilité thermique mesurée. ....	172
Figure 149 Variation de la fréquence mesurée et simulée normalisée du mode partiel d'ordre 3 en fonction de la température. ....	173
Figure 150 Mesure de la déviation d'Allan de l'oscillateur prototype placé dans l'enceinte thermostatée autour du point d'inversion du mode fondamental. Chaque point de la courbe correspond à une moyenne des 20 points les plus bas sur une série de 100 mesures Chaque point de mesure des 100 séries est réalisé pour N=5 d'échantillons.....	174
Figure 151 Variation de la fréquence de sortie de l'oscillateur placé dans la chambre climatique autour du point d'inversion en fonction de la durée de la mesure. ....	176
Figure 152 Vieillessement quotidien d'oscillateurs de type OCXO miniatures et OCMO commerciaux en fonction de l'encombrement. ....	176

## Liste des tableaux

Table 1 Nom et origine des bruits considérés.....	12
Table 2 Types de bruit du modèle en lois de puissance de la densité spectrale de puissance et de la variance d'Allan et leurs pentes.....	15
Table 3 Composantes élastiques, piézoélectriques et permittivités des tenseurs du quartz $\alpha$ , tiré de [29]. .....	18
Table 4 Valeurs typiques des résonateurs historiques pour les applications de références de temps [44]. .....	30
Table 5 Famille d'oscillateur à quartz .....	34
Table 6 Tableau de comparaisons des spécifications d'oscillateurs OCXO et mini OCXO commercialisés ainsi que les principales technologies de type MEMS silicium et MEMS piézoélectrique.....	43
Table 7 Variation absolue en Hz de la fréquence de résonance pour une variation de cote de 1 $\mu\text{m}$ . ..	61
Table 8 Variation absolue en Hz de la fréquence de résonance pour une variation de cote de 1 $\mu\text{m}$ type 2.....	65
Table 9 Synthèse des résultats de simulations de la résistance motionnelle en fonction des différentes configurations d'électrodes.....	75
Table 10 Tendances attendues sur les caractéristiques de gravure dues à la variation de paramètres de gravure. ....	99
Table 11 Paramètres de gravure et résultats de gravure de la DRIE du quartz, de la silice ou du verre de la littérature. En gras, les paramètres records. ....	100
Table 12 Récapitulatif des essais menés pour investiguer la dégradation du fond de gravure. Tous les échantillons testés fabriqués par décollement de résine ou attaque chimique du nickel proviennent du même wafer.....	121
Table 13 Récapitulatif des caractéristiques principales des deux recettes évaluées : la recette constructeur et la recette enrichie en oxygène. ....	123
Table 14 Fréquences ciblées des résonateurs et longueurs de la poutre centrale du masque de photolithographie. ....	135

Table 15 Tableau récapitulatif des fréquences et longueurs cibles et des mesures expérimentales de fréquences, ainsi que les valeurs d'écart type, de précisions et de variations de longueurs équivalentes des mesures expérimentales dans le cas des résonateurs dont les cavités ont été usinées par DRIE. ....	154
Table 16 Tableau récapitulatif des fréquences et longueurs cibles et des mesures expérimentales de fréquences, ainsi que les valeurs d'écart type, de précisions et de variations de longueurs équivalentes des mesures expérimentales dans le cas des résonateurs dont les cavités ont été usinées par gravure chimique humide.....	157
Table 17 Récapitulatif des valeurs de facteurs de qualité, en milliers, correspondant aux mécanismes de pertes supposés et mesurés pour les résonateurs vibrant à différentes fréquences et dont les cavités ont été usinées par gravure DRIE ou gravure chimique par voie humide. ....	159
Table 18 Tableau récapitulatif des fréquences et longueurs cibles, des mesures expérimentales de fréquences, et des valeurs d'écart type, de précisions et de variations de longueurs équivalentes des mesures expérimentales dans le cas des résonateurs dont les cavités ont été usinées par gravure chimique humide. ....	162
Table 19 Récapitulatif des meilleurs facteurs de qualité mesurés des résonateurs en fonction de la fréquence de résonance du mode fondamental, de la méthode d'usinage des cavités et de l'épaisseur des électrodes.....	163
Table 20 Spécifications techniques des amplificateurs utilisés dans le circuit oscillateur. ....	168
Table 21 Tableau des performances ciblées de l'oscillateur OCMO et du résonateur quartz MEMS selon les applications visées.....	178
Table 22 Influence du choix de dépôt des électrodes et de la coupe cristalline sur la valeur de résistance motionnelle pour un résonateur de type poutre vibrant en extension-compression de longueur selon l'axe Y. Toutes les valeurs sont données pour un résonateur vibrant à 1 MHz et présentant un facteur de qualité de $10^6$ . ....	180

**Titre :** MEMS piézoélectriques pour applications temps-fréquence

**Mots clés :** quartz, oscillateur, résonateur MEMS, gravure réactive ionique profonde, facteur de qualité

**Résumé :** Les oscillateurs hautes performances mettent en œuvre un résonateur mécanique présentant un facteur de qualité élevé et vibrant à une fréquence typique de 10 MHz. Le résonateur est généralement une pastille de quartz, réalisée par usinage individuel, d'environ 200 mm<sup>3</sup>, et placée dans une enceinte thermalisée. Dans le contexte de miniaturisation des composants électroniques, conséquence du développement des technologies embarquées, des objets connectés et des nouvelles normes de télécommunication, une réduction du volume du résonateur et l'utilisation de procédés de fabrication collectifs permettraient une réduction importante de l'encombrement, du coût et de la consommation de ces oscillateurs. Pour répondre aux besoins de ces technologies émergentes, un résonateur planaire en quartz à haut facteur de qualité et réalisable à large échelle a été développé. Au cours de cette thèse, nous avons mis au point un procédé de fabrication original utilisant la

gravure réactive ionique profonde du quartz pour pallier l'impossibilité de graver le résonateur par l'usinage chimique standard par voie humide. L'optimisation d'une recette de gravure ionique adaptée à l'usinage de 100 µm de quartz, et ce, de manière anisotrope et présentant une faible rugosité ainsi que le développement du masque de gravure associé ont fait l'objet d'une attention particulière. La montée en maturité des moyens de fabrication a été validée par la réalisation de prototypes de résonateurs. Ces derniers ont présenté des facteurs de qualité à l'état de l'art des micro-résonateurs en quartz. Un premier prototype d'oscillateur intégrant un des résonateurs miniatures a également été caractérisé. Les performances mesurées et les pistes d'amélioration identifiées confirment la pertinence du résonateur développé pour des applications d'oscillateurs alliant hautes performances, faible consommation et encombrement réduit.

**Title :** Piezoelectric MEMS for frequency and time applications

**Keywords :** quartz, oscillator, MEMS resonator, deep reactive-ion etching, quality factor

**Abstract :** High-performance oscillators rely on a high quality factor resonator vibrating at 10 MHz. Such resonator is often a bulky quartz plate of about 200 mm<sup>3</sup>. It is individually manufactured and placed in an oven. In the context of electronic components miniaturization, as a consequence of the development of embedded technologies, connected objects and new telecommunication standards, a reduction in the volume of the resonator and the use of collective manufacturing processes would allow a significant reduction in the size, the cost and the consumption of these oscillators. To meet the needs of these emerging technologies, a high-quality, large-scale quartz planar resonator has been developed. In this thesis, we developed an original manufacturing process using quartz deep reactive-ion etching (DRIE) to overcome the impossibility

of etching the resonator by standard wet chemical etching. The optimization of an ionic etching recipe adapted to the etching of 100 microns of quartz, in an anisotropic manner and with a low roughness, as well as the development of the associated etching mask, required particular attention. The technological maturation of manufacturing processes has been validated by the production of prototype resonators. The latter presented quality factors in the state of the art of quartz micro-resonators. A first oscillator prototype incorporating one of the miniature resonators has also been characterized. The measured performances and the identified ways of improving confirm the relevance of the developed resonator for oscillator applications combining high performances, low power consumption and compact design.