



HAL
open science

Développement d'un résonateur auto-suspendu en technologie quartz-MEMS pour applications spatiales

Baptiste Fischer-Kaszuba

► To cite this version:

Baptiste Fischer-Kaszuba. Développement d'un résonateur auto-suspendu en technologie quartz-MEMS pour applications spatiales. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et des Microtechniques, 2025. Français. ⟨NNT : 2025SUPM0008⟩. ⟨tel-05577045⟩

HAL Id: tel-05577045

<https://theses.hal.science/tel-05577045v1>

Submitted on 2 Apr 2026

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.



HAL Authorization



**THÈSE DE DOCTORAT DE L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE
DE MÉCANIQUE ET DES MICROTECHNIQUES DE BESANÇON**

École doctorale n°37

Sciences Physiques pour l'Ingénieur et Microtechniques

Doctorat de Microtechniques

par

Baptiste FISCHER-KASZUBA

**Développement d'un résonateur auto-suspendu
en technologie quartz-MEMS pour applications spatiales**

Thèse soutenue à Châtillon, le 7 Novembre 2025

Composition du Jury :

Skandar BASROUR	Professeur, Université Grenoble-Alpes, Grenoble	Président
Thierry AUBERT	Professeur, Université de Lorraine, Nancy	Rapporteur
Bernard LEGRAND	Directeur de recherche, LAAS-CNRS, Toulouse	Rapporteur
Melvin PAQUIT	Ingénieur de recherche, AR-electronique, Besançon	Examineur
Thomas BARON	Ingénieur de recherche, SUPMICROTECH-ENSMM, Besançon	Directeur de thèse
Raphaël LEVY	Ingénieur de recherche, ONERA, Châtillon	Co-encadrant
Nicolas VOROBYEV	Ingénieur de recherche, CNES, Toulouse	Invité

À mes parents et à ma sœur.

À ma famille et mes amis.

À Chiara.

Remerciements

Je souhaiterais remercier ici l'ensemble des personnes qui ont contribué à l'accomplissement de ces travaux de recherche qui ont été réalisés au sein de l'Office National d'Études et de Recherches Aérospatiales de Châtillon. Cette thèse a été soutenue financièrement par le Centre Nationale d'Études Spatiales et par le labex FIRST-TF (projet Sucre2), et matériellement par le réseau français RENATECH et son installation technologique MIMENTO au sein du laboratoire FEMTO-ST à Besançon.

Je remercie évidemment les membres du jury : M. Skandar Basrou, professeur à l'Université Grenoble-Alpes, pour avoir examiné ma thèse et présidé ma soutenance de thèse ; MM. Thierry Aubert, professeur à l'Institut Jean Lamour et Bernard Legrand, directeur de recherche au LAAS-CNRS, d'avoir accepté d'être les rapporteurs de mes travaux ; ainsi que M. Melvin Paquit, ingénieur de recherche à AR-Electronique, pour son travail d'examineur.

Je tiens à remercier vivement Thomas Baron pour avoir dirigé mes travaux de thèse et m'avoir accompagné dans ce projet. Je te suis reconnaissant d'avoir partagé tes connaissances et tes conseils durant ces trois années, qui m'ont été d'une aide précieuse. Merci Thomas de m'avoir fait confiance pour mener ces travaux, d'avoir été à l'écoute et aussi d'avoir su me mettre au défi aussi bien durant ces travaux que pendant nos parties de fléchettes.

Je tenais également à remercier Nicolas Vorobyev pour avoir co-encadré cette thèse et pour son aide, en particulier lors du développement de l'électronique de l'oscillateur. Tes conseils m'ont permis de surmonter de nombreux problèmes, de comprendre leurs origines, et notamment d'aboutir à des résultats concrets.

Je souhaite remercier toute l'équipe CMT pour votre aide. Un grand merci à Raphaël Levy et à Pierre Lavenus pour avoir encadré mes travaux de thèse au sein de l'ONERA. Je vous remercie pour avoir su me consacrer du temps, d'avoir été bienveillant et de m'avoir fait confiance tout au long de la thèse. Merci pour avoir mis à mon profit vos connaissances aussi bien théoriques qu'expérimentales sur les résonateurs à quartz. Merci également à Amandine Andrieux-Ledier pour m'avoir aidé et soutenu au cours de cette thèse et notamment pour m'avoir appris à "challenger les CNRS", ce que j'ai pu appliquer auprès de Frédéric Fossard et Jean-Sébastien Mérot (LEM-CNRS). Je vous remercie tous les deux pour les nombreuses heures passées devant du NiF-NiF et pour ces superbes images avec une résolution atomique. Je remercie aussi évidemment Claude Chartier, Marc Pernice et Patrick Kayser pour les fabrications en salle blanche et les nombreux dépôts. Une pensée spéciale à mes collègues doctorants et ingénieurs de recherche, Étienne Carre, Jérémy Bonhomme, Lucas Hudeley, Charles Mauc, Jules De Maistret, Corentin Roche et Nathan

N’Kouka pour avoir su m’accompagner au cours de cette aventure et notamment pour ces after-works.

Un grand merci à ma famille et à mes amis sans qui cela aurait été difficilement possible. Merci à vous Maman et Papa pour votre soutien aussi bien moral que matériel, je vous remercie d’avoir toujours été là. Merci à toi aussi Éliisa, je suis très heureux d’être ton frère et je suis fier de toi. Merci à mes amis pour m’avoir accompagné pendant toutes ces années et pour beaucoup d’autres à venir. Merci à vous.

À toi, Chiara, une pensée particulière. Merci pour ton soutien infailible, tes encouragements quotidiens et ta présence constante à mes côtés. Merci d’avoir bravé ces innombrables allers-retours et d’avoir tenu bon malgré la difficulté de nos trop nombreux au revoir.

Liste des abréviations et notations

ALD : Atomic Layer Deposition
AFM : Atomic Force Microscope
BAW : Bulk Acoustic Wave
BVA : Boitier à Vieillissement Amélioré
BVD : Butterworth Van-Dyke
CNES : Centre National d'Études Spatiales
dB : Décibels
DRIE : Deep Reactive Ion Etching
EDS : Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy
 f_0 : Fréquence de fonctionnement
 f_a : Fréquence d'antirésonance
 f_r : Fréquence de résonance
FBAR : Film Bulk Acoustic Resonator
FEM : Finite Element Method
FEMTO-ST : Franche-Comté Électronique Mécanique Thermique et Optique - Sciences et Technologies
FIB : Focused ion beam
FPGA : Field Programmable Gate Array
HAADF : High-angle annular dark-field
HBAR : High-overtone Bulk Acoustic Resonator
HF : Acide fluorhydrique
ISL : Inter Satellite Link
MEB : Microscopie Électronique à Balayage
MEMS : Micro Electro-Mechanical System
MIMENTO : Microfabrication pour la Mécanique, les Nanosciences, la Thermique et l'Optique
ONERA : Office National d'Études et de Recherches Aérospatiales
ppb : partie par milliard, $\times 10^{-9}$
ppm : partie par million, $\times 10^{-6}$
Q : Facteur de qualité
QRM : Quad Relief Mounted
 R_m : Résistance motionnelle
RF : Radio-Fréquence
 S_{22} et S_{11} : Coefficients de réflexion des ondes
SAW : Surface Acoustic Wave
SC : Stress Compensated
SE : Secondary Electrons

TEM : Transmission Electron Microscopy

TMHD : Télémessure Haut Débit

TMTC : Télémessure-Télécommande

ToF-SIMS : Time of Flight - Secondary-ion mass spectrometry

XPS : X-ray Photoelectron Spectrometry

Table des matières

Remerciements	v
Liste des abréviations et notations	vii
Table des matières	xiii
Introduction	1
1 État de l’art des résonateurs	5
1.1 Historique des références de temps	5
1.2 Les applications des bases de temps	6
1.2.1 Les applications	6
1.2.2 Le cahier des charges CNES	7
1.3 Les différentes technologies de micro-résonateurs	8
1.3.1 Résonateurs MEMS en silicium	9
1.3.2 Résonateurs MEMS piézoélectrique	11
1.3.3 Résonateurs quartz-MEMS	12
1.3.3.1 Les résonateurs quartz-MEMS selon leur mode d’actionnement	13
1.3.3.1.1 Résonateurs à ondes de surface	13
1.3.3.1.2 Résonateurs à ondes de volume	14
1.3.4 Comparatif des différentes technologies de résonateurs	17
1.4 Les résonateurs en quartz à mode de cisaillement d’épaisseur	19
1.4.1 Le quartz et ses différentes coupes	19
1.4.2 Les différentes voies technologiques pour quartz à haute fréquence	22
1.4.2.1 Mesa inversé par usinage chimique	22
1.4.2.2 Mesa inversé par gravure DRIE	23
1.4.2.3 Collage-amincissement	23
1.4.3 La sensibilité aux paramètres extérieurs	24
1.4.3.1 Le critère fréquence-température du quartz	24
1.4.3.2 La stabilité en accélération	26
1.5 Les oscillateurs à quartz	28
1.5.1 Les familles d’oscillateurs	29
1.5.1.1 XO - Xtal Oscillator	29
1.5.1.2 TCXO - Temperature Compensated Xtal Oscillator	29
1.5.1.3 OCXO - Oven Controlled Xtal Oscillator	30
1.5.2 Comparatif des oscillateurs à quartz	30

1.6	Conclusion	32
2	Conception et modélisation d'un micro-résonateur auto-suspendu vibrant à 100 MHz et à faible sensibilité accélérométrique	35
2.1	Généralités : Principe de propagation d'une onde dans un solide piézoélectrique	35
2.1.1	Relations de la piézoélectricité	35
2.1.2	Fréquence d'un résonateur en cisaillement d'épaisseur	37
2.1.3	Modèles équivalents d'un résonateur	37
2.1.3.1	Modèle mécanique et modèle électrique équivalent	37
2.1.3.2	Modèle de Butterworth-Van Dyke	38
2.2	Conception de la partie active d'un résonateur vibrant en cisaillement d'épaisseur	40
2.2.1	Dimensionnement et optimisation des électrodes	41
2.2.1.1	Analyse du piégeage énergétique	42
2.2.1.2	Validation par la méthode des éléments finis	46
2.2.1.2.1	Confinement énergétique selon l'épaisseur de l'électrode	46
2.2.1.2.2	Estimation de l'écart de fréquence entre fondamental et 1er anharmonique	47
2.2.1.3	Bilan de l'optimisation des électrodes	48
2.2.2	Dimensionnement de la lame vibrante	49
2.2.2.1	Éloignement des fréquences parasites	49
2.2.2.1.1	Définition du modèle	49
2.2.2.1.2	Courbes de dispersion	50
2.2.2.1.3	Spectre de fréquences	52
2.2.2.1.4	Validation du modèle tridimensionnel par éléments finis	54
2.2.2.2	Analyse des différentes sources de pertes dans un résonateur	55
2.2.2.2.1	Les pertes thermoélastiques	57
2.2.2.2.2	Les pertes ohmiques	57
2.2.2.2.3	Les pertes viscoélastiques	59
2.2.2.2.4	Les pertes à l'encastrement	61
2.2.2.3	Bilan de la conception de la partie vibrante	62
2.3	Développement de suspensions pour limiter la sensibilité à l'accélération	63
2.3.1	Sensibilité à l'accélération d'un résonateur en cisaillement d'épaisseur	63
2.3.2	Minimisation de la variation de fréquence lors d'une accélération normale à la lame	63
2.3.2.1	Description du design du résonateur	64
2.3.2.2	Méthode de simulation de la sensibilité à l'accélération	65
2.3.2.3	Optimisation des suspensions	66

2.3.2.4	Description du phénomène permettant l'annulation de la sensibilité accélérométrique	68
2.3.3	Validation du comportement du résonateur sous une accélération quelconque	70
2.3.4	Bilan de la conception du résonateur	72
2.4	Estimation de la sensibilité thermique du résonateur	72
2.4.1	Validation du comportement thermique pour une coupe du quartz AT	72
2.4.2	Validation du comportement thermomécanique du résonateur sur substrat hybride	73
2.5	Conclusion	74
3	Mise en œuvre technologique d'un micro-résonateur sur wafer hybride	77
3.1	Description du procédé de fabrication	77
3.2	Étude de la gravure chimique du wafer support	78
3.2.1	Mise en évidence d'un problème de tenue du masque métallique pour la gravure BHF	78
3.2.2	Analyse de la surface du wafer aminci avant gravure chimique BHF	80
3.2.2.1	Analyse profilométrique et AFM	80
3.2.2.2	Analyse MEB	82
3.2.2.3	Analyse ToF-SIMS	83
3.2.3	Proposition de solution	84
3.3	Validation de la photolithographie en fond de cavité	85
3.3.1	Mise en évidence de la faisabilité de la photolithographie selon la profondeur	85
3.4	Gravure DRIE de la membrane	87
3.5	Étude des problématiques liées à la gravure DRIE	89
3.5.1	Étude de la fluorisation du masque dur de nickel après gravure DRIE à partir de gaz carbonofluoré	89
3.5.1.1	Mise en place d'une procédure expérimentale	90
3.5.1.1.1	Procédure de fabrication de l'échantillon étudié	90
3.5.1.1.2	Procédure de caractérisation	91
3.5.1.2	Analyse macroscopique à microscopique de l'évolution de l'état de surface et la composition chimique du nickel au cours du procédé de gravure par plasma carbonofluoré	92
3.5.1.2.1	Analyse macroscopique de l'état de surface	92
3.5.1.2.2	Analyse microscopique de l'état de surface et de la composition chimique par EDS	93
3.5.1.2.3	Analyse de l'extrême surface par XPS	97

3.5.1.3	Analyse à l'échelle nanoscopique de la structure et de la composition chimique du nickel au cours du procédé de gravure par plasma carbonofluoré	98
3.5.1.3.1	Analyse par microscopie à transmission de la structure	98
3.5.1.4	Proposition de solution pour le retrait de la couche de NiF ₂	100
3.5.1.5	Conclusion de l'étude de la contamination du nickel	101
3.5.2	Étude de l'interdiffusion d'électrode chrome / or dans un masque dur de nickel lors d'un procédé de gravure DRIE	101
3.5.2.1	Mise en place d'une procédure expérimentale	103
3.5.2.1.1	Procédure de fabrication	103
3.5.2.1.2	Procédure de caractérisation	103
3.5.2.2	Analyse micro et nanoscopique de l'empilement métallique au cours du procédé	104
3.5.2.2.1	Structure de l'empilement à l'état initial	104
3.5.2.2.2	Évolution de la structure et de la chimie de l'empilement au cours du procédé	105
3.5.2.3	Proposition de solution : l'alumine en tant que barrière de diffusion	106
3.5.2.3.1	Structure de l'empilement à l'état initial	106
3.5.2.3.2	Évolution de la structure et de la chimie de l'empilement au cours du procédé	107
3.5.2.4	Proposition de solution : Structuration des électrodes par spray-coating après la gravure DRIE	110
3.5.3	Conclusion partielle	110
3.6	Application des solutions aux problèmes liés à la DRIE	111
3.6.1	Utilisation d'une barrière de diffusion	111
3.6.2	Utilisation du spray-coating	112
3.7	Conclusion	114
4	Caractérisation des résonateurs et prototypage d'un oscillateur	117
4.1	Caractérisation du résonateur selon la coupe du quartz	117
4.1.1	Variation de design entre les résonateurs	117
4.1.2	Caractérisation des résonateurs en coupe (YXl) / 36°	118
4.1.2.1	Caractérisation des résonateurs avant l'ajout d'une barrière de diffusion	118
4.1.2.2	Caractérisation des résonateurs avec une barrière de diffusion	119
4.1.2.2.1	Mesure du fondamental	119
4.1.2.2.2	Mesure des harmoniques	120
4.1.2.2.3	Comparaison entre la modélisation et les mesures expérimentales	121

4.1.2.3	Résonateur fabriqué par spray-coating avec des électrodes en aluminium	123
4.1.2.3.1	Mesure du fondamental	123
4.1.2.3.2	Mesure de l'ensemble des résonances	125
4.1.2.3.3	Mesure du comportement thermique	125
4.1.2.3.4	Comparaison entre la modélisation et les mesures expérimentales	127
4.1.2.3.5	Comparatif des électrodes en aluminium et des électrodes en or	128
4.1.3	Caractérisation des résonateurs en coupe SC	128
4.1.3.0.1	Mesure de l'ensemble des résonances	129
4.1.3.0.2	Comparaison du fondamental des modes-B et C	130
4.1.3.0.3	Mesure du comportement thermique	131
4.2	Encapsulation du résonateur	135
4.2.1	Connexion à l'embase	135
4.2.2	Mise sous vide	136
4.3	Développement du circuit électronique d'entretien de l'oscillateur	137
4.3.1	Paramètres du résonateur monté en oscillateur	138
4.3.2	Choix du type d'oscillateur	138
4.3.3	Simulation de l'oscillateur	139
4.4	Caractérisation de l'oscillateur	141
4.4.1	Mesure de la fréquence et du signal de l'oscillateur	142
4.4.2	Mesure du bruit de phase de l'oscillateur	142
4.4.3	Caractérisation de la variance d'Allan de l'oscillateur	146
4.5	Conclusion	147
	Conclusion générale et perspective	149
	Bibliographie	155
	Annexe	173
A	Résonateur sur wafer hybride quartz-quartz à cavité fermée	173
A.1	Description du procédé de fabrication	173
A.2	Thermocollage or-or des wafers et amincissement sur cavité	174
A.3	Caractérisation de l'amincissement du wafer supérieur	175
A.4	Gravure DRIE du wafer	176
A.5	Propositions de solution	177
A.5.1	Solution au problème de l'amincissement	177

Introduction

L'utilisation de base de temps miniature s'est imposée comme une nécessité dans de nombreux domaines de l'électronique moderne, aussi bien dans les appareils grand public (montres, téléphones, ordinateurs) que dans les systèmes professionnels de télécommunication ou de géolocalisation [1]. Le quartz est depuis longtemps et reste encore le matériau de prédilection pour le développement de résonateurs et d'oscillateurs, grâce notamment à ses propriétés piézoélectriques et sa stabilité en température. Cependant, bien qu'il soit performant, il reste sensible aux perturbations environnementales comme la pression ou les contraintes mécaniques. Cette limite devient particulièrement contraignante face à la demande de miniaturisation croissante, notamment pour des applications embarquées pour lesquelles la sensibilité accélérométrique est critique.

Les procédés technologiques utilisés pour la fabrication des résonateurs à quartz conventionnels deviennent alors une limite puisqu'ils sont incompatibles avec l'échelle microscopique. Pour répondre à ces nouveaux besoins, les résonateurs MEMS (*Micro Electro-Mechanical Systems*), principalement à base de silicium ou de silicium lié à une couche piézoélectrique, émergent comme une solution à la demande de miniaturisation. En effet, bénéficiant des procédés de fabrication de la micro-électronique, ils peuvent être fabriqués avec une production en série. Cependant, malgré leur avantage de compacité et leur coût réduit grâce à la fabrication collective, leurs performances restent encore inférieures à celles des résonateurs en quartz, en raison notamment de leur grande sensibilité thermique et de leur impédance élevée.

Plusieurs équipes de recherche se sont penchées sur la problématique de la miniaturisation des résonateurs à quartz. Kubena *et al.* [2] ont, par exemple, développé un micro-résonateur vibrant en cisaillement d'épaisseur à une fréquence de 32 MHz sur son fondamental. Ce résonateur est également conçu pour être isolé des contraintes mécaniques de son substrat. Pour répondre aux contraintes de fabrication, les auteurs ont mis en œuvre un procédé collectif basé sur l'utilisation d'un wafer aminci rapporté quartz sur silicium, combiné à une gravure DRIE (*Deep Reactive Ion Etching*) du quartz. Ceci a permis d'aboutir expérimentalement à un résonateur avec un bon facteur de qualité et une faible résistance motionnelle. Les résultats ont également confirmé que l'utilisation d'une lame fine permet l'obtention de résonateurs à bon facteur de qualité vibrant sur leur mode fondamental. Toutefois, ces travaux se sont concentrés principalement sur la réduction des pertes de support, sans traiter d'autres limitations potentielles. Par ailleurs, des problèmes d'interdiffusion des métaux, liés à leur procédé de fabrication, ont été mis en évidence. Dans une autre approche, au sein de l'unité CMT, Chapellier [3] a réalisé, dans le cadre de sa thèse, un micro-résonateur vibrant en extension-compression à une fréquence fondamentale de 2,2 MHz et avec une forte compacité. Ce résonateur a été conçu

afin de minimiser les pertes à l'encastrement, ce qui a été rendu possible uniquement grâce à la géométrie complexe du résonateur. Une méthode de fabrication collective intégrant la gravure DRIE et le principe de méso inversé a été développée à cet effet. Ces travaux ont permis de vérifier l'usage de géométries complexes dans la fabrication d'un résonateur, et grâce à l'utilisation de la technologie DRIE du quartz mise au point lors de la dernière décennie et maîtrisée à l'ONERA. Néanmoins, un écart significatif entre les performances simulées et expérimentales a été observé, soulignant certaines limites du procédé.

Ces études ont démontré qu'il était possible de concevoir et fabriquer des résonateurs quartz-MEMS miniaturisés avec de bonnes performances (facteur de qualité élevé, faible résistance motionnelle) en utilisant des procédés collectifs basés sur la gravure DRIE et des géométries optimisées. Cependant, ces travaux présentent des limitations, notamment avec des écarts entre les performances simulées et expérimentales, révélant des limites dans la maîtrise des procédés de fabrication.

Ces travaux de thèse ont pour but d'explorer une approche originale de fabrication collective de résonateurs quartz-MEMS, en s'appuyant sur l'intégration de wafers quartz sur quartz et sur la gravure DRIE. L'objectif est de développer un résonateur miniaturisé à 100 MHz, performant et reproductible, répondant aux contraintes d'intégration et de stabilité de fréquence nécessaire pour l'intégration au sein d'un micro-oscillateur thermostaté.

Cette thèse, co-financée par le Centre National d'Études Spatiales (CNES) et l'Office National d'Études et de Recherches Aérospatiales (ONERA), est réalisée essentiellement à l'ONERA dans l'unité « Capteurs et Microtechnologie », en ce qui concerne la conception et une partie des réalisations et de la caractérisation. Et à l'institut de recherche FEMTO-ST dans l'équipe « Composants et Systèmes Micro-acoustiques » du département « Temps-Fréquence » pour une partie complémentaire des réalisations, ainsi que des caractérisations.

Ce manuscrit, composé de quatre chapitres, sera consacré dans un premier temps (Chapitre 1) à l'étude bibliographique des résonateurs MEMS, de leurs architectures, des voies technologiques et de leur intégration en oscillateur. Il permettra de sélectionner le type de technologies qui pourra répondre à la problématique de miniaturisation et de performance. Différentes technologies de résonateurs y sont présentées, selon le matériau et le mode de vibration permettant d'atteindre une fréquence de 100 MHz. Les différentes technologies y sont comparées selon leur facteur de qualité et leur résistance motionnelle pour en déduire la meilleure technologie possible pour l'intégration en oscillateur. Puis, une partie sera dédiée à la comparaison des oscillateurs, avec notamment les oscillateurs MEMS silicium et les oscillateurs à quartz.

En prenant en compte les nouvelles possibilités offertes par l'utilisation de wafers hybrides et de la gravure DRIE du quartz, un nouveau design de résonateur est développé dans le chapitre 2. La partie vibrante du résonateur est, dans un premier temps, analysée

et optimisée afin de permettre un confinement énergétique et une isolation acoustique maximal du résonateur. Puis dans un second temps un design permettant théoriquement une sensibilité à l'accélération inférieure à $10 \times 10^{-12} \text{ Hz}$ est présenté, celui-ci repose sur l'optimisation du système de suspension.

Une fois le résonateur conçu, un procédé de fabrication est développé dans le chapitre 3. Différents verrous technologiques y sont présentés, avec notamment une étude portant sur des problématiques liées à la gravure DRIE, un phénomène de contamination par des résidus en fin de procédé est caractérisé et analysé, puis un phénomène de dégradation des électrodes est mis en avant par des caractérisations par microscopie électronique à transmission. Enfin, des solutions sont proposées pour pallier à ces différents problèmes. Finalement, l'application de ces solutions dans le procédé de fabrication est mise en avant.

Pour finir, le dernier chapitre 4 porte sur la caractérisation électrique des résonateurs selon la coupe du quartz utilisée, et le matériau d'électrode déposé. Une comparaison est réalisée selon les variations du design effectuées sur le masque de photolithographie. Finalement, à partir d'un résonateur conçu et fabriqué au cours de la thèse, un prototype d'oscillateur est développé puis caractérisé, notamment pour connaître sa stabilité et pouvoir le placer au sein d'un état de l'art d'oscillateur industriel.

Chapitre 1 –État de l’art des résonateurs

Objectif : Ce chapitre aborde les enjeux et les applications liés à la miniaturisation des bases de temps, telles que les oscillateurs. Dans un premier temps, les objectifs de la thèse sont définis à travers un cahier des charges précisant les performances attendues du résonateur et de l’oscillateur qui l’intègre. Par la suite, les principales technologies de résonateurs et les matériaux associés sont examinés, de même que les procédés de fabrication disponibles pour leur réalisation. Une attention particulière est portée au choix du matériau et au type d’architecture de résonateur retenus pour satisfaire les exigences du cahier des charges. Enfin, une comparaison des différentes architectures d’oscillateurs est proposée, en vue de situer les résultats obtenus dans le cadre de ces travaux par rapport à l’état de l’art.

1.1 Historique des références de temps

La mesure du temps remonte à l’antiquité avec un développement étroitement lié à l’observation de phénomènes astronomiques. Les premières formes d’appareil de mesure s’appuient sur des cycles naturels, telle l’alternance jour/nuit, avec des dispositifs comme le cadran solaire. Puis des évolutions technologiques comme les clepsydres (horloge à eau) ont permis une mesure continue du temps de manière indépendante du soleil.

L’avènement de l’horloge mécanique au XIII^e siècle constitue un tournant pour la mesure du temps, basée sur l’utilisation d’un échappement, type échappement à ancre suisse, il a pour but d’entretenir et de compter les oscillations du pendule d’une horloge ou du balancier d’une montre, afin de réguler une source d’énergie continue comme un poids ou un ressort. L’introduction du pendule par Christiaan Huygens en 1656 améliore considérablement la précision et pose les bases de l’horlogerie moderne, celle-ci offre une stabilité de fréquence à 1 s de l’ordre de 10^{-5} .

Avec la découverte de la piézoélectricité en 1880 par Pierre Curie [4] et l’émergence de l’électronique, le premier oscillateur piézoélectrique est mis au point par Cady en 1918 [5]. De cette découverte va découler la première forme pratique et commerciale d’une horloge à quartz, la *Crystal Clock* de Marrison en 1930 [6]. L’accélération technologique aboutira aujourd’hui à des oscillateurs ultra-stables à quartz avec des records de stabilité de fréquence à 1 s de $2,5 \times 10^{-14}$ [7] et une stabilité classique pour un OCXO de 1×10^{-12} , ce qui en fait la technologie la plus performante en terme de stabilité à court terme ($\simeq 1$ s) et de bruit de phase.

La révolution quantique a permis le développement d’horloges atomiques fondées sur la fréquence de transition entre deux états hyperfins d’un atome. La première démonstration

d'une horloge atomique opérationnelle fut réalisée en 1949 par Harold Lyons du National Institute for Standards and Technology (NIST) aux États-Unis. Cependant, c'est l'horloge au césium 133 de Louis Essen et Jack Parry, développée en 1955 au National Physical Laboratory à Londres [8], qui a permis une adoption plus large. Aujourd'hui les horloges atomiques possèdent une excellente stabilité de fréquence à long terme ($\geq 1 \text{ jour}$) bien meilleur qu'un OCXO mais une stabilité à court terme (@ 1 s) de l'ordre de 1×10^{-11} à 1×10^{-13} [9], pour un encombrement allant de taille d'une pièce de monnaie [10] à la taille d'une table.

1.2 Les applications des bases de temps

1.2.1 Les applications

Dans le spatial, les bases de temps sont largement utilisées dans les satellites. L'avènement du NewSpace ("Nouvel Espace" en français ou "spatial entrepreneurial") a permis de réduire les coûts des missions grâce à l'emploi d'objets plus légers et moins énergivores et de faciliter l'observation scientifique, mais au coût de norme de qualité moins exigeante pour ces satellites. La partie suivante montre l'intérêt de la miniaturisation et du développement de bases de temps compactes, à haute fréquence et avec une bonne stabilité fréquentielle.

- La miniaturisation des satellites (comme les nanosatellites CubeSat) impose des contraintes sévères de masse (entre 1 et 10 kg), de volume (10 cm de côté par cube) et de consommation énergétique. C'est pourquoi chaque composant doit être compact et économe [11]. Les bases de temps n'échappant pas à cette règle, il est nécessaire de réduire leurs dimensions afin d'alléger l'ensemble et d'abaisser les besoins en puissance électrique, tout en conservant une stabilité temporelle suffisante pour la navigation, la synchronisation des instruments et la communication spatiale.
- L'augmentation des débits des équipements de télécommunications spatiaux tels que TMTC (Télémessure-Télécommande), TMHD (Télémessure Haut Débit) et ISL (Inter Satellite Link), demande d'élargir la bande passante, d'utiliser des modulations complexes et/ou d'améliorer la qualité du signal. En effet, tous ces équipements sont basés sur le *Soft Defined Radio*, qui est lui même basé sur la technologie FPGA, qui demande aujourd'hui une fréquence d'horloge de 50 MHz [12]. L'augmentation de la fréquence des oscillateurs à quartz, embarqués en tant qu'horloge ultra-stable, est une solution qui permet de générer plus précisément des signaux RF (Radio-Fréquence), en réduisant le bruit de phase et en assurant une synchronisation fine, ce qui est essentiel à la fiabilité des transmissions spatiales à haut débit.
- L'augmentation de la précision des systèmes de navigation, passe également par l'amélioration des bases de temps. En effet, pour déterminer la distance entre un satellite et un récepteur, il est essentiel que leurs horloges soient parfaitement syn-

chronisées. Une désynchronisation d'une microseconde peut provoquer une erreur de position de plusieurs centaines de mètres, due à la vitesse du satellite (plusieurs kilomètres par seconde). Les satellites utilisent généralement des horloges atomiques ultra-précises, tandis que les récepteurs, limités par des contraintes de coût et d'encombrement, se contentent souvent d'oscillateurs à quartz moins stables dans le temps. Cependant, en améliorant la stabilité fréquentielle du récepteur, il est alors possible d'améliorer la précision de navigation.

1.2.2 Le cahier des charges CNES

La partie précédente montre des applications dont l'intérêt est la miniaturisation des bases de temps. Pour fixer les objectifs de ce développement, un cahier des charges a été mis en place avec le CNES, notamment pour le résonateur qui est résumé dans la table 1.1 et pour l'oscillateur qui est résumé dans la table 1.2.

TABLE 1.1 – Spécification du résonateur pour répondre au cahier des charges

Paramètre	Valeur
Fréquence nominale	100 MHz
Mode de vibration fonctionnel	Fondamental
Point d'inversion	75 - 105°C
Résistance motionnelle R_m	< 150 Ω
Capacité motionnelle C_m	0,15 - 0,25 fF
Capacité parasite C_0	< 3,0 pF
Produit $Q \times f$	> $8 \times 10^{12} \text{ Hz}$
Résonance mécanique (mode propre)	> 1 kHz

Les valeurs présentées dans cette table 1.1, fixe différents paramètres comme : la fréquence de fonctionnement du résonateur à 100 MHz ; le point d'inversion dans une plage de 75 - 105°C, qui permettra d'avoir une grande stabilité en température une fois le résonateur intégré dans un oscillateur thermostatée ; des paramètres motionnelles pour permettre une intégration facile dans le circuit électronique ; et des conditions sur sa sensibilité mécanique.

La figure de mérite $Q \times f$ est utilisée préférentiellement par rapport au facteur de qualité Q seul, puisqu'elle permet de comparer des résonateurs entre eux, même si ceux-ci n'ont pas la même fréquence de résonance f_r . De plus, ce produit montre l'écart avec la limite théorique du quartz qui est de $Q \times f = 3,2 \times 10^{13} \text{ Hz}$ [13].

Le cahier des charges fixe également des spécifications pour l'oscillateur, qui sont résumées dans la table 1.2.

TABLE 1.2 – Spécification de l’oscillateur pour répondre au cahier des charges

Paramètre	Valeur
Variance d’Allan @ 1 s	1×10^{-10}
Bruit de phase @ 1 kHz	-120 dBc/Hz
Bruit de phase @ 10 kHz	-140 dBc/Hz
Bruit de phase @ 100 kHz	-155 dBc/Hz
Bruit de phase @ 1 MHz	-170 dBc/Hz
Plancher de bruit de phase	-170 dBc/Hz
Sensibilité à l’accélération	$\pm 1 \text{ ppb/g} = \pm 1 \times 10^{-9}/g$

La spécification de l’oscillateur porte notamment sur sa stabilité en fréquence et en phase, qui ont été choisis pour répondre à des applications de télé-communication. Elle porte aussi sur la stabilité en accélération, qui devient un critère de plus en plus important dans l’industrie.

1.3 Les différentes technologies de micro-résonateurs

De nombreux types de micro-résonateurs ont été développés avec différents matériaux et architectures pour la réalisation d’oscillateur. L’ensemble de ces micro-résonateurs peut être qualifié de MEMS.

Les résonateurs MEMS sont des structures miniatures vibrantes réalisées en utilisant les techniques de microfabrication. Ces résonateurs varient en taille de quelques microns à plusieurs millimètres. Plusieurs modes de vibrations peuvent être utilisés dans ces dispositifs pour générer des fréquences allant de 10 kHz à 20 GHz [14]. Les modes suivants sont généralement classifiés en fonction de leurs contraintes dominantes ou de leur géométrie. Ils sont distingués de manière non exhaustive ci-dessous :

- La flexion : 10 kHz à 10 MHz
- Les modes de contours et de Lamb : 10 MHz à 10 GHz
- L’extension compression : 500 MHz à 20 GHz
- Le mode de cisaillement : 10 MHz à 2 GHz

Les résonateurs peuvent par ailleurs être classifiés selon leur matériau et le mode d’actionnement mis en oeuvre. Les résonateurs MEMS en silicium utilisent un actionnement capacitif pour l’excitation du mode de vibration ; les résonateurs MEMS piézoélectriques utilisent une couche piézoélectrique déposée sur une structure de résonateur en silicium et les résonateurs quartz-MEMS sont réalisés entièrement en quartz et exploitent la piézoélectricité de ce matériau pour leur actionnement.

1.3.1 Résonateurs MEMS en silicium

Les résonateurs MEMS en silicium, et plus particulièrement les oscillateurs MEMS, ont été commercialisés pour la première fois au début des années 2000 [15]. Ces oscillateurs présentent l'avantage majeur d'utiliser les avancées technologiques de la DRIE du silicium pour pouvoir atteindre de très faibles dimensions ($< 20 \text{ mm}^3$). Les résonateurs, qui y sont intégrés, possèdent généralement des facteurs de qualité élevés grâce à une conception optimisée des ancrages et notamment des pertes à l'encastrement [16].

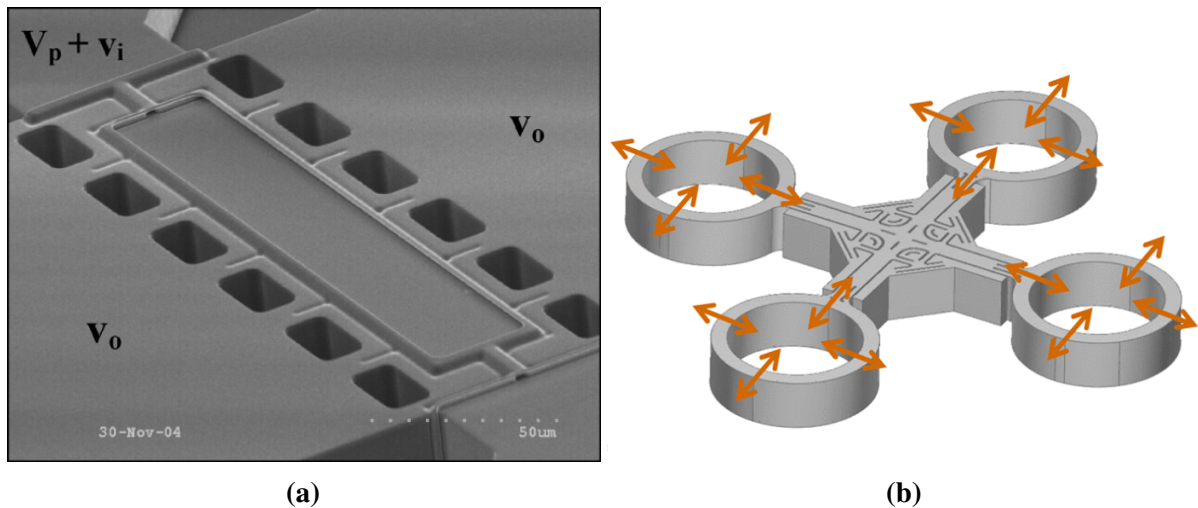


FIGURE 1.1 – Résonateur MEMS en silicium à activation capacitive, (a) Résonateur de type SiBAR à 86 MHz [17] et (b) Résonateur de SiTime à 48 MHz [15]

La figure 1.1 présente deux résonateurs MEMS en silicium :

Le premier résonateur est un résonateur haute fréquence de type SiBAR pour *Silicon Bulk Acoustic-wave Resonator* [18]. Celui-ci utilise un actionnement capacitif de son mode de résonance en extension-compression de largeur, ce qui lui permet d'atteindre un facteur de qualité de 77 000 à 86 MHz soit un produit $Q \times f$ de $6,6 \times 10^{12}$ Hz. Ce type de résonateur est fabriqué en utilisant le procédé de fabrication HARPSS pour *High Aspect Ratio Polysilicon and Single-crystal Silicon* sur SOI pour Silicon On Insulator. Le procédé HARPSS-on-SOI a permis de fabriquer ce type de résonateur avec des interstices capacitifs ultra-fins et à très grand rapport d'aspect, grâce à seulement trois étapes de photolithographie. Ce processus commence par l'oxydation thermique de la surface du substrat SOI, suivie de gravures précises et de dépôts de couches minces, permettant de définir la forme des résonateurs et de créer des interstices aussi petits que quelques dizaines de nanomètres.

Le second résonateur haute fréquence est de l'entreprise SiTime. Il utilise quatre anneaux reliés entre eux par des poutres et utilise également un actionnement capacitif pour exciter le mode de résonance des anneaux [19]. Cela lui permet d'atteindre un facteur de qualité proche de 150 000 à 48 MHz soit un produit $Q \times f$ de $7,2 \times 10^{12}$ Hz.

Les travaux de Lee [19] montrent également l'architecture de l'oscillateur, qui pour compenser la sensibilité thermique du résonateur (-30 ppm/K) utilise un synthétiseur fractionnaire associé à un convertisseur température-numérique (*Temperature-to-Digital Converter*) et une PLL *phase-locked-loop*, permettant de stabiliser le signal de sortie à $\pm 0,2$ ppm (partie par million, $\times 10^{-6}$) sur la plage -40 à 85°C, tout en optimisant les performances de bruit de phase, qui atteint un plancher de -145 dBc/Hz à 10 kHz.

Les résonateurs en silicium possèdent divers avantages comme une méthode de fabrication robuste et fiable, une forte compacité et la possibilité d'obtenir de fort facteur de qualité. Cependant, les résonateurs en silicium possèdent également des inconvénients majeurs qui sont liés au choix de la transduction et à la nature même du matériau. L'excitation du résonateur se fait par transduction capacitive, qui génère une force électrostatique grâce à une différence de potentiel appliqué entre deux électrodes. La résistance motionnelle pour ce type d'activation suit la relation suivante 1.1 [18] :

$$R_m = \frac{\gamma \cdot d^4 \cdot \sqrt{K \cdot M}}{Q \cdot \epsilon_0^2 \cdot V_p^2 \cdot L^2 \cdot t^2} \quad (1.1)$$

avec γ le ratio de couplage, d l'écart entre les électrodes [m], M la masse effective [kg], K la raideur du résonateur [$kg s^{-2}$], Q le facteur de qualité du résonateur, ϵ_0 la permittivité du vide [$A^2 s^4 kg^{-1} m^{-3}$], V_p la tension de polarisation [V], L la longueur de l'électrode [m] et t est l'épaisseur de la structure [m]. Cette relation met en avant l'importance de la taille du gap capacitif sur la résistance motionnelle et explique notamment la complexité d'obtenir une faible résistance motionnelle pour ce type de résonateur. Elle met également en avant la non linéarité de la résistance en fonction de la tension d'excitation. Dans le cas d'un résonateur avec une longueur L de 200 μm , une largeur W de 40 μm , une épaisseur t de 20 μm , une largeur de gap d de 200 nm, un facteur de qualité Q de 100 000 et une fréquence de 100 MHz, la résistance motionnelle du résonateur est d'environ 15 $k\Omega$. Or, une forte résistance motionnelle entraîne des complications pour le développement et la mise en fonctionnement d'un oscillateur conçu à partir de ce type de résonateur.

L'autre inconvénient majeur de ce type de résonateur est directement lié au silicium, puisque ce dernier possède un coefficient fréquence-température de -33 ppm/K (quartz : $\sim 0,2$ ppm/K) et doit être compensé lors de la réalisation d'un oscillateur. Cette compensation se fait soit par un dopage extrême du silicium pour modifier ce coefficient [20], soit par une compensation électronique qui génère une consommation excessive de courant ($\sim 0,2$ W) vis à vis d'un oscillateur à quartz ($\leq 0,1$ W).

1.3.2 Résonateurs MEMS piézoélectrique

Les résonateurs MEMS piézoélectriques sont constitués d'un résonateur en silicium sur laquelle une couche de matériau piézoélectrique est déposée. Cette dernière permet de remplacer l'actionnement capacitif par un actionnement piézoélectrique. Les matériaux utilisés sont généralement du nitrure d'aluminium ou de l'oxyde de zinc [21]. Ces résonateurs sont généralement très compacts, mais avec un facteur de qualité généralement peu élevé et du fait de l'amortissement généré par la couche de matériau piézoélectrique un produit $Q \times f$ de l'ordre de 1×10^{12} Hz.

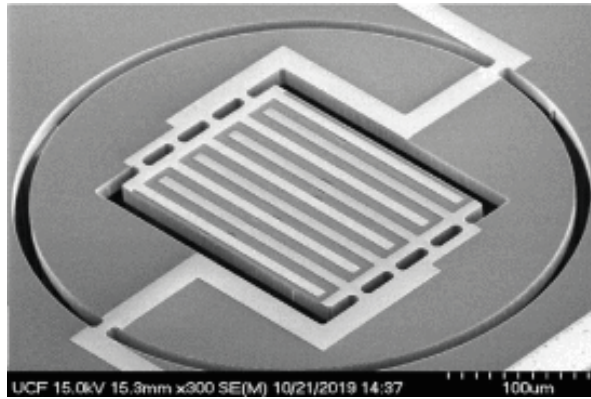


FIGURE 1.2 – Résonateur à mode de Lamé sur transducteur en AlN vibrant à 185 MHz [22]

La figure 1.2 présente un résonateur MEMS piézoélectrique avec une architecture FBAR (Film Bulk Acoustic Resonator) avec un actionnement fait grâce à une couche mince de nitrure d'aluminium dopé scandium déposé sur du silicium fortement dopé. Ce résonateur montre un facteur de qualité élevé, avec un produit $Q \times f$ de $4,3 \times 10^{12}$ Hz dans le vide et une résistance motionnelle relativement faible d'environ 170Ω . Ce résonateur montre une caractéristique intéressante pour l'intégration dans un oscillateur thermostaté, avec notamment un point d'inversion en température proche de 100°C . En revanche, les inconvénients soulignés concernent la complexité de fabrication pour les couches épaisses nécessaires à basse fréquence, ainsi que la difficulté à maintenir une haute efficacité de couplage pour les modes fondamentaux et la forte sensibilité du silicium en température..

Ces résultats sont caractéristiques de résonateurs MEMS piézoélectriques, c'est à dire un facteur de qualité et une résistance motionnelle suffisante pour pouvoir intégrer le résonateur dans un oscillateur, mais au prix d'une fabrication complexe.

1.3.3 Résonateurs quartz-MEMS

Les résonateurs quartz-MEMS utilisent la piézoélectricité naturelle du quartz pour mettre en vibration le résonateur et les moyens de fabrication des technologies MEMS pour les réaliser. La figure 1.3 montre des réalisations de résonateurs quartz-MEMS.

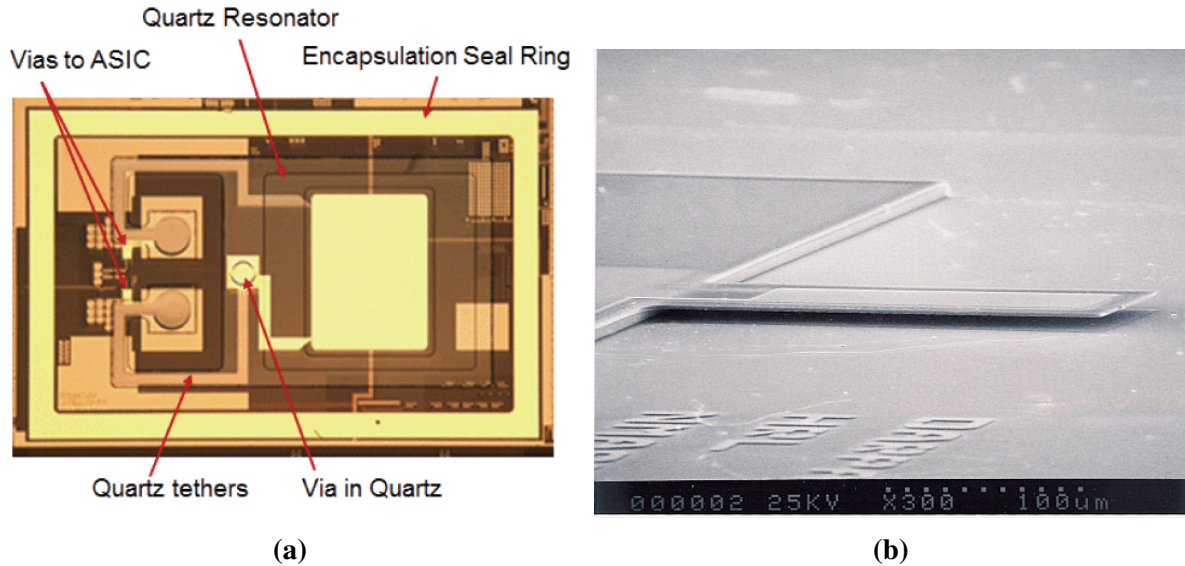


FIGURE 1.3 – Résonateurs quartz-MEMS en cisaillement d'épaisseur, (a) Résonateur QMEMS sur son fondamental à 32 MHz [2] et (b) Résonateur QMEMS sur son 3ème harmonique à 2,72 GHz [23]

La figure 1.3 montre deux résonateurs quartz-MEMS vibrant en cisaillement d'épaisseur. Le premier est un résonateur conçu par Kubena [2]. Il présente dans son papier une structure complète avec un oscillateur compensé en température vibrant à 32 MHz avec une électronique entièrement intégrée dans un circuit CMOS et le tout encapsulé sous vide grâce à un procédé de fabrication wafer-level. La fabrication du résonateur utilise une gravure DRIE sur une coupe AT afin de structurer des bras pour créer une isolation mécanique et ainsi permettre d'atteindre un facteur de qualité élevé avec un produit $Q \times f$ de $1,3 \times 10^{13}$ Hz. De plus, une électronique optimisée et avec une faible consommation a permis d'obtenir un TCXO avec une stabilité thermique de $\pm 0,19$ ppm et une consommation de 2,5 mW. Malgré ces performances exceptionnelles, la littérature montre que la complexité du procédé de fabrication, notamment la gravure DRIE et les multiples reports nécessaires, restent des limitations des résonateurs quartz-MEMS.

Le second résonateur a été fabriqué en utilisant les mêmes procédés de fabrication que le premier, c'est à dire avec l'utilisation d'un wafer rapporté aminci et avec une gravure DRIE. Le résonateur montre un très fort facteur de qualité avec un produit $Q \times f$ de $2,1 \times 10^{13}$ Hz, ce qui repousse la limite expérimentale de $1,6 \times 10^{13}$ Hz [24]. Malgré encore une fois un facteur de qualité et une résistance motionnelle exceptionnelle, le résonateur montre une limitation due à sa sensibilité thermique qui a été impactée par

les contraintes mécaniques liées au processus de collage.

La littérature des résonateurs quartz-MEMS montre qu'un résonateur avec un facteur de qualité élevé, une faible résistance motionnelle et une bonne stabilité thermique est possible en utilisant la technologie quartz-MEMS. Cependant, cette technologie montre également des limitations qu'il convient de débloquent avec notamment l'amélioration du procédé de gravure DRIE et la compensation des contraintes liées au processus de collage sur un wafer support.

1.3.3.1 Les résonateurs quartz-MEMS selon leur mode d'actionnement

Plusieurs types de résonateur quartz-MEMS sont possibles pour atteindre une fréquence de 100 MHz et sont adaptés à la fabrication de dispositifs intégrables en tant qu'oscillateurs. Les résonateurs quartz-MEMS se divisent en deux catégories : les résonateurs à ondes de surface (SAW : Surface Acoustic Wave) et les résonateurs à ondes de volumes (BAW : Bulk Acoustic Wave).

1.3.3.1.1 Résonateurs à ondes de surface Les résonateurs SAW (pour *Surface Acoustic Waves*) sont une réponse technologique à la limitation rencontrée lors de la montée en fréquence des résonateurs en cisaillement d'épaisseur, et qui est liée à la réduction de l'épaisseur de la lame vibrante. Pour atteindre une fréquence de 1 GHz sur le fondamental, une épaisseur de 1 à 2 μm est ainsi nécessaire, ce qui devient technologiquement complexe à maîtriser et réaliser. Pour pallier ce problème, les résonateurs à ondes de surface ont été introduits. Ces derniers utilisent des électrodes en forme de peignes inter-digités à la surface d'un matériau piézoélectrique comme le quartz, le lithium niobate ou le lithium tantalate. Le principe de fonctionnement de ce type de résonateur est illustré dans la figure 1.4.

La principale caractéristique des résonateurs SAW est l'utilisation de peignes interdigités, réalisés la première fois par White et Voltmer [25]. Ce dispositif permet de générer directement une onde stationnaire de surface sur un matériau piézoélectrique. Cette onde est confinée entre des réflecteurs de Bragg et sa fréquence de résonance est définie par la relation suivante :

$$f_r = \frac{v}{\lambda} = \frac{v}{2p} \quad (1.2)$$

Avec v la vitesse de l'onde acoustique en surface du substrat [m/s] et p la période du réseau d'électrodes [m]. Les résonateurs SAW sont principalement utilisés dans le traitement du signal comme les filtres passe-bande [26], en tant que capteurs [27] ou encore dans des oscillateurs haute-fréquence [28], où ils permettent d'obtenir un bruit de phase exceptionnelle dans la gamme de fréquence entre 400 MHz et 1 GHz.

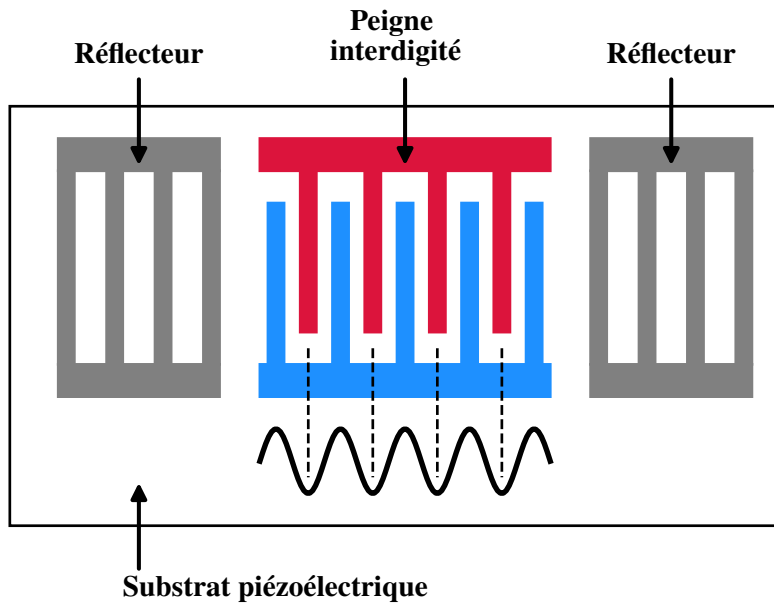


FIGURE 1.4 – Schéma du principe de fonctionnement d'un résonateur de type SAW

Les avantages du résonateur SAW sont sa compacité et la possibilité de le fabriquer à partir des méthodes de micro-fabrication. Mais le résonateur SAW présente également l'inconvénient de ne fonctionner uniquement qu'à des hautes fréquences (400 MHz à 1 GHz), car sa fréquence est uniquement dépendante de son réseau de peigne. En effet, pour des fréquences inférieures à 400 MHz l'espacement et donc la taille totale du dispositif (nombre de doigts et dimensions) croissent, rendant le composant encombrant et peu efficace.

1.3.3.1.2 Résonateurs à ondes de volume La miniaturisation des résonateurs en quartz a fait l'objet de recherches depuis les années 1980 [29]. Il existe différents types de résonateurs quartz-MEMS utilisant différents modes de vibration pour obtenir la fréquence souhaitée. Dans la gamme de fréquence de quelques MHz à quelques GHz, les résonateurs possèdent des facteurs de qualité élevés avec des produits $Q \times f$ allant de 1×10^{12} Hz à 2×10^{13} Hz. Pour atteindre une fréquence de 100 MHz et pouvoir être intégrés dans un oscillateur, plusieurs architectures de résonateur sont possibles [1].

Les résonateurs à mode de Lamé : Ces résonateurs sont des dispositifs exploitant des modes de vibrations de contour comme les modes de Lamé et de Lamb [30]. Ils sont composés, d'une lame qui est maintenue au niveau de noeuds de vibration du mode choisi. Un schéma d'un résonateur vibrant sur un mode de Lamé fondamental est présenté dans la figure 1.5.

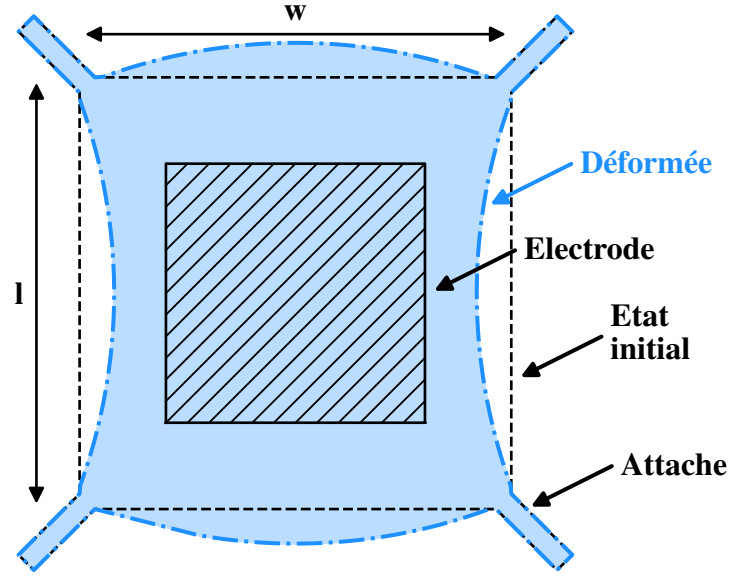


FIGURE 1.5 – Schéma du principe de fonctionnement d'un résonateur de type Lamé

La fréquence de résonance de ce type de résonateur est régie par la relation suivante [31] :

$$f_r = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{1}{2\rho} \sqrt{C'_{11} \left(\frac{m}{2l}\right)^2 - 2C'_{13} \left(\frac{m}{2l}\right) \left(\frac{n}{2w}\right) + C'_{33} \left(\frac{n}{2w}\right)^2}} \quad (1.3)$$

Avec C'_{pq} les constantes élastiques corrigées en [Pa], ρ la masse volumique en [kg/m^3], l la longueur en [m] et w la largeur en [m]. Il est possible d'estimer les dimensions nécessaires pour atteindre une fréquence de résonance fondamentale ($m = 1$, $n = 1$) de 100 MHz dans une lame carrée. En imposant un rapport longueur sur épaisseur de 10, cela conduit à une longueur de 12,4 μm et à une épaisseur de 1,24 μm . Bien que, ces dimensions permettent d'atteindre théoriquement des fréquences élevées, ces dimensions sont difficilement réalisables à partir de wafer de quartz qui se limite actuellement à la dizaine de micromètre. De plus, les résonateurs ainsi obtenus présentent des limitations importantes en termes de performances, notamment en ce qui concerne le facteur de qualité et les pertes énergétiques. Ces résonateurs constituent une réponse aux besoins croissants en micro-résonateurs capables de fonctionner dans la gamme de quelques MHz à plusieurs dizaines de MHz. Toutefois, leur facteur de qualité reste modeste avec un produit $Q \times f$ de l'ordre de 2×10^{12} pour des fréquences de quelques MHz [31], [32] et leur résistance motionnelle élevée compromet leur intégration dans un oscillateur stable avec une faible consommation.

Les résonateurs en cisaillement d'épaisseur : Ces résonateurs sont des dispositifs exploitant le mode de cisaillement d'épaisseur d'une lame de quartz. Ce mode de vibration est le mode de prédilection depuis des décennies pour les résonateurs utilisés dans les applications temps-fréquence [24], [33]. Ces résonateurs ont une réponse en fréquence allant de quelques MHz [6] à quelques GHz [23]. La figure 1.6 présente un schéma d'un résonateur vibrant en cisaillement d'épaisseur.

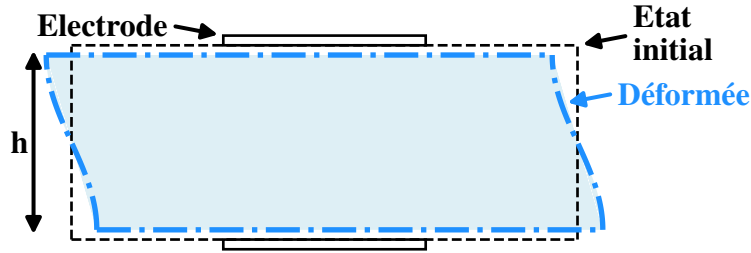


FIGURE 1.6 – Schéma du principe de fonctionnement d'un résonateur en cisaillement d'épaisseur vue en tranche

La fréquence de résonance de ce type de résonateur est régie par la relation suivante :

$$f_r = \frac{n}{2h} \sqrt{\frac{C_{66}}{\rho}} \quad (1.4)$$

Avec C_{66} la constante élastique du cisaillement d'épaisseur en [Pa], ρ la masse volumique en [kg/m^3], h l'épaisseur en [m], n le numéro du mode (1, 3, 5,...), il est possible d'estimer l'épaisseur nécessaire pour atteindre 100 MHz sur le mode fondamental. Étant donné que les valeurs de C_{66} et ρ sont fixées par le matériau, l'épaisseur du résonateur doit être de 16,6 μm , soit environ dix fois plus épais que le résonateur présenté dans le paragraphe précédent. Au-delà de la faisabilité technologique, qui est permise pas différentes voies technologiques, ce type de résonateur présente des avantages notables pour les applications temps-fréquence. En effet, ce type de résonateur offre une excellente stabilité en température, des produits $Q \times f$ pouvant atteindre $1 - 2 \times 10^{13}$ Hz et des résistances motionnelles faibles ($\sim 10 \Omega$), lorsque le résonateur fonctionne sur son fondamental. Ces caractéristiques en font un candidat privilégié pour le développement d'un résonateur qui doit être intégré dans un oscillateur stable à faible consommation [34].

Les résonateurs à harmoniques élevés : Ces résonateurs sont des dispositifs exploitant des ondes élastiques dans un substrat stratifié. Celui-ci est composé d'un film piézoélectrique déposé sur un substrat ayant un haut facteur de qualité acoustique [35]. Les résonateurs HBAR (High-overtone Bulk Acoustic Resonator) sont généralement utilisés en tant que filtres [36], en tant que capteurs [37] ou encore dans des oscillateurs [38].

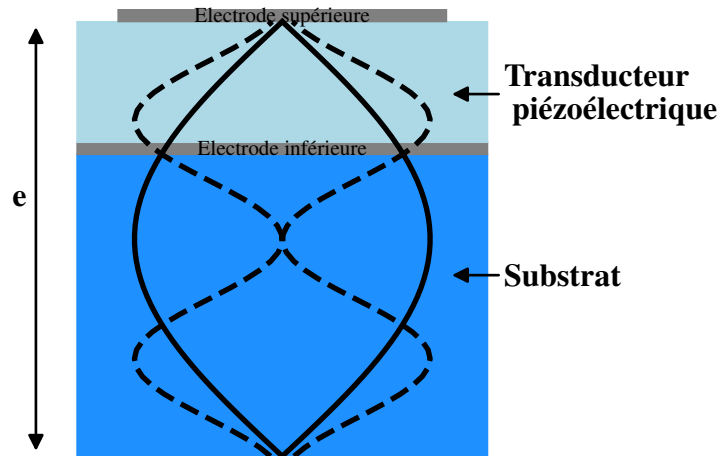


FIGURE 1.7 – Schéma du principe de fonctionnement d'un résonateur de type HBAR

La fréquence de résonance de ce type de résonateur est régie par la relation suivante :

$$f_0 = \frac{nv}{2e} \quad (1.5)$$

Avec n le numéro d'harmonique, v la vitesse de l'onde dans le substrat [m/s] et e l'épaisseur du substrat. Il est possible d'estimer l'épaisseur total du résonateur, pour atteindre 100 MHz sur le mode fondamental : l'épaisseur du transducteur doit être d'environ 20 μm et sachant que l'épaisseur du substrat doit être d'au moins 50 fois l'épaisseur du transducteur, cela donne une épaisseur globale e d'environ 1000 μm et nécessitera une surface d'électrode en conséquence, ce qui fait perdre tout intérêt à ce résonateur. La principale caractéristique des résonateurs HBAR est l'utilisation d'harmonique d'ordre élevé et donc de fonctionner à des fréquences très élevées et ce dans un substrat épais. Cette caractéristique principale est aussi son principal défaut pour son intégration en oscillateur. En effet, la présence de nombreux harmoniques de résonance proches les uns des autres complique la sélection d'un seul harmonique, qui peut provoquer de potentiels sauts d'harmonique et qui compromettrait la stabilité de l'oscillateur.

1.3.4 Comparatif des différentes technologies de résonateurs

La table 1.3 compare les différentes fréquences d'utilisations de ces technologies et montre que chaque technologie permet de couvrir plusieurs gamme de fréquence allant de 1 MHz à 5 GHz.

Afin de conclure sur cette présentation des différentes technologies disponibles, un comparatif a été réalisé à partir de facteurs de qualité et de résistances motionnelles présents dans la littérature. La figure 1.8 montre ces comparatifs, où chaque marqueur représente un type de matériau pour un résonateur MEMS.

Type	Fréquence d'utilisation
BAW (Bulk Acoustic Wave)	1 MHz - 400 MHz
SAW (Surface Acoustic Wave)	400 MHz - 1 GHz
HBAR (High-overtone Bulk Acoustic Resonator)	1 GHz - 5 GHz

TABLE 1.3 – Comparaison des dispositifs à base de quartz : BAW, SAW et HBAR

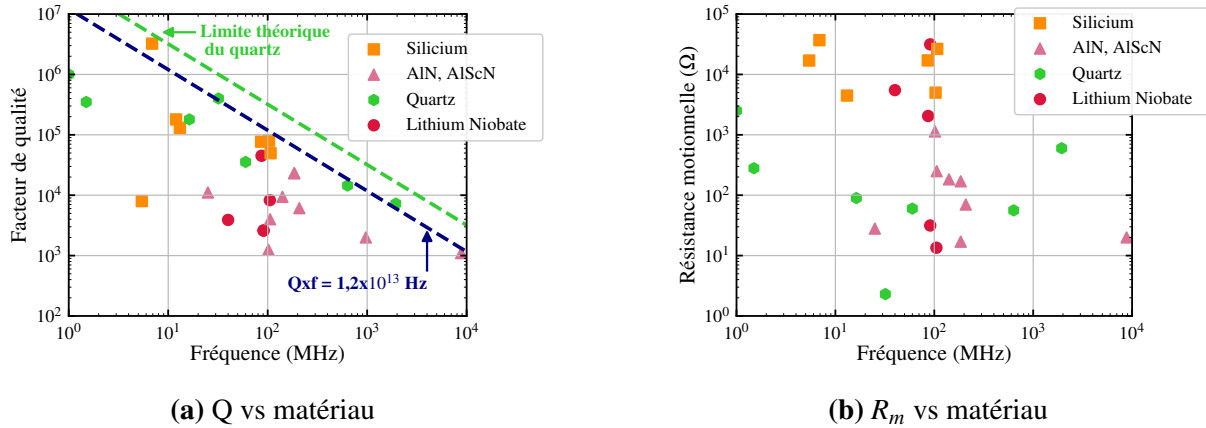


FIGURE 1.8 – Comparatif du facteur de qualité et de la résistance motiomelle selon le type de résonateur ; les valeurs ont été tirée de la littérature suivante : pour le lithium niobate [21], [39], [40], pour le quartz [2], [29], [41], [42], [43], [44], [45], pour le silicium [17], [46], [47], [48], [49], [50], pour le nitrure d'aluminium [21], [22], [51], [52], [53], [54]

La figure 1.8 compare le facteur de qualité et la résistance motiomelle pour différentes fréquences de résonance et pour différentes technologies. La sous-figure 1.8a présente le facteur de qualité de différents résonateurs en fonction de leurs matériaux. Une limite pratique est fixé à $1,2 \times 10^{13}$ Hz et la limite théorique à température ambiante du quartz est de $3,2 \times 10^{13}$ Hz. La limite théorique du silicium et du nitrure d'aluminium sont respectivement de $2,3 \times 10^{13}$ Hz et de $2,5 \times 10^{13}$ Hz [13].

Cette figure montre que le silicium puis le quartz sont les types de résonateurs ayant les plus fort facteur de qualité ce qui en font des candidats pour l'intégration en oscillateur, cependant la sous-figure 1.8b montre que la résistance motiomelle des résonateurs en silicium est bien trop élevée pour en faire un oscillateur avec une faible consommation. Seuls les résonateurs quartz-MEMS allient un facteur de qualité élevé et une résistance motiomelle faible, c'est pourquoi le choix du matériau du résonateur se portera sur le quartz et le mode d'actionnement sur le cisaillement d'épaisseur.

1.4 Les résonateurs en quartz à mode de cisaillement d'épaisseur

Les résonateurs en quartz en cisaillement d'épaisseur présentent de nombreux intérêts pour les applications temps-fréquence et notamment pour les oscillateurs ultra-stables miniatures. Les différentes caractéristiques qui font du quartz et de ce type de résonateur le candidat idéal pour le développement d'un résonateur visant à être intégré dans un oscillateur ultra-stable, sont présentées ici.

1.4.1 Le quartz et ses différentes coupes

Le quartz est un matériau cristallin anisotrope. Plusieurs orientations du quartz sont possibles pour obtenir des paramètres matériaux différents et notamment des sensibilités à la température différentes.

Définition des angles et des orientations du quartz

Le quartz est un matériau anisotrope, ce qui implique que selon la direction considérée, les propriétés physiques du matériau varient. L'ensemble des constantes élastiques, piézoélectriques et diélectriques sont liées au repère de la coupe utilisée. La référence est la coupe Y, qui est définie comme ayant l'axe Y normal à la tranche de quartz. Afin d'obtenir des coupes allant de simples à triples rotations [55], les angles sont définis par ϕ , θ et ψ . La convention de 1987 (IEEE Std 176-1987) [56] définit ces rotations avec la notation suivante :

$$(YXwlt) \Phi/\Theta/\Psi$$

où Y indique la direction principal de l'épaisseur de la lame, X indique la direction principal de la longueur de la lame, w indique une rotation d'un angle Φ autour de sa largeur, l indique une rotation d'un angle Θ autour de sa longueur, t indique une rotation d'un angle Ψ autour de son épaisseur.

Deux familles de coupe se distinguent, les coupes à simple rotation (définies par l'angle θ) et les coupes à double rotation (définies par les angles ϕ et θ). Les principales coupes sont illustré dans la figure 1.9 et chaque famille sont détaillées dans la section suivante.

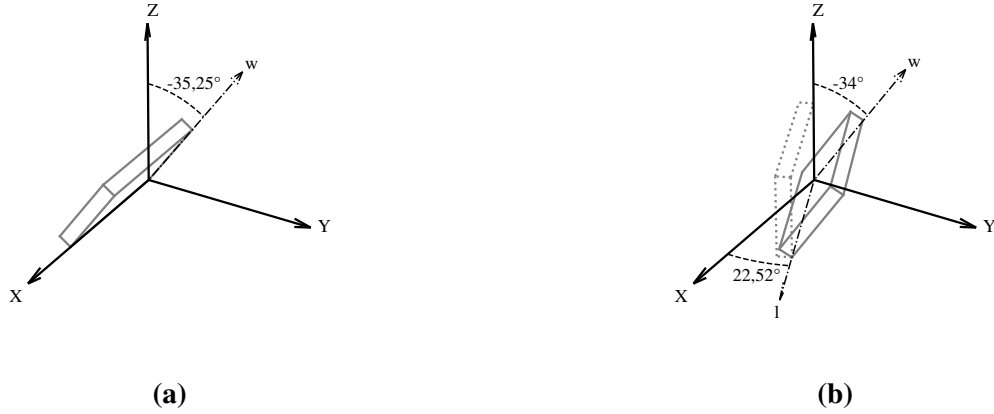


FIGURE 1.9 – Illustration (a) d’une coupe simple rotation AT ((YXl) / 35,25°) (b) d’une coupe double rotation SC ((YXwl) / 22,52° / 34°) [56]

Les principales coupes du quartz :

- (i) AT : En 1934, Lack et Willard ont développé la coupe AT du quartz. Cette coupe est définie par une simple rotation de $\theta = 35,25^\circ$ autour de X. La coupe AT est une coupe qui est utilisée couramment dans l’industrie, car elle possède un unique mode de cisaillement d’épaisseur ainsi qu’un coefficient fréquence-température faible, notamment dans une plage de température comprise entre -40 et 80°C . Pour une utilisation dans un circuit oscillateur XO, la stabilité de fréquence à 25°C est comprise entre ± 15 ppm. [57]
- (ii) BT : La coupe BT a été développée en même temps que la coupe AT, elle est définie par une simple rotation de $\theta = -49^\circ$ autour de X. Elle possède également un mode de cisaillement d’épaisseur. Cependant, elle présente un coefficient de fréquence-température moins bon que la coupe AT, et une constante de fréquence $\sqrt{\frac{c_{66}}{\rho}}$ plus élevée. Celle-ci permet à la coupe BT d’être utilisée pour des applications haute fréquence (≥ 5 MHz) avec un emploi du fondamental. [57]
- (iii) GT : La coupe GT est définie par une double rotation de $\phi = 51,5^\circ$ autour de Z puis de $\theta = 45^\circ$ autour de X. Elle est majoritairement utilisée en mode de vibration en extension de largeur et possède également un coefficient de fréquence-température similaire à la coupe AT. Celui-ci est de l’ordre de ± 5 ppm/K sur une plage de température comprise entre -40 et 80°C . [58]
- (iv) LD : La coupe LD pour Low isochronism Defect est définie par une double rotation de $\phi = 27^\circ$ autour de Z puis de $\theta = 34^\circ$ autour de X. Elle possède deux modes de cisaillement d’épaisseur. L’avantage majeur de cette coupe est la réduction de la sensibilité de la fréquence de résonance à la puissance d’excitation, si bien que l’effet amplitude-fréquence est environ 100 fois plus faible comparativement à la coupe SC (Stress Compensated). En sachant que la puissance à partir de laquelle la résonance devient instable pour la coupe SC est de l’ordre de $700 \mu\text{W}$. Ainsi la coupe LD peut

être utilisée dans des applications, tels que les radars ou les antennes actives ayant besoin de faible niveau de bruit de phase au plancher. [59]

- (v) FC : La coupe FC pour Frequency Compensated est définie par une double rotation de $\phi = 15^\circ$ autour de Z puis de $\theta = 34^\circ$ autour de X'. Elle possède deux modes de cisaillement d'épaisseur et permet une faible variation de fréquence sur des larges plages de température. Néanmoins, la coupe est fortement sensible aux variations mécaniques subites par la lame. [60]
- (vi) SBTC : La coupe SBTC pour Stress compensated on B-mode and Temperature compensated on C-mode est définie par une double rotation de $\phi = 16,3^\circ$ autour de Z puis de $\theta = -34,5^\circ$ autour de X'. Elle possède deux modes de cisaillement d'épaisseur et permet de développer des capteurs de pression sur le mode C, qui sont compensés en température sur le mode B. [61]
- (vii) IT : La coupe IT est définie par une double rotation de $\phi = 19^\circ$ autour de Z puis de $\theta = 34^\circ$ autour de X'. Elle possède deux modes de cisaillement d'épaisseur, et à l'avantage d'avoir un point d'inversion en température à environ 105°C , ce qui est plus élevé que dans le cas de la coupe SC. Mais surtout la coupe IT possède uniquement un mode C (météorologique), ainsi pour des applications temps-fréquence l'utilisation d'un circuit de détrompage n'est pas nécessaire, cependant elle est plus sensible aux contraintes mécaniques que la coupe SC.
- (viii) SC : La coupe SC pour Stress Compensated a été développée à la fin des années 1970, spécialement pour des utilisations en OCXO. Elle est définie par une double rotation de $\phi = 22,5^\circ$ autour de Z puis de $\theta = 34^\circ$ autour de X'. Elle possède deux modes de cisaillement. Cette coupe possède différents avantages : le premier est sa faible sensibilité aux contraintes mécaniques ; elle possède également un point d'inversion en température élevée qui est à environ 90°C ; elle offre aussi d'excellentes performances en matière de bruit de phase, de vieillissement et de stabilité, elle est aussi moins sensible à la puissance injectée que la coupe AT. Malgré cela, la coupe présente deux inconvénients majeurs qui sont sa difficulté de fabrication et donc son coût, mais également le mode thermique (mode B), qui est proche du mode météorologique (mode C) et de ce fait l'oscillateur a besoin d'avoir un circuit de détrompage. [62]

1.4.2 Les différentes voies technologiques pour quartz à haute fréquence

L'objectif d'obtenir un résonateur vibrant à 100 MHz nécessite une lame d'une dizaine de microns pour fonctionner sur le fondamental comme cela a été montré par la relation 1.4 (page 16). Pour atteindre une épaisseur de la dizaine de micron, l'utilisation de wafer standard n'est plus possible, il faut alors trouver une autre voie technologique pour atteindre cette épaisseur.

1.4.2.1 Mesa inversé par usinage chimique

La technique de fabrication des résonateurs à méssa inversé est une méthode pour obtenir une fréquence du mode fondamental élevée. Cette technique permet sur une coupe AT d'atteindre une fréquence de 620 MHz soit une épaisseur de la lame de $2,2 \mu\text{m}$ [63]. Le procédé de fabrication d'un résonateur à méssa inversé est présenté dans la figure 1.10.

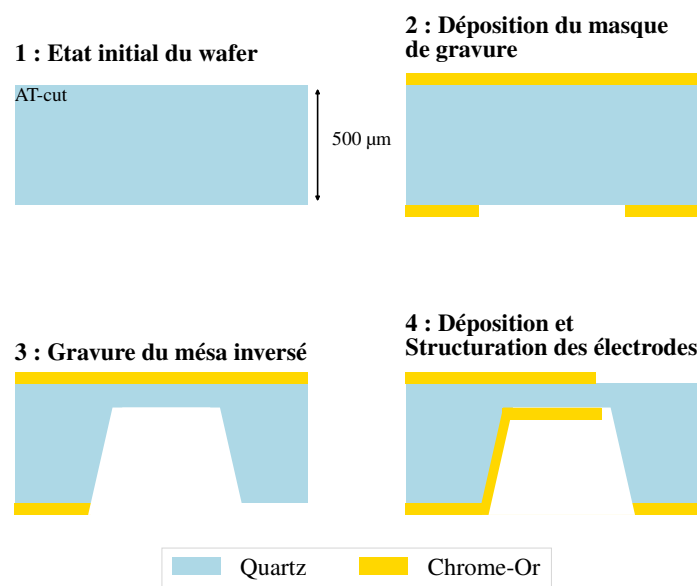


FIGURE 1.10 – Organigramme du procédé de fabrication d'un résonateur à méssa inversé

L'étape de gravure chimique étant complexe à maîtriser, notamment l'usinage précis de la région amincie, ce procédé rend ces résonateurs beaucoup plus coûteux. De plus, l'usinage chimique ne permet pas l'obtention d'une face inférieure avec une qualité de surface équivalente à un wafer standard. Cette méthode possède également un autre inconvénient qui est le taux de vieillissement. En effet pour un résonateur classique le vieillissement est de $\pm 1 \text{ ppm/an}$, alors que pour les résonateurs à méssa inversé, le vieillissement est de l'ordre de $\pm 3 \text{ ppm/an}$ [64]. Finalement, le plus grand inconvénient de cette méthode est la maîtrise de la technique de gravure notamment pour les coupes AT, BT ou SC.

1.4.2.2 Mesa inversé par gravure DRIE

Une autre technique consiste à créer un méssa inversé grâce à un procédé de gravure plasma (DRIE : Deep Reactive Ion Etching). Le principe est similaire au procédé du résonateur à mesa inversé par gravure chimique mais à partir d'une gravure plasma. La figure 1.11 présente le procédé de fabrication avec cette méthode.

Cette méthode présente l'avantage de pouvoir être réalisée sur n'importe quelle coupe du quartz et de pouvoir créer des résonateurs plan-convexes miniatures [65] ou des résonateurs plan-plan [3].

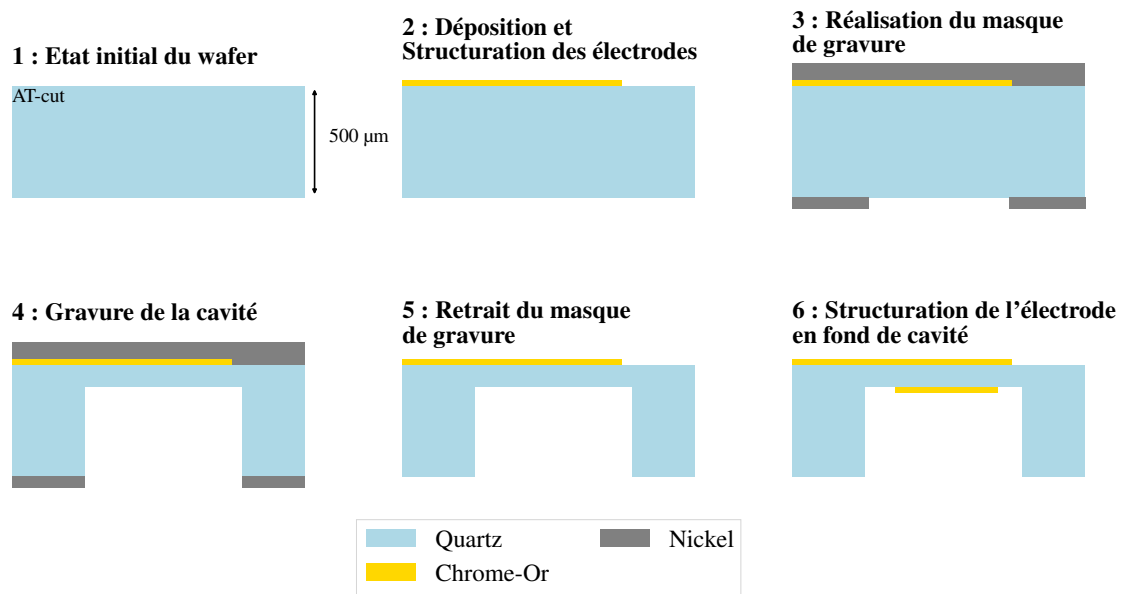


FIGURE 1.11 – Organigramme du procédé de fabrication d'un résonateur à cavité réalisé par DRIE

Cependant, cette méthode présente aussi de nombreux inconvénients limitant son utilisation : le procédé de gravure DRIE n'est pas aussi robuste et mature que la gravure chimique, le rendement peut être assez faible dû à la casse des wafers usinés [66]. De plus, le fond de gravure n'étant pas toujours parfaitement lisse [3], cela peut également impacter la réponse électrique du résonateur.

1.4.2.3 Collage-amincissement

Une dernière méthode est le collage-amincissement d'un wafer sur un second wafer dit support. L'application la plus connue et qui est réalisée en masse sont les wafers SOI (*Silicon On Insulator*) [67]. Cette technique permet d'obtenir des épaisseurs de wafer extrêmement fines ($< 10 \mu\text{m}$) et avec une finition identique à un wafer standard. Pour le quartz, les premiers travaux portant sur le collage-amincissement datent des années 1990 [68]. Plusieurs méthodes sont possibles pour le collage des wafers comme le collage

anodique [69] ou par thermocompression or-or [70]. La figure 1.12 présente le procédé de fabrication d'un wafer dit *wafer hybride* par thermocompression or-or.

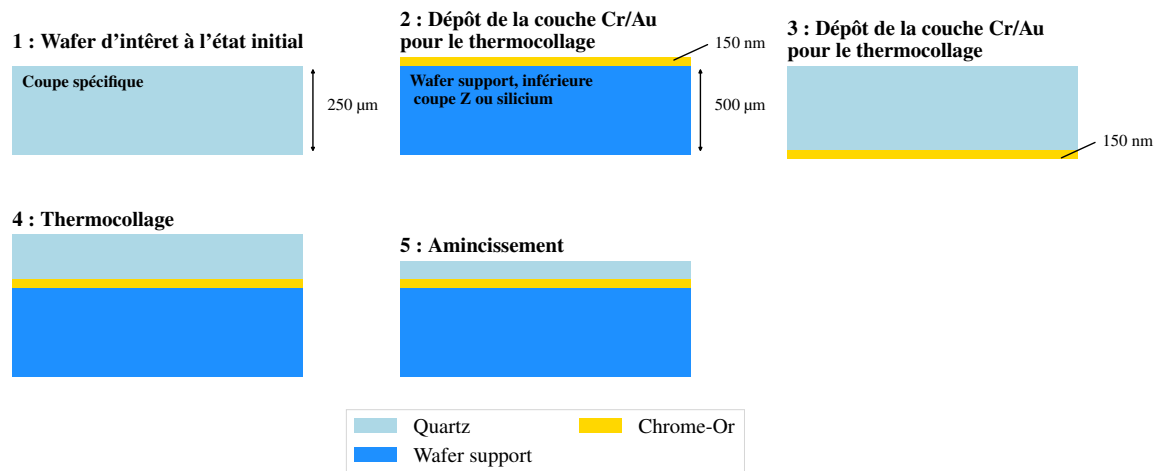


FIGURE 1.12 – Organigramme du procédé de fabrication d'un wafer hybride

Cette méthode possède plusieurs avantages, notamment la possibilité d'amincir n'importe quelle coupe du quartz et d'utiliser des wafers supports qui peuvent être gravés par des méthodes classiques comme la gravure chimique du quartz ou la gravure DRIE du silicium. Une fois le wafer fabriqué, celui-ci peut-être utilisé comme un wafer standard. Cependant l'inconvénient de ce type de wafer dans la cas du quartz est le coût, puisque la fabrication de *wafer hybride* nécessite l'ensemble des équipements pour coller, amincir et polir un wafer.

1.4.3 La sensibilité aux paramètres extérieurs

1.4.3.1 Le critère fréquence-température du quartz

Lorsque le quartz est exposé à une variation de température, celui-ci subit une expansion anisotrope, ce qui mène à une modification des coefficients d'élasticité du matériau. Ce changement amène un décalage de fréquence du résonateur. En supposant un gradient de température nul et une plage de température comprise entre -50°C et 150°C, la sensibilité à la température du quartz peut-être représentée par un polynôme d'ordre 3 :

$$\frac{\Delta f}{f_0} = a \cdot \Delta T + b \cdot \Delta T^2 + c \cdot \Delta T^3 \quad (1.6)$$

avec $\Delta f = f - f_0$ et $\Delta T = T - T_0$ où f_0 est la fréquence de résonance à la température de référence T_0 , f est la fréquence de résonance à la température T et a, b, c sont les coefficients de premier-, second- et troisième-ordre de fréquence en température. La figure 1.13 suivante, montre un exemple de courbe fréquence-température du quartz.

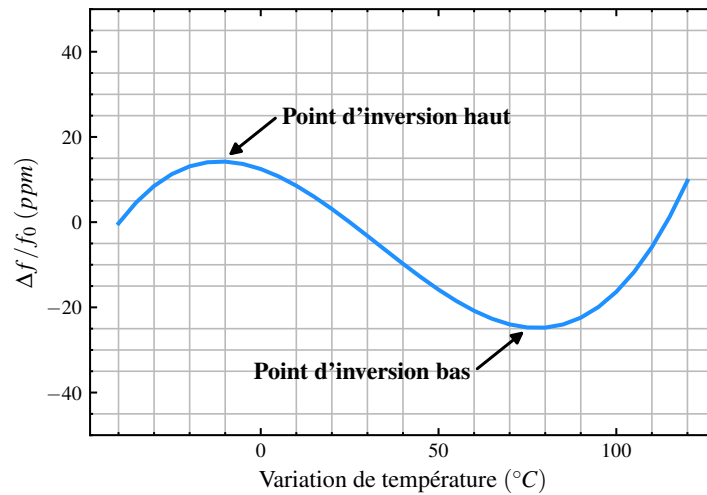


FIGURE 1.13 – Exemple de courbe fréquence-température

Le maximum et le minimum locaux des courbes fréquence-température sont appelés points d'inversion. Autour de ces températures, la variation de fréquence en fonction de la température est minimale, ce qui en font des températures optimales pour le fonctionnement d'un oscillateur. Le point à mi-chemin entre les points d'inversions se nomme le point d'inflexion et correspond à une dérivée seconde nulle de la variation de fréquence $\frac{\Delta f}{f_0}$ ($\approx 25^\circ C$ pour une coupe AT et $\approx 95^\circ C$ pour une coupe SC).

D'après les valeurs des références [71] et [72], il est possible de tracer les courbes en température de différentes coupes, celles-ci sont présentées dans la figure 1.14 suivante :

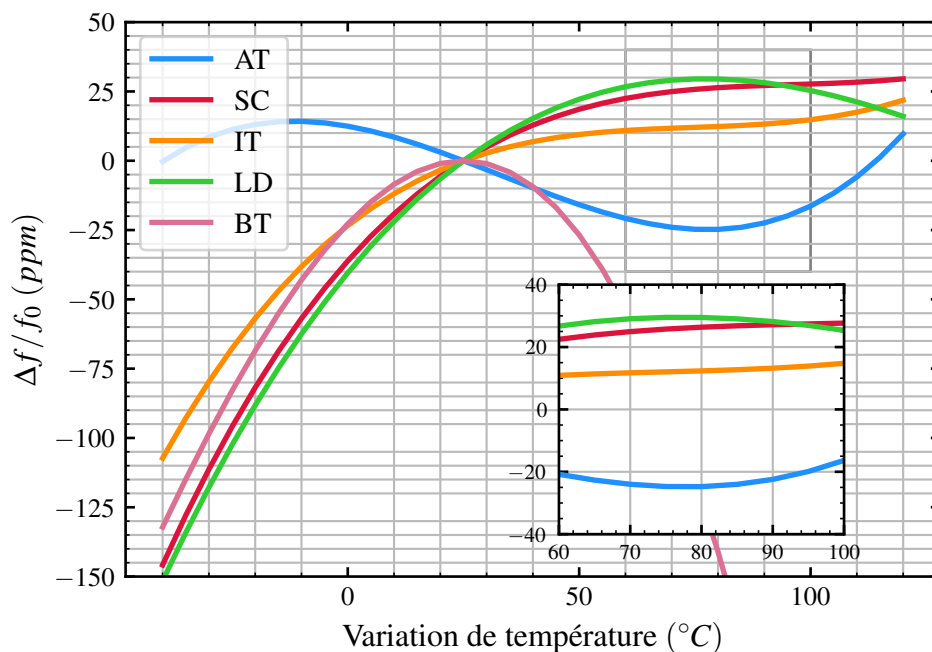


FIGURE 1.14 – Variation de la fréquence en fonction de la température selon différentes coupes du quartz

La figure 1.14 montre bien l'intérêt de l'utilisation de coupe SC et IT pour le développement d'OXCO. En effet, leurs points d'inversion se trouvent à environ 80°C et leurs variations en température autour de leur point d'inversion est bien plus faible que pour la coupe AT. Ses avantages mécaniques et son point d'inversion élevé positionnent la coupe SC comme étant "idéale" pour le développement d'un résonateur fonctionnant à une température stabilisée et devant être faiblement sensible à son environnement extérieur.

1.4.3.2 La stabilité en accélération

Dans les domaines de la défense et du spatial, les systèmes embarqués utilisant des oscillateurs, comme les radars embarqués ou les bases de temps des satellites de télécommunication et GNSS, ont besoin d'une grande stabilité en fréquence. Notamment vis à vis de leur environnement mécanique, comme une accélération statique, des vibrations ou des chocs.

L'analyse de la sensibilité à l'environnement mécanique, principalement la sensibilité à une accélération statique, des résonateurs en cisaillement d'épaisseur a été menée dans les années 1980, avec les travaux de Janiaud [73] et Delaite [74], [75], Walls [76], Filler [77] et Besson [78]. Avec notamment le développement d'un résonateur BVA (pour Boitier à Vieillessement Amélioré) visible dans la figure 1.15.

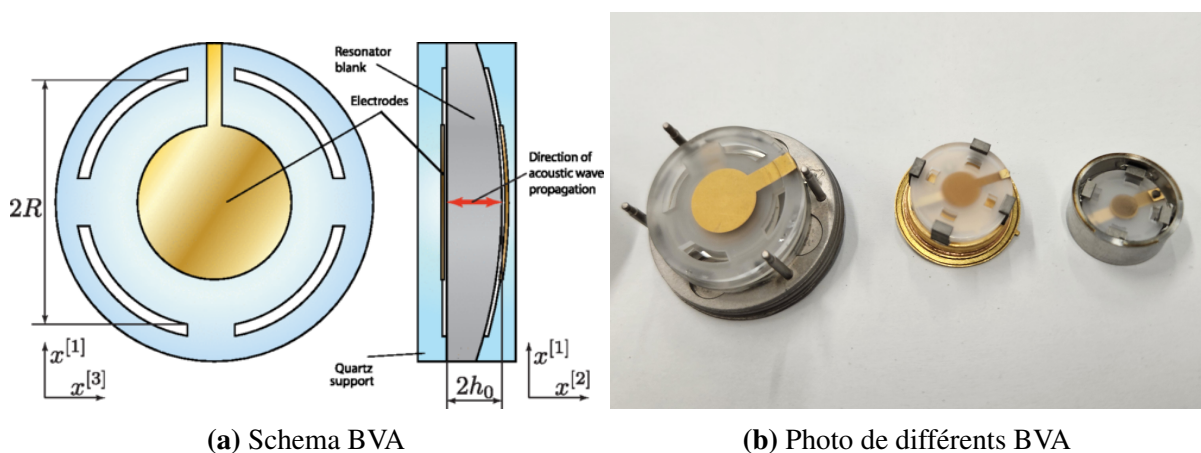


FIGURE 1.15 – Schéma d'un BVA (à gauche) [79], Photo de différents BVA (de gauche à droite, BVA, mini-BVA, BVA-tactique) montés dans leurs boîtiers (à droite)

Le BVA a été introduit dans les années 1970 par Besson. Il s'agit d'un résonateur en cisaillement d'épaisseur, dont la symétrie et le piégeage d'énergie sont améliorées. Plusieurs versions optimisées ont été ensuite développées : auto-suspension du cristal (c'est-à-dire structure monolithique en quartz présentant des ponts de suspension entre le disque central et le tore périphérique d'encastrement), électrodes non adhérentes, mini-BVA, BVA tactique. Les coupes du quartz utilisées sont les coupes AT, SC (stress compensated) ou BT. La sensibilité de la fréquence du résonateur BVA à l'accélération est minimisée car la géométrie de la structure et de ses encastresments conduisent à la symétrie parfaite autour

des trois axes. Les défauts de réalisation génèrent néanmoins une sensibilité accélérométrique : décentrage de la zone de vibration et/ou des électrodes, dissymétrie de la zone vibrante, et défauts du matériau comme des dislocations du cristal. [78] Le BVA atteint ainsi des sensibilités accélérométriques mesurées de l'ordre de $10^{-10}/g$.

Un autre moyen de réduire la sensibilité d'un résonateur en cisaillement à son environnement extérieur est de lier le résonateur à son support par des éléments de découplage. Un exemple de ce type de système est visible dans la figure 1.16.

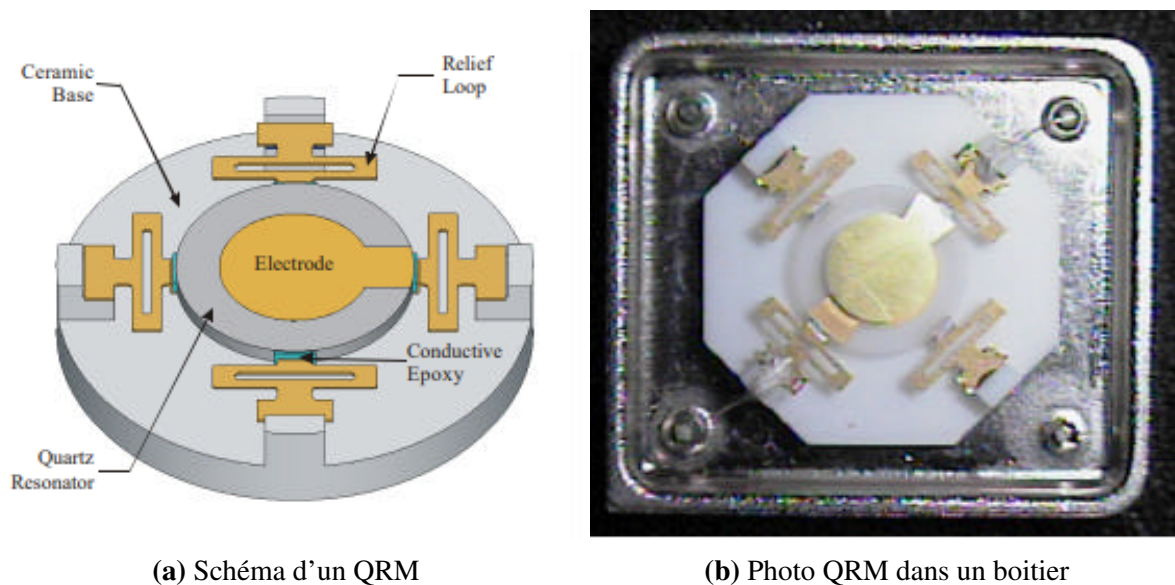


FIGURE 1.16 – Schéma d'un QRM (à gauche) [80], Photo d'un QRM monté dans un boîtier (à droite) [80]

Le système visible dans la figure 1.16 se nomme QRM (pour Quad Mount Relief). Il s'agit d'un résonateur en cisaillement d'épaisseur, qui est encastré par le biais d'un support souple, permettant de découpler le résonateur de son support, et fabriqué dans un autre matériau que la lame vibrante en quartz. Ce type de montage peut atteindre des sensibilités à l'accélération de l'ordre de $10^{-10}/g$ [80].

Un dernier moyen de réduire cette sensibilité est l'utilisation d'une structure de découplage intégrée dans la structure du résonateur. C'est à dire que le résonateur et son système de découplage forme un seul et unique bloc de matière. Un exemple de ce type de système est visible dans la figure 1.17.

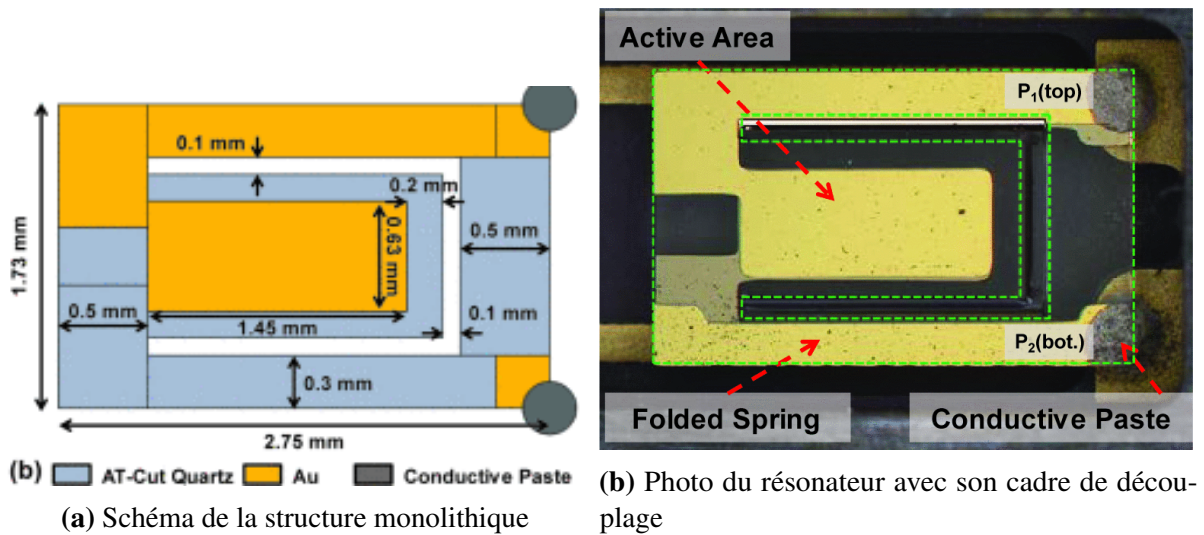


FIGURE 1.17 – Schéma d’un résonateur avec cadre de découplage (à gauche) [81], Photo de celui-ci monté dans un boîtier (à droite) [81]

Le résonateur visible dans la figure 1.17 est monolithique et se compose généralement d’un résonateur rectangulaire et d’un cadre de découplage. L’objectif du cadre de découplage est de diminuer les contraintes mécaniques générées à l’encastrement sous accélération. Mais la géométrie de ses bras de découplage ne permet pas d’annuler totalement les contraintes dans la partie vibrante, et la sensibilité à l’accélération reste de l’ordre de $10^{-10}/g$ [81].

1.5 Les oscillateurs à quartz

Un oscillateur est un système auto-entretenu capable de délivrer un signal à une fréquence fixe, pour cela un résonateur associé à un circuit électronique d’entretien forme un ensemble, qui permet de maintenir le signal en compensant les pertes du résonateur. Cet ensemble forme un oscillateur, qui peut être représenté par un système en boucle fermée comme illustré dans la figure 1.18.

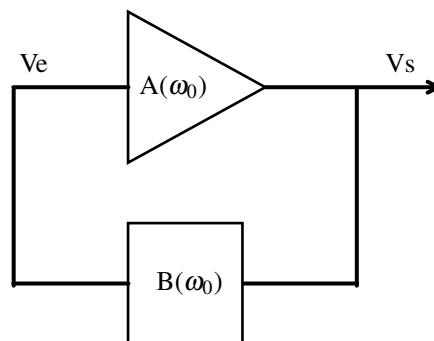


FIGURE 1.18 – Schéma de principe d’un oscillateur à résonateur

Le circuit démarre grâce au bruit présent dans le système, comme le bruit thermique. Ce bruit est amplifié à chaque passage dans la boucle jusqu'à saturation de l'amplificateur A. A la fréquence d'oscillation, le gain de l'amplificateur compense les pertes du résonateur. $A(\omega_0)$ et $B(\omega_0)$ sont respectivement les fonctions de transfert de l'amplificateur et du résonateur, avec ω_0 la pulsation d'oscillation [rad/s]. V_e et V_s sont les tensions d'entrée et de sortie de l'oscillateur : si l'une ou l'autre est nulle, il n'y a pas d'oscillation. Pour que le système oscille à la pulsation ω_0 souhaitée, celui-ci doit respecter le critère de *Barkhausen* défini par les relations suivantes :

$$|A(\omega_0)| \cdot |B(\omega_0)| \geq 1 \quad (1.7)$$

$$\text{Arg}(A(\omega_0) \cdot B(\omega_0)) = 0 \quad (1.8)$$

Pour que le système oscille, la compensation doit se faire sur les pertes (Equation 1.7) et sur le déphasage dû à l'amplificateur (Equation 1.8).

Selon l'application souhaitée, les besoins en termes de fréquence, de stabilité de fréquence, de consommation et de sensibilité à l'environnement ne sont évidemment pas les mêmes. C'est pourquoi plusieurs familles d'oscillateur existent en fonction de l'application considérée.

1.5.1 Les familles d'oscillateurs

La principale différence entre les différentes familles d'oscillateur est la gestion de l'instabilité de fréquence due à la sensibilité thermique du résonateur. En effet, comme cela a été illustré dans la section 1.4.3.1 (page 24), la principale source d'instabilité du résonateur provient de sa sensibilité thermique. Pour compenser ce phénomène, les oscillateurs utilisent différentes solutions plus ou moins complexes pour parvenir à améliorer la stabilité thermique du système.

1.5.1.1 XO - Xtal Oscillator

L'oscillateur XO est le plus simple et donc le moins coûteux. Il ne possède aucun moyen de compensation de la sensibilité thermique. Ses performances reposent sur un choix intelligent de coupe cristalline. Il possède un encombrement très faible avec un volume de quelques mm^3 et une consommation inférieure à 0,1 W.

1.5.1.2 TCXO - Temperature Compensated Xtal Oscillator

L'oscillateur TCXO est un oscillateur dont la compensation de la sensibilité à la température se fait par une correction du signal. La variation de fréquence due à la température

est compensée par une loi de correction. Une sonde mesure la température, qui permet ensuite en fonction de cette information de gérer la loi de correction. Cette loi est appliquée par une diode varicap afin de modifier la tension et ainsi compenser la variation de fréquence en fonction de la température. Ce type d'oscillateur reste bon marché avec un encombrement faible de l'ordre de 100 mm^3 .

1.5.1.3 OCXO - Oven Controlled Xtal Oscillator

Parmi les oscillateurs à quartz, les OCXOs sont les oscillateurs ayant la meilleure stabilité fréquentielle, avec une grande stabilité thermique, la meilleure stabilité court-terme et le plus faible vieillissement. Pour parvenir à ces performances, ce type d'oscillateur place le résonateur et l'électronique sensible à la température dans une enceinte thermostatée couplée à un asservissement en température pour avoir une grande stabilité de la température au sein de l'enceinte. Ce type d'oscillateur est coûteux et encombrant avec un volume généralement supérieur à $10\ 000 \text{ mm}^3$.

1.5.2 Comparatif des oscillateurs à quartz

Afin de pouvoir comparer la stabilité des différentes familles d'oscillateurs, le graphe de la figure 1.19 montre la stabilité en température dans la plage -20°C à 70°C par rapport au volume de l'oscillateur. Chaque oscillateur présenté vibre à 100 MHz ou possède une version capable de fonctionner à cette fréquence.

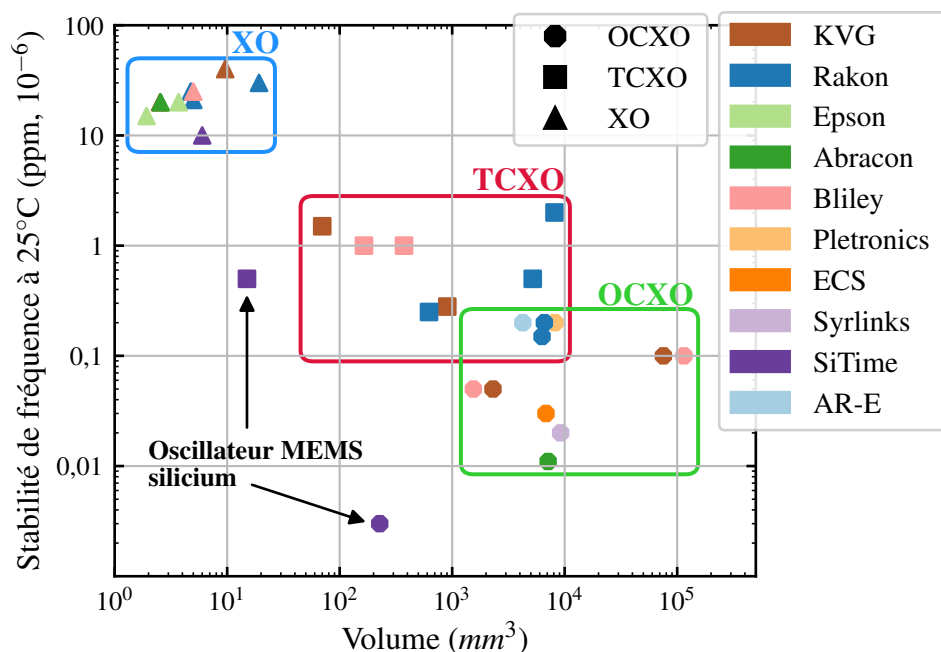


FIGURE 1.19 – Performance de stabilité selon le volume et le type d'oscillateur pour une fréquence nominale proche de 100 MHz

La figure 1.19 illustre le compromis entre le volume et la stabilité de fréquence selon les familles d'oscillateurs et met en avant l'avènement des oscillateurs MEMS en silicium, qui ont brisé la loi de performance jusque là observée en offrant une compacité extrême (227 mm^3) et une excellente stabilité thermique (3 ppb) vis à vis des oscillateurs à quartz. Cela remet en question la domination des OCXOs traditionnels à quartz. L'OCXO MEMS de SiTime, avec une consommation nominale annoncée de 460 mW (5 à 10 fois moins que celle des OCXOs à quartz classiques), illustre l'avantage énergétique conféré par la miniaturisation. C'est pourquoi la poursuite du développement de micro-OCXO à quartz à haute fréquence demeure cruciale. La figure 1.20 montre l'intérêt de cette tendance en comparant la consommation au plancher de bruit de phase de différents oscillateurs.

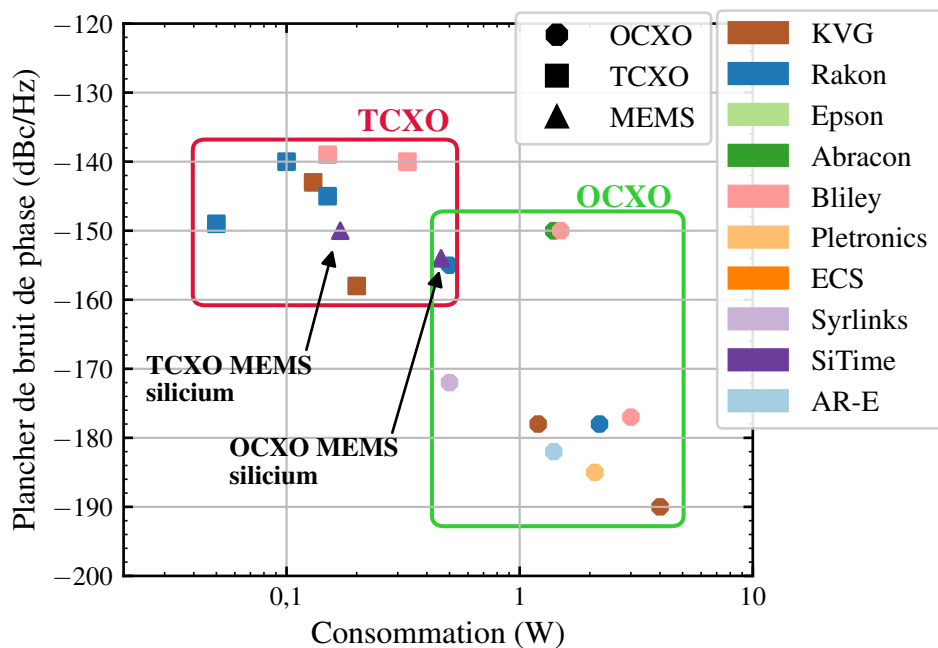


FIGURE 1.20 – Plancher de bruit de phase selon la consommation et le type d'oscillateur pour une fréquence nominale proche de 100 MHz

Cette figure 1.20 montre qu'en optimisant la taille et la dissipation thermique des résonateurs à quartz, il serait possible de se rapprocher de la stabilité en fréquence des oscillateurs MEMS silicium, tout en profitant du vieillissement et du bruit de plancher des oscillateurs à quartz. En effet, ce dernier point est l'inconvénient majeur des oscillateurs MEMS silicium qui annoncent un plancher à -154 dBc/Hz à 1 MHz alors que les meilleurs OCXOs à quartz sont à -190 dBc/Hz à 1 MHz.

1.6 Conclusion

Ce chapitre a mis en évidence que, parmi les différentes technologies de résonateurs disponibles, la technologie quartz-MEMS constitue la solution la plus appropriée pour atteindre une fréquence nominale de 100 MHz en vue du développement d'un oscillateur miniature à très haute stabilité. Au sein de cette technologie, plusieurs architectures peuvent théoriquement permettre d'atteindre cette fréquence cible. Néanmoins, seule l'architecture exploitant le mode de cisaillement d'épaisseur offre simultanément les avantages de la compacité, d'un facteur de qualité élevé, d'une faible résistance motionnelle et d'une bonne stabilité en température.

Il a également été démontré que le mode de cisaillement d'épaisseur fait déjà l'objet de nombreuses études, et que différentes approches technologiques, ainsi qu'un éventail de coupes de quartz adaptées, sont envisageables. Le recours à la technologie des wafers hybrides paraît particulièrement pertinent, car il permet l'intégration de coupes de quartz optimales pour ce mode de vibration, notamment les coupes AT et SC.

Enfin, une analyse comparative des oscillateurs à quartz classiques et des oscillateurs MEMS silicium a souligné l'intérêt croissant de la miniaturisation des oscillateurs à quartz. Cela renforce la pertinence du développement d'un résonateur quartz-MEMS fonctionnant à haute fréquence pour la miniaturisation des bases de temps.

Chapitre 2 – Conception et modélisation d’un micro-résonateur auto-suspendu vibrant à 100 MHz et à faible sensibilité accélérométrique

Objectif : L’état de l’art a mis en évidence l’intérêt des résonateurs quartz-MEMS pour le développement d’oscillateurs haute fréquence miniaturisés. Ce chapitre traite de la conception d’une structure innovante en quartz, capable de vibrer proche de 100 MHz, et optimisée pour réduire la sensibilité accélérométrique du résonateur. Dans un premier temps, les aspects fondamentaux liés à la conception de la partie vibrante du résonateur seront exposés. Ensuite, l’accent sera mis sur l’optimisation de la structure de découplage, dans le but de minimiser les contraintes affectant la partie vibrante. Enfin, une modélisation complète du résonateur dans son environnement sera réalisée, intégrant une étude de son comportement en température afin d’anticiper la génération de contrainte dû au wafer support, et une étude sous l’effet d’une accélération afin de connaître sa sensibilité à l’accélération.

2.1 Généralités : Principe de propagation d’une onde dans un solide piézoélectrique

2.1.1 Relations de la piézoélectricité

Dans un solide piézoélectrique, il existe une interdépendance entre les composantes mécaniques et électriques ce qui implique un couplage des ondes élastiques et des ondes électromagnétiques. Ce couplage est à l’origine de deux phénomènes :

- L’effet piézoélectrique direct, découvert par Pierre et Jacques Curie en 1880 [4], exprime l’apparition d’une induction électrique D lorsque le solide est soumis à une déformation mécanique S .
- L’effet piézoélectrique inverse, prédit par Gabriel Lippmann en 1881 [82], exprime l’apparition d’une déformation mécanique S lorsque le solide est soumis à un champ électrique E .

Les lois de comportement régissant les effets piézoélectriques s’écrivent, en utilisant la convention de sommation d’Einstein et la notation tensorielle de Voigt, sous la forme :

$$\begin{aligned} T_{ij} &= c_{ijkl}^E u_{k,l} - e_{kij} E_k, \\ D_i &= \varepsilon_{ik}^S E_k + e_{ikl} u_{k,l}. \end{aligned} \tag{2.1}$$

où T_{ij} est le tenseur des contraintes [N/m^2], c_{ijkl}^E le tenseur des rigidités élastiques à champs électrique constant [Pa], $u_{k,l}$ les déplacements [m], e_{kij} le tenseur des coefficients piézoélectriques [C/m^2], E_k le champ électrique [V/m], D_j l'induction électrique [C/m^2], ϵ_{ik}^S la permittivité à déformation constante [F/m^2].

L'obtention de l'équation de propagation au sein d'un milieu piézoélectrique, se fait en utilisant la relation des contraintes mécaniques de la relation (2.1), et en remplaçant le champ électrique E_k par $\frac{\partial \Phi}{\partial x_k}$, avec u_i le déplacement d'un point x du solide et Φ le potentiel électrique.

En conséquence de la loi de Newton appliquée aux contraintes mécaniques, de l'approximation quasi-statique et du respect de l'équation de Poisson $\frac{\partial D_i}{\partial x_i} = 0$ pour l'induction électrique, la relation (2.1) devient :

$$\begin{cases} \rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = c_{ijkl}^E \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_l \partial x_j} + e_{kij} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial x_k \partial x_j} \\ -\epsilon_{ik}^S \frac{\partial^2 \Phi}{\partial x_k \partial x_j} + e_{ikl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_l \partial x_j} = 0 \end{cases} \quad (2.2)$$

Une façon de résoudre ces équations consiste à rechercher des solutions sous la forme d'ondes planes, se propageant à la vitesse v dans la direction donnée par un vecteur unitaire n_j [83]. Ces solutions sont de la forme suivante :

$$\begin{cases} u_i = u_i^0 \cdot e^{j \cdot k(n_j \cdot x_j - v \cdot t)} \\ \Phi_i = \Phi_i^0 \cdot e^{j \cdot k(n_j \cdot x_j - v \cdot t)} \end{cases} \quad (2.3)$$

avec u_i^0 et Φ_i^0 les amplitudes de l'onde et du potentiel électrique, et $k = \omega/v$ le nombre d'onde.

En injectant les solutions (2.3) et en écrivant les équations (2.2) sous la forme tensorielle, il est possible d'obtenir l'équation de Christoffel défini par :

$$\rho \cdot v^2 \cdot u_i^0 = \bar{\Gamma}_{ik} u_k^0 \quad (2.4)$$

avec $\bar{\Gamma}_{ik} = c_{ijkl}^E \cdot n_j \cdot n_l + \frac{\gamma_i \cdot \gamma_k}{\epsilon^S}$, $\gamma_k = e_{ikl} \cdot n_i \cdot n_l$ et $\epsilon^S = \epsilon_{ik}^S \cdot n_i \cdot n_k$.

Dans le cas d'une propagation suivant l'axe x_2 ($n_1 = n_3 = 0$, $n_2 = 1$) dans le quartz et utilisant la notation de Voigt, le tenseur de Christoffel s'écrit sous la forme :

$$\bar{\Gamma}_{ik} = \begin{bmatrix} c_{66} + \frac{e_{26}^2}{\epsilon_{22}} & c_{26} + \frac{e_{22}e_{26}}{\epsilon_{22}} & c_{46} + \frac{e_{24}e_{26}}{\epsilon_{22}} \\ c_{26} + \frac{e_{22}e_{26}}{\epsilon_{22}} & c_{22} + \frac{e_{22}^2}{\epsilon_{22}} & c_{24} + \frac{e_{22}e_{24}}{\epsilon_{22}} \\ c_{46} + \frac{e_{24}e_{26}}{\epsilon_{22}} & c_{24} + \frac{e_{22}e_{24}}{\epsilon_{22}} & c_{44} + \frac{e_{24}^2}{\epsilon_{22}} \end{bmatrix}$$

A partir des valeurs propres et des vecteurs propres de ce tenseur, il est possible de déterminer les vitesses de propagation et les directions de polarisation des trois familles de modes. La première est une vibration longitudinale, qui est la plus rapide et qui est notée A. La seconde est un cisaillement d'épaisseur rapide et est notée B. Et la dernière est un cisaillement d'épaisseur lente et est notée C. Les deux dernières sont des ondes transverses dont le déplacement s'effectuent perpendiculairement à la propagation.

2.1.2 Fréquence d'un résonateur en cisaillement d'épaisseur

Dans le cas d'une lame ayant des épaisseurs de lame et d'électrode finies, Tiersten [84] a montré qu'à partir de la relations 2.3, il est possible de trouver la relation reliant la fréquence de résonance du cisaillement d'épaisseur à différents paramètres géométriques et matériaux, cette relation s'écrit de la manière suivante :

$$f_r = \frac{n}{2h} \left(1 - R - \frac{4k_{26}^2}{\pi^2}\right) \sqrt{\frac{c_{66}}{\rho}} \quad (2.5)$$

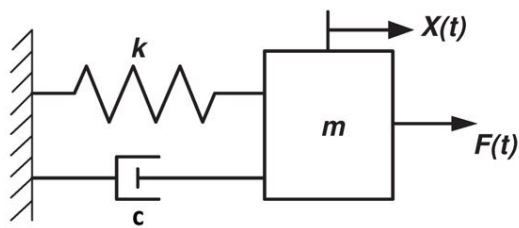
Avec h et h' l'épaisseur de la lame et de l'électrode [m], ρ et ρ' la masse volumique de la lame et de l'électrode [kg/m^3]; e_{26} , c_{66} et ϵ_{22} des composantes des matrices définies après la relation 2.1 et n le numéro du mode de cisaillement (1, 3, 5,...). Et en faisant l'hypothèse que le coefficient de couplage piézoélectrique $k_{26}^2 = \frac{e_{26}^2}{c_{66}\epsilon_{22}} \ll 1$ et que le rapport de masse $R = \frac{2\rho'h'}{\rho h} \ll 1$.

2.1.3 Modèles équivalents d'un résonateur

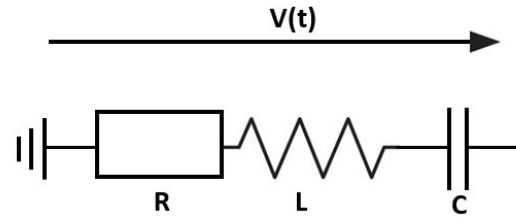
L'utilisation de modèles analytiques offre une compréhension approfondie et la possibilité de prédire avec précision des phénomènes complexes. Ces modèles, basés sur des équations mathématiques et des constantes élémentaires, fournissent des interprétations des comportements physique de système complexe. En outre, ces modèles mettent à disposition un moyen rapide et précis d'anticiper les performances et de pouvoir optimiser efficacement le système tout au long du processus de conception. Plusieurs modèles équivalents seront présentés et des modèles analytiques seront utilisés pour optimiser le résonateur, la surface des électrodes et notamment son rapport d'aspect ($\frac{\text{Longueur}}{\text{Épaisseur}}$, l'épaisseur est la dimension selon la direction de propagation du cisaillement et la longueur étant la plus grande dimension latérale).

2.1.3.1 Modèle mécanique et modèle électrique équivalent

Un moyen simple de modéliser un résonateur est d'utiliser soit un système mécanique (Masse - Ressort - Amortisseur) ou bien un système électrique équivalent obtenu via les relations de la piézoélectricité transposant les contraintes en charge électrique (Résistance - Inductance - Capacité), représentés sur la figure 2.1 :



(a) Système masse-ressort-amortisseur



(b) Circuit RLC

FIGURE 2.1 – Systèmes mécanique (a) et électrique (b) équivalent à un résonateur

Les équations qui régissent ces systèmes sont les suivantes :

$$m\ddot{x} + c\dot{x} + kx = F \quad (2.6)$$

Avec x le déplacement [m], F la force d'excitation [$kg.m.s^{-2}$], m la masse du système [kg], c le coefficient d'amortissement [$kg.s^{-1}$] et k le coefficient de raideur du ressort en [$kg.s^{-2}$].

Et

$$L\ddot{q} + R\dot{q} + \frac{1}{C}q = V \quad (2.7)$$

Avec q la charge électrique [C], R la résistance [Ω], L l'inductance [H] et C la capacité [F].

Ces deux systèmes sont décrits par une équation différentielle du second ordre, ainsi leurs fréquence de résonance ω_0 et leurs facteurs de qualité Q sont définis comme ceci :

$$\omega_{0,mec} = \sqrt{\frac{k}{M}} \text{ et } \omega_{0,elec} = \frac{1}{\sqrt{LC}}$$

$$Q_{mec} = \frac{M\omega_{0,mec}}{c} \text{ et } Q_{elec} = \frac{1}{R} \sqrt{\frac{L}{C}}$$

2.1.3.2 Modèle de Butterworth-Van Dyke

En 1925, Van Dyke [85] utilise le modèle de Butterworth pour caractériser un résonateur vibrant proche de sa fréquence de résonance. Ce modèle est schématisé dans la figure 2.2.

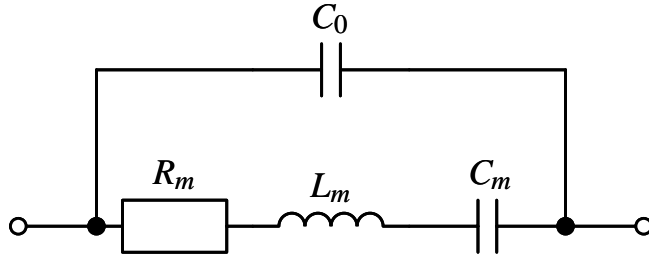


FIGURE 2.2 – Schéma équivalent de Butterworth Van-Dyke (BVD) d'un résonateur piézoélectrique

La figure 2.2 montre le schéma équivalent de Butterworth Van-Dyke (BVD) d'un résonateur piézoélectrique. Ce modèle possède deux branches, une branche motionnelle qui représente le comportement mécanique du résonateur et une branche statique qui représente le comportement capacitif C_0 du résonateur dû à la présence d'électrodes sur chaque face de la lame. Dans la branche motionnelle, la résistance R_m représente les pertes dans le résonateur, l'inductance L_m modélise la masse effective (inertie mécanique), et la capacité C_m la raideur mécanique.

Pour anticiper les valeurs des différents éléments des composants, il est possible de relier les composantes électriques aux propriétés physiques et géométriques du matériau [86]. En particulier, lorsque les hypothèses suivantes sont vérifiées :

- la lame du résonateur est en quartz, sa longueur et sa largeur sont infinies ;
- le chargement massique des électrodes est uniforme et la lame vibre uniquement en cisaillement d'épaisseur tel que décrit dans le figure 2.3.

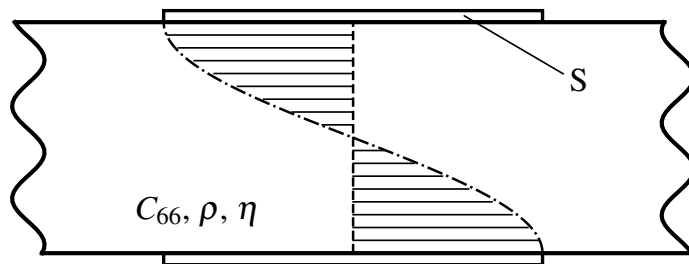


FIGURE 2.3 – Schéma en coupe d'un résonateur en cisaillement

Les relations liant les paramètres du modèle Butterworth aux paramètres physiques et géométriques du résonateur sont les suivantes [86] :

$$C_0 = \frac{\varepsilon_{22}\mathcal{S}}{h} \quad (2.8)$$

$$R_m = \frac{(n\pi)^2 \eta}{8k_{26}^2 c_{66}} \frac{h}{\varepsilon_{22}\mathcal{S}} \quad (2.9)$$

$$C_m = \frac{8k_{26}^2}{(n\pi)^2} \frac{\varepsilon_{22}\mathcal{S}}{h} \quad (2.10)$$

$$L_m = \frac{1}{\omega_0^2} \frac{(n\pi)^2}{8k_{26}^2} \frac{h}{\varepsilon_{22}\mathcal{S}} \quad (2.11)$$

Avec ε_{22} la permittivité du quartz [F/m], \mathcal{S} la surface utile des électrodes [m^2], h l'épaisseur du quartz [m], η le coefficient d'amortissement du quartz [Pa.s], c_{66} le module de cisaillement piézoélectrique [N/m^2], k_{26} le coefficient de couplage électromécanique [\emptyset] et ω_0 la pulsation propre du résonateur [rad/s].

2.2 Conception de la partie active d'un résonateur vibrant en cisaillement d'épaisseur

Il est possible à partir du modèle de BVD de concevoir et d'optimiser un dispositif à quartz notamment en ajustant l'aire de l'électrode en fonction de l'épaisseur de la lame pour une résistance motionnelle fixée. La figure 2.4 représente la variation de la résistance motionnelle en fonction de l'aire de l'électrode et de l'épaisseur de la lame.

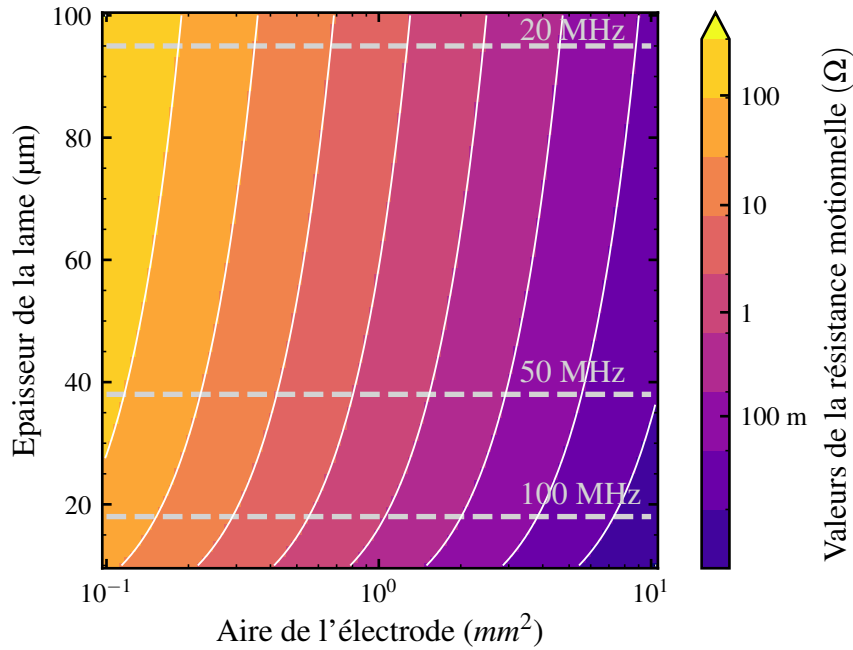


FIGURE 2.4 – Cartographie de la résistance motionnelle en fonction de l'épaisseur de la lame et de la dimension de l'électrode pour un mode de vibration fondamental

La figure 2.4 montre que la résistance motionnelle évolue lentement en fonction de l'épaisseur de la lame, mais évolue rapidement en fonction de l'aire de l'électrode. L'objectif de la thèse étant de développer un résonateur vibrant à 100 MHz, et comme l'a montré la relation 2.5 (page 37), l'épaisseur pour utiliser le fondamental du mode de cisaillement d'épaisseur sur une coupe AT ou SC du quartz est alors d'environ 17 μm .

Afin de répondre aux critères de puissance injectable et de compacité, il faut une résistance motionnelle comprise entre 1 Ω et 100 Ω , cela impose donc de se limiter au domaine d'aire d'électrode entre 0,1 mm^2 et 10 mm^2 .

2.2.1 Dimensionnement et optimisation des électrodes

Le modèle développé par Van Dyke, repose sur l'hypothèse que la lame de quartz est de dimension infinie. Une solution consisterait à avoir des électrodes de la taille de la lame de quartz. Cependant, l'ensemble des résonateurs actuels ont des électrodes d'une surface inférieure à la surface totale de la lame pour des raisons de confinement énergétique. Ainsi, l'objectif de cette partie est de présenter un modèle analytique développé au cours de la thèse permettant l'optimisation de la dimension des électrodes et de leur masse vis à vis de la dimension de la lame afin de maximiser le piégeage énergétique dans le résonateur. La figure suivante 2.5 présente le schéma du modèle :

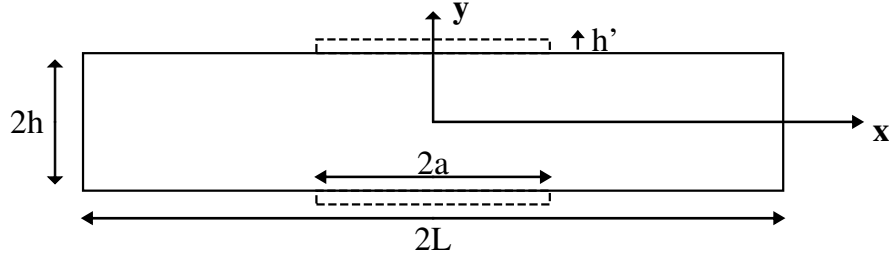


FIGURE 2.5 – Schéma de la lame pour le modèle 2D (vue en coupe)

Le résonateur schématisé dans la figure 2.5 est considéré comme une lame rectangulaire avec un chargement massique local (l'électrode), la demi-largeur de la lame est considérée finie et est notée L , la longueur est considérée comme infinie pour des raisons de simplification du modèle.

2.2.1.1 Analyse du piégeage énergétique

Le mode est supposé comme étant du cisaillement d'épaisseur et l'onde est supposée stationnaire sous l'électrode et une onde évanescente en dehors. Le déplacement adopte alors la forme suivante en notation complexe :

$$u_x = \begin{cases} E \times \sin(\eta y) \times \cos(\alpha x) \times e^{j\omega t} & \text{si } |x| \leq \frac{a}{2} \\ (S \times \sin(\eta y) \times e^{-|\beta|x} + T \times \sin(\eta y) \times e^{|\beta|x}) \times e^{j\omega t} & \text{si } |x| > \frac{a}{2} \end{cases} \quad (2.12)$$

Avec $\eta = \frac{\pi}{2h}$, $\alpha = \sqrt{\frac{\omega^2}{v_{\text{electrode}}^2} - \eta^2}$, et $\beta = \sqrt{\eta^2 - \frac{\omega^2}{v_{\text{lame}}^2}}$. La valeur de η et les formules de α et β découlent d'une part des équations associées aux conditions aux limites en surface de la lame (contraintes nulles) et des relations de dispersion imposée par l'équation (2.2) (page 36).

$v_{\text{electrode}}$ et v_{lame} sont les vitesses de propagation de l'onde dans la lame sous l'électrode et en dehors, et sont définis comme ceux-ci :

$$v_{\text{lame}} = \sqrt{\frac{(C_{66} + \frac{e_{26}^2}{\epsilon_{22}})}{\rho}} \quad \text{et} \quad v_{\text{electrode}} = \sqrt{\frac{(C_{66} + \frac{e_{26}^2}{\epsilon_{22}})}{\frac{\rho h + \rho' h'}{h + h'}}$$

Le déplacement imposé dans le domaine $[-\frac{a}{2}; \frac{a}{2}]$ est considéré comme entretenu, stationnaire et prend en compte la masse de l'électrode. Dans le domaine $[-L; -\frac{a}{2}] \cup [\frac{a}{2}; L]$, elle est indirectement entretenue via l'existence de l'onde sous l'électrode. Son existence est imposée par les conditions aux limites de continuité du déplacement aux bords des électrodes et ne prend pas en compte la masse de l'électrode.

Pour résoudre le système, il faut déterminer les constantes l'amplitude E de l'onde stationnaire sous l'électrode, ainsi que les amplitudes S et T des ondes évanescentes sortantes de l'électrode (S) et réfléchies sur le bord de la lame (T), et les composantes en x des vecteurs d'onde (α et β) de l'équation (2.12). Le système doit respecter 3 conditions aux limites, les contraintes nulles sur le bord de la lame (2.13), la continuité du déplacement (2.14) et des contraintes (2.15) qui se traduisent par :

$$\begin{aligned} T_1^{(10)} &= 0 \\ \Rightarrow 2C_{11}u_{x,x}(x=L) &= 0 \\ \Rightarrow u_{x,x}(x=L) &= 0 \\ \Rightarrow S\beta \exp(-|\beta|L) - T\beta \exp(|\beta|L) &= 0 \end{aligned} \quad (2.13)$$

$$\begin{aligned} u_x(x=a^-) &= u_x(x=a^+) \\ \Rightarrow E \cos(\alpha a) &= S \exp(-|\beta|a) + T \exp(|\beta|a) \end{aligned} \quad (2.14)$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial u_x}{\partial x}(x=a^-) &= \frac{\partial u_x}{\partial x}(x=a^+) \\ \Rightarrow -E\alpha \sin(\alpha a) &= -S\beta \exp(-|\beta|a) + T\beta \exp(|\beta|a) \end{aligned} \quad (2.15)$$

Cette ensemble de conditions aux limites peut se traduire sous la forme matricielle :

$$\begin{pmatrix} \cos(\alpha a) & -\exp(-|\beta|a) & -\exp(|\beta|a) \\ -\alpha \sin(\alpha a) & \beta \exp(-|\beta|a) & -\beta \exp(|\beta|a) \\ 0 & -\beta \exp(-|\beta|L) & \beta \exp(|\beta|L) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E \\ S \\ T \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (2.16)$$

Le déterminant de cette matrice s'annule pour E , S et T non tous nulles, uniquement pour certaines fréquences caractéristiques ω correspondant à la fréquence de résonance d'un mode de vibration. C'est cette fréquence qui détermine alors α et β .

Une fois les valeurs de ω déterminées, il est possible, en identifiant le vecteur propre correspondant à la valeur propre 0, de déterminer les constantes E , S et T .

Finalement, l'énergie cinétique de chaque partie du système peut être calculée et aboutir à un rapport d'énergie qui permet de définir le confinement énergétique lié aux différents paramètres géométriques de la lame.

Ce rapport $U = \frac{\text{Energie stocké sous l'électrode}}{\text{Energie totale}}$ s'écrit sous la forme intégrale de la manière suivante :

$$U = \frac{\int_{-a}^a \int_{-h}^h \rho \omega^2 (E \cos(\alpha x) \sin(\eta y))^2 dx dy}{\int_{-L}^L \int_{-h}^h \rho \omega^2 u_x^2 dx dy} \quad (2.17)$$

L'intégration de ce rapport pour une longueur d'électrode $2a$ comprise entre 25% et 75% de la longueur de la lame $2L$ de 1 mm, un chargement massique compris entre 0,1% et 100%, et une épaisseur de lame de 17 μm aboutit à la cartographie présentée dans la figure 2.6.

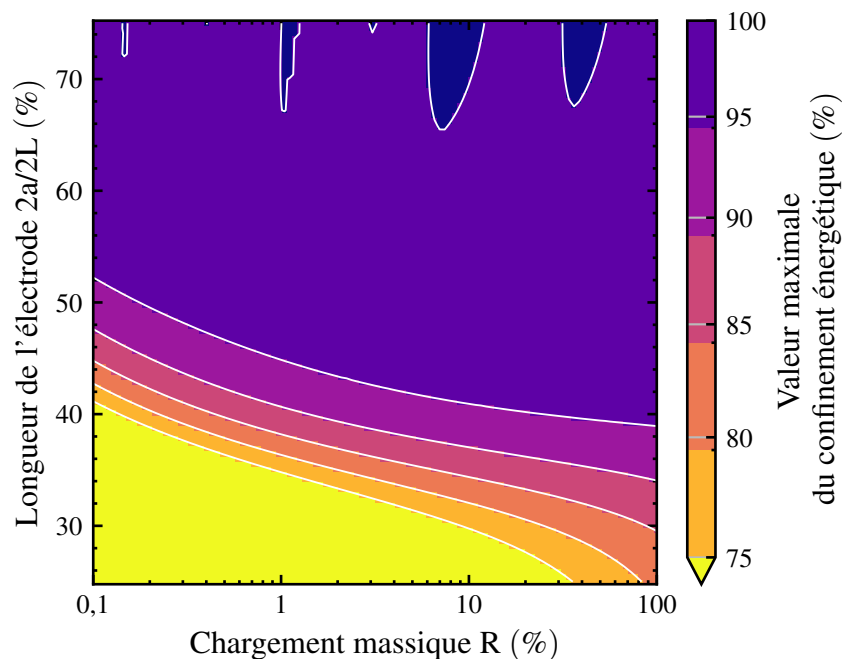


FIGURE 2.6 – Cartographie du confinement de l'énergie en fonction d'une électrode variable pour une dimension de lame fixée

Cette représentation met en évidence l'apparition d'une épaisseur minimale nécessaire à l'électrode en fonction de sa longueur pour atteindre un maximum d'énergie sous celle-ci. Cette épaisseur minimale décroît proportionnellement avec l'augmentation de la dimension de l'électrode, un phénomène expliqué par l'équation (2.17). En d'autres termes, plus la surface de l'électrode se rapproche de celle de la lame, moins l'épaisseur de l'électrode doit être importante pour assurer un confinement optimal de l'énergie.

Cette visualisation ne permet pas d'identifier un optimum en ce qui concerne les paramètres géométriques en jeu. Cependant, elle offre une compréhension de leur évolution et permet de déterminer un domaine de validité de ces paramètres.

La résolution du déterminant de la matrice de l'équation (2.16) fournit également des informations sur l'écart de fréquences entre le mode fondamental de cisaillement et le premier mode anharmonique de cisaillement, en fonction des mêmes paramètres que ceux illustrés dans la représentation précédente. L'évolution de cet écart est représentée dans la figure 2.7.

En fixant l'écart de fréquence à 500 kHz selon les spécifications requises, ce graphique établit une valeur maximale pour la longueur de l'électrode à 50%. En utilisant la figure 2.6, une valeur minimale du chargement massique de l'électrode peut être déterminée, qui s'élève à 0,25%.

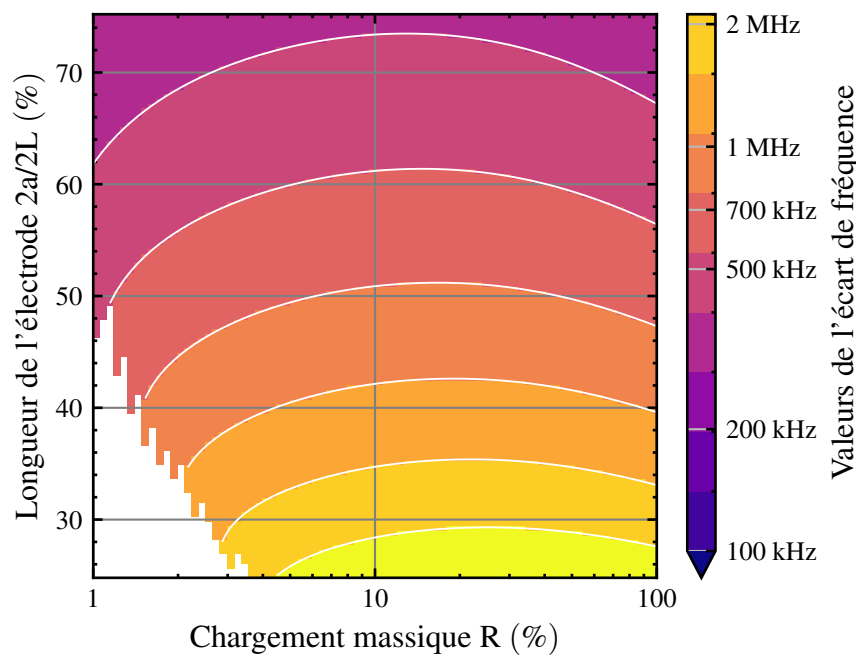


FIGURE 2.7 – Cartographie de l'écart de fréquence entre le mode fondamental de cisaillement d'épaisseur et son 1er anharmonique

Le modèle 2D d'une plaque vibrant en cisaillement d'épaisseur offre une meilleure compréhension du principe de piégeage énergétique et permet également d'anticiper les performances du résonateur en fonction des divers paramètres géométriques disponibles au sein du modèle. Bien que le modèle 2D ait des limites qui l'empêchent de déterminer un optimum, les résultats obtenus fournissent néanmoins des plages de validité pour ces paramètres géométriques, c'est à dire longueur d'électrode comprise entre 35% et 45% de la longueur de la lame.

Afin de confirmer la pertinence des modèles analytiques, les calculs ont également été réalisés par la méthode des éléments finis et les résultats sont présentés dans la partie suivante.

2.2.1.2 Validation par la méthode des éléments finis

La résolution de problèmes multiphysiques sur des structures complexes est souvent difficile et voire même impossible à mener par une approche analytique. La méthode des éléments finis (FEM : Finite Element Method) est une technique d'approximation spatiale d'un domaine, souvent utilisée pour analyser des systèmes complexes. Elle repose sur la discrétisation du domaine étudié en sous-domaines géométriques simples appelés **éléments**, connectés par des points spécifiques nommés **nœuds**. Ces éléments forment un maillage représentant fidèlement la géométrie globale. Chaque élément est associé à des fonctions d'approximation pour modéliser les déplacements, permettant ainsi de résoudre des problèmes complexes.

Pour valider les calculs analytiques de la partie précédente, la méthode des éléments finis a été employée pour calculer dans le cas de géométrie en 3D le confinement énergétique, ainsi que l'écart de fréquence. Ces calculs ont été menés à l'aide du logiciel *SimCenter* et du solveur *OOFELIE* : *Multiphysics*.

2.2.1.2.1 Confinement énergétique selon l'épaisseur de l'électrode L'analyse par éléments finis a été faite à partir d'une lame de quartz en coupe AT de forme carré ayant une épaisseur de 17 μm pour atteindre une fréquence de résonance d'environ 100 MHz pour une épaisseur d'or déposée de 200 nm. Les courbes analytiques sont obtenues en calculant l'énergie cinétique et potentielle à partir du déplacement sous l'électrode décrit dans l'équation (2.12). La normalisation est faite en divisant chaque point par la somme des valeurs maximales d'énergies cinétique et potentielle. La comparaison entre les deux analyses est visible dans la figure 2.8.

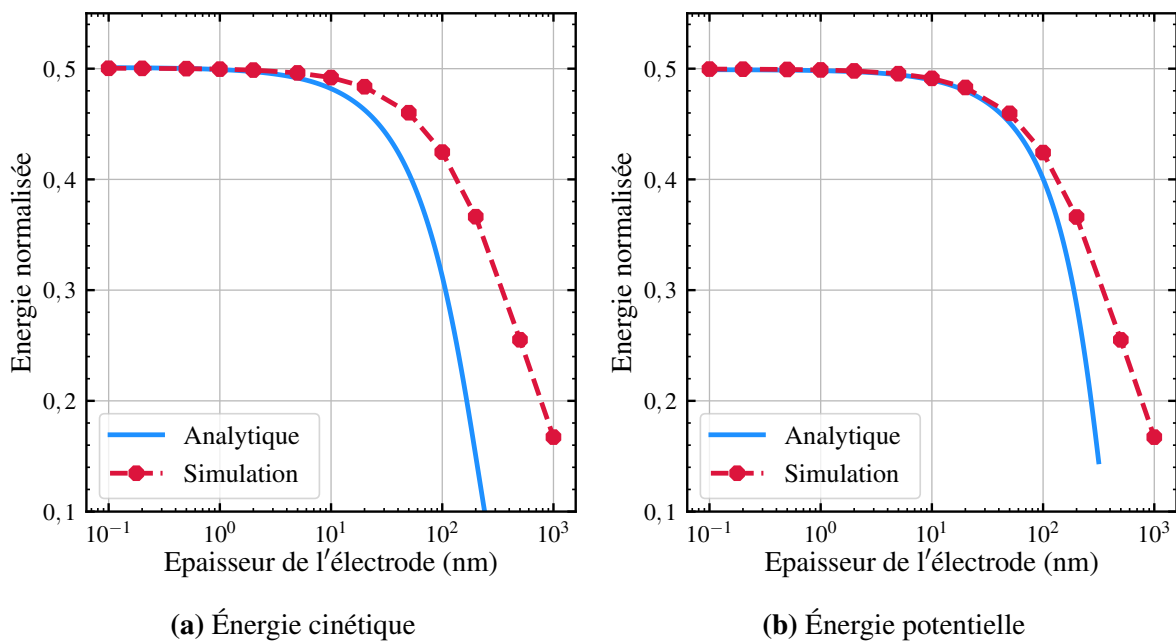


FIGURE 2.8 – Comparatif des énergies obtenues par calculs analytiques et par simulations

La figure 2.8 montre une bonne corrélation entre le modèle analytique et la simulation, notamment pour des valeurs d'épaisseurs faibles. Cependant pour des valeurs de masse d'électrodes plus élevées les deux modèles divergent. Cette divergence peut s'expliquer par le manque de précision liée à des chargements massique bien supérieur à 1% (sortie des hypothèses du modèle) de la masse de la lame de quartz. Ainsi, plus le chargement augmente, plus le modèle analytique diverge par rapport au modèle simulé. Même si les deux modèles finissent par diverger, ils montrent tous les deux un phénomène de diminution de l'énergie globale lorsque la masse augmente. Ce phénomène s'explique en prenant la valeur moyenne de l'énergie mécanique totale qui est égale à $\frac{1}{2}\rho\omega^2E^2$ avec E l'amplitude du déplacement sous l'électrode. Or, la fréquence de résonance dépend du chargement massique de l'électrode [87], ainsi lorsqu'on augmente la masse la fréquence diminue et donc l'énergie mécanique totale du système diminue, car elle est proportionnelle au carré de la fréquence. Cette décroissance rapide de l'énergie du résonateur pour un chargement fortement massique impose une limite d'épaisseur maximum pour l'électrode. Ce modèle permet de fixer une limite à l'épaisseur de l'électrode sans même prendre en compte les phénomènes viscoélastiques présent dans les électrodes lorsque le système est en vibration.

2.2.1.2.2 Estimation de l'écart de fréquence entre fondamental et 1er anharmonique La simulation par éléments finis a été réalisé sur une lame carré respectant un ratio longueur sur épaisseur de 49 et avec une épaisseur de 17 μm permettant un mode de cisaillement à 100 MHz. Les courbes analytiques sont tirés des valeurs obtenues lors de l'annulation du déterminant de la matrice visible dans l'équation (2.16). La comparaison des deux modèles est présenté dans la figure 2.9

La figure 2.9 montre l'estimation de l'écart de fréquence avec le 1er anharmonique selon l'épaisseur de métal déposé sur le résonateur. Une différence notable entre le modèle analytique et le modèle par éléments finis est visible. Cependant, un résultat converge, qui est la présence d'un optimum pour environ 100 nm de métal (or) déposé. Il est souhaitable d'avoir un écart entre le fondamental et les anharmoniques le plus élevé possible, l'épaisseur des électrodes sera alors fixée à 100 nm.

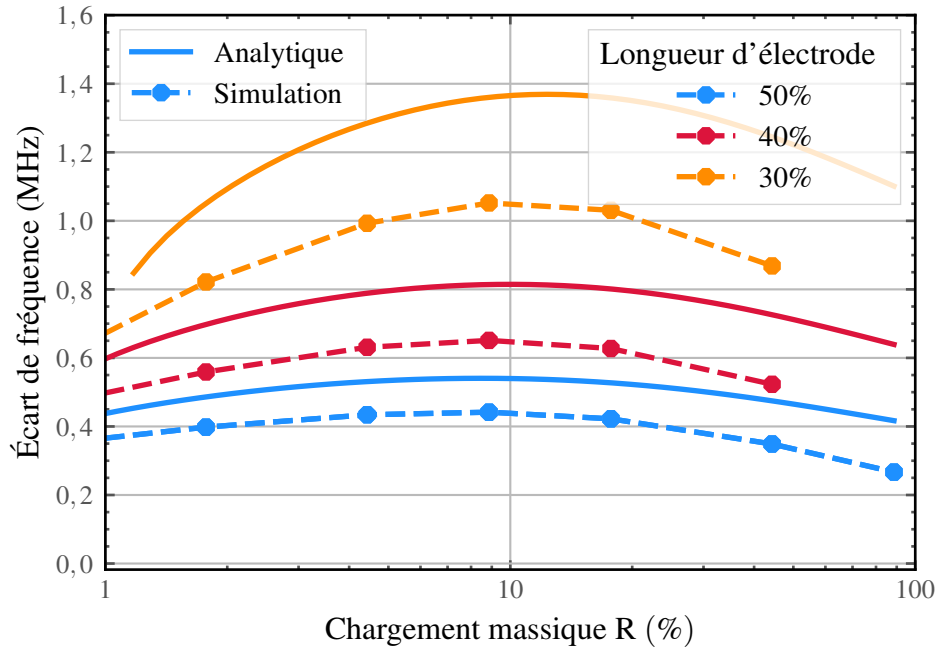


FIGURE 2.9 – Évolution de l'écart en fréquence entre le fondamental et le 1^{er} anharmonique selon le chargement massique et la longueur de l'électrode

Il reste nécessaire d'apporter une nuance à ces modèles. En effet, ni la raideur de la couche de métal déposé, ni l'amortissement de celle-ci ont été prises en compte. La dépendance des pertes viscoélastiques en fonction de la fréquence pour le mode de vibration en cisaillement d'épaisseur étant très peu documentée, aucune valeur d'amortissement n'a pu être incorporée dans ces modèles.

2.2.1.3 Bilan de l'optimisation des électrodes

Pour une fréquence souhaitée de 100 MHz et un chargement massique de $R \simeq 1\%$, l'épaisseur de lame (coupe AT) doit être de 16,5 μm . La première analyse tirée du modèle équivalent de BVD, fait ressortir une valeur minimale de la surface de l'électrode de 0,1 mm^2 pour une valeur souhaitée de résistance motionnelle maximale de 100 Ω . La seconde analyse montre l'influence de l'épaisseur et de la longueur de l'électrode vis à vis du confinement énergétique et de l'écart de fréquence entre le fondamental et le 1^{er} anharmonique. Le confinement énergétique donne une borne inférieure de la longueur de l'électrode à 35% de la longueur de la lame et l'écart de fréquence fixe une borne maximale à 45% de la longueur de la lame.

Désormais pour la suite de l'optimisation de la partie vibrante, l'épaisseur de la lame est fixé à 16,5 μm , l'épaisseur de l'électrode est fixé à 80 nm et la longueur de l'électrode est fixé à 40% de la longueur de la lame.

2.2.2 Dimensionnement de la lame vibrante

L'épaisseur de la lame, ainsi que les paramètres géométriques des électrodes ont été fixés. La longueur de la lame reste encore à dimensionner. Dans un premier temps, une analyse sera menée sur l'éloignement des modes parasites et permettra de dimensionner la longueur de la lame. Puis une analyse des différentes sources de perte dans le résonateur sera menée, afin d'identifier les principaux mécanismes de pertes et de valider le bon dimensionnement de la partie vibrante.

2.2.2.1 Éloignement des fréquences parasites

Un mauvais dimensionnement de la lame vibrante peut être à l'origine d'un parasitage du mode de cisaillement par d'autres modes de vibration. Pour éviter ce phénomène, une maximisation de la différence de fréquence entre ces modes et le mode de cisaillement d'épaisseur est nécessaire. Pour cela, un modèle permettant la résolution des lois de comportement d'une plaque piézoélectrique de forme rectangulaire est nécessaire. Un tel modèle implique la prise en compte de l'ensemble de la structure de la plaque et nécessite des méthodes mathématiques et des modèles physiques complexes pour comprendre de manière approfondie les vibrations de ces plaques.

2.2.2.1.1 Définition du modèle Mindlin [88] a utilisé le développement en série de puissance pour obtenir les équations 2D d'une plaque de quartz (double rotation) subissant une vibration forcée. Lee et Hou [89] ont quant à eux utilisé un développement en série trigonométrique pour étudier les vibrations de bandes de quartz (double rotation). Cependant, les équations obtenues ainsi nécessitent l'utilisation de facteurs de correction.

En 1998, P.C.Y. Lee [90] a déduit à partir des équations tridimensionnelles de la piézoélectricité linéaire un nouveau système d'équations 2D au premier ordre d'une plaque cristalline piézoélectrique de forme rectangulaire et ayant les faces supérieure et inférieure métallisées. La précision des nouvelles équations bidimensionnelles (2D) pour le quartz coupe AT a été établie par une comparaison des relations de dispersion calculées à partir de ces équations avec celles obtenues à partir des équations tridimensionnelles (3D) pour des plaques infinies. De plus, la validité des prédictions de fréquences de résonance a été confirmée en comparant les résultats aux données expérimentales de Koga et Fukuyo [91] ainsi qu'à celles de Nakazawa, Horiuchi et Ito [92] pour des plaques rectangulaires. Ce modèle permet une bonne compréhension des vibrations d'une plaque piézoélectrique tridimensionnelle, tout en ayant une résolution simplifiée.

Le système est une plaque rectangulaire de quartz en coupe AT de longueur L suivant l'axe X et Z , d'une épaisseur h suivant l'axe Y et des électrodes d'une épaisseur h' pleine plaque sur la face supérieure et inférieure. La figure 2.10 ci-dessous résume le système :

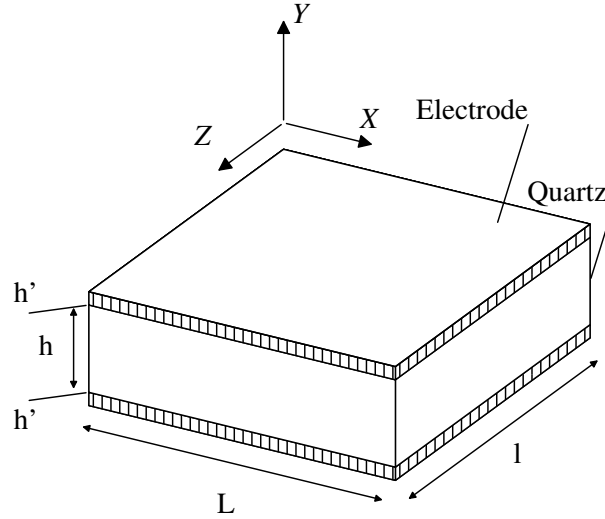


FIGURE 2.10 – Plaque de quartz rectangulaire avec des électrodes recouvrant l’ensemble du résonateur

2.2.2.1.2 Courbes de dispersion Les équations du première ordre bidimensionnelles pour une plaque piézoélectrique sont dérivées de la relation de la piézoélectricité (2.1), puis réduites, elles sont présentées par P.C.Y Lee *et al.* [90]. Dans le cas du quartz en coupe SC (double rotation), les coefficients matériaux, c_{pq} , e_{ip} et ϵ_{ij} sont non nuls, sauf ϵ_{12} et ϵ_{13} . Par conséquent, tous les modes sont couplés et peuvent être excités à partir du cisaillement d’épaisseur. Dans le cas du quartz en coupe AT (simple rotation), le nombre de coefficients matériaux nuls est plus élevé et par conséquent l’ensemble des modes ne sont pas couplés.

A partir de ces équations, il est possible d’obtenir la relation de dispersion des six premiers modes couplés d’une plaque de quartz infinie selon l’axe X. Pour obtenir cette relation, il faut introduire les équations du premier ordre réduites dans les conditions aux limites du système, afin d’obtenir huit équations de champ en termes de déplacement mécanique et de potentiel électrique.

En transformant le système d’équations en un problème matricielle, il en résulte une matrice des coefficients $M(\Omega, Z)$ de dimension 8 (6 modes de vibrations et 2 potentiels électriques). La résolution du déterminant permet d’obtenir une fonction dépendante de la fréquence normalisée Ω , défini par : $\Omega = \omega \times \frac{\pi}{h} \sqrt{\frac{C_{66}}{\rho}}$ et du nombre d’onde normalisé, défini par : $Z = \frac{\xi}{\pi/h}$. Avec ω la pulsation [rad/s] et ξ le nombre d’onde [rad/m].

Pour une valeur donnée de Ω , il y a 8 racines possibles de Z , qui correspondent aux 6 premiers modes de vibrations et aux 2 potentiels électriques. Les six premiers modes de vibration sont le cisaillement d'épaisseur (TSh_1), la flexion (F_1), l'extension-compression d'épaisseur (TSt_1), l'extension-compression (E_1), le cisaillement de face (FS_1) et la torsion d'épaisseur (TT_1), ils sont représentés dans la figure 2.11.

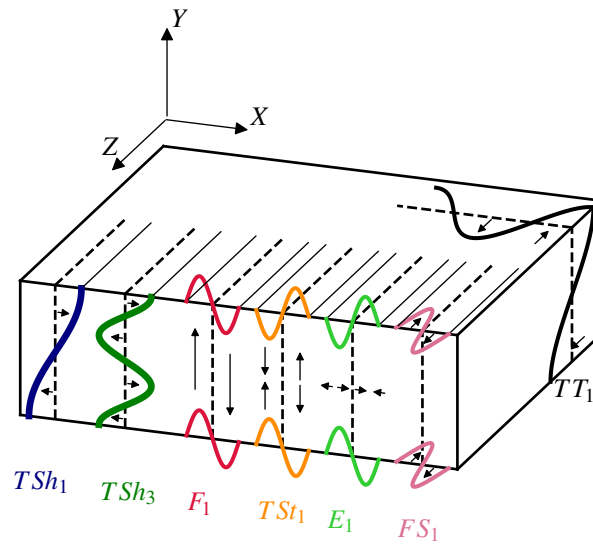


FIGURE 2.11 – Six premiers modes de vibrations selon x d'une plaque de quartz, reproduit à partir de [90]

A partir des coefficients matériaux du quartz, pour un ratio de masse R inférieur à 1% et en négligeant les potentiels électriques, les courbes de dispersion pour l'axe X sont représentées dans la figure 2.12. Les courbes de dispersion montrent comment la fréquence des modes est corrélée à son vecteur d'onde. Celles-ci permettent une meilleure compréhension de la manière dont les ondes se propagent dans leur milieu.

Les valeurs réelles du nombre d'onde correspondent à des ondes stationnaires trigonométriques, des ondes qui sont présentes indépendamment de la source, alors que les valeurs imaginaires correspondent à des ondes stationnaires hyperboliques, c'est à dire que cette onde va décroître en s'éloignant de la source. Il faut tout de même préciser que les branches de l'extension-compression d'épaisseur (TSt_1) sont complexes et non purement imaginaires, cette approximation vient du modèle 2D des équations qui montrent ses limites. Cependant cette erreur n'a qu'une faible importance sur la compréhension du couplage des modes.

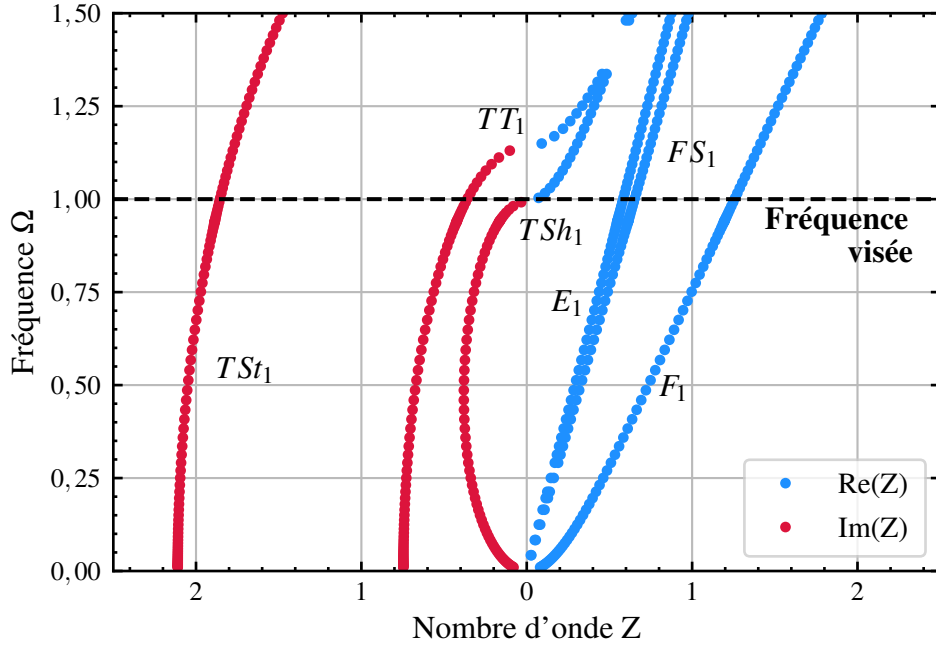


FIGURE 2.12 – Courbes de dispersion des modes de vibration selon l’axe X d’une bande de quartz de coupe AT, calculées à partir de [90]

Afin de simplifier la compréhension de la figure, supposons qu’un résonateur est excité en cisaillement à la fréquence normalisée $\Omega = 1$, l’onde stationnaire sous l’électrode sera composée des six premiers modes avec des amplitudes propres à chaque mode, alors qu’en dehors de l’électrode seuls les modes ayant un nombre d’onde réel seront excités avec encore une fois une amplitude propre à chaque mode. Le couplage des modes et l’apparition de modes parasites est alors inévitable dans le cas d’une lame de quartz.

2.2.2.1.3 Spectre de fréquences Il est également possible de faire un lien entre le couplage des modes et les variations des paramètres géométriques, dont principalement le lien entre la longueur L et l’épaisseur de la lame h . Pour cela, il faut tracer un nouveau graphe qui est un *spectre de fréquence*. Pour aboutir à ce nouveau graphe, il faut dans un premier temps, pour chaque Ω , les nombres d’ondes Z_i des huit modes sont obtenus en annulant le déterminant de la matrice $M(\Omega, Z)$. Chacun de ces modes peut être décrit comme une superposition des modes élémentaires présentés dans la figure 2.11, ainsi que des potentiels électriques, et dont les amplitudes relatives sont données par le vecteur propre associés à la valeur propre identifiée précédemment. Ces amplitudes permettront ensuite de différencier les modes et de connaître le mode dominant pour une fréquence et un rapport L/h déterminés.

Dans un second temps, en considérant $L/h \gg 1$ et le bord en $X = \pm L/2$, il en découle les conditions aux limites du système selon l’équation (17) de la ref. [90]. Il suffit ensuite de substituer les déplacements mécaniques et les potentiels électriques dans les conditions aux limites, afin d’avoir un système d’équations qui peut être transformé en un système

matriciel composé de la matrice des coefficients N .

L'annulation du déterminant de cette matrice des coefficients N permet d'obtenir une fonction dépendante de Ω et du rapport L/h . A partir de cette fonction, les fréquences de résonance de la lame de quartz sont calculées pour les modes de vibrations selon l'axe X . Une fois calculées en fonction du rapport L/h , ces fréquences de résonance sont tracées sur la figure 2.13.

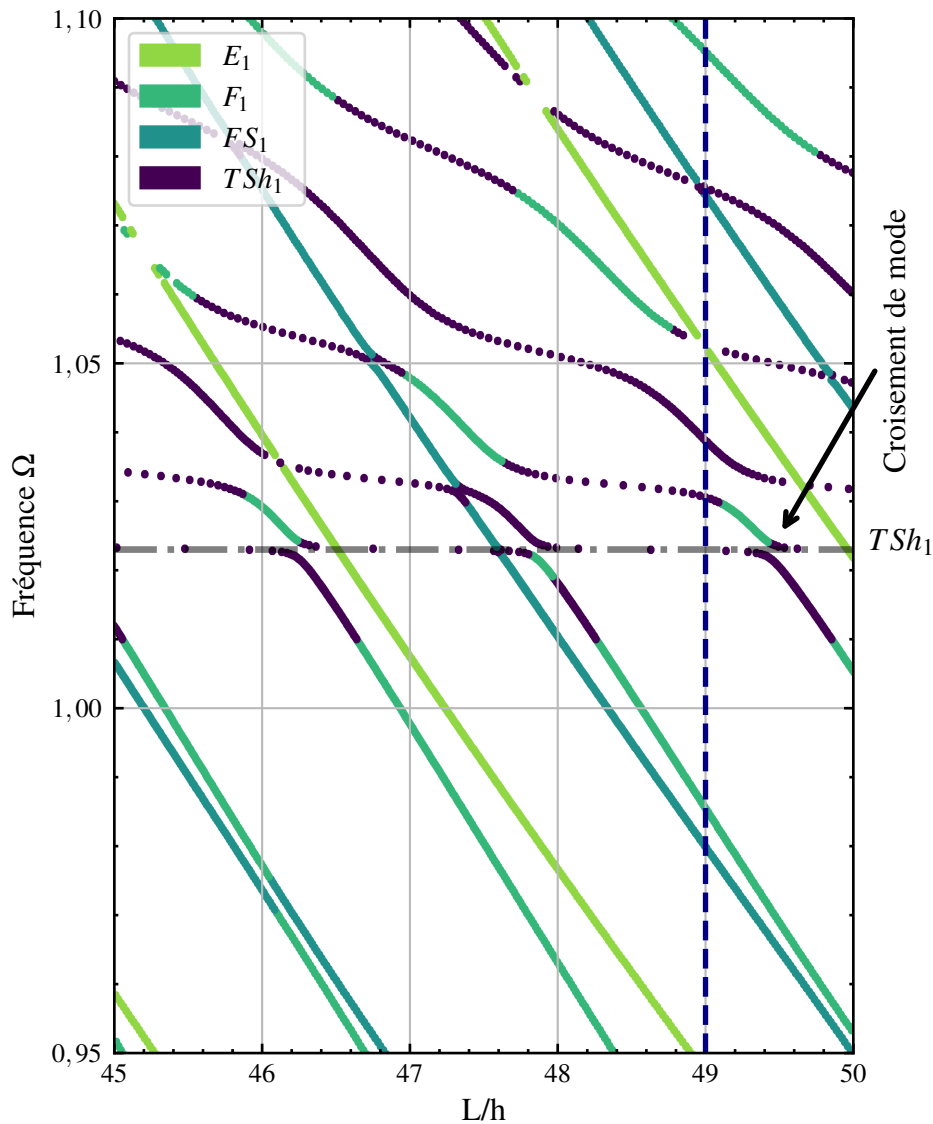
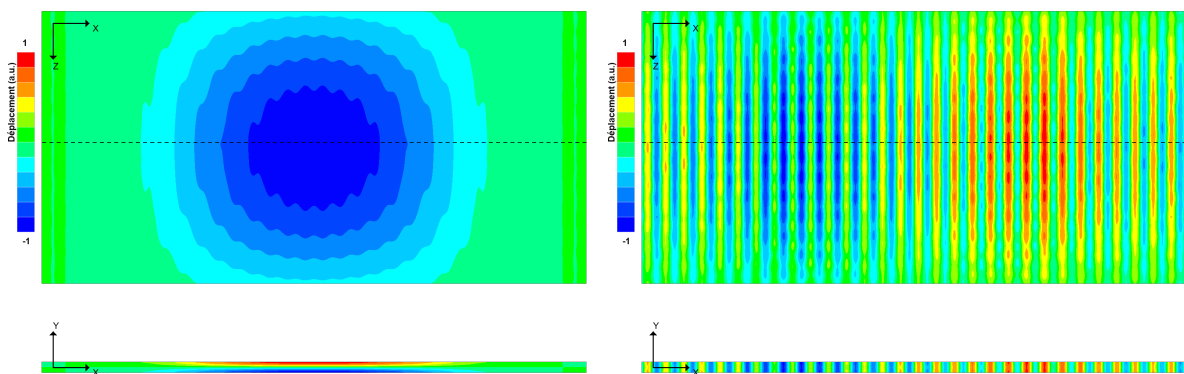


FIGURE 2.13 – Spectre de fréquences d'une bande de quartz de coupe AT, calculé à partir de [90]

Le spectre de fréquence (figure 2.13) montre une forte dépendance des fréquences normalisées des modes décrits dans la figure 2.11 (page 51) au ratio géométrique $\frac{L}{h}$ de la lame. Les modes de cisaillement d'épaisseur se situent à la fréquences $\Omega_{TSh_1} = 1,02$, tandis que les modes "parasites" (flexion, extension-compression, cisaillement de face) apparaissent majoritairement dans des plages de fréquence inférieure ou supérieure à celle du cisaille-

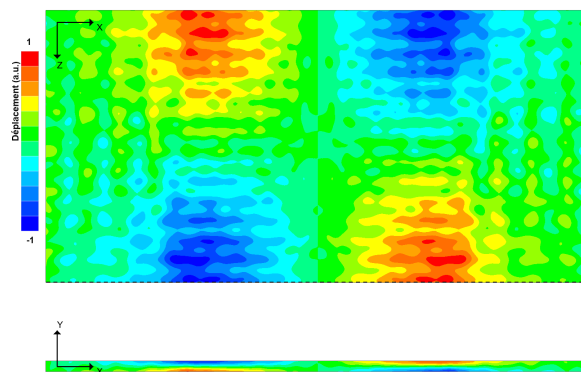
ment d'épaisseur. Dans la zone $(0, 95 - \Omega_{TSh_1})$, les modes sont principalement des modes de flexion, d'extension compression et de cisaillement de face. Dans la zone (Ω_{TSh_1}) , les modes parasites se mélangent avec le mode de cisaillement d'épaisseur, il apparaît alors plusieurs croisements de mode. Dans la zone $(> \Omega_{TSh_1})$, les modes parasites redeviennent dominants. Les croisements des courbes révèlent des couplages entre modes qu'il est crucial d'éviter. C'est en particulier le cas pour le couplage entre les modes parasites et le mode de cisaillement d'épaisseur. L'objectif est donc de déterminer un ratio géométrique $\frac{L}{h}$ qui minimise ces couplages et éloigne les fréquences des modes parasites de celle du mode de cisaillement d'épaisseur. Ainsi, le ratio $\frac{L}{h} = 49$ a été choisi répondant parfaitement à ces critères.

2.2.2.1.4 Validation du modèle tridimensionnel par éléments finis Le logiciel *Simcenter* et le solveur *OOFELIE* : *Multiphysics* ne permettent pas de recréer les courbes de dispersion visibles sur la figure 2.12 (page 52). Cependant il est possible d'analyser visuellement le déplacement simulé selon chaque axe d'un modèle 3D par éléments finis (Figure 2.14).



(a) Déplacement suivant X

(b) Déplacement suivant Y



(c) Déplacement suivant Z

FIGURE 2.14 – Déplacements simulés selon les trois axes X, Y et Z, avec une vue du dessus (sous-figure supérieure) et avec une vue en coupe de profil (sous-figure inférieure)

D'après la courbe de dispersion obtenues avec le modèle analytique représenté avec la figure 2.12 (page 52), à une fréquence normalisée Ω de 1, quatre types de vibration sont attendues. Le cisaillement d'épaisseur, la flexion, l'extension compression et le cisaillement de face. La sous-figure 2.14a montre le cisaillement d'épaisseur en son centre et l'extension compression à chaque extrémité selon l'axe X. La sous-figure 2.14b montre quant à elle la flexion que subit la plaque, le couplage cisaillement et flexion est bien connu [93], il peut être à l'origine d'une forte diminution du facteur de qualité. Cette forte diminution est due à une détérioration du mode de cisaillement d'épaisseur par d'autres modes de vibration engendrant alors un accroissement des pertes.

La sous-figure 2.14c montre le dernier mode, d'après la figure 2.12 (page 52), ce mode devrait être le cisaillement de face. Cependant lorsqu'on analyse la sous-figure 2.14c, un mode de torsion d'épaisseur est visible.

Cette simulation permet de valider le bon rapport de longueur sur l'épaisseur $\frac{L}{h}$ de la lame de quartz, en effet la contribution au déplacement de chaque modes sur l'ensemble de la plaque sont les suivants : le cisaillement d'épaisseur 99,559%, l'extension compression 0,215%, la flexion 0,209% et le cisaillement de face 0,017%.

2.2.2.2 Analyse des différentes sources de pertes dans un résonateur

L'analyse de l'éloignement des modes parasites et la validation par éléments finis a permis de fixer un ratio longueur sur épaisseur de la lame à 49. L'analyse des sources de pertes dans le résonateur, va permettre de valider le bon dimensionnement de la partie vibrante du résonateur.

Pour avoir un moyen de comparaison entre les différentes sources de pertes, celles-ci seront comparées par rapport à leur impact sur le facteur de qualité. Le facteur de qualité représente le ratio entre l'énergie totale et l'énergie dissipée sur une période, cela traduit les pertes d'énergie du résonateur :

$$Q = 2\pi \frac{E_{total}}{E_{dissipée/période}} \quad (2.18)$$

Afin d'atteindre les meilleures performances, le facteur de qualité doit être maximisé, puisque celui-ci influe directement sur la stabilité de la fréquence nominal lorsque le résonateur est intégré en oscillateur, le bruit de phase en 1/f d'un oscillateur varie en $\frac{1}{Q^4}$ [94].

Plusieurs mécanismes indépendants sont à l'origine des pertes dans un résonateur, c'est pourquoi le facteur de qualité total est défini par la relation (2.19) :

$$\frac{1}{Q_{Total}} = \sum \frac{1}{Q_{source\ de\ perte}} \quad (2.19)$$

Les origines des pertes peuvent être classées selon si celles-ci sont intrinsèques ou extrinsèques. Les pertes extrinsèques sont les suivantes :

- L’amortissement dans le support du résonateur Q_{anchor} . Une partie de l’énergie du résonateur fuit par son support, pour minimiser cet effet une conception intelligente des bras de suspension et du contour du résonateur est nécessaire, afin de garder l’énergie mécanique au sein du résonateur et de la minimiser au niveau des zones de fixation. Il sera vu par la suite qu’il est important de diminuer la sollicitation du contour par certains modes de vibration.
- L’amortissement dû au frottement fluide avec le gaz ou le liquide ambiant Q_{fluide} . Celui-ci diminue avec l’augmentation de la fréquence et il peut être rendu négligeable en travaillant à faible pression.
- L’amortissement viscoélastique Q_{visco} . Ce phénomène se produit lorsqu’un gradient de contrainte se crée au sein des dépôts de matériaux non mono-cristallins (électrodes, pistes, ...). Les pertes peuvent être rapidement conséquentes selon l’épaisseur du dépôt mais aussi des caractéristiques du matériau déposé (Masse volumique, Module de Young, ...) [95].
- Les pertes ohmiques Q_{Ω} . Ce phénomène se produit lorsque la résistance de piste devient équivalente ou supérieure à la résistance motionnelle du résonateur.

Et les pertes intrinsèques se résume aux pertes thermoélastiques :

- L’amortissement thermoélastique Q_{thermo} . Ce phénomène se produit lorsque la partie vibrante du résonateur par extension-compression de la matière s’échauffe ou se refroidit, ce qui crée un gradient de température au sein du résonateur qui accompagné d’un flux de chaleur dissipe l’énergie sous forme de chaleur de manière irréversible. Zener en 1937 [96] fût le premier à décrire ce phénomène pour une poutre vibrante, Tasi en 1964 [97] décrit le phénomène pour une lame de quartz (AT) avec des bords libres vibrant en cisaillement d’épaisseur et en flexion, le facteur de qualité équivalent est de l’ordre de $Q_{thermo} = 10^8$.

Plusieurs simulations par la méthode des éléments finis ont été réalisées pour valider la conception globale du résonateur, c’est à dire la conception de la partie vibrante à laquelle s’ajoute les suspensions, un sous-chapitre (section 2.3, page 63) entier est dédié à l’optimisation des suspensions. Les simulations ont pour but de valider le bon découplage entre la partie vibrante et le support du résonateur, de vérifier si les pertes thermoélastiques anticipées dans la littérature se confirment par simulations et si les électrodes apportent des sources de pertes au résonateur. Et finalement, l’amortissement le plus limitant sera mis en avant. Pour rappel, la limite d’Akhiezer fixe la limite théorique du facteur de qualité d’un résonateur à température ambiante, cette limite est due aux pertes intrinsèques du matériau, qui fixe la limite du produit $Q \times f$ pour le quartz à $3,2 \times 10^{13}$, dans le cas de ce résonateur vibrant à 100 MHz, cela donne un facteur de qualité maximale, $Q_{max} = 320\ 000$.

2.2.2.2.1 Les pertes thermoélastiques Pour simuler les pertes thermoélastiques il est nécessaire de prendre en compte le couplage thermoélastique au sein du dispositif. A partir du solveur OOFELIE, il est possible de simuler le mécanisme d'amortissement thermoélastique dans un système, tel qu'une poutre décrit par Zener [96], ou bien dans une lame en cisaillement d'épaisseur décrit par Tasi [97]. Pour ce faire, une simulation modale complexe est mise en place, celle-ci permettra d'obtenir la pulsation complexe du mode d'intérêt. Une fois la pulsation complexe obtenue, il est possible de calculer le facteur de qualité thermoélastique à partir de la relation suivante [98] :

$$Q_{TED} = -\frac{2|Re(\omega)|}{|Im(\omega)|} \quad (2.20)$$

La modélisation donne une valeur de $Q_{TED} = 1,2 \times 10^8$, ce qui est très proche de la valeur obtenue analytiquement par Tasi [97] qui est de 10^8 .

2.2.2.2.2 Les pertes ohmiques Les pertes ohmiques dans un résonateur en cisaillement d'épaisseur proviennent de la conductivité limitée des électrodes, affectant la performance du dispositif, notamment à la résonance où l'impédance est minimale. À ce stade, le courant élevé dans les électrodes engendre une dissipation d'énergie sous forme de chaleur, réduisant le facteur de qualité (Q) et augmentant les pertes globales. Ces pertes dépendent fortement de la résistance des électrodes : plus elles sont résistives, plus l'énergie dissipée est significative. Une mauvaise conductivité peut également entraîner une distorsion des modes de déplacement mécaniques et exciter des résonances parasites, amplifiant les pertes. L'utilisation d'électrodes hautement conductrices est donc cruciale pour minimiser ces effets et préserver les performances optimales du résonateur. Le modèle de Butterworth Van Dyke modifié [99], permet de prendre en compte la résistance de piste des électrodes à partir de la formule suivante :

$$Q = \frac{1}{R_m + R_s} \sqrt{\frac{L_m}{C_m}} \quad (2.21)$$

La figure 2.15 montre l'application de la relation (2.21) pour différentes valeurs de la résistance en série R_s en fonction de la valeur de R_m .

Il est possible de scinder la figure 2.15 en trois zones ; la première, jusqu'à un ratio $\frac{R_s}{R_m} = 0,1$, le facteur de qualité varie très peu, la résistivité des électrodes a un impact négligeable sur le facteur de qualité. La deuxième, entre 0,1 et 10, qui montre une zone de transition où le facteur de qualité se détériore rapidement avec un facteur de qualité divisé par 2 lorsque la résistance en série a la même valeur que la résistance motionnelle. Puis la troisième, au-delà de 10, le facteur de qualité est proche de 0, quasiment l'ensemble de l'énergie fournie au résonateur est perdue sous forme de chaleur par dissipation dans la résistance en série R_s .

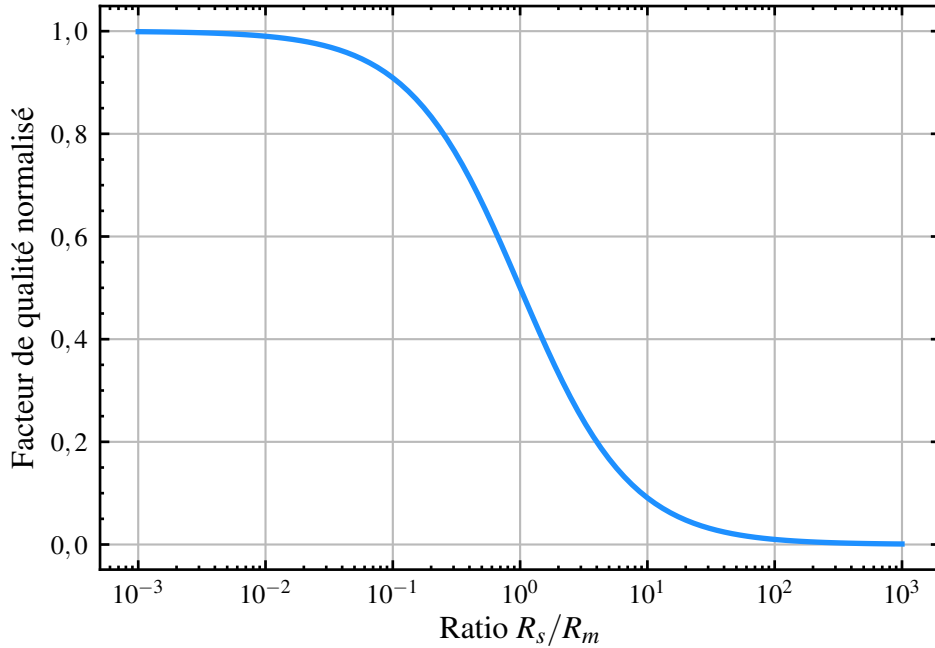


FIGURE 2.15 – Facteur de qualité Q en fonction du ratio entre la résistance motionnelle R_m et la résistance parasite en série R_s

Pour modéliser les pertes ohmiques dans un résonateur, un script Python a été utilisé pour calculer l'impédance totale d'un circuit de BVD auquel est ajoutée une résistance en série modélisant la résistance des électrodes. La figure 2.16 montre l'impact d'électrodes résistives par rapport à des électrodes hautement conductrices sur le module et la phase.

La figure 2.16 montre l'évolution du module ($|Z|$) et de la phase (Φ) de l'impédance totale en fonction de la fréquence normalisée pour différents rapports R_s/R_m , où R_s représente la résistance en série des électrodes et R_m la résistance motionnelle.

- **Courbe du module ($|Z|$)** : La courbe supérieure illustre l'impact croissant de R_s sur le comportement en fréquence.
 - Lorsque $R_s = 0\% R_m$ (courbe bleue), le pic d'impédance est bien défini, caractéristique d'un résonateur hautement performant.
 - À $R_s = 10\% R_m$ (courbe rouge), le pic est toujours visible mais atténué, traduisant des pertes accrues.
 - Pour $R_s = 50\% R_m$ (courbe orange), le pic disparaît presque, indiquant que la résistance des électrodes domine les pertes totales. Cela est cohérent avec la transition observée dans la deuxième zone décrite précédemment ($0,1 \leq R_s/R_m \leq 10$).
- **Courbe de la phase (Φ)** : La courbe inférieure montre un comportement similaire :
 - Avec $R_s = 0\% R_m$, la phase passe rapidement de -90° à 0 dans une plage étroite autour de la fréquence de résonance. Cela reflète une transition énergétique efficace entre les branches mécanique et électrique du résonateur.

- À $R_s = 10\% R_m$, la transition devient plus graduelle, indiquant une réduction du couplage énergétique.
- Enfin, pour $R_s = 50\% R_m$, la phase reste quasi-constante, confirmant que le résonateur perd sa capacité à stocker et transférer de l'énergie efficacement.

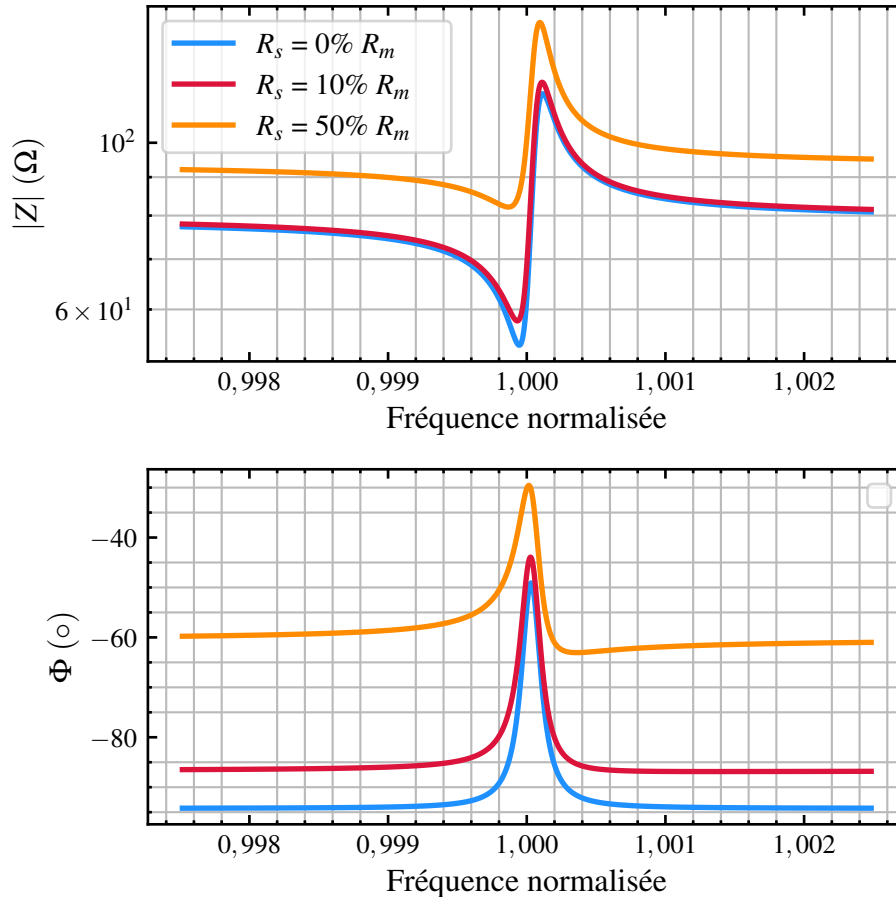


FIGURE 2.16 – Module et phase de l'impédance à partir d'un modèle BVD-modifié pour différentes valeurs de la résistance parasite en série R_s

Cette figure 2.16 met en évidence l'importance de minimiser R_s pour maintenir un facteur de qualité élevé et préserver les performances du résonateur. Les résultats illustrent parfaitement les trois zones définies dans le texte précédent, avec une transition marquée entre une faible résistivité ($R_s \ll R_m$) et des électrodes résistives ($R_s \gg R_m$).

2.2.2.2.3 Les pertes viscoélastiques Les pertes viscoélastiques dans un résonateur résultent de l'amortissement des films métalliques, tels que l'or, utilisés comme électrodes. Ces pertes sont dues à la dissipation d'énergie sous forme de chaleur lorsque le matériau métallique subit des déformations mécaniques en raison des vibrations du résonateur. Lorsque l'épaisseur de l'électrode devient importante relativement à l'épaisseur du résonateur, le film d'or contribue significativement à réduire le facteur de qualité (Q).

Dans le cas des résonateurs en mode de cisaillement d'épaisseur à haute fréquence (fréquence ≥ 10 MHz), les pertes viscoélastiques sont peu connues, notamment pour des couches épaisses de métaux. Pour anticiper les pertes viscoélastiques, le facteur de qualité viscoélastique a été calculé pour une électrode en or d'une épaisseur de 80 nm et ayant une valeur d'amortissement (coefficient de frottements internes) η variant de 1×10^{-3} à 5×10^{-1} . La valeur minimale est tirée de la littérature [95], [100] sur les pertes viscoélastiques dans les films minces.

La figure 2.17 montre l'évolution du facteur de qualité en fonction de l'amortissement des électrodes. Pour réaliser cette courbe, la méthode des éléments finis a été employé, une membrane 2D est ajoutée afin de modéliser les électrodes, puis un amortissement structural est implémenté dans cette membrane pour modéliser les pertes viscoélastiques. En faisant varier l'amortissement structural de l'électrode, il est alors possible d'obtenir la courbe visible dans la figure 2.17.

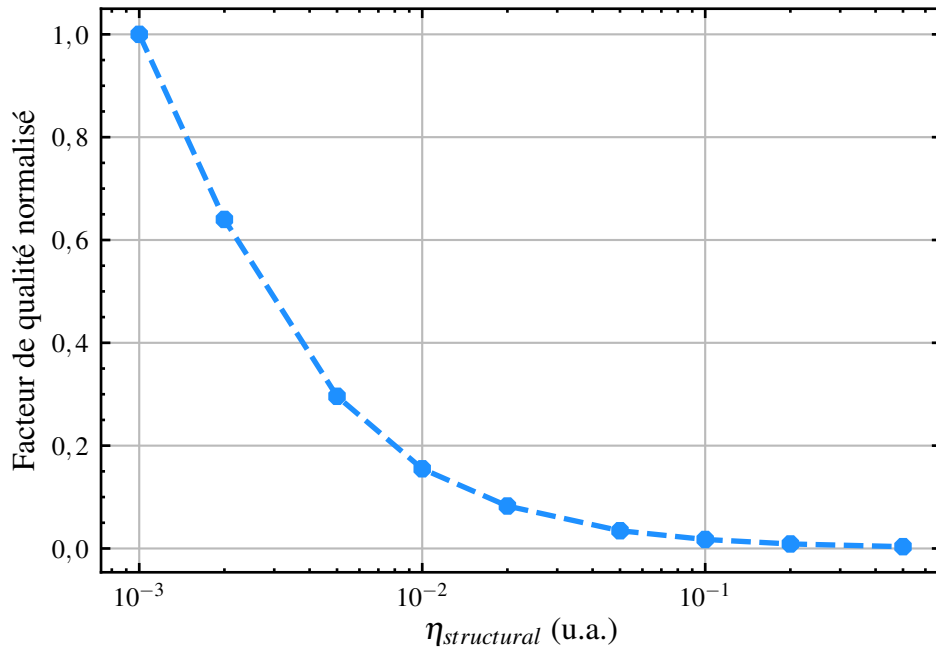


FIGURE 2.17 – Facteur de qualité viscoélastique en fonction de l'amortissement structural de l'électrode

La figure 2.17 montre que le facteur de qualité a une forte dépendance à l'amortissement des électrodes. En effet, cette dépendance étant en $\frac{1}{\eta}$ selon les simulations, cela met en évidence la nécessité d'utiliser des matériaux pour les électrodes ayant un amortissement le plus faible possible afin de maximiser le facteur de qualité du résonateur.

La figure 2.18 montre l'impact de l'amortissement des électrodes sur le module et la phase, cette figure a été obtenu en simulant le système avec une simulation harmonique afin d'en déduire les paramètres motionnels du système.

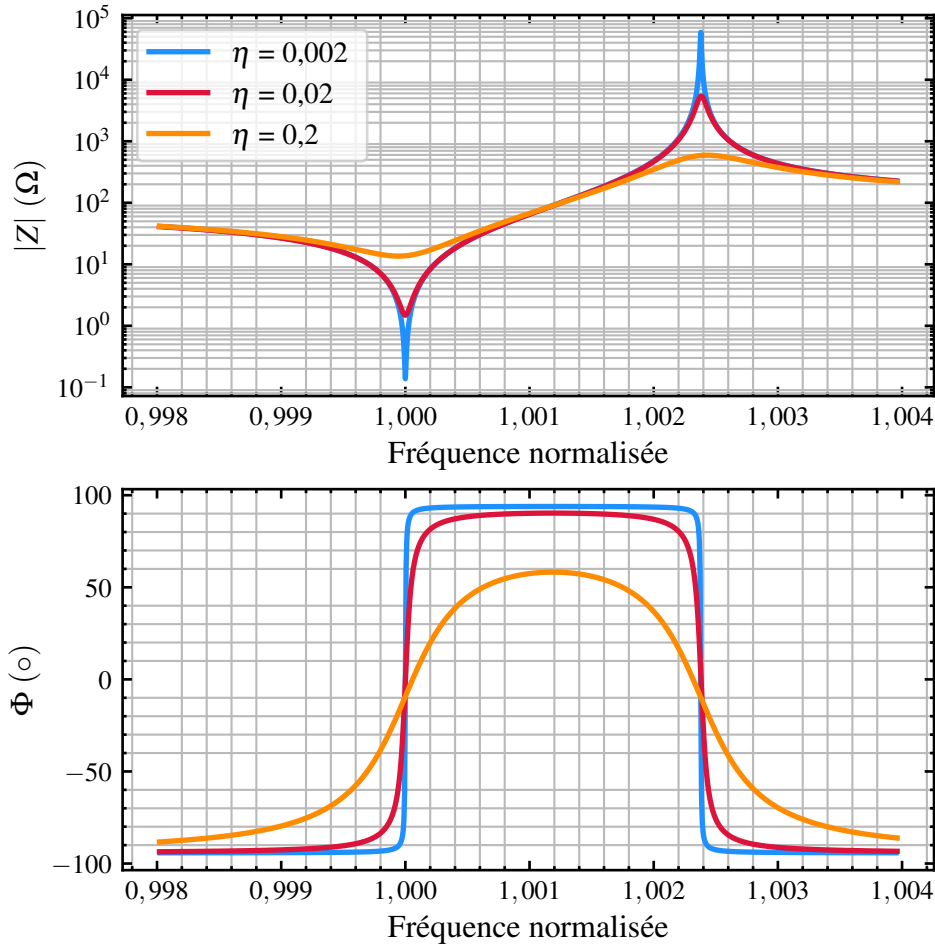


FIGURE 2.18 – Module et phase de l'impédance simulée par éléments finis en fonction de l'amortissement structural de l'électrode η

La figure 2.18 met en évidence l'importance de choisir des matériaux ayant un coefficient d'amortissement faible, pour maintenir un facteur de qualité élevé et préserver les performances du résonateur. Les résultats illustrent parfaitement la rapide décroissance du facteur de qualité, avec un facteur de qualité de 150 000 pour un amortissement $\eta = 0,002$ à un facteur de qualité de 1300 pour un amortissement $\eta = 0,2$. Il convient également de noter que cette diminution du facteur de qualité entraîne une augmentation significative de la résistance motionnelle.

2.2.2.2.4 Les pertes à l'encastrement Pour simuler les pertes à l'encastrement, une modélisation de l'énergie cinétique de l'ensemble de la structure et du support du résonateur est réalisée. L'énergie présente dans le support est considérée comme perdue, c'est à dire l'ensemble de l'énergie qui se situe en dehors de la partie vibrante du résonateur. Ce choix de limitation place cette analyse comme une borne maximale des pertes à l'encastrement du résonateur. Cela est dû au fait que le résonateur est considéré comme libre-libre lors de la simulation. L'énergie cinétique n'est donc pas nulle aux zones d'accroche du résonateur ce qui rend la modélisation la plus pessimiste possible. La valeur obtenue par simula-

tion est de l'ordre de 10^{16} , soit une valeur bien au dessus des pertes thermoélastiques ($Q_{TED} = 10^8$). Cette analyse montre que le résonateur est bien découplé de son support, ce qui montre que les pertes à l'encastrement ne sont pas limitantes pour le résonateur. Ce résultat a été obtenu grâce aux suspensions qui ont été développées dans ces travaux et qui sont présentées dans la partie suivante.

En résumé, les pertes intrinsèques (pertes thermoélastiques : $Q_{TED} = 10^8$) sont négligeables devant les pertes extrinsèques du résonateur, ce qui montre qu'en travaillant sur ces pertes extrinsèques, il est théoriquement possible d'obtenir un résonateur avec un produit $Q \times f$ proche de la limite d'Akhiezer à température ambiante.

2.2.2.3 Bilan de la conception de la partie vibrante

L'optimisation de la lame s'est focalisé sur l'éloignement des modes parasites, le modèle tiré de la littérature [90] a permis de montrer qu'en choisissant judicieusement le rapport entre la longueur et l'épaisseur de la lame, il est possible d'éloigner les autres modes présents dans la lame. Ce rapport a été fixé à 49, afin d'obtenir une lame ayant une surface inférieure à 1 mm^2 .

La table 2.1 rassemble les valeurs des différents paramètres de la partie vibrante, notamment les dimensions de la lame et des électrodes.

TABLE 2.1 – Bilan de la géométrie de la partie vibrante

Paramètres	Valeur
Épaisseur de la lame	16,5 μm
Longueur de la lame	0,8 mm
Épaisseur de l'électrode	80 nm
Longueur de l'électrode	0,32 mm

L'analyse des différentes sources de pertes sur la partie vibrante a permis de valider le bon dimensionnement de celle-ci. Cependant, même un résonateur parfaitement dimensionné reste sensible à son environnement, la partie suivante se focalise sur le développement de suspensions compactes pour limiter la sensibilité à l'accélération du résonateur.

2.3 Développement de suspensions pour limiter la sensibilité à l'accélération

L'état de l'art a montré que les résonateurs à quartz sont utilisés dans des applications nécessitant une grande stabilité en fréquence, comme les bases de temps des satellites, les balises ou les radios embarquées. Leur sensibilité mécanique, notamment à l'accélération statique, a été largement étudiée. Le résonateur BVA tactique [78], introduit dans les années 1970, minimise cette sensibilité grâce à une géométrie symétrique et des encastremements optimisés. En partant de ce principe, et respectant la symétrie, la structure monolithique et l'optimisation de la structure de découplage. Une nouvelle géométrie de résonateur est proposée dans ce chapitre, afin d'améliorer la sensibilité à l'accélération des résonateurs à quartz. La géométrie s'inspire des mécanismes flexibles et a permis le dépôt d'un brevet.

2.3.1 Sensibilité à l'accélération d'un résonateur en cisaillement d'épaisseur

Pour réduire la sensibilité à une accélération statique d'un résonateur en cisaillement d'épaisseur, il est essentiel de comprendre les effets de l'orientation de l'accélération sur un résonateur.

Dans le cas d'une accélération axiale, le principal défi est de gérer les effets de flexion, en concentrant les efforts sur la minimisation des contraintes au centre du cristal. La littérature [73], [74], [75] a montré qu'il était possible de minimiser ces contraintes en travaillant sur les encastremements périphériques, la répartition symétrique des supports et en optimisant le rayon de courbure dans le cas de résonateur plan-convexe ou bi-convexe.

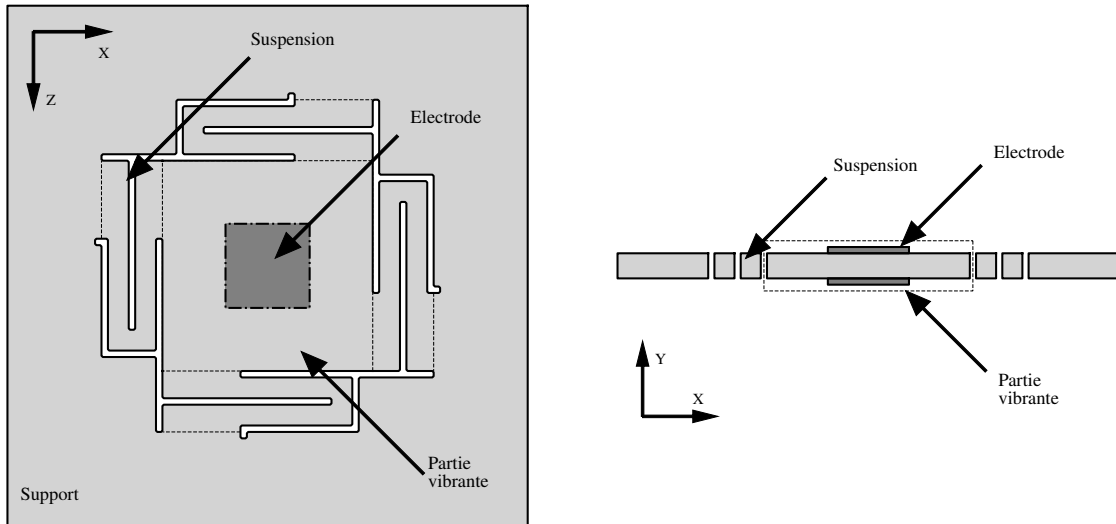
En revanche, l'accélération radiale impose une conception visant à équilibrer les forces dans le plan du cristal (typiquement en utilisant des conceptions symétriques) et à limiter les cisaillements, en particulier aux bords et aux points d'encastrement.

2.3.2 Minimisation de la variation de fréquence lors d'une accélération normale à la lame

Sur les coupes AT ou SC, la géométrie fait que l'axe perpendiculaire aux surfaces principales est celui où les contraintes mécaniques créées par l'accélération induisent le plus de variations de fréquence. En effet, une accélération dans cet axe modifie directement la distance entre les électrodes, changeant l'épaisseur active, et donc la fréquence de résonance.

2.3.2.1 Description du design du résonateur

Il faut donc un système symétrique avec des souplesses dans le plan radial du résonateur et un système limitant la flexion dans le plan axiale du résonateur. Le design suivant est proposé pour répondre aux exigences formulées précédemment.



(a) Schéma du résonateur vu du dessus

(b) Schéma du résonateur en vue de coupe

FIGURE 2.19 – Vue du dessus et vue de coupe du design du résonateur

Le résonateur est constitué d'une partie vibrante en quartz, équipée d'électrodes métalliques sur ses faces supérieure et inférieure. Cette partie vibrante est reliée à son support par des suspensions décrites dans la figure 2.20.

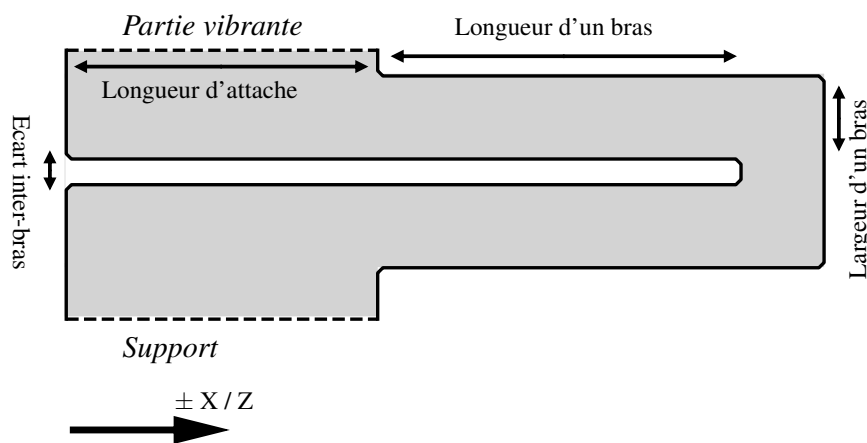


FIGURE 2.20 – Vue en détails d'une suspension du résonateur

Les suspensions se composent d'au moins un bras ; d'une plateforme, qui sert à relier plusieurs bras entre eux si le nombre de bras est supérieur à 2, et de deux accroches, qui servent à relier la suspension à la partie vibrante et au support. Trois dimensions caractéristiques définissent les suspensions : la longueur d'un bras, mesurée entre son accroche au support et son accroche à une plateforme ou à la partie vibrante ; la largeur du bras ; et l'écart entre deux bras, appelé écart inter-bras. (Voir figure 2.20)

Plusieurs paramètres du résonateur influent sur sa sensibilité à l'accélération. Les paramètres liés à la masse de la partie vibrante, comme ses dimensions (épaisseur, longueur, largeur), les dimensions des électrodes, ainsi que les propriétés des matériaux qui les composent. Et les paramètres influençant la souplesse du système, tels que le nombre de suspensions, le nombre de bras par suspension, et les dimensions de ces suspensions (longueur et largeur d'un bras, l'écart inter-bras et la longueur de l'accroche).

En comptant les dimensions de la partie vibrante (Longueur, Largeur et Épaisseur), des électrodes (Longueur et Épaisseur) et des suspensions (Longueur, Largeur, Ecart-inter bras et longueur d'accroche), la structure comporte 9 paramètres à optimiser. Il est donc indispensable de fixer certaines de ces dimensions, les dimensions de la partie vibrante et des électrodes ont été fixés précédemment dans le sous-chapitre de la modélisation de la partie vibrante 2.2. Le problème peut alors être réduit à 4 paramètres, qui sont les dimensions de la suspension.

2.3.2.2 Méthode de simulation de la sensibilité à l'accélération

La simulation de la sensibilité à l'accélération a été réalisé à partir du logiciel *SimCenter* et du solveur *OOFELIE : Multiphysics*. La simulation utilise la méthode des éléments finis (FEM : Finite Element Method), afin de représenter fidèlement la géométrie et de pouvoir modifier aisément les différents paramètres géométriques. La simulation se déroule en trois étapes :

- Une première simulation modale a pour but de calculer la fréquence de résonance du résonateur lorsqu'il est soumis à aucune contrainte extérieure.
- Une simulation statique permettant de simuler les déformations et les contraintes générés par une accélération sur le résonateur. L'état final de cette simulation, c'est à dire l'état des déformés et des contraintes est sauvegardé pour être le point de départ de la simulation suivante.
- Une seconde simulation modale pré-contrainte à partir de l'état simulé précédemment est réalisé et permet de calculer la fréquence de résonance du résonateur lorsqu'il est soumis à une accélération.

La différence de fréquence Δf entre les deux simulations modales permet de connaître la sensibilité à l'accélération du résonateur pour une configuration géométrique.

2.3.2.3 Optimisation des suspensions

Dans un premier temps, la longueur de l'accroche a été fixée de manière arbitraire à un quart de la longueur de la partie vibrante et l'écart inter-bras a été fixé à la dimension minimum possible pour la gravure DRIE, c'est à dire 1 fois l'épaisseur de la lame. Puis le système a été simulé en faisant varier la longueur et la largeur des bras des suspensions.

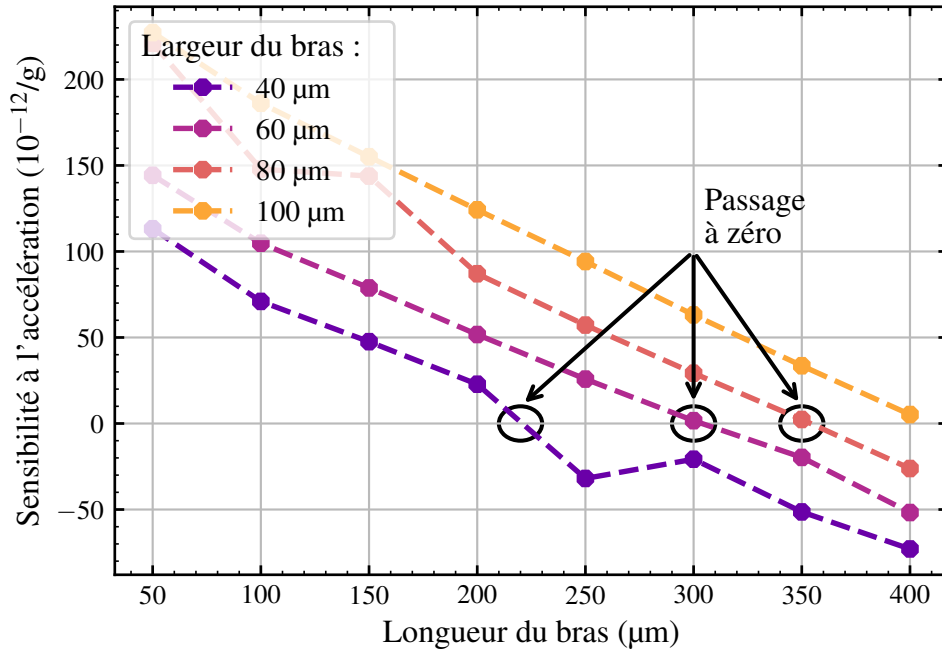


FIGURE 2.21 – Évolution de la sensibilité à l'accélération pour une accélération orthonormale à la lame en fonction de la longueur et la largeur d'un bras de suspension dans le cas d'une simulation par éléments finis

La figure 2.21 montre que la sensibilité à l'accélération est dépendante de manière linéaire de la longueur du bras et que la sensibilité a un point d'annulation selon la longueur et la largeur du bras. Ces points d'annulation permettent d'obtenir théoriquement un résonateur insensible à une accélération orthonormale à sa lame.

Afin de s'assurer que ce point d'annulation n'est pas issu d'un artefact de simulation, une simulation semi-analytique a été mise en place. Celle-ci combine une simulation élément finis et une relation reliant la variation de fréquence relative au niveau de contraintes dans le résonateur. La simulation éléments finis est une simulation statique qui permet de calculer le niveau de contrainte dans le résonateur. Quant à la relation, celle-ci a été établie dans les publications de Delaite [74], [75] dans le cas d'un résonateur en cisaillement d'épaisseur et se présente sous la forme suivante :

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{1}{2c_{66}} \sum_{i=1}^6 k_i T_i \quad (2.22)$$

Avec $\frac{\Delta f}{f_0}$ la variation de fréquence, C_{66} étant le coefficient élastique du deuxième ordre correspondant à la vibration, k_i sont fonction des coefficients élastiques et de souplesse du second et troisième ordre (Pour la coupe AT : $k_1 = 0,957$; $k_2 = 1,205$; $k_3 = -0,103$; $k_4 = 0,628$; $k_5 = 0$; $k_6 = 0$ et pour la coupe SC : $k_1 = 0,576$; $k_2 = 0$; $k_3 = 0,098$; $k_5 = -1,094$), et T_i sont les contraintes statiques moyenne sous l'électrode. Ces dernières sont tirées de la simulation élément finis qui ont servi à la figure 2.21. Beaucoup de travaux ont été menés pour limiter les k_i et ont conduit à la coupe double rotation SC (Stress Compensated Cut). Mais réduire la sensibilité à l'accélération passe aussi par la réduction des contraintes T_i dans la zone vibrante de la pastille, ce que met en avant cette géométrie de résonateur.

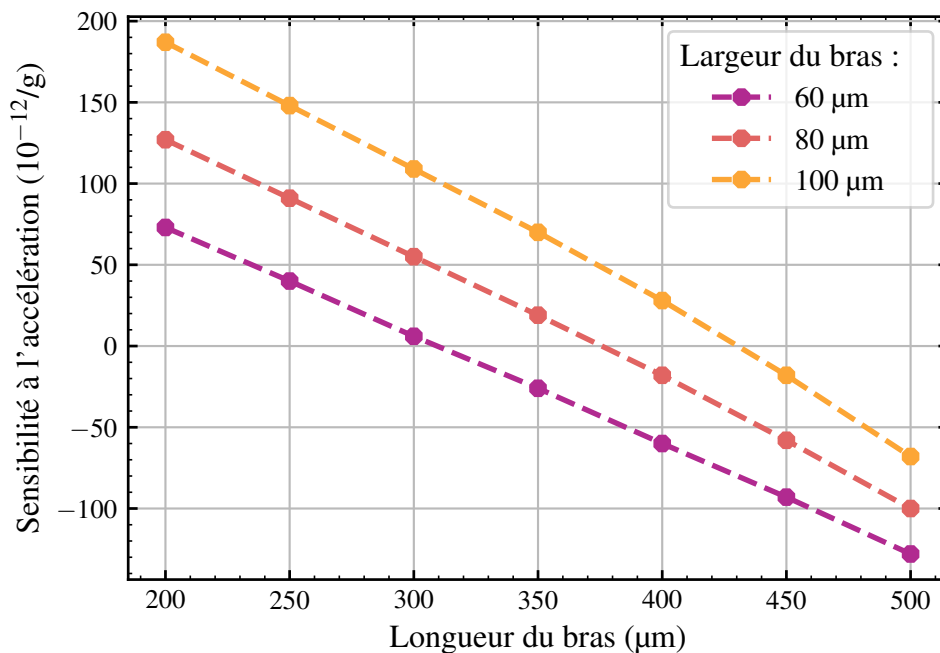


FIGURE 2.22 – Évolution de la sensibilité à l'accélération pour une accélération orthonormale à la lame en fonction de la longueur et la largeur d'un bras de suspension dans le cas d'une simulation semi-analytique

La figure 2.22 montre l'évolution de la sensibilité calculée à partir de la formule (2.22). Il convient alors de noter la similitude d'évolution entre la figure issue du calcul purement par élément finis 2.21 et du calcul semi-analytique 2.22. Ces simulations semi-analytiques permettent de valider les résultats obtenus par la méthode des éléments finis et montre que le passage à zéro de la sensibilité à l'accélération n'est pas un artefact de calcul.

Il est désormais possible d'affirmer qu'il existe un point de sensibilité nulle est dépendant de la longueur et de la largeur du bras. Il reste cependant un paramètre à vérifier qui est la longueur de l'accroche. Pour cela, la largeur du bras a été fixé à 80 µm, et la sensibilité à l'accélération est tracé en fonction de la longueur de l'accroche pour différentes valeurs de longueur de bras. (Voir figure 2.23)

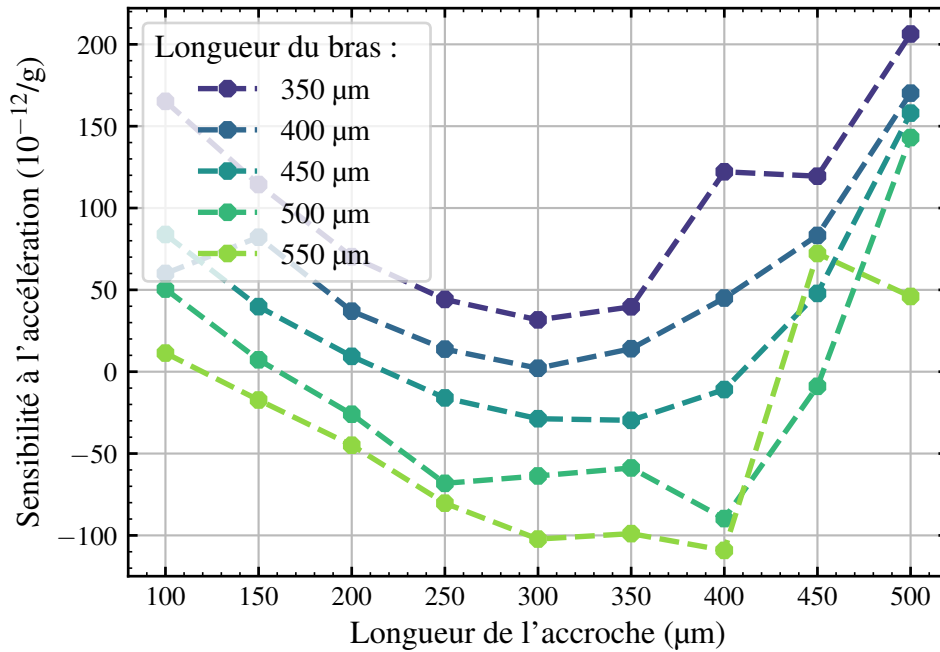


FIGURE 2.23 – Évolution de la sensibilité à l'accélération pour une accélération orthonormale à la lame en fonction de la longueur d'un bras et de la longueur de l'accroche

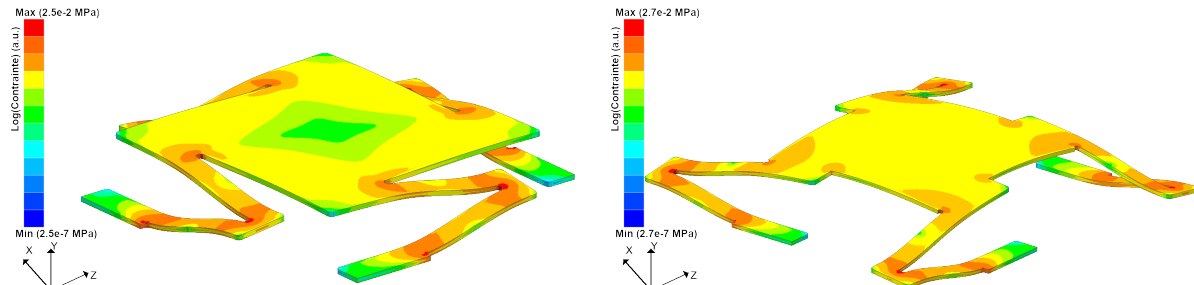
La figure 2.23 montre que le point d'annulation de la sensibilité dépend également de la longueur de l'accroche. Et que la longueur du bras permet d'avoir des passages à zéro ou non. Afin de minimiser la résistance de piste, il est nécessaire d'avoir une longueur de bras minimale, il faut donc une courbe ayant un unique point d'annulation en fonction de la longueur de l'accroche. La valeur de l'accroche est donc fixée à 300 μm , la longueur à 400 μm et la largeur du bras à 80 μm .

Pour modéliser le point d'annulation, une approche complètement analytique du système en trois dimensions n'est pas triviale. Cependant une approche semi-analytique en utilisant une simulation statique et les travaux de Delaitte [74], [75] ont permis de confirmer les résultats obtenus par éléments finis. Malgré cela, le phénomène permettant l'annulation de la sensibilité n'a pas encore été décrit.

2.3.2.4 Description du phénomène permettant l'annulation de la sensibilité accélérométrique

Lorsque le système subit une accélération, la lame et les suspensions vont subir une flexion. Les attaches des suspensions étant perpendiculaires à la lame, la suspension en flexion va faire subir un moment de torsion à la lame au niveau de l'attache. Ce moment créé va se sommer aux contraintes de flexion subit par la lame.

Pour illustrer cette explication du phénomène par la sommation de plusieurs forces, une simulation a été réalisée afin de changer le signe des bras de suspension, ceux-ci ont été orientés de telle manière à créer un moment qui va se sommer à la flexion de la plaque ou non, le résultat est visible dans la figure 2.24b qui peut être comparé avec la figure 2.24a.



(a) Cas avec des suspensions rentrantes

(b) Cas avec des suspensions sortantes

FIGURE 2.24 – Contraintes de Von Mises (échelle logarithmique) dans le résonateur auto-suspendu lorsque celui-ci subit une accélération normale (suivant Y) de 1g selon l'orientation des suspensions

La figure 2.24 montre les contraintes de Von Mises dues à une accélération de 1g suivant l'axe normale Y dans le résonateur ayant la géométrie présentée dans la figure 2.19 et une géométrie similaire mais provoquant un moment de torsion de signe opposé. Il apparaît alors que les contraintes sont réduites au centre de la lame, notamment au niveau des électrodes, uniquement dans le cas du résonateur avec les suspensions rentrantes 2.24a. Dans le cas de la géométrie avec les suspensions sortantes 2.24b, aucune diminution de contraintes n'est visible au niveau des électrodes.

Pour comparaison, la sensibilité à l'accélération du résonateur avec la géométrie ayant des suspensions rentrantes est de $1,4 \times 10^{-12}/g$. Alors que le résonateur avec la géométrie ayant des suspensions sortantes a une sensibilité à l'accélération de $115 \times 10^{-12}/g$, soit un facteur 100 entre les deux géométries.

Il est possible de vérifier ce phénomène d'annulation de force de manière simplifiée, avec le cas d'une poutre subissant une accélération et un moment de torsion à son extrémité libre.

Ce cas simplifié se restreint au cadre de la résistance des matériaux et au cadre des petites déformations et petits déplacements, en considérant que le cas est réversible, linéaire et dont les déformations de la structure issues des chargements n'affectent quasiment pas la géométrie. Le cas considère également deux principes : le principe de Saint-Venant, permettant d'avoir une indépendance du comportement du matériau vis à vis de l'application des forces et de pouvoir modéliser les forces par un torseur [101]. Et le principe de superposition permettant de décomposer une sollicitation complexe en une somme de sol-

licitations élémentaires. De plus, le matériau est considéré isotrope, élastique, homogène et linéaire.

Dans ce cas précis, il est possible de retrouver la flèche de la poutre, celle-ci suit la relation suivante :

$$w(l) = \frac{3\rho\Gamma l^4}{2Eh^2} - \frac{b}{2}\tan\left(\frac{9M_0l}{Ebh^3}\right) \quad (2.23)$$

Avec l la longueur de la poutre, b sa largeur, h son épaisseur, E son module de Young, ρ sa masse volumique, Γ l'accélération qu'il subit et M_0 le moment de torsion qu'il subit.

Il ressort la possibilité d'avoir une flèche nulle sur l'un des flancs de la poutre. Même si une flèche nulle n'implique pas forcément de contrainte nulle, ce cas simplifié met en avant la présence de deux phénomènes qui se somment et peuvent s'annuler sous certaines conditions.

Il en résulte que, dans le cas où le système possède uniquement deux suspensions, la flexion sera minimisée selon la direction perpendiculaire aux suspensions (flexion – torsion), mais dans la direction longitudinale des suspensions il n'existe pas de moment de torsion pouvant annuler la flexion de la lame. Il faut donc un minimum de 4 suspensions dans le cas d'une plaque rectangulaire.

2.3.3 Validation du comportement du résonateur sous une accélération quelconque

La température est la principale raison de variation de fréquence pour un résonateur à quartz (1-10 ppm) et les autres sources de variation de fréquence sont généralement dues à des contraintes mécaniques générées par une action extérieure (accélération, vibration) ou bien par des contraintes générées lors d'un changement de température (contraintes thermomécaniques). Les simulations suivantes ont été menées à partir de la méthode des éléments finis, et modélise la réponse du résonateur, lorsque celui-ci est soumis aux contraintes évoquées précédemment.

Simulation de la sensibilité accélérométrique selon les plans XY / XZ / YZ

La figure 2.25 montre la sensibilité du résonateur selon une accélération qui parcourt les plans XY, XZ et YZ. Pour obtenir ces résultats la méthode des éléments finis à nouveau était employée, la simulation se décompose en trois sous parties ; une première partie permet d'obtenir à partir d'une simulation modale la fréquence de résonance lorsque le résonateur est au repos ; une seconde partie simule une accélération statique selon l'orientation souhaitée et permet de connaître l'état de contrainte dans le résonateur, cet état de contrainte est visible dans la figure 2.24a ; une troisième partie dans laquelle l'état de contrainte est implémenté avant de faire une seconde simulation modale pour obtenir

la fréquence après déformation. La variation de fréquence entre l'état au repos et l'état contraint donne la valeur de la sensibilité en accélération du résonateur. Cet enchaînement de simulations est répété pour chaque point visible sur la figure 2.25.

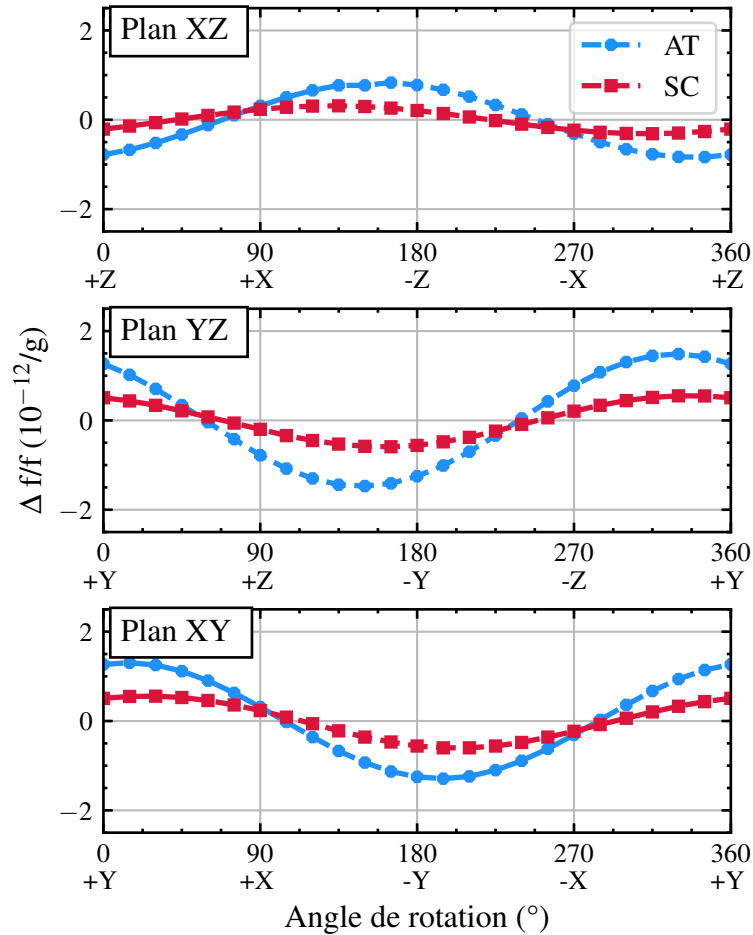


FIGURE 2.25 – Évolution de l'écart de fréquence selon l'orientation du vecteur accélération dans les plans XY, YZ et XZ, pour une coupe AT et une coupe SC

La figure 2.25 confirme l'efficacité de la géométrie du résonateur pour deux coupes du quartz différentes. Il en ressort que la sensibilité de la coupe SC est environ 2 fois moins élevée que celle de la coupe AT, ce qui pouvait être anticipé étant donné que la coupe SC ("Stress Compensated") est optimisée pour limiter la variation de fréquence due aux contraintes. Malgré cela, un résonateur fabriqué en coupe AT à partir de la géométrie proposée, permettrait d'obtenir un résonateur 25 fois moins sensible que l'état de l'art actuel pour les résonateurs quartz-MEMS [80], [102], 2 à 4 fois moins sensible pour les MEMS utilisant d'autres matériaux que le quartz [38], [103] et 5 fois moins sensible pour les oscillateurs OCXO avec une compensation active [104]. De plus, un net avantage financier est permis, puisque le coût de production d'un wafer en coupe SC est plus élevé qu'un wafer en coupe AT.

2.3.4 Bilan de la conception du résonateur

Le dimensionnement de la partie vibrante a permis d'aboutir à un résonateur ayant un fort piégeage énergétique, peu de sources de pertes et peu de couplage parasites. Le développement de suspensions compactes a mis en évidence la possibilité d'obtenir un résonateur compacte et ayant une sensibilité à l'accélération inférieure à $2 \times 10^{-12}/g$.

La table 2.2 rassemble l'ensemble des valeurs des différents paramètres du résonateur.

TABLE 2.2 – Bilan de la géométrie de la partie vibrante

Paramètres	Valeur
Épaisseur de la lame	16,5 μm
Longueur de la lame	0,8 mm
Épaisseur de l'électrode	80 nm
Longueur de l'électrode	0,28-0,36 mm
Longueur des bras	300-450 μm
Largeur des bras	80 μm
Écart inter-bras	25 μm
Longueur de l'accroche	300 μm

Un dernier point de validation du résonateur est son comportement thermique, la partie suivante se focalise sur l'estimation de la sensibilité thermique du résonateur qui a été dimensionné au cours des précédentes parties.

2.4 Estimation de la sensibilité thermique du résonateur

La sensibilité thermique d'un résonateur quartz MEMS est un paramètre crucial, car elle influence directement la stabilité en fréquence de l'oscillateur. Pour modéliser son comportement thermiques deux phénomènes sont à prendre en compte ; le premier est la variation de fréquence du quartz en fonction de la température, ce phénomène est dépendant de la coupe du quartz utilisée, tel qu'expliquer dans l'état de l'art 1 et sera comparé dans le chapitre de caractérisation avec les mesures réalisées. Le deuxième est l'effet thermomécanique qui engendre des contraintes dans la lame ce qui produit une variation de fréquence.

2.4.1 Validation du comportement thermique pour une coupe du quartz AT

La courbe fréquence-température des coupes AT et SC peuvent être obtenues analytiquement à partir de la relation suivante :

$$\frac{\Delta f}{f} = a_0(T - T_0) + b_0(T - T_0)^2 + c_0(T - T_0)^3 \quad (2.24)$$

a_0 , b_0 et c_0 représente les coefficients en fréquence du premier, second et troisième ordre. Ces constantes dépendent bien évidemment de la coupe du quartz utilisée. La figure 2.26 compare une courbe analytique tiré de la littérature et une courbe réalisé à partir de simulation FEM.

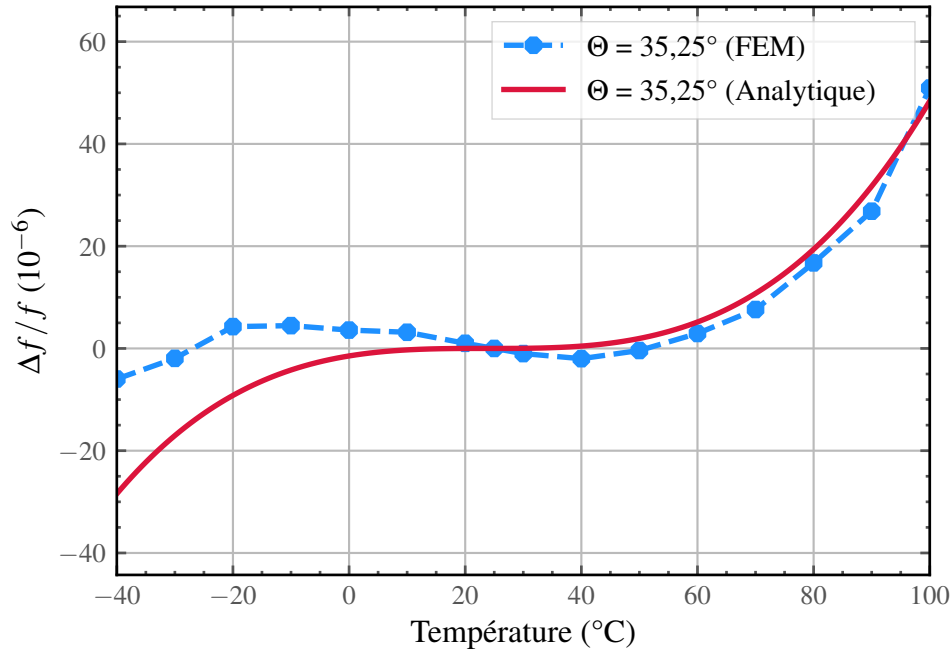


FIGURE 2.26 – Évolution de l'écart de fréquence selon la température pour une coupe AT

La figure 2.26 montre la variation relative de la fréquence ($\frac{\Delta f}{f}$) d'un résonateur en quartz en fonction de la température (°C), pour une coupe AT du quartz.

Deux courbes sont comparées, une courbe analytique, représentant un modèle théorique tiré de [64]. Avec les valeurs de coefficients en fréquence suivante : $a_0 = 0$, $b_0 = 0,39 \times 10^{-9}/^{\circ}\text{C}^2$ et $c_0 = 109,5 \times 10^{-12}/^{\circ}\text{C}^3$, et une courbe obtenue par la méthode des éléments finis (FEM). Les deux courbes montrent une évolution similaire, avec une légère divergence dans les valeurs calculées aux températures plus basse. Cette comparaison permet de valider le modèle par éléments finis pour la simulation thermique du résonateur.

2.4.2 Validation du comportement thermomécanique du résonateur sur substrat hybride

Les simulations ont été réalisés en prenant en compte la technologie qui a été introduite dans l'état de l'art (Chapitre 1) et sera présenté complètement dans le chapitre 3. Cette technologie consiste dans le report-amincissement d'un wafer d'intérêt (coupe AT ou SC) sur un wafer support (Z ou autre), l'ensemble est nommé substrat hybride ou wafer hybride.

La table 2.3 compare les variations de fréquence dues aux contraintes thermomécaniques

selon les coupes ou des matériaux utilisés comme wafer inférieur et supérieur. Pour obtenir ces résultats, la méthode des éléments finis a été utilisée, en modélisant l'ensemble du système, c'est à dire le wafer inférieur, le collage or-or, ainsi que le wafer supérieur avec la géométrie du résonateur. Puis un échelon de 1°C a été imposé à l'ensemble du système, et une simulation statique a permis de connaître les contraintes dans la lame. L'utilisation de la relation (2.22) a permis de connaître la variation de fréquence.

TABLE 2.3 – Comparatif de la variation de fréquence dû aux contraintes thermomécaniques générées lors d'une variation de température de 1°C

Wafer supérieur	Wafer inférieur	Variation (ppb/ $^{\circ}\text{C}$)
Quartz (AT)	Quartz (Z)	3,2
Quartz (AT)	Quartz (AT)	2,3
Quartz (AT)	Silicium	9,3
Quartz (SC)	Quartz (Z)	33,2
Quartz (SC)	Quartz (SC)	36,3
Quartz (SC)	Silicium	41,4

La table 2.3 met en avant de faible variation de fréquence due aux contraintes thermomécaniques, de plus il en ressort que l'orientation du wafer inférieur ou bien même le matériau n'affecte pas grandement la variation de fréquence. Cela valide la géométrie des suspensions qui permettent non seulement de minimiser les contraintes liées l'accélération, mais également aux contraintes thermomécaniques. Elles rendent aussi possible le fait de s'affranchir de l'utilisation d'un wafer inférieur ayant un coefficient de dilatation proche du wafer supérieur.

Un résultat inattendu ressort tout de même de cette table, la variation de fréquence due aux contraintes thermomécaniques qui est supérieure dans le cas d'une coupe SC par rapport à une coupe AT. Il faut se rappeler que l'optimisation a été réalisé pour une accélération normale à la lame et que la minimisation des contraintes thermomécaniques est un effet liée à la souplesse des suspensions qui n'ont pas été optimisé pour parer les contraintes thermomécaniques.

2.5 Conclusion

En conclusion, ce chapitre a permis de mettre au point des modèles analytiques et numériques afin de simuler le fonctionnement d'un résonateur en cisaillement d'épaisseur et de concevoir une nouvelle géométrie de résonateur. Ainsi, dans un premier temps, la modélisation de la lame du résonateur a mis en avant l'influence des dimensions du résonateur et de ses électrodes sur plusieurs facteurs, tel que la résistance motionnelle, le confinement énergétique, l'écart de fréquence avec le premier anharmonique et l'amplitude des modes parasites. Dans un second temps, la conception d'une nouvelle géométrie de résonateur utilisant des suspensions optimisées a permis de montrer la faisabilité d'un résonateur

ayant une sensibilité accélérométrique selon ces trois axes de l'ordre de $1 \times 10^{-12}/g$ pour la coupe AT et SC. Il a également été montré que ce type de résonateur a une sensibilité thermomécanique de l'ordre de $10^{-9}/^{\circ}\text{C} - 10^{-8}/^{\circ}\text{C}$. Cette modélisation thermomécanique a aussi montré que le wafer support d'un wafer hybride avait peu d'impact sur la sensibilité à la température du résonateur possédant la géométrie décrite dans ce chapitre. Enfin, pour ce type de résonateur, il a été montré que les principales sources de pertes sont certainement dues aux pertes viscoélastiques au sein des électrodes. Mais la faible bibliographie à ce sujet notamment pour des fréquences de 100 MHz, ne permet pas d'en avoir une certitude absolue. Il est important de noter que la lame du résonateur étant d'environ $17 \mu\text{m}$ pour atteindre la fréquence de résonance de 100 MHz, il n'est pas possible d'utiliser des wafers standards limités à $50 \mu\text{m}$, c'est pourquoi l'utilisation de wafer hybride est nécessaire.

Le chapitre suivant fera l'objet des méthodes de fabrication qui ont été mise en place afin d'aboutir à la production de résonateur auto-suspendu à faible sensibilité accélérométrique, nécessitant la combinaison de wafer hybride avec la technique de gravure profonde ionique (DRIE) du quartz.

Chapitre 3 – Mise en œuvre technologique d’un micro-résonateur sur wafer hybride

Objectif : Ce chapitre a pour objectif de présenter les méthodes de fabrication développées pour réaliser le résonateur conçu au cours de la thèse. Différents verrous technologiques liés à la gravure DRIE (Deep Reactive Ion Etching) seront analysés, comme la présence de pollution après le retrait du masque dur de nickel et la détérioration des électrodes. Le premier verrou portant sur la présence de pollution en fin de procédé sera analysé ; une étude de l’échelle macroscopique à l’échelle nanoscopique a été menée et une solution est proposée pour limiter ce phénomène. Dans un second temps le verrou de la détérioration des électrodes sera présenté ; une étude par microscopie électronique a été menée et une solution permettant la conservation des électrodes sera proposée. Finalement, l’application des solutions dans le procédé de fabrication sera présentée.

3.1 Description du procédé de fabrication

Le premier procédé a été réalisé sur un empilement quartz ((YXl) / 36° , proche AT-cut) sur quartz (Z-cut). Le wafer supérieur proche AT (coupe classique pour la fabrication de résonateur en cisaillement d’épaisseur) servira de wafer pour le résonateur. Le wafer en coupe Z servira de support et a été choisi dans cette coupe, afin de pouvoir graver une cavité à partir du procédé de gravure chimique du quartz maîtrisé à l’ONERA. La fabrication du wafer hybride a été faite par *FEMTO-ENGINEERING* à Besançon.

Le procédé comporte 6 étapes principales illustrées dans la figure 3.1 et utilise 4 masques de photolithographie. Le thermocollage et l’amincissement (étape 1) sont réalisés par *FEMTO-ENGINEERING*, puis les étapes suivantes ont été réalisées au sein de la salle blanche Platine de l’ONERA et dans la salle blanche MIMENTO de *FEMTO-ST*. L’étape suivante (étape 2) consiste à graver une cavité dans le wafer support afin d’accéder à la face arrière du wafer aminci, cette étape a été la source d’un premier verrou qui sera analysé dans la partie suivante 3.2. Les étapes 3 et 4 sont des étapes classiques de microfabrication : l’étape 3 a pour but de retirer avec une gravure chimique les métaux présents sur la face arrière du wafer aminci et l’étape 4 consiste d’une part à déposer les métaux nécessaires pour les électrodes et d’autre part à structurer ces métaux par gravure chimique afin de former les motifs des électrodes. La photolithographie nécessaire pour la structuration en fond de cavité a été source d’interrogation et sera discutée au cours de ce chapitre (voir 3.3). Puis afin de préparer la DRIE du quartz, il est nécessaire de déposer un masque dur de nickel (étape 5) pour protéger les zones qui ne doivent pas être gravées. La structuration du masque se fait par une méthode de photolithographie / dépôt / lift-off spécialement

adaptée pour des dépôts épais par pulvérisation, développée par P. Chapellier au cours de sa thèse [3]. Enfin, la gravure du quartz (étape 6) est réalisée. Une fois le masque de nickel retiré le résonateur est prêt à être caractérisé.

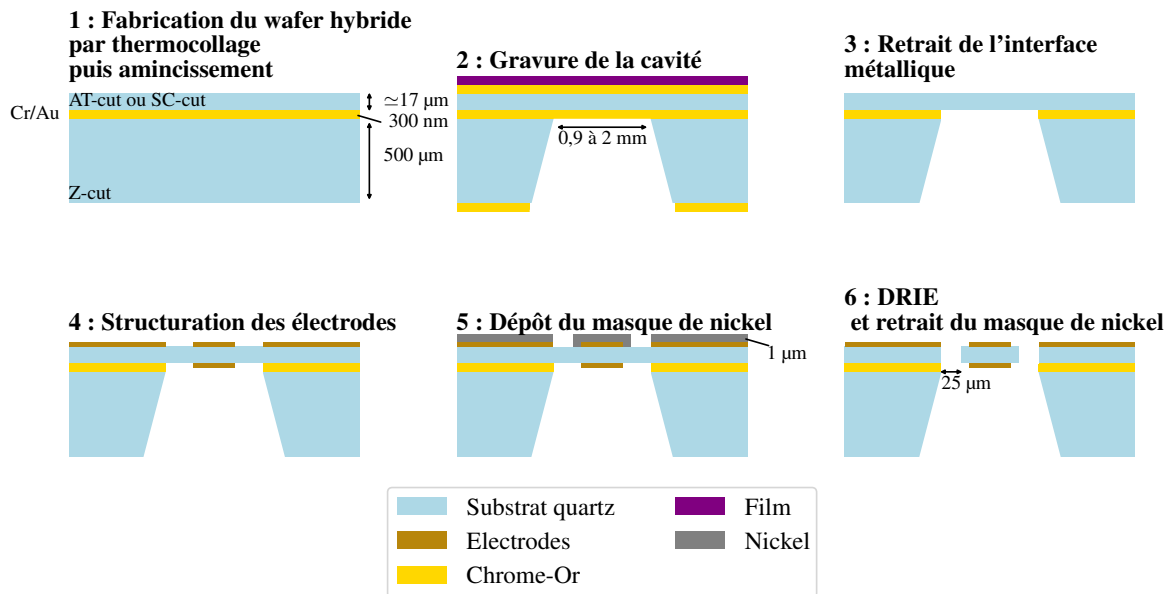


FIGURE 3.1 – Organigramme du procédé de fabrication d'un résonateur à cavité ouverte

Le principal avantage de ce procédé de fabrication est la possibilité de fabriquer l'ensemble du résonateur après réception d'un wafer hybride générique (c'est à dire sans structuration de la couche d'interface pour former des motifs adaptés au résonateur). En effet, le wafer hybride s'utilise par ailleurs de la même façon qu'un wafer standard. Toutefois, cette approche présente l'inconvénient majeur d'impliquer une étape de gravure DRIE sur des membranes suspendues, une fois la cavité réalisée par voie chimique : l'évacuation des calories générées par le plasma lors de la gravure DRIE est alors moins efficace dans ces membranes et cela conduit à des températures localement élevées.

3.2 Étude de la gravure chimique du wafer support

Un premier verrou majeur a été rencontré lors de la deuxième étape du procédé de fabrication, correspondant à la gravure chimique du wafer support : la tenue du masque sur la face amincie du wafer hybride s'est révélée insuffisante lors de l'usinage. Ce verrou rend impossible la continuation du procédé et a été une forte source de blocage pour l'avancement du développement.

3.2.1 Mise en évidence d'un problème de tenue du masque métallique pour la gravure BHF

Lors de la gravure BHF (Buffered oxyde etch - hydrofluoroc) du wafer support, les deux faces du wafer hybrides (en dehors du motif des cavités sur la face arrière) sont protégées

par un masque métallique bi-couche de chrome et d'or. Ce masque doit rester parfaitement étanche et ne pas se dégrader lors de son immersion pendant plusieurs dizaines d'heure dans le BHF. Le savoir-faire pour réaliser ce type de masque est très bien maîtrisé à l'ONERA avec les wafers standards. Ce masque est par exemple utilisé pour la fabrication de capteurs sur des wafers standards (coupe Z notamment) comme dans le cas de l'accéléromètre VIA [105] ou les gyromètres GYTRIX [106]. Cependant sur les wafers dit "hybrides", la tenue du masque s'est révélée inadaptée sur la face amincie des wafers hybrides.

Une caractérisation par microscopie optique d'un wafer hybride après gravure BHF et retrait du masque métallique a été réalisée, elle est visible dans la figure 3.2, afin de mettre en avant le verrou technologique.

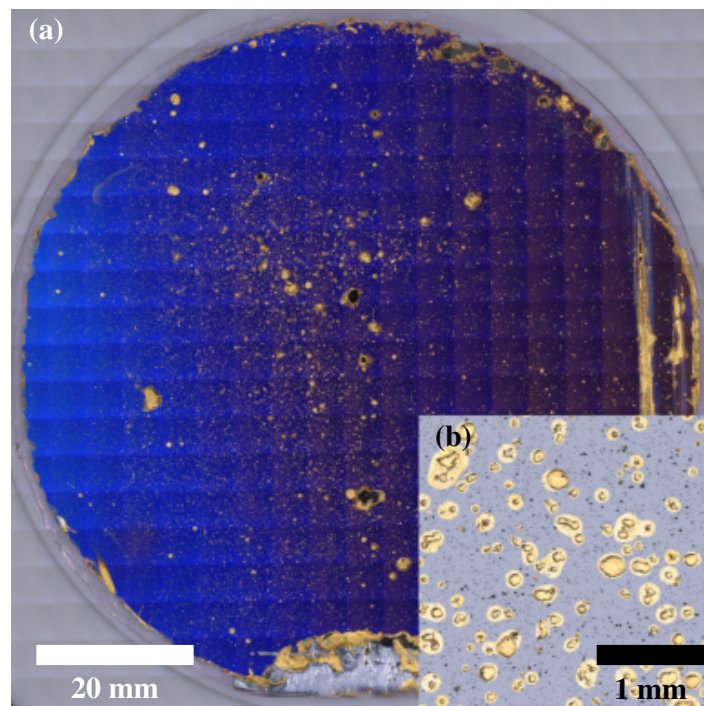


FIGURE 3.2 – (a) Etat du wafer 4" après 28h de gravure chimique HF puis retrait de la couche Cr/Au (b) Zoom sur une zone du wafer

La figure 3.2 (a) montre la face amincie d'un wafer entier après 28h de gravure BHF à température ambiante puis le retrait du masque métallique par gravure chimique de l'or puis du chrome. L'encart (b) présente un région à plus fort grossissement. Les zones bleues sont les zones où le quartz du wafer aminci est intact ; le chrome de l'interface de collage Cr/Au/Cr est visible par transparence. Les tâches dorées sont les zones où le quartz a été intégralement percé par la gravure BHF, révélant ainsi les zones où le masque métallique n'a pas tenu. La couleur dorée que l'on observe correspond à l'or de l'interface de collage Cr/Au/Cr, rendu apparent suite à la gravure du chrome lors du retrait du masque métallique. Les tâches noires observable sur l'encart zoomé correspondent à des

zones du quartz gravées mais non percées. Ces micro-perçages à travers le masque ont déjà été identifiés dans la littérature [107], [108], [109], notamment sur des substrats en verre. Les micro-perçages ont généralement une dimension d'une centaine de micromètre [109], ce qui est bien trop important pour un wafer d'une épaisseur d'une dizaine de micromètre, comme dans le cas d'un wafer hybride. La littérature tend à conclure que l'origine de ce problème vient du masque chrome-or en lui-même [107], [108], [109]. Néanmoins, l'absence de défaut sur la face arrière non polie laisse penser que le problème trouve également son origine à l'étape de polissage. L'ensemble du wafer étant impacté par le perçage du wafer aminci, il est alors impossible de continuer le procédé. Afin de comprendre l'origine de ces défauts et y remédier, plusieurs analyses de la surface du wafer aminci ont été réalisées.

3.2.2 Analyse de la surface du wafer aminci avant gravure chimique BHF

3.2.2.1 Analyse profilométrique et AFM

Dans le but de caractériser la rugosité de surface des wafers hybrides avant métallisation, deux outils ont été utilisés : la microscopie à force atomique (AFM : Atomic Force Microscope), qui est une technique de microscopie à champ proche permettant de mesurer la topographie d'un échantillon avec une résolution inférieure à l'Angström, et la profilométrie, qui est une technique permettant de mesurer le relief d'une surface avec une résolution de l'ordre de 0,1 nm.

Les conditions de mesure pour le profilomètre respectent la norme ISO 21920 :2021 [110], qui stipule que pour un stylet de 2 μm de rayon, il faut un filtre profilé $\lambda_s = 2,5 \mu\text{m}$ et $\lambda_c = 0,08 \text{ mm}$ ou $\lambda_c = 0,25 \text{ mm}$. La longueur d'évaluation doit être de 5 fois la longueur d'échantillonnage $l_r = \lambda_c$, soit 400 μm ou 1,25 mm. Et conformément à la norme, le profil de rugosité a été mesuré sur 5 sections de mesures individuelles.

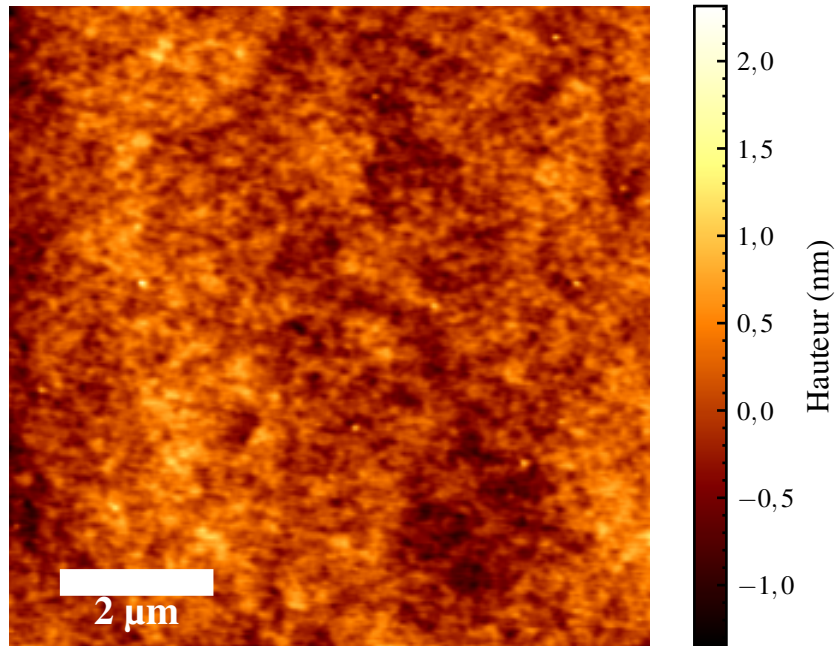


FIGURE 3.3 – Cartographie par microscopie à force atomique de la surface du wafer supérieur aminci d’un wafer hybride

La figure 3.3 montre une cartographie d’une surface de $10 \times 10 \mu m^2$ d’un wafer hybride après rodage et polissage. Cette cartographie permet de confirmer la bonne homogénéité de surface, puisque la variation de rugosité est inférieure à 4 nm, ce qui est largement satisfaisant en comparaison avec la rugosité d’un wafer standard qui est donnée à $R_a < 10$ nm.

TABLE 3.1 – Comparatif entre les valeurs de rugosité et d’ondulation pour la caractérisation par AFM et par profilomètre

Résultat	AFM	Profilomètre; $\lambda_c = 0,08$ mm
R_q	0,3 nm	1 nm
R_a	0,3 nm	1 nm
R_{max}	3,7 nm	3 nm
W_a	∅	1 nm

Le tableau 3.1 compare la rugosité de surface selon la valeur moyenne absolue R_a , la rugosité quadratique moyenne R_q , la rugosité maximale R_{max} et l’ondulation de la surface W_a pour plusieurs filtres. Comme pour la cartographie AFM, l’ensemble des rugosités ainsi que l’ondulation de surface sont satisfaisantes pour un wafer de quartz. Cette analyse en comparaison avec un wafer standard ($R_a < 10$ nm) sur lequel la gravure HF (acide fluorhydrique) fonctionne permet d’écarter la rugosité de surface comme étant la source du problème de tenue du masque métallique. Le lien entre la rugosité de surface et l’adhésion [111] ou bien la perméabilité du masque chrome / or n’a pas pu être montré dans la littérature. L’analyse de la rugosité du wafer n’ayant pas montré d’irrégularité vis à vis

d'un wafer standard, l'étude s'est poursuivie vers une analyse par microscopie de la surface, afin de potentiellement détecter la présence de défauts.

3.2.2.2 Analyse MEB

Des défauts ont premièrement été repérés par microscopie optique à partir d'images en champs sombres, puis des images par microscopie électronique à balayage ont été réalisées et sont présentées dans la figure 3.4.

L'image 3.4a montre un cratère d'un diamètre d'environ 10 μm , ce type de défauts peut avoir plusieurs origines ; une pollution présente au niveau de l'interface de collage puis son éclatement au moment de l'amincissement, l'amincissement et le polissage lui-même ou bien au bain à ultrason utilisé lors du nettoyage du wafer après le polissage. Ce type de cratère peut être directement mis en cause pour le perçage du wafer aminci, en effet le masque métallique ayant une épaisseur de 200 nm, il n'est pas suffisant pour combler l'ensemble des aspérités présentes dans la cavité.

L'image 3.4b montre la présence d'un résidu d'origine inconnue à la surface du wafer, ce résidu a une dimension de 1 μm . L'analyse EDX de la surface du quartz étant impossible à cause des effets de chargement de la surface. Il a été décidé de passer sur un autre type d'analyse chimique, qui est la l'analyse ToF-SIMS.

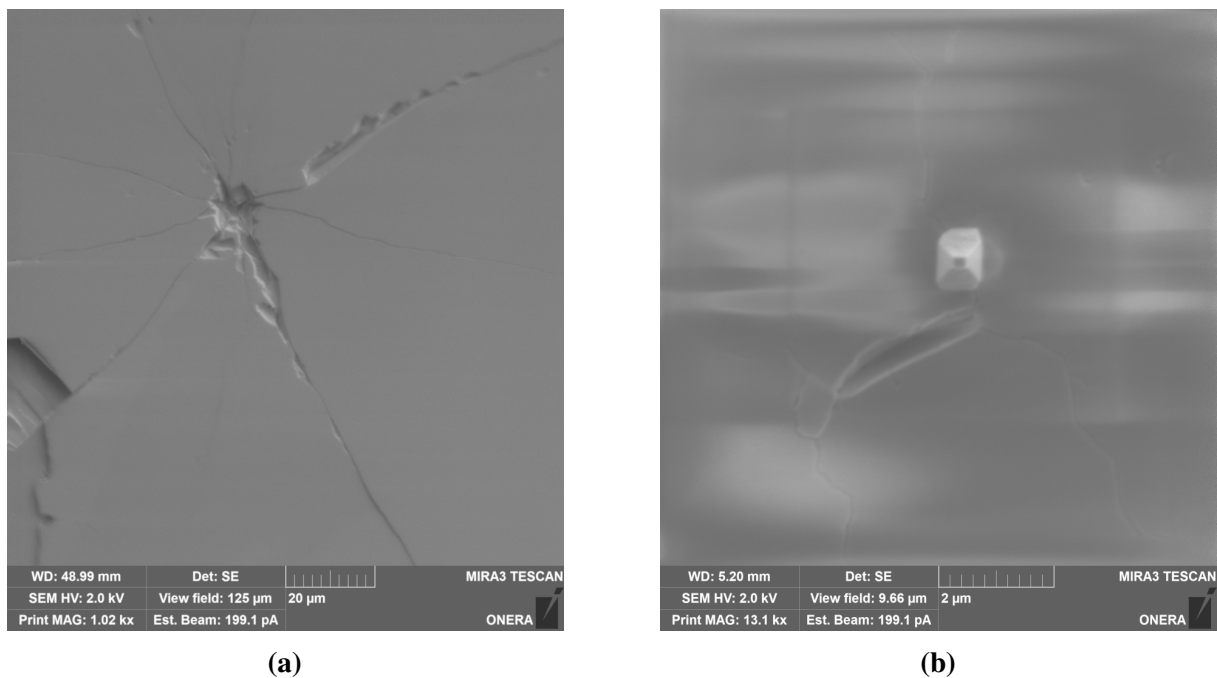


FIGURE 3.4 – Images par microscopie électronique à balayage de la surface du wafer à son état initial, 3.4a éclat causé probablement par une pollution au niveau de l'interface de collage, 3.4b résidu d'origine inconnu proche d'une fissure à la surface du wafer

3.2.2.3 Analyse ToF-SIMS

Pour connaître la chimie de la surface du wafer et pour comprendre si l'origine du problème de tenue du masque est d'origine chimique ou non, une analyse ToF-SIMS a été sous-traitée à l'entreprise Filab. Cette analyse est la Spectrométrie de Masse d'Ions Secondaires à temps de vol (ToF-SIMS en anglais pour Time-of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry). C'est une technique d'analyse permettant d'obtenir des informations élémentaires et moléculaires sur les espèces présentes en extrême surface d'échantillons à l'état solide. Son principe consiste à bombarder via une source pulsée d'ions primaires (Bi_3^+) la surface à analyser afin de produire des ions secondaires depuis les premières couches monoatomiques de l'échantillon. Ces derniers ions, qu'ils soient positifs ou négatifs, sont ensuite focalisés et accélérés dans un analyseur à temps de vol au sein duquel leurs temps de parcours est fonction de leurs masses. En couplant à un dispositif de balayage du faisceau d'ions primaires, il devient possible d'obtenir une cartographie des différents éléments chimiques et espèces moléculaires en surface de l'échantillon. Le ToF-SIMS constitue donc une technique d'analyse de surface à très haute sensibilité permettant d'obtenir des limites de détection d'éléments ou de molécules de l'ordre du ppm ($\times 10^{-6}$).

L'analyse TOF-SIMS fonctionne selon deux modes :

- Négatif : sensible principalement aux éléments électronégatifs (halogènes, famille du carbone, de l'azote et de l'oxygène)
- Positif : ce mode est principalement sensible aux éléments métalliques ainsi qu'aux éléments alcalins et alcalino-terreux.

L'analyse a d'abord été réalisée sur quatre zones de $500\ \mu\text{m} \times 500\ \mu\text{m}$, afin d'identifier les contaminations les plus significatives puis des cartographies associées à ces contaminations significatives ont été réalisées sur quatre autres zones de $500\ \mu\text{m} \times 500\ \mu\text{m}$ dans l'objectif de mettre en évidence des inhomogénéités spatiales de contaminations qui pourraient indiquer que ces contaminations sont bien celles qui créent les défauts localisés lors de l'usinage. L'analyse moléculaire des spectres indique la présence de plusieurs pollutions, tel que :

- Hydroxyde de potassium : KOH
- Hydroxyde de sodium : NaOH
- Alumine : Al_2O_3
- Acide phosphorique : H_3PO_4
- Acide sulfurique : H_2SO_4
- Des nitrates (KNO_3 , HNO_3 et les fragments NO_x^+)
- Des composés organiques tels que l'acétone, l'isopropanol ou l'éthanol.

Des traces de lithium (110 ppm), ainsi que des gros fragments dont la nature n'a pas pu être déterminée, ont également été détectés. KOH et NaOH proviennent très vraisemblablement des solutions de silice colloïdales (pH basique) utilisées lors du polissage. L'alu-

mine est un composant qui se retrouve également dans certaines de ces solutions. L'acide sulfurique est vraisemblablement issu des étapes de nettoyage. L'origine du phosphore, lithium et nitrate est moins claire. Il est possible que cela proviennent de contaminations croisées provenant du polissage d'autres matériaux (notamment le niobate de lithium).

L'analyse de l'état de surface et de la chimie à l'extrême surface du wafer a permis d'observer des inhomogénéités spatiales de façon très marquée pour les ions K^+ , de façon un peu moins marquée pour les ions Na^+ . Ces observations semblent montrer que la non tenue de la métallisation sur la face amincie des wafers hybrides provient vraisemblablement de contaminations chimiques de surface par la potasse (KOH) et possiblement par la soude (NaOH) présentes dans les solutions de polissage.

3.2.3 Proposition de solution

La première approche évidente consisterait à chercher à empêcher l'apparition de contaminations lors de l'étape d'amincissement. Mais c'est une étude lourde qui ne peut être menée qu'avec et par FEMTO-ENGINEERING. Ces travaux sortiraient du cadre de cette thèse. Une deuxième approche consisterait à chercher à améliorer l'étape de décontamination des wafers avant leur métallisation. Les quelques essais de nettoyage n'ont néanmoins pas montré de résultats encourageants. L'approche adoptée a donc consisté à accepter la présence de ces contaminations et à contourner le problème. Ainsi, pour parer ce verrou technologique, trois solutions ont été investiguées :

- Le premier : l'ajout d'un film ou d'une résine par dessus le masque chrome / or.
- Le second : le changement du procédé ; par un wafer support qui a été gravé en amont du collage-amincissement du wafer hybride. Le détail de ce procédé est visible en annexe [A](#).
- Le troisième : le changement du wafer support par un wafer en silicium, afin de pouvoir le graver par DRIE du silicium et ne plus avoir recours à la gravure HF.

Pour améliorer l'étanchéité du masque chrome / or, deux résines ont été testées, la résine S1813 et la résine SU-8, tel que testées dans la littérature [109]. Mais aucune des deux résines ne résistent suffisamment longtemps (temps de gravure à température ambiante : 28 h) dans le bain HF. Il a alors été décidé de passer à un film plastique pour protéger le wafer aminci, il a fallu choisir un film ayant une bonne résistance chimique et thermique.

Cette solution combinant masque métallique, et film en plastique n'est certes pas très élégante mais a permis de passer à l'étape suivante qui est la structuration des électrodes et notamment des électrodes en fond de cavité.

3.3 Validation de la photolithographie en fond de cavité

La photolithographie en fond de cavité (profondeur de la cavité : 500 μm) est un verrou technologique qui avait été anticipé lors du développement du procédé. En effet, la présence d'une distance entre le masque de photolithographie et le wafer combiné avec un faisceau UV non parfaitement collimaté et des effets de diffraction au niveau du masque provoquent une dégradation de la résolution et compliquent l'obtention de motifs aux contours nets et bien définis. Plusieurs solutions ont alors été suggérées :

- La structuration des électrodes par ablation laser, la littérature a montré qu'il est possible de structurer la couche d'or [112], [113] sans endommager le substrat, mais également de pouvoir ajuster la fréquence de résonance (trimming en anglais) [114].
- La micro-impression de nanoparticules d'or sur le substrat, cette méthode a montré de bons résultats pour un gyromètre en quartz avec des facteurs de qualité similaires entre des électrodes imprimées et des électrodes réalisées par évaporation et photolithographie [115].
- La compensation des défauts de collimation et de la diffraction due à la séparation entre le fond de la cavité et le masque de photolithographie. Cette solution a été retenue en premier car elle est facilement vérifiable grâce au mode proximité de la machine de photolithographie. Ce mode permet de mettre une distance (comprise entre 1 μm et 500 μm) entre le masque et le wafer.

3.3.1 Mise en évidence de la faisabilité de la photolithographie selon la profondeur

Pour valider la faisabilité de la photolithographie en fond de cavité un mode opératoire simple a été mis en place. Premièrement, une couche mince de chrome et d'or a été déposée sur un substrat de quartz. Le substrat a ensuite été enduit avec de la résine S1813 grâce à un spin-coater. Afin de simuler l'épaisseur de la cavité, la résine a été insolée en utilisant le mode proximité de la machine de photolithographie pour des distances comprises entre 20 μm et 500 μm . Un masque comportant des bandes, des carrés et des ronds opaques de dimensions variables a été utilisé. Puis la résine a été développée dans un bain de MF-319 ; les zones insolées sont alors dissoutes et il reste des bandes de résines de largeur variable. Finalement, les défauts de forme des motifs de la résine ont pu être caractérisés. La figure 3.5 montre les différents motifs utilisés pour connaître le lien entre la proximité et la variation de dimension des motifs. La figure 3.6 résume les différents écarts mesurés selon la proximité et la dimension du motif sur le masque.

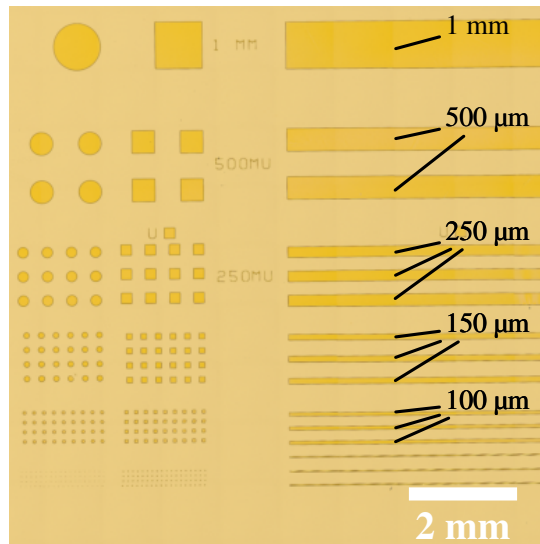
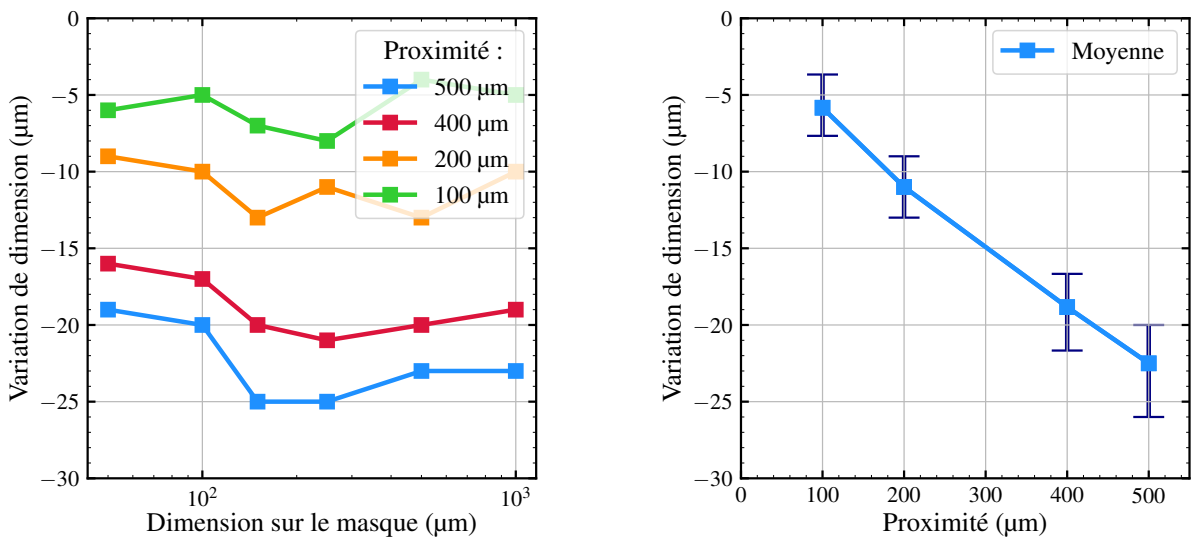


FIGURE 3.5 – Image par microscopie optique des motifs en résine S1813 après une insolation avec une proximité de 500 μm . Les zones plus foncées correspondent à la résine (partie non insolée). Les dimensions nominales des bandes sont mentionnées sur l’image.

La figure 3.5 met en avant les motifs les plus impactés par la proximité sont les motifs de petite dimension. Les motifs restent distinguables jusqu’à une dimension de 250 μm , pour des valeurs inférieures les motifs ne sont plus aussi bien définis, et finalement pour une valeur de dimension inférieure à 100 μm , certains motifs n’ont pas été développés. Une mesure de la variation de dimension a été réalisée, elle est présentée dans la figure 3.6.



(a) Écart de résolution selon la proximité avec le wafer et la dimension du motif sur le masque

(b) Écart moyen de la résolution selon la proximité

FIGURE 3.6 – Écart de résolution selon la proximité avec le wafer et de la dimension du motif sur le masque

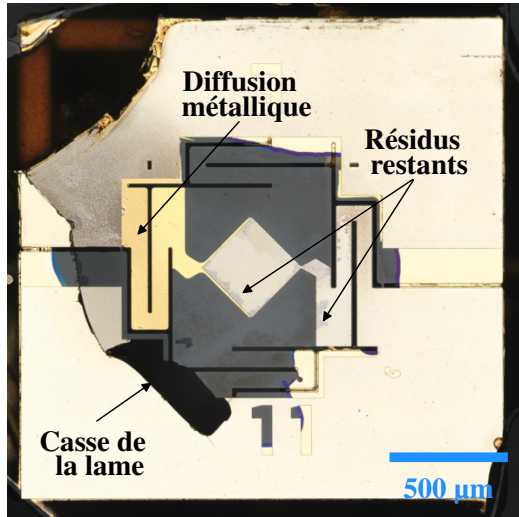
La figure 3.6a montre les écarts de dimension entre la valeur mesurée sur la résine et la valeur sur le masque. La variation de dimension dépend de l'inverse de la dimension sur le masque, ce qui montre une dépendance moins forte à la proximité pour les motifs de grande dimension. La figure 3.6b montre la variation de dimension en fonction de la proximité, et montre que la variation dépend de manière linéaire de la proximité. A partir de ces courbes il est possible de compenser la variation de dimension en appliquant un facteur correctif lors de la conception du masque de photolithographie. La taille de l'électrode minimale étant de 282 μm , il faut un facteur correctif de 8%.

3.4 Gravure DRIE de la membrane

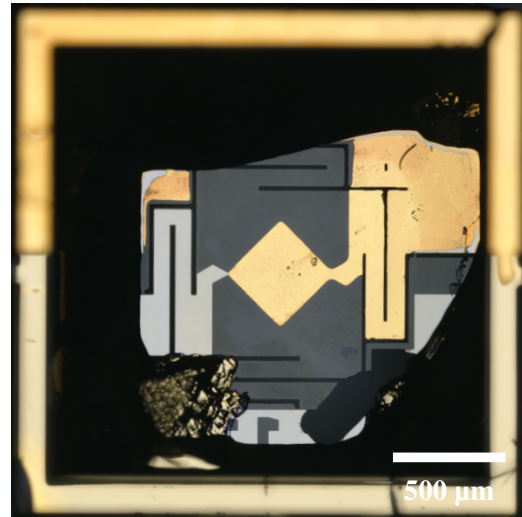
La dernière étape du procédé de fabrication consiste en la gravure DRIE du quartz, suivie du retrait du masque de nickel.

La gravure ionique réactive par plasma à couplage inductif (ICP RIE) à base de fluor est principalement utilisée pour la microfabrication de systèmes microélectroniques et microélectromécaniques (MEMS). Le principal avantage de la gravure par plasma est la qualité de la gravure, avec des parois latérales verticales, un fond de tranchée très peu rugueux, la possibilité de traiter un wafer entier [116] et la possibilité d'utiliser plusieurs types de substrats selon le mélange de gaz utilisé. En effet, le silicium [117], [118] et le niobate de lithium [119], [120], [121], [122] peuvent être gravés avec un plasma à base de SF_6 / O_2 . La silice, le verre [116], [117], [123], [124], [125], le carbure de silicium [126], [127], [128] et le quartz [2], [116], [117], [129], [130], [131] peuvent être gravés à partir d'un plasma à base de SF_6 / O_2 ou de CF_4 / O_2 ou de $\text{C}_4\text{F}_8 / \text{O}_2$. L'ensemble de ces matériaux peuvent être gravés par plasma à condition de respecter la technique de gravure (Bosch pour le silicium, gravure et passivation continue pour le quartz). L'un des principaux paramètres clé pour la gravure ionique réactive profonde est le choix du masque de gravure utilisé pour définir les motifs. Celui-ci a pour but de protéger une partie du quartz, tandis que la partie exposée au plasma est gravée. La profondeur maximale gravée réalisable (profondeur/largeur) dépend notamment de la durée de vie du masque de gravure sous plasma.

La gravure du quartz est réalisée dans un bâti de gravure STS présent à l'ONERA et se fait à l'aide d'un plasma $\text{C}_4\text{F}_8 / \text{O}_2$. Cette étape permet de graver le quartz à une vitesse moyenne de 25 $\mu\text{m}/\text{h}$, ce qui représente une durée de gravure d'environ 45 à 60 min selon les variations d'épaisseur présentes sur le wafer. Le retrait du masque dur de nickel se fait avec un bain d'acide nitrique (HNO_3) chauffé à 50°C, le masque d'une épaisseur initiale de 1 μm est retiré en 30 min de gravure. La figure 3.7 montre le résonateur après gravure et retrait du masque de nickel.



(a) Face A



(b) Face B

FIGURE 3.7 – Images par microscopie optique du résonateur dans son état final. Schéma du résonateur visible en figure 2.19 (page 64). Mesure électrique visible en figure 4.1 (page 119)

La figure 3.7 montre plusieurs limitations de la gravure DRIE du quartz :

- Un changement de coloration s’est produit au niveau de l’électrode inférieure (Fig 3.7a), puisque la couche d’accroche en chrome n’y est plus visible. Un changement de contraste est également visible entre le centre de l’électrode et l’extérieur du résonateur sur la face B 3.7b.
- La casse de la lame au niveau d’un bord de la cavité, visible notamment sur la figure en face A 3.7a.
- Des résidus restants à la surface du résonateur sont visibles notamment sur l’électrode centrale.

Ces différents problèmes sont suffisamment importants pour impacter la mesure en fréquence du résonateur (visible sur la figure 4.1 présenté dans le chapitre suivant 4). En effet, la diffusion du chrome dans l’or peut amener à l’augmentation de la résistivité de la couche [132] et donc détériorer la résistance motionnelle du résonateur, si bien que le facteur de qualité en soit complètement dégradé. L’ajout de masse sur la lame vibrante par les résidus peut faire changer la fréquence du résonateur et/ou faire apparaître/exacerber des modes parasites. Et la casse de la lame vibrante rend simplement le résonateur inutilisable, c’est pourquoi une étude sur ces verrous a été menée, celle-ci est présentée dans la partie suivante.

3.5 Étude des problématiques liées à la gravure DRIE

L'utilisation de la gravure ionique profonde (DRIE) a mené à l'étude de deux problématiques, qui avaient déjà été rencontrées lors d'une précédente thèse à l'ONERA [3]. La première problématique est la présence de résidus en surface du wafer gravé après le retrait du masque dur de nickel, ce qui impacte la propreté de la surface du dispositif et qui peut par conséquent impacter la mesure électrique du résonateur. La seconde problématique qui est déjà visible sur les images par microscopie optique 3.7 montre une détérioration des électrodes après la gravure DRIE et le retrait du masque de nickel.

3.5.1 Étude de la fluorisation du masque dur de nickel après gravure DRIE à partir de gaz carbonofluoré

La première problématique porte sur le retrait du masque de nickel, qui engendre des contaminations à la surface du quartz. Pour réaliser le masquage du substrat, deux types de masques sont utilisés dans la littérature. D'une part les masques en résine photosensible, comme la SU-8 ou la KMPR, qui ont l'avantage de pouvoir être réalisés en une seule étape de photolithographie mais ont une faible sélectivité (<1) [133]. D'autre part les masques durs typiquement en nickel [116], en chrome [134] ou en aluminium [135], présentent un grand intérêt car ils ont une bonne sélectivité par rapport aux matériaux à graver, pour les métaux cités précédemment les sélectivités sont respectivement de l'ordre de 100, 60 et 20 pour un substrat en quartz. En comparaison des masques en résine, le procédé de fabrication du masque est plus long car il implique des étapes supplémentaires pour déposer la couche métallique et la structurer par lift-off ou gravure chimique. La littérature mentionne d'autres problèmes tels que la dissipation de la chaleur [136], [137] ou les interactions entre le gaz et le métal. Fedynyshyn *et al.* [138] mettent en évidence une augmentation de la vitesse de gravure du silicium due à la réaction catalytique et à l'augmentation locale du radical fluor sur la surface du masque métallique avec le plasma CF_4 / O_2 . Senthilkumar *et al.* ont montré la formation de cristaux d' AlF_3 pendant la gravure de $\text{SiN} / \text{SiO}_x$ avec un plasma contenant du fluor [139]. La formation de ces cristaux fluorés peuvent être la source de contamination résiduel lors du retrait du masque dur, il est alors nécessaire de comprendre l'origine de cette contamination fluorée et de trouver une solution pour éviter toute interaction avec la suite du procédé de fabrication.

Le comportement du masque dur en nickel sous plasma fluoré pour la fabrication de MEMS a été peu étudié, malgré son utilisation répandue comme masque dur pour la gravure DRIE de nombreux substrats : quartz [129], [131], [140], verre [123], [124], niobate de lithium [119], [121], [122], carbure de silicium [126], [127], [128], titane [141]. Seuls Ettouri *et al.* [141] ont montré que, lors de la gravure du titane au plasma $\text{Cl}_2 / \text{SF}_6 / \text{O}_2$, la surface du masque dur en nickel est fortement contaminée par des espèces F et Cl, bien qu'ils n'aient pas accès à des informations sur la nature exacte des composés chimiques.

Ces problèmes empêchent le bon déroulement du processus de fabrication et cette contamination ne peut être éliminée que difficilement, soit par gravure chimique, soit par une action mécanique comme les ultrasons qui peuvent être incompatibles avec les wafers gravés, avec parfois des motifs fragiles en fin du processus.

Dans cette partie, l'étude porte sur la nature de composé se formant à la surface du masque dur de nickel lors de la gravure DRIE du quartz à partir d'un plasma carbonofluoré. Afin de suivre l'évolution de la structure et de la composition du masque dur en nickel au cours du processus de gravure, des caractérisations ont été effectuées, de l'échelle macroscopique à l'échelle atomique. Les caractérisations ont été réalisées par microscopie optique, microscopie électronique à balayage et à transmission (TEM : Transmission Electron Microscopy), ainsi que par spectroscopie de dispersion d'énergie (EDS : Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) et de photoélectrons X (XPS : X-ray Photoelectron Spectroscopy). La formation d'une contamination de surface fluorée a été mise en évidence, celle-ci se développant progressivement au fur et à mesure que le nickel est exposé au fluor gazeux. Puis, la gravure chimique pour éliminer les résidus de nickel fluoré en fin de processus se montrant inefficace, une solution pour retirer le masque dur de nickel sans laisser de pollution sur l'échantillon a été étudiée.

3.5.1.1 Mise en place d'une procédure expérimentale

3.5.1.1.1 Procédure de fabrication de l'échantillon étudié

Spécifications du substrat et préparation avant la DRIE : Un wafer de quartz, d'une dimension de 1,5 pouce et d'une épaisseur de 400 μm , a été utilisé comme substrat. Dans un premier temps, une photolithographie en bi-couche adaptée au procédé de dépôt/lift-off est mise en œuvre (voir figure 3.8). Puis, une couche de nickel d'une épaisseur de 1,2 μm est déposée par pulvérisation RF à température ambiante. Ensuite, la résine photosensible est retirée (lift-off) afin de révéler le motif dans la couche de nickel. Le substrat est alors prêt pour la gravure DRIE. Avant son introduction dans la chambre DRIE, le wafer de quartz est collé temporairement sur un wafer de silicium de 4 pouces servant de support dans la machine de DRIE. Une intensification des effets thermiques est attendue, due à l'utilisation du collage temporaire [142].

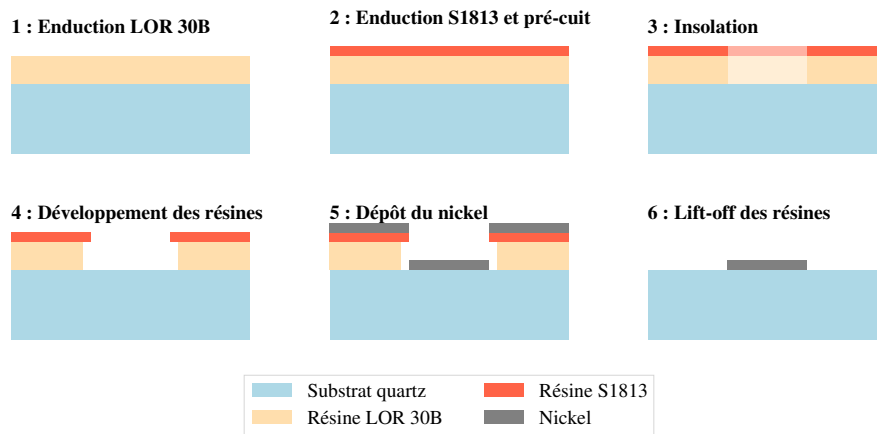


FIGURE 3.8 – Organigramme du procédé utilisé pour la structuration du nickel par lift-off d’un empilement de résine bi-couche

Conditions de gravure DRIE du quartz : l’équipement de gravure est un bâti STS ICP-DRIE. Après introduction du wafer dans la chambre, la surface de celui-ci est nettoyée des contaminants carbonés. Pour cela le wafer est soumis à un premier plasma O_2 pour nettoyer la surface des contaminations carbonées. Puis, une gravure mimant le procédé utilisé pour fabriquer les résonateurs est réalisée. Cela implique :

- Une première étape de gravure utilisant un plasma carbono-fluoré d’une durée totale de gravure de 60 minutes, qui permet d’atteindre une profondeur de gravure de 20 à 30 μm .
- Puis pour simuler la libération des structures et le débouchage des motifs, c’est-à-dire des gravures passant à travers le wafer, il est nécessaire d’enlever le collage temporaire pour ne pas créer de réaction entre le plasma, le collage temporaire et la face inférieure du wafer.
- Enfin, le wafer est réintroduit dans la chambre DRIE, et une deuxième étape de gravure de 15 minutes débute.

Le procédé de gravure du quartz est alors terminé, désormais le retrait du masque de nickel peut commencer.

Retrait du masque de nickel : l’acide nitrique HNO_3 concentré à 53% est utilisé pour retirer le masque de nickel. Dans ces conditions de mise en œuvre, la vitesse de gravure nominale est estimée à 30°C est de 2,5 nm/seconde [143]. L’échantillon a ensuite été soigneusement rincé à l’eau déionisée et séché sous un flux d’azote.

3.5.1.1.2 Procédure de caractérisation La procédure de caractérisation se déroule tout au long de la procédure de fabrication couvrant les échelles macroscopiques à nanoscopiques. Le wafer est caractérisé à chaque étape, c’est-à-dire, après le dépôt du masque de nickel et structuration par lift-off de celui-ci, après 60 minutes de gravure DRIE avec

une adaptation thermique, de plus après l'ajout de 15 minutes sans adaptation thermique et aussi après le retrait du masque de nickel par gravure chimique. Chaque étape est caractérisée par microscopie optique, microscopie électronique à balayage (MEB), analyse par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS) et microscopie à transmission (TEM). Une analyse de l'extrême surface par spectroscopie de photoélectrons X (XPS) a été réalisée pour confirmer la nature de la contamination et pouvoir faire un lien incontestable avec la littérature.

3.5.1.2 Analyse macroscopique à microscopique de l'évolution de l'état de surface et la composition chimique du nickel au cours du procédé de gravure par plasma carbonofluoré

3.5.1.2.1 Analyse macroscopique de l'état de surface Afin d'avoir une caractérisation rapide de l'évolution de la surface du nickel au cours de la procédure de fabrication, des images par microscopie optique ont été réalisées et sont visibles dans la figure 3.9. Celle-ci montre les images, avec un grossissement en encart, aux quatre étapes de la procédure : à l'état initial 3.9a, après 60 minutes de gravure 3.11b, après les 15 minutes supplémentaire en conditions thermiques dégradées (cette étape est nommé : *75 minutes de gravure*) 3.11c et à l'étape finale après l'élimination du nickel dans un bain d'acide nitrique HNO₃ 3.11d. Les images ont été enregistrées dans des conditions de grossissement et d'éclairage strictement identiques afin de pouvoir les comparer entre elles.

À l'état initial (Fig. 3.9a), les motifs de gravure du quartz apparaissent en gris foncé et le masque de nickel en jaune foncé. Le nickel présente un contraste homogène sur toute la surface. Après la gravure du quartz avec le plasma C₄F₈ / O₂ pendant 60 minutes 3.9b, les motifs de quartz gravés apparaissent en noir et il est possible d'observer un changement de contraste et des inhomogénéités sur la surface de nickel restante. Ces différents contrastes sont clairement visibles près des tranchées.

A l'issue du processus de la gravure du quartz par plasma C₄F₈ / O₂ (60 min +15 min), visible sur la figure 3.9c, les motifs de gravure dans le quartz apparaissent toujours en noir. La surface du nickel présente une intensification marquée de sa coloration, avec l'apparition de contrastes significatifs allant du brun clair au brun foncé. Comme observé précédemment, ces variations de contraste sont particulièrement prononcées à proximité des tranchées, comme le montre l'image à plus fort grossissement.

Après le retrait du nickel, visible sur la figure 3.9d, des pollutions sont apparus en surface du wafer et contaminent une majeure partie de la surface du wafer.

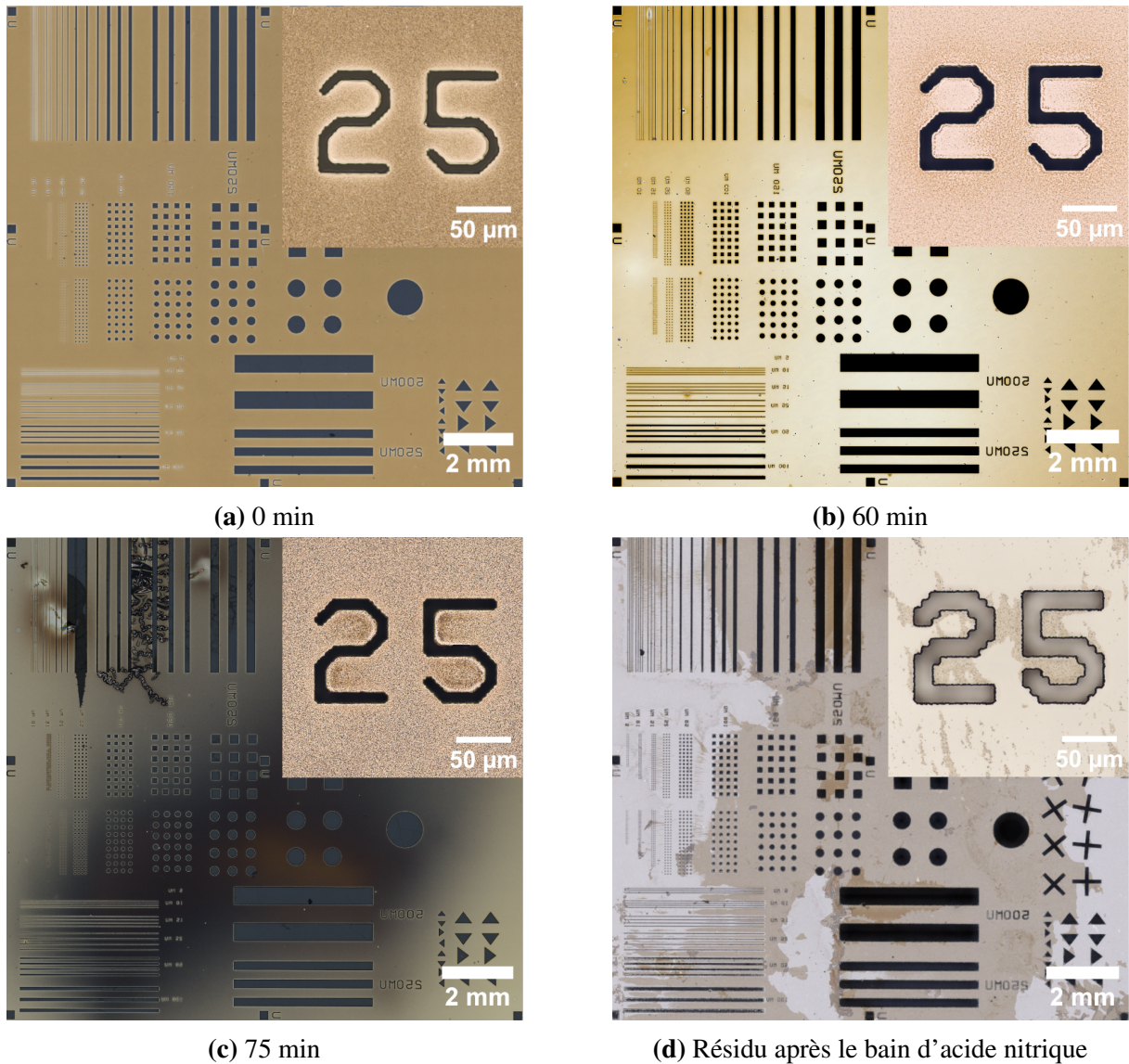
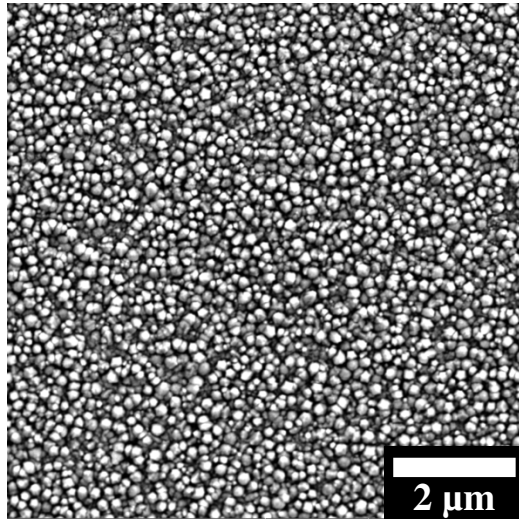
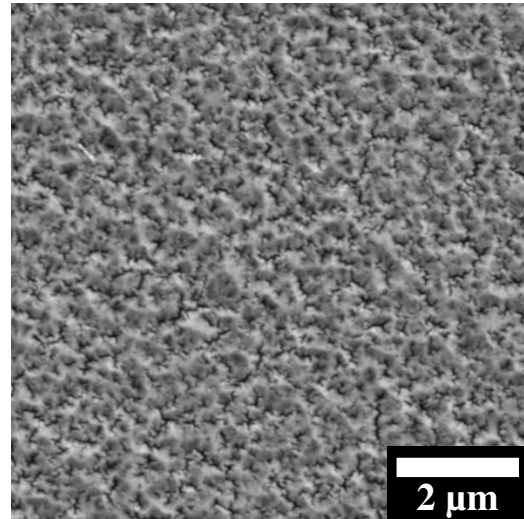


FIGURE 3.9 – Images par microscopie optique de la surface du substrat au cours du procédé : à l'état initial 3.9a, après 60 minutes de gravure plasma 3.9b, après 75 minutes de gravure plasma 3.9c, et après la gravure à l'acide nitrique HNO_3 3.9d

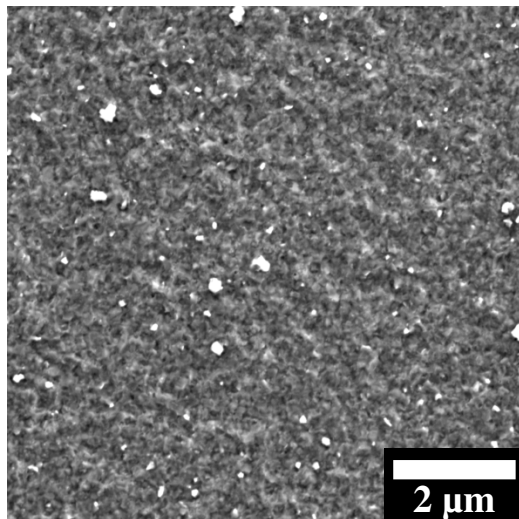
3.5.1.2.2 Analyse microscopique de l'état de surface et de la composition chimique par EDS Afin d'obtenir des informations sur l'état de surface à l'échelle microscopique une analyse par microscopie électronique a été réalisée. Lors de cette étape, l'échantillon a été caractérisé par microscopie électronique aux différentes étapes définies précédemment, c'est-à-dire à l'état initial, après 60 minutes de gravure DRIE, après 75 minutes de gravure DRIE et après la gravure chimique à base d'acide nitrique HNO_3 du masque de nickel. Les images par microscopie électronique sont visibles dans la figure 3.10.



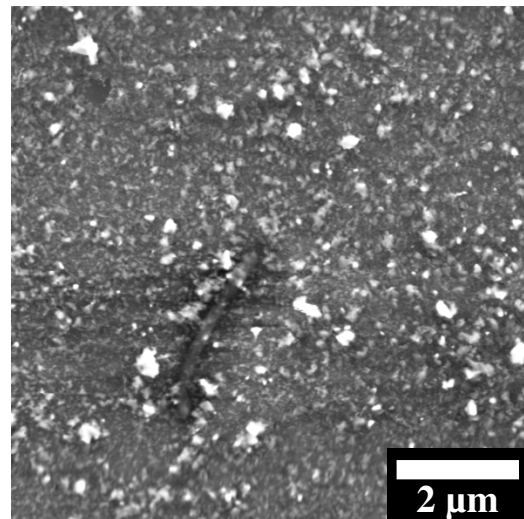
(a) 0 min



(b) 60 min



(c) 75 min



(d) Résidu après le bain d'acide nitrique

FIGURE 3.10 – Images par microscopie électronique à balayage de la surface du substrat au cours du procédé : à l'état initial [3.10a](#), après 60 minutes de gravure plasma [3.10b](#), après 75 minutes de gravure plasma [3.10c](#), et après la gravure à l'acide nitrique HNO_3 [3.10d](#). Les paramètres d'imagerie sont les suivants ; détecteur : SE (Secondary Electron), champ visuel : 25 μm , tension d'accélération : 5 kV

La figure [3.10](#) montre l'évolution de la topologie de la surface des échantillons grâce à l'utilisation d'un détecteur à électron secondaire (SE : Secondary Electron). Dans l'image [3.10a](#), la surface du masque de nickel apparaît inhomogène, avec une surface rugueuse et des grains sub-micrométriques. Les grains correspondent à la vue de dessus des colonnes de nickel, en accord avec les données de la littérature pour le nickel pulvérisé, qui a un aspect colonnaire [144]. Après la gravure DRIE, la surface du masque subit des changements significatifs. La figure [3.10b](#) montre un changement dans la morphologie des grains après 60 minutes de DRIE, avec une surface toujours très inhomogène mais dont la rugosité

semble se réduire par rapport à de l'état initial. La figure 3.10c, après la deuxième étape de DRIE, montre une surface toujours inhomogène, mais en plus avec des points clairs correspondant à des sur-épaisseurs locales. Après l'attaque chimique du nickel, l'image MEB prise sur les résidus de nickel montre un aspect rugueux similaire mais avec une augmentation de la densité des points clairs (Figure 3.10d).

Ces images ont été complétées par des analyses de la composition chimique par spectroscopie X à dispersion d'énergie (EDS) afin de déterminer avec précision les éléments chimiques présents à la surface du masque de nickel. La figure 3.11 présente l'analyse EDS à chaque étapes de la procédure.

À l'état initial, dans la figure 3.11a, les spectres montrent la présence de quatre pics. Les plus intenses correspondent au nickel, avec le pic $L\alpha$ à 0,851 keV, et un pic moins intense à 0,742 keV correspondant à une transition $L3 \rightarrow M1$ [145]. Le pic $K\alpha$ du carbone à 0,277 keV et le pic $K\alpha$ de l'oxygène à 0,523 keV peuvent être dus à une couche de contamination carbonée et/ou à l'oxydation de la surface du nickel.

Les figures 3.11b et 3.11c représentent respectivement les spectres EDS acquis sur l'échantillon après 60 minutes et 75 minutes de gravure DRIE C_4F_8 / O_2 . Sur chaque échantillon, il a été choisi d'analyser deux zones différentes en termes de contraste optique, préalablement identifiées sur les images optiques. Elles seront étiquetées « contraste sombre » et « contraste clair ». Pour faciliter l'identification des zones analysées, des images optiques zoomées ont été incluses en encart.

Sur les deux figures, figure 3.11b et 3.11c, les pics de nickel à 0,751 et 0,851 keV sont toujours présents, ce qui confirme que la couche de nickel n'a pas été complètement décapée au cours du processus. Les pics $C-K\alpha$ et $O-K\alpha$ à 0,277 et 0,523 keV respectivement sont également observables. Ils peuvent encore être corrélés à la couche de contamination carbonée et/ou à l'oxydation de la surface du nickel après exposition au plasma C_4F_8 / O_2 . Un pic supplémentaire apparaît à 0,677 keV sur les spectres, correspondant au pic $K\alpha$ du fluor.

Le rapport d'intensité fluor/nickel $\frac{I_F}{I_{Ni}}$ varie de 0,1 à 0,33 entre les zones de contraste clairs et sombres sur l'échantillon ayant subit 60 minutes de DRIE et de 0,25 à 0,5 entre les zones claires et sombres sur l'échantillon ayant subit 75 minutes de DRIE. Ces différences de rapport reflètent une augmentation de la quantité de fluor à la surface du nickel au cours du temps de gravure et des inhomogénéités dans la quantité de fluor d'une zone à l'autre au sein d'un même échantillon.

Enfin, l'analyse du résidu, figure 3.11d après la gravure chimique du masque dur de nickel indique la présence de nickel et d'une quantité importante de fluor avec un rapport d'intensité fluor/nickel de $\frac{I_F}{I_{Ni}} = 1,3$. La présence d'un pic $K\alpha$ très intense de l'oxygène à 0,523 keV et d'un pic $K\alpha$ du silicium à 1,740 keV, sont tous deux attribuables au substrat de quartz. L'augmentation de l'intensité du pic $K\alpha$ du carbone à 0,277 keV peut être due

à des résidus de contamination lors de l'élimination chimique du masque dur de nickel.

Une corrélation peut alors être établie entre le contraste observé par microscopie optique et électronique à balayage et la quantité de fluor présente. Dans les deux cas de gravure à 60 et 75 minutes, le contraste le plus sombre contient le plus de fluor.

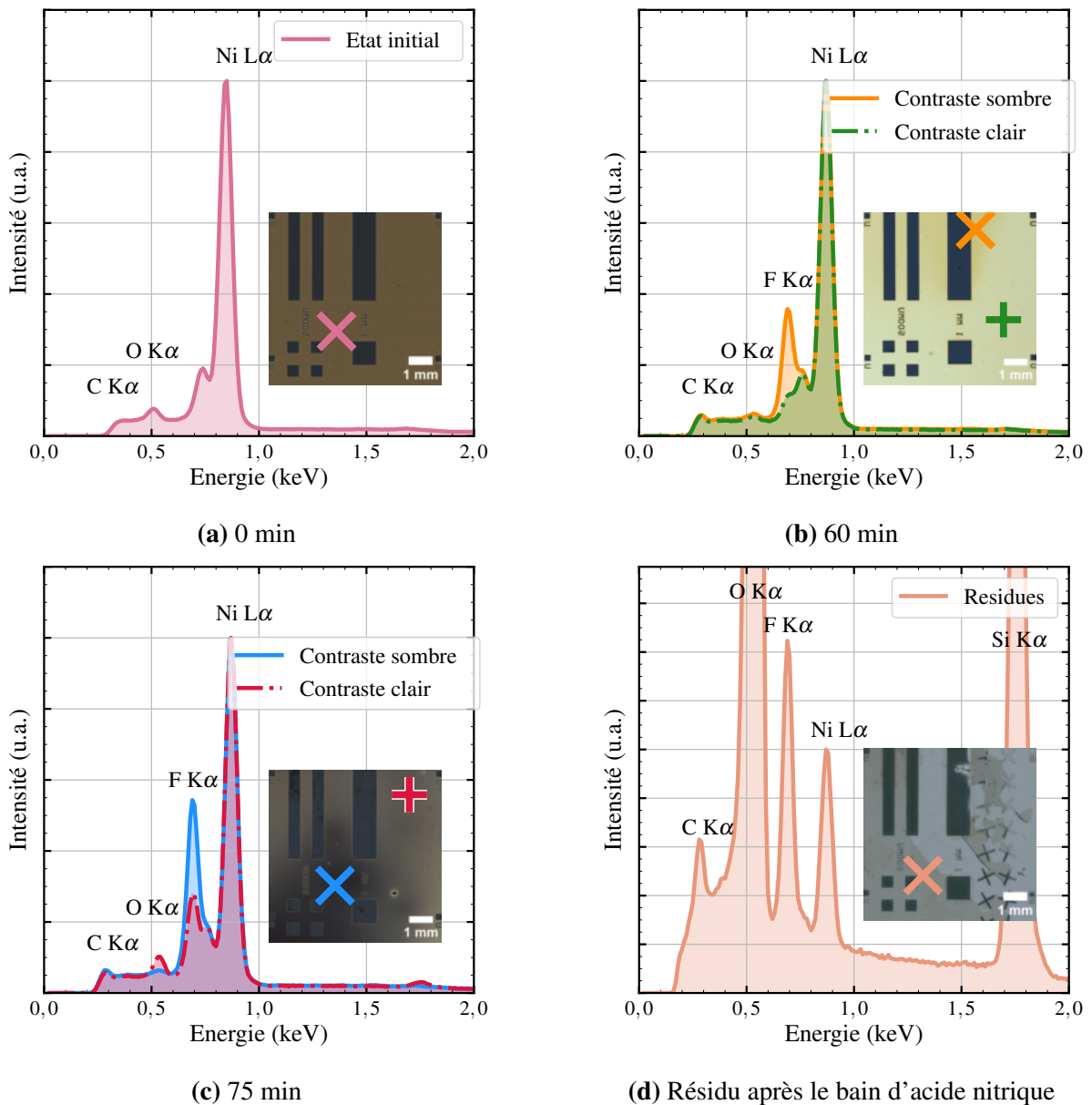


FIGURE 3.11 – Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS) de la surface du substrat selon leur contraste optique et leur évolution dans le procédé : à l'état initial 3.11a, après 60 minutes de gravure plasma 3.11b, après 75 minutes de gravure plasma 3.11c, et sur des résidus après la gravure à l'acide nitrique HNO₃ 3.10d, toutes les données ont été normalisées sur le pic Ni L α

3.5.1.2.3 Analyse de l'extrême surface par XPS Les analyses par microscopie optique et électronique, ainsi que l'analyse de la composition chimique ont mis en évidence la présence de fluor à la surface des échantillons. Cette présence du fluor a pu être reliée au contraste optique de la surface de l'échantillon. Cependant, ces analyses ne permettent pas de connaître la nature du composé fluoré qui a été produit lors de la gravure DRIE. C'est pourquoi, une analyse de l'extrême surface par XPS a été réalisée, afin de connaître la stœchiométrie et la valence des éléments. Ces mesures XPS ont été effectuées sur un échantillon de nickel gravé au plasma pendant 75 minutes et les analyses sont présentées dans la figure ci-dessous (Fig. 3.12).

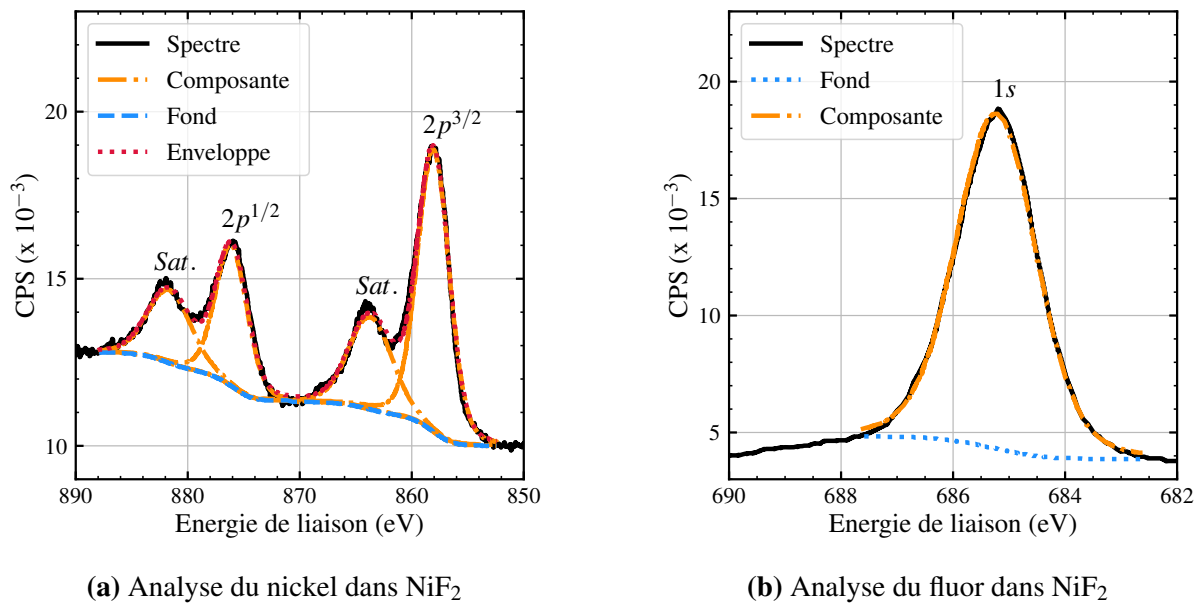


FIGURE 3.12 – Mesures par spectroscopie photoélectronique à rayons X (XPS) montrant la présence de nickel (a) et de fluor (b) dans un échantillon de nickel gravé au plasma pendant 75 minutes.

Le spectre du nickel (Fig. 3.12a) comprend les deux pics correspondant aux niveaux centraux $2p^{3/2}$ et $2p^{1/2}$ à 858,0 eV et 876,0 eV, respectivement, avec une division typique de 18 eV, ainsi que deux pics satellites à 863,9 eV et 882,0 eV. Les pics $2p$ apparaissent à une énergie de liaison caractéristique des fluorures [146], [147], qui est significativement plus élevée que les énergies de liaison du nickel métallique et du nickel (II) dans certains oxydes [148]. Le spectre du fluor (Fig. 3.12b), quant à lui, montre un seul pic caractéristique du niveau central $1s$, centrée à 685,2 eV. De même, la valeur de l'énergie de liaison est en accord avec les observations de la littérature pour un élément fluor lié au nickel (II) [149]. Sur la base des intensités intégrées et corrigées des niveaux d'énergie du nickel et du fluor, une stœchiométrie de 0,5 est mesurée, ce qui correspond au rapport $\frac{1}{2} \times \frac{Ni}{F}$ d'un composé NiF₂.

Ce type de contamination de la surface du nickel par des espèces fluorées a déjà été observé par Ettouri et al [141], lors de la gravure du titane par plasma Cl₂/SF₆/O₂. Cependant, ils

n'ont pas eu accès à des informations sur la nature exacte des composés chimiques formés. Dans un domaine autre que la gravure des MEMS et des couches minces, Chan-Park *et al.* [150] ont mis en évidence par XPS la formation de NiF_2 , $\text{Ni}(\text{OH})_2$ et NiO à la surface d'un alliage de nickel lors de l'exposition à un plasma composé d'un mélange CF_4/O_2 .

3.5.1.3 Analyse à l'échelle nanoscopique de la structure et de la composition chimique du nickel au cours du procédé de gravure par plasma carbonofluoré

L'analyse XPS étant limitée à l'extrême surface, aucune autre information sur ces contaminations ne peut être extraite. Ici, pour aller plus loin dans la caractérisation, il a été choisi d'effectuer une caractérisation à l'échelle nanométrique en utilisant la microscopie à transmission.

3.5.1.3.1 Analyse par microscopie à transmission de la structure Les lames pour la microscopie à transmission ont été préparées par FIB (Focused Ion Beam). Quatre lames ont été préparées :

- A l'état initial,
- Après 75 minutes de gravure DRIE dans une zone de contraste optique clair,
- Après 75 minutes de gravure DRIE dans une zone de contraste optique sombre,
- Et une dernière sur un résidu présent après le bain d'acide nitrique.

La figure 3.13 présente des images HAADF (*High-angle annular dark-field*) en coupe de chaque échantillon (3.13a, 3.13c, 3.13e, 3.13g). Des analyses STEM-EDS ont également été enregistrées sur chaque échantillon et sont présentées dans les figures 3.13b, 3.13d, 3.13f et 3.13h. Des cartographies élémentaires ont été extraites à des énergies de 0,525 keV pour O $K\alpha$ (en rouge), 0,6768 keV pour F $K\alpha$ (en orange), 0,8515 keV pour Ni $L\alpha$ (en bleu).

Après 75 min d'exposition au gaz $\text{C}_4\text{F}_8 / \text{O}_2$, plusieurs changements peuvent être observés dans la couche de nickel. Dans les figures 3.13c et 3.13e, correspondant respectivement à la lame dans une zone de contraste clair et dans une zone de contraste foncé du wafer. Une épaisseur de nickel réduite par rapport à l'état initial a pu être mesurée, avec une couche de nickel restante d'environ 500 nm. Cette réduction d'épaisseur est cohérente avec la sélectivité du nickel vis à vis du quartz qui est de 40 [3], soit une réduction du nickel d'environ 750 nm. De plus, une couche supplémentaire avec un contraste différent peut être observée à la surface du nickel. Dans la figure 3.13c, la couche est régulière avec une épaisseur comprise entre 10 et 35 nm alors que dans la figure 3.13e, la couche est plus irrégulière avec une épaisseur comprise entre 10 et 65 nm. La caractérisation chimique en STEM-EDS, présentée dans les figures 3.13d et 3.13f, a révélé la présence de fluor (en orange) et de nickel (en bleu) dans toute l'épaisseur de cette couche supplémentaire, la couche de nickel située en dessous (en bleu) et l'oxygène du quartz (en rouge) restent chimiquement inchangés.

Ces observations sont cohérentes avec l'analyse SEM-EDS qui montre une plus grande quantité de fluor dans la zone de contraste sombre du wafer par rapport au contraste clair, parce que la profondeur sondée en SEM-EDS est plus importante que l'épaisseur la plus fine de nickel fluoré

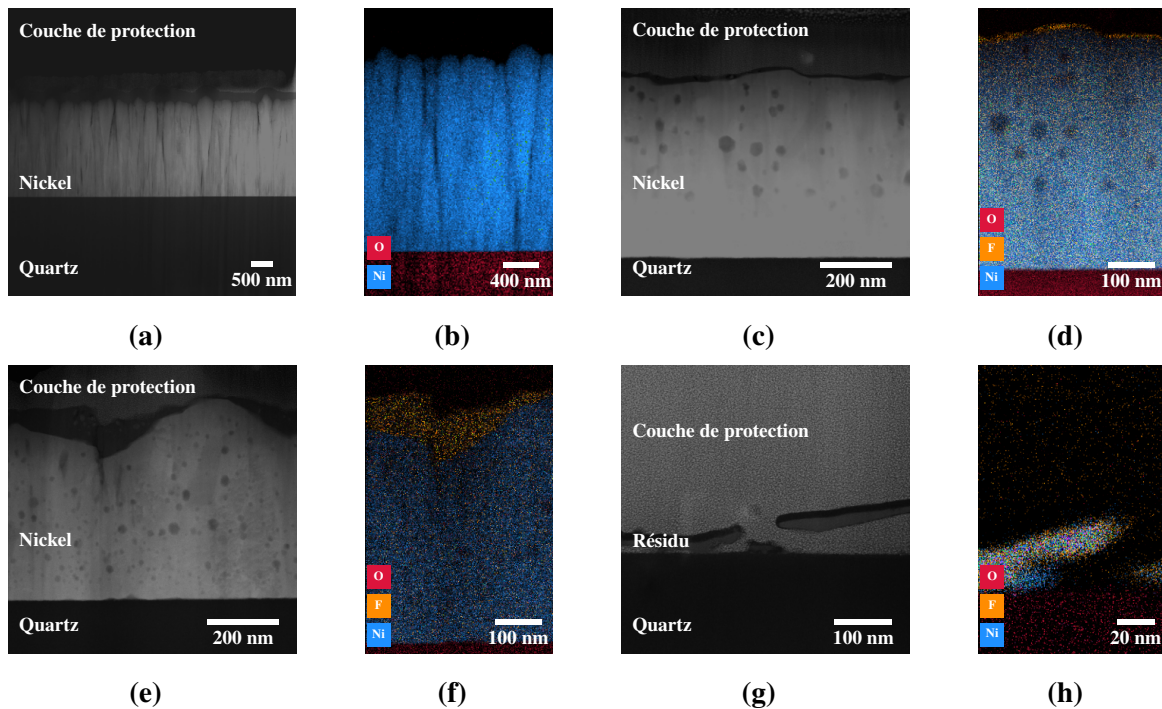


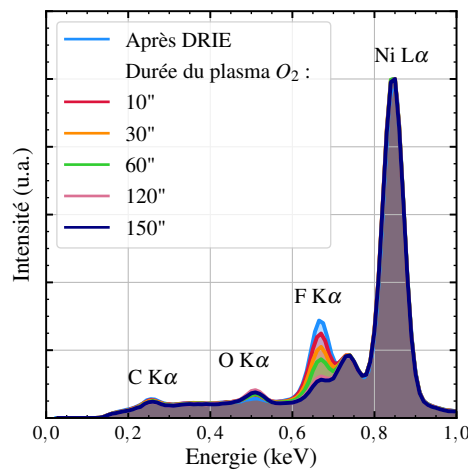
FIGURE 3.13 – Comparaison des images HAADF et EDS avec des hauteurs adaptées selon l'échantillon

Le changement de morphologie du nickel n'est pas expliqué. Mais des observations peuvent être faites ; en particulier sur des cavités de quelques dizaines de nanomètres de diamètre qui sont apparues sur toute l'épaisseur de la couche de nickel. Un changement dans la microstructure du nickel peut également être observé, passant de grains colonnaires à des grains équiaxes. Ce comportement de la cavitation du nickel dans les conditions de plasma C_4F_8 / O_2 n'est pas encore compris et la recristallisation du nickel est surprenante car elle apparaît normalement à haute température ($> 700^\circ C$) [151].

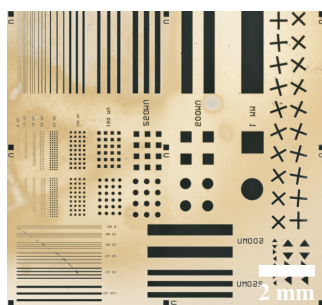
Enfin, la figure 3.13g montre une image HAADF en coupe d'un résidu après l'élimination du masque de nickel par l'acide nitrique. La couche inférieure est le substrat de quartz, les couches minces intermédiaires sont les résidus. L'épaisseur de la couche est comprise entre 15 et 35 nm, ce qui est cohérent avec la valeur avant la gravure chimique. Le platine utilisé pour la préparation des échantillons FIB s'est infiltré sous les résidus, ce qui explique que certains résidus ne sont pas en contact avec le quartz. L'analyse SEM-EDS présentée dans la figure 3.13h montre que le nickel pur a bien été gravé et que les résidus sont composés uniquement de nickel (en bleu) et de fluor (en orange).

3.5.1.4 Proposition de solution pour le retrait de la couche de NiF₂

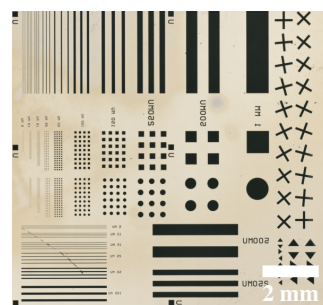
Selon la procédure expérimentale détaillée à la section (3.5.1.1.1, page 90), la méthode initialement employée pour retirer le masque dur de nickel a uniquement recours à l'acide nitrique. Bien que ce processus aboutisse à l'élimination du nickel, des résidus de NiF₂ persistent après le bain d'acide. Il est théoriquement possible d'utiliser de l'acide fluorhydrique pour attaquer les résidus de NiF₂, comme suggéré par [152], mais cette approche est incompatible avec le procédé en raison de la réactivité de l'acide fluorhydrique vis-à-vis du quartz. Une autre approche mentionnée dans la littérature préconise la gravure des résidus de NiF₂ à l'aide d'eau pure puisque sa solubilité est estimée à 4,030 g/100 mL à 25°C [153]; malheureusement, cette méthode n'a pas donné les résultats escomptés. Pour parvenir à retirer la contamination de NiF₂ un plasma O₂ a été utilisé, la figure 3.14a montre la proportion de fluor sur l'échantillon en fonction de la durée du plasma, ainsi que deux images de l'échantillon avant et après le plasma O₂.



(a)



(b) Après DRIE



(c) Après 150'' de plasma O₂

FIGURE 3.14 – 3.14a Suivi des changements dans les spectres EDS pendant l'élimination du NiF₂ par le plasma d'oxygène montrant les diminutions graduelles de l'intensité jusqu'à un niveau très bas du pic du fluor à 0,677 keV. **3.14b** et **3.14c** Images par microscopie optiques de la surface du nickel montrant la disparition des contrastes caractéristiques du NiF₂ après le plasma.

Afin de mesurer la vitesse de gravure de la couche de NiF₂ et d'évaluer l'efficacité de ce

nettoyage, des images de microscopie optique et des spectres SEM-EDS ont été pris entre les cycles de plasma O_2 . L'évolution de l'EDS est représentée dans la figure 3.14a. Les pics de nickel à 0,751 et 0,851 keV et la faible contribution du carbone à 0,277 keV et de l'oxygène à 0,523 keV ont une intensité constante. Le pic du fluor à 0,677 keV diminue progressivement en intensité jusqu'à un niveau très bas, indiquant l'élimination du NiF_2 . Ceci est également visible dans les images de microscopie optique dans lesquelles les contrastes, attribués au NiF_2 par la caractérisation optique, disparaissent après le plasma, comme illustré dans la figure 3.14b et 3.14c, respectivement.

3.5.1.5 Conclusion de l'étude de la contamination du nickel

L'étude de la contamination fluorée du masque dur de nickel après gravure DRIE par plasma C_4F_8 / O_2 a mis en avant un phénomène de passivation du masque de nickel par une couche de NiF_2 lors du procédé de gravure. La couche de passivation se limite à la surface du masque de nickel avec une épaisseur comprise entre 10 et 65 nm, et est à l'origine des résidus présents après la gravure du nickel par voie chimique. Finalement, une solution a été proposée qui consiste à ajouter une étape de décapage par un plasma O_2 en fin de procédé de gravure. Cela permet de retirer presque complètement la contamination fluorée et puis de pouvoir ensuite retirer la contamination restante avec la gravure chimique.

3.5.2 Étude de l'interdiffusion d'électrode chrome / or dans un masque dur de nickel lors d'un procédé de gravure DRIE

La seconde problématique porte sur la diffusion des électrodes chrome-or dans le masque dur pour la gravure DRIE. L'utilisation d'un masque dur métallique est indispensable pour graver profondément le quartz avec une bonne résolution. Cependant, l'utilisation d'un masque métallique engendre également un autre problème lié à la température du bâti de DRIE lors de la gravure et à la nature du masque, à savoir la possible diffusion métallique inter-espèces, notamment dans ce cas avec l'or et le chrome, fréquemment utilisés dans les MEMS pour la fabrication d'électrodes. Au sein du laboratoire, des modifications de la morphologie de la bi-couche chrome-or après retrait du nickel ont été rapportées [129].

La diffusion métallique est un phénomène fondamental en science des matériaux qui décrit la migration des atomes à travers un matériau solide. La vitesse et le comportement de cette diffusion dépendent de facteurs tels que la température, la composition du matériau et la structure cristalline. La diffusion volumique des métaux n'est prédominante qu'à des températures élevées, généralement entre $\frac{T_f}{2}$ et T_f , où T_f est la température de fusion [154]. La température de fusion des métaux concernés dans cette étude est de $1072^\circ C$ pour l'or [155], $1903^\circ C$ pour le chrome [156] et $1453^\circ C$ pour le nickel [157], mais les métaux ayant été déposés en film mince, il est plus judicieux de se référer à la température de Tammann qui stipule que en dessous de cette température, la diffusion atomique n'est plus déterminée par des processus globaux réguliers, mais est contrôlée par les joints de grains et d'autres

défauts dans le matériau. La température de Tammann des métaux de cette étude, est de 395°C pour l'or, de 817°C pour le chrome et de 591°C pour le nickel. Les températures générées lors de la DRIE étant de l'ordre de 100°C à 300°C , elles ne sont pas suffisantes pour provoquer une domination de la diffusion volumique comme mécanisme de diffusion, mais elles sont suffisantes pour activer les "courts-circuits" de diffusion (diffusion par les défauts) qui peuvent entraîner une migration des espèces. Le phénomène de court-circuit de diffusion est caractérisé par le transport de matière à travers de grands défauts, tels que les joints de grains ou les dislocations, et sont prédominantes à des températures inférieures à $\frac{T_f}{2}$. Ce phénomène a déjà été observé en 1988 par S. K. Kurinec *et al.* [158] sur un système bi-couche composé d'or (100 nm) et de nickel (60 nm), ayant subi plusieurs recuits de durées variant de 5 minutes à 4 heures et à des températures comprises entre 250°C et 500°C . Il a été rapporté que le nickel diffuse le long des joints de grains et que l'augmentation du nombre de ces joints accélère le taux de diffusion [132].

Un autre phénomène bien documenté depuis de nombreuses années est la diffusion du chrome à l'intérieur d'une couche d'or lorsqu'elle est soumise à un recuit à des températures supérieures à 200°C . Cette diffusion est le premier mécanisme lié au recuit et entraîne une augmentation significative de la résistivité de la bi-couche, selon Y. Huang *et al.* [132]. Toutefois, un autre phénomène contrebalance légèrement cette diffusion : lors du recuit, la taille des grains de la couche d'or augmente et le nombre de défauts diminue, ce qui améliore la résistivité de la bi-couche. Jusqu'à 200°C , ce second phénomène prédomine et la résistivité diminue jusqu'à 25%. Une fois cette température dépassée, la diffusion prend le dessus et peut entraîner une augmentation de la résistivité par un facteur 7 pour des recuits entre 200°C et 250°C . Il a également été constaté par A. Tynkova *et al.* [159] que non seulement la pression, mais aussi l'atmosphère pendant le recuit, modifient considérablement la topologie et la morphologie de la bi-couche. Dans le cas d'une atmosphère à base de fluor, à basse pression et haute température, la morphologie de la couche de nickel est modifiée, ce qui peut également favoriser les courts-circuits de diffusion.

Dans cette partie, une étude a été réalisée sur l'implication de la gravure ionique réactive profonde sur la détérioration d'un empilement de chrome, d'or et de nickel. Afin de suivre l'évolution de la structure et de la composition de l'empilement au cours du processus de gravure, des caractérisations ont été réalisées de l'échelle macroscopique à l'échelle atomique, par microscopie optique, microscopie électronique à balayage et à transmission (SEM/TEM), et spectroscopie de dispersion d'énergie (EDS). L'interdiffusion de la bi-couche chrome-or dans le masque de nickel a été analysée et une solution pour limiter ou éviter ce phénomène est également étudiée.

3.5.2.1 Mise en place d'une procédure expérimentale

3.5.2.1.1 Procédure de fabrication

Spécifications du substrat et préparation avant la DRIE : Une couche de chrome de 17 nm d'épaisseur et une couche d'or de 100 nm d'épaisseur ont été déposées sur un substrat de quartz par évaporation par faisceau d'électrons. L'épaisseur de la bi-couche a été contrôlée à l'aide d'un profilomètre (DEKTAK XT). Ensuite, une couche de nickel d'environ 1200 nm a été déposée par pulvérisation cathodique sur le substrat en quartz. Chaque couche a été structurée par gravure chimique humide, grâce à un masque en résine photosensible. Un bâti de gravure DRIE STS ICP-RIE a été utilisé pour graver le substrat de quartz.

Conditions de gravure DRIE du quartz : Le procédé de l'expérimentation est similaire à celui de l'expérimentation sur la contamination du nickel par le fluor 3.5.1.1.1. Avant l'introduction du wafer dans la chambre de DRIE, celui-ci a été collé temporairement sur un wafer de silicium. Le wafer a d'abord été soumis à un plasma d'oxygène afin de nettoyer la surface des contaminants carbonés. Après un plasma permettant la gravure du quartz d'une durée de 60 minutes, le substrat est retiré de la chambre, puis le collage temporaire est retiré. Le wafer est ensuite réintroduit dans la chambre de DRIE pour un second plasma de gravure de 15 minutes, cette fois sans collage temporaire, afin de simuler la fin du processus de DRIE lorsque la gravure devient débouchante et traverse le wafer.

Retrait du masque de nickel : l'acide nitrique HNO_3 concentré est utilisé pour retirer le masque de nickel. La vitesse de gravure estimée à 30°C est de 2,5 nm/seconde [143]. L'échantillon a ensuite été soigneusement rincé à l'eau déionisée et séché sous un flux d'azote.

3.5.2.1.2 Procédure de caractérisation La procédure de caractérisation se déroule à l'état initial et à la fin de la procédure de fabrication, à l'aide de diverses techniques de caractérisation, couvrant les échelles macroscopique à nanoscopique. Le wafer est caractérisée en trois étapes, c'est-à-dire, avant le dépôt du masque de nickel, après le dépôt de celui-ci et après 75 minutes de gravure DRIE. Chaque étape est caractérisée par microscopie optique, microscopie à transmission (TEM) et analyse par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS). Une mesure de la résistivité est également réalisée sur la bi-couche en début de procédé et en fin de procédé.

3.5.2.2 Analyse micro et nanoscopique de l'empilement métallique au cours du procédé

3.5.2.2.1 Structure de l'empilement à l'état initial La première caractérisation a consisté à visualiser l'empilement de chrome, d'or et de nickel après les deux étapes de dépôt par évaporation, puis par pulvérisation. Des images par microscopie à transmission de cet état sont visibles dans la figure 3.15.

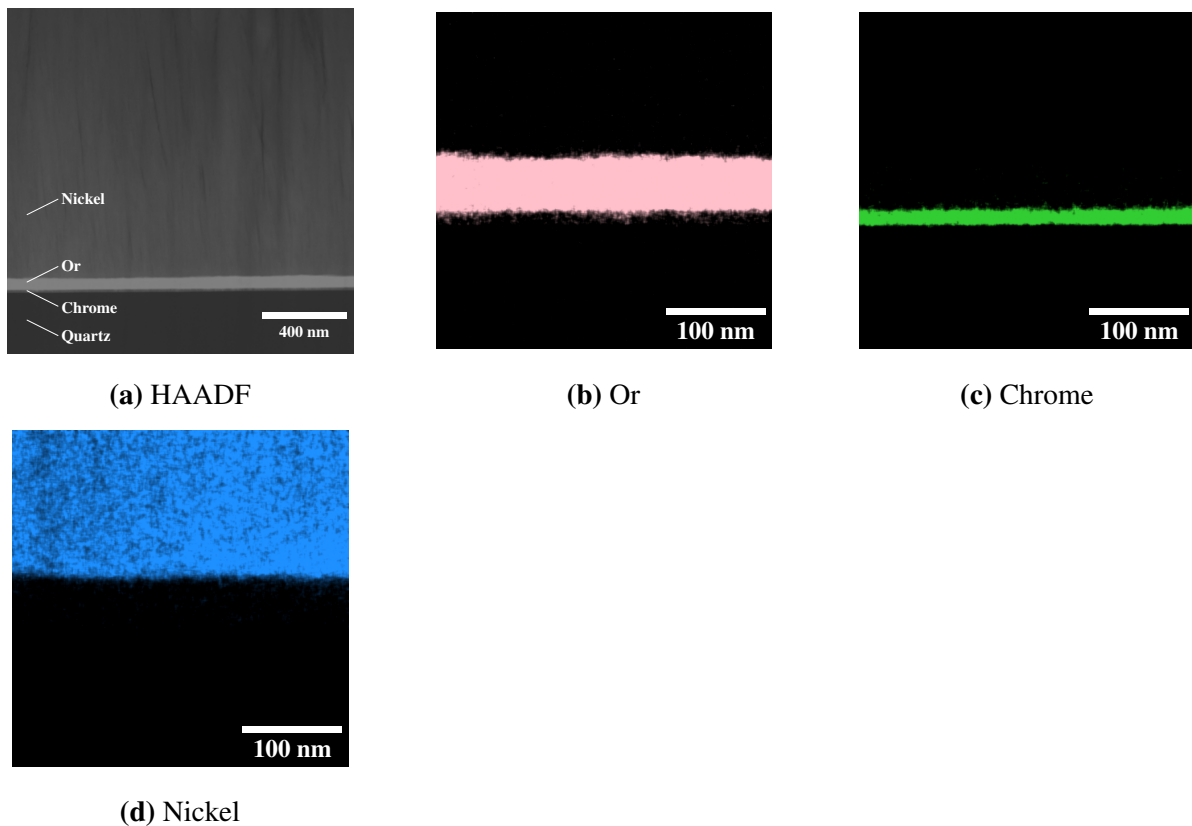


FIGURE 3.15 – État du système multicouche dans son état initial, caractérisé par microscopie électronique.

La figure 3.15 montre des images de microscopie à transmission (TEM) des différentes couches présentes dans le système. L'analyse EDS montre que la bicouche chrome-or n'est pas intacte après dépôt par pulvérisation cathodique du nickel. Après mesure, la couche de chrome a une épaisseur de 16 nm (Fig. 3.15c) et la couche d'or a une épaisseur de 66 nm (Fig. 3.15b). Sur la figure 3.15a il est possible de voir la morphologie colonnaire de la couche de nickel comme attendu [144], alors que les couches de chrome et d'or ont une morphologie polycristalline due au dépôt par évaporation. La réduction de l'épaisseur cible de la couche d'or est due au nettoyage plasma nécessaire avant le dépôt de nickel par pulvérisation cathodique, qui attaque partiellement la couche d'or. Hormis cette variation de la couche d'or, aucun phénomène de diffusion ne peut être attribué au dépôt de nickel sur la bi-couche chrome-or.

3.5.2.2.2 Évolution de la structure et de la chimie de l'empilement au cours du procédé

Cette deuxième caractérisation a consisté en une analyse par microscopie à transmission ainsi qu'une analyse de la composition chimique de l'empilement après le processus de DRIE. Le but est de mettre en évidence les phénomènes qui se produisent au sein de l'empilement lorsqu'il est soumis au plasma sur une période de temps caractéristique d'une gravure DRIE du quartz. Selon Huang *et al.* [132], des phénomènes d'interdiffusion devraient être visibles dans l'empilement après l'étape de gravure DRIE. Les images par microscopie à transmission sont visibles dans la figure 3.16.

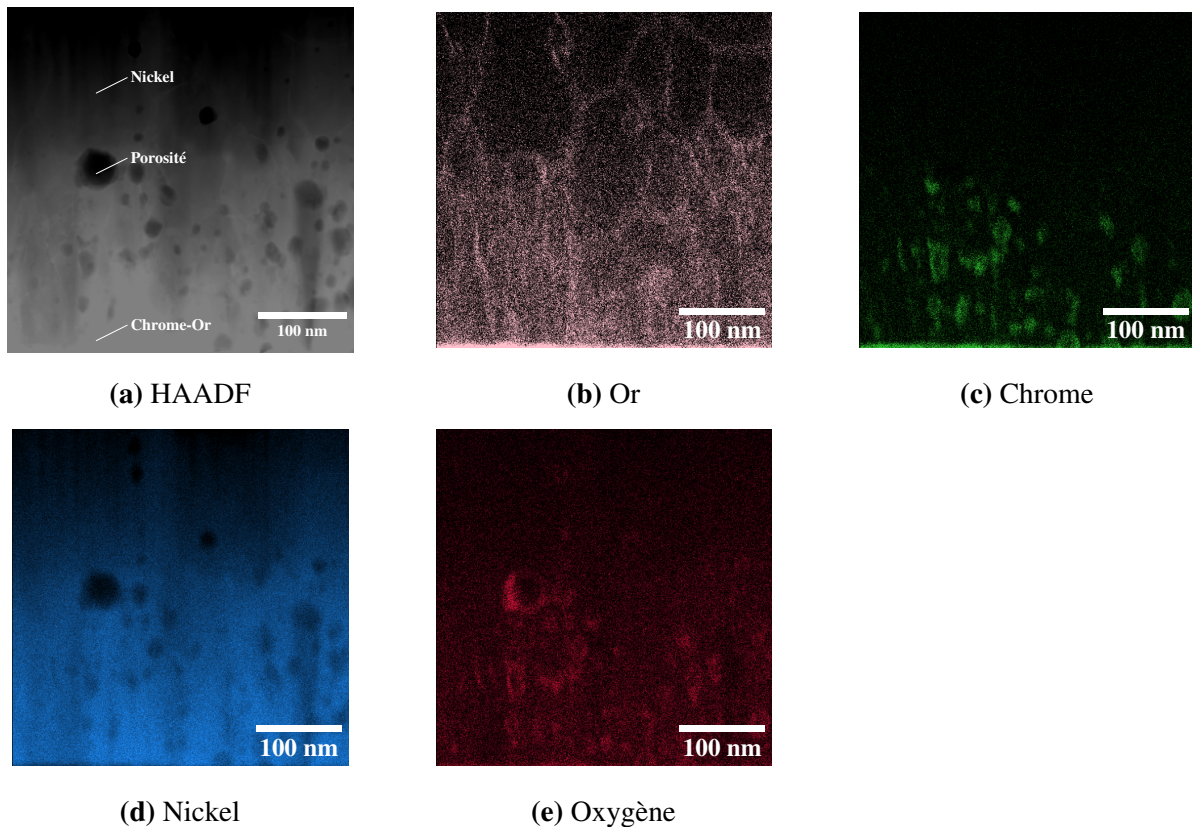


FIGURE 3.16 – État du système multicouche après DRIE caractérisé par microscopie électronique ; l'analyse EDS s'est concentrée sur la couche de nickel afin d'avoir suffisamment de signal pour détecter la présence de chrome et d'or.

La figure 3.16 montre des images de la structure et de la chimie des différents métaux présents dans l'empilement. L'image 3.16a montre un changement dans la morphologie de la couche de nickel, les colonnes se disloquent et des porosités apparaissent dans toute la couche de nickel. L'analyse EDS a confirmé que l'or 3.16b et le chrome 3.16c se sont diffusés dans le nickel, principalement le long des joints de grains et des zones poreuses. Le chrome présente un double comportement : la diffusion le long des joints de grains et la ségrégation dans les porosités. D'autres changements incluent l'apparition de gros défauts et de joints de grains marqués. Les images 3.16b et 3.16c montrent clairement l'interdiffusion de la bi-couche chrome-or et de la diffusion de celle-ci dans la couche de

nickel. Les images confirment également l'utilisation par l'or et le chrome d'un court-circuit de diffusion, notamment caractérisé par un transport de matière le long des joints de grains pour l'or [158]. Par contre, pour le chrome, sa diffusion dans le nickel semble se décomposer en deux phénomènes ; la diffusion le long des joints de grains suivant l'or et une ségrégation du chrome dans les porosités. La partie inférieure de l'image 3.16c montre la diffusion du chrome dans les joints de grains et la partie supérieure de l'image montre une forte présence dans les porosités de la couche de nickel.

Pour pallier à ce problème, deux alternatives ont été explorées au cours de la thèse : l'application d'une barrière de diffusion et l'utilisation d'un moyen technologique qui est le spray-coating pour déposer et structurer les électrodes après la gravure DRIE.

3.5.2.3 Proposition de solution : l'alumine en tant que barrière de diffusion

3.5.2.3.1 Structure de l'empilement à l'état initial Initialement un alliage or-indium a été testé au sein du laboratoire afin de bloquer la diffusion de la bi-couche chrome-or dans le nickel, des résultats antérieures ayant suggérés une faible solubilité du nickel dans l'alliage or-indium. Cependant, aucun des tests impliquant cette alliage ne s'est avéré efficace dans ce rôle de barrière de diffusion. L'attention s'est alors portée sur l'utilisation de céramiques comme l'alumine- α (Al_2O_3), le nitrure de titane (TiN) ou encore d'oxyde comme l'oxyde de chrome(III) (Cr_2O_3). L'alumine est une barrière de diffusion bien connue, utilisée dans l'aéronautique et dans la protection des superalliages. Hosseini *et al.* [160] ont montré que l'utilisation d'une barrière de diffusion en alumine entre le substrat de superalliage et le revêtement a permis de bloquer la diffusion des éléments de l'alliage du substrat tels que le tungstène, le molybdène et le titane dans le revêtement. Martinez *et al.* [161] ont eux prouvé que l'utilisation d'une barrière de diffusion en nitrure de titane entre une couche de titane et d'or permet de stopper la diffusion du titane le long des joints de grains de l'or et d'empêcher la formation d'alliage TiAu. L'oxyde de chrome (III) se montre être une autre solution pour limiter la diffusion intermétallique notamment entre les superalliages et leurs revêtements comme l'a montré Cheng *et al.* [162]. L'oxyde de chrome réagit avec les deux couches et forme un autre oxyde aux interfaces, l'ajout de Cr_2O_3 a permis de supprimer de manière significative la diffusion vers le nickel du superalliages.

Le dépôt par pulvérisation cathodique de la couche d'alumine sur la bicouche chrome / or déposée par évaporation a d'abord été essayée, cependant le résultat n'a pas été concluant, puisque le décapage ionique a retiré une partie de la couche d'or et la porosité de la couche d'alumine pulvérisée n'a pas permis de stopper la diffusion. Usov *et al.* [163] avait déjà montré la diffusion du chrome et du nickel dans une couche d'alumine déposée par pulvérisation cathodique. C'est pourquoi, la barrière de diffusion choisie est une couche d'alumine d'une épaisseur d'environ 20 nm déposée par évaporation par faisceau d'électrons à la suite de la déposition de la bi-couche de chrome et d'or. La gravure chimique de l'alumine par

des bases comme le TMAH en fait un candidat idéal pour l'utilisation en tant que barrière de diffusion au cours du procédé de fabrication quartz-MEMS.

La caractérisation suivante, visible dans la figure 3.17 a consisté à visualiser la barrière de diffusion initiale, afin de prouver que le dépôt de nickel par pulvérisation cathodique n'affecte pas la barrière de diffusion en alumine.

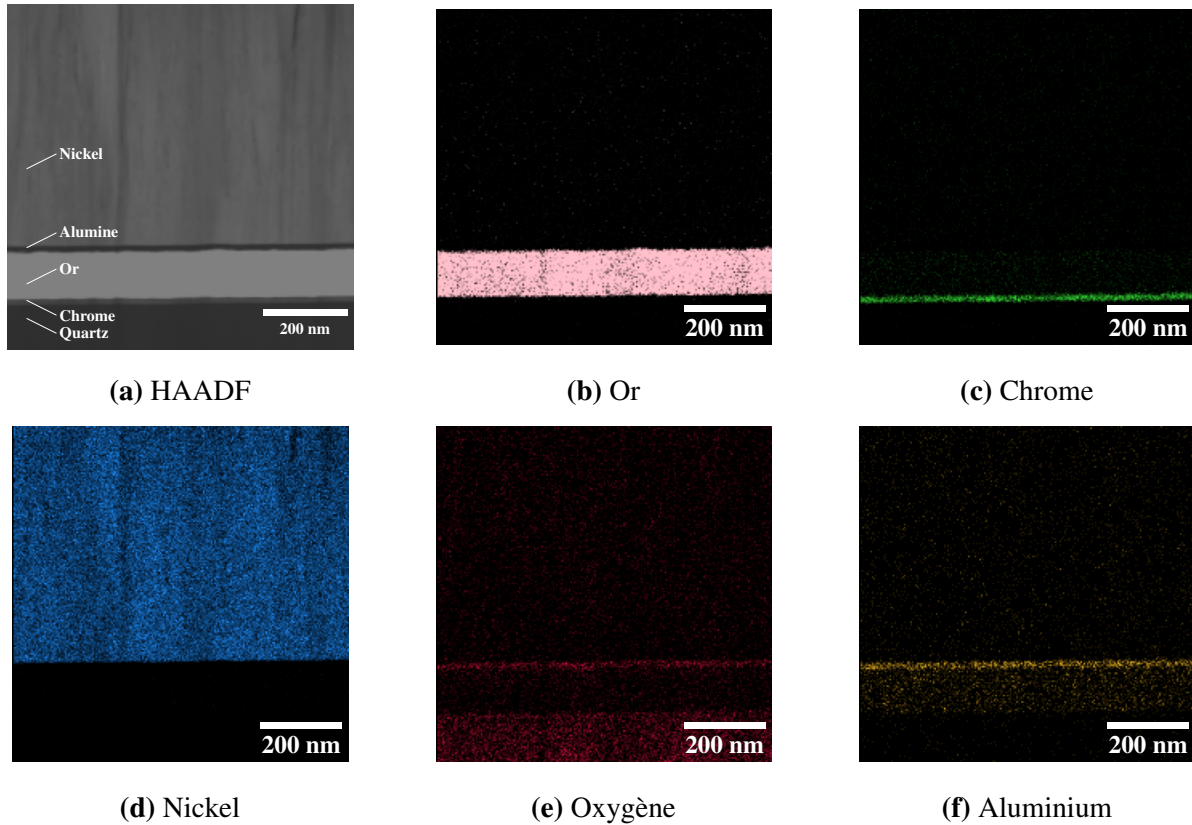


FIGURE 3.17 – État du système multicouche avec barrière de diffusion en alumine dans son état initial, caractérisé par microscopie électronique.

La figure 3.17 montre des images de microscopie par transmission des différentes couches présentes dans le système. La couche de nickel garde son aspect colonnaire comme attendu (Fig. 3.17a et 3.17d). Après mesure, la couche d'or a une épaisseur de 106 nm (Fig. 3.17b), la couche de chrome a une épaisseur de 19 nm (Fig. 3.17c) et la couche d'alumine a une épaisseur de 16 nm (Fig. 3.17f et 3.17e). Le plasma précédant le dépôt de nickel a légèrement attaqué la couche d'alumine, mais sans endommager sa structure au point de transpercer la barrière de diffusion. L'analyse EDS a confirmé que la bicouche chrome-or, ainsi que la barrière de diffusion sont intactes après dépôt par pulvérisation cathodique du nickel.

3.5.2.3.2 Évolution de la structure et de la chimie de l'empilement au cours du procédé

Une dernière caractérisation a consisté à visualiser l'empilement de la bi-couche chrome-or avec la barrière de diffusion après le processus DRIE, afin de prouver l'efficacité de

l'alumine évaporée en tant que barrière de diffusion dans les procédés de couche mince.

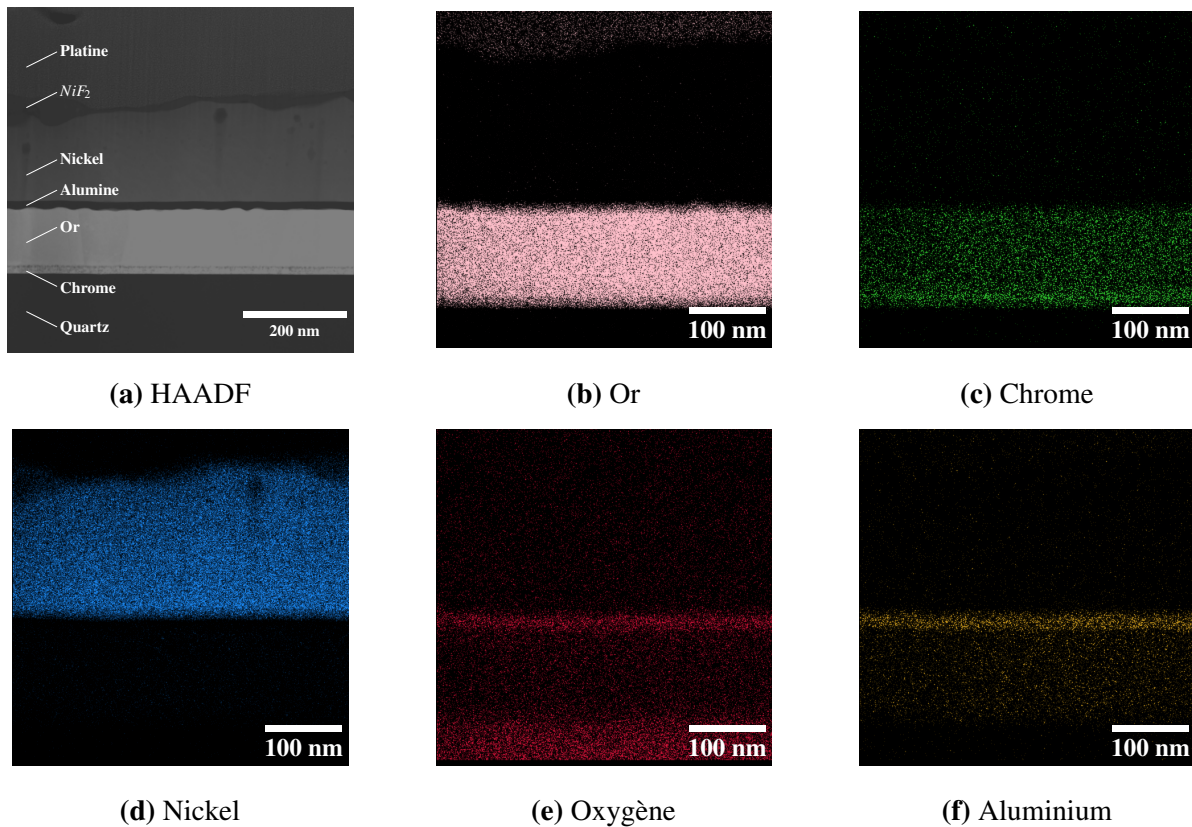


FIGURE 3.18 – État du système multicouche avec barrière de diffusion en alumine après le procédé de DRIE, caractérisé par microscopie électronique.

La figure 3.18 montre des images de la structure et de la composition chimique des différents métaux présents dans l'empilement ainsi que la barrière de diffusion. Les images 3.18a et 3.18d montrent un changement dans la morphologie de la couche de nickel et l'apparition de porosité peut également être remarquée. Cette recristallisation du nickel peut être attribuée au dépassement de la température de Hüttig [164], de 245°C pour le nickel, au-delà de laquelle la mobilité atomique en surface devient suffisante pour favoriser un processus tel que la recristallisation. Il n'y a pas eu de diffusion visible d'or (Fig. 3.18b) ou de chrome (Fig. 3.18c) dans la couche de nickel, de plus la couche d'alumine (Fig. 3.18f et 3.18e) est restée intacte, sans variation d'épaisseur. Néanmoins, le chrome et l'or ont interdiffusé comme attendu.

Ces résultats confirment l'efficacité de l'alumine évaporée en tant que barrière de diffusion. Néanmoins, une interdiffusion entre les couches de chrome et d'or reste observable. Ce comportement était attendu, dans la mesure où l'interdiffusion au sein d'une bi-couche de chrome et d'or débute à partir de 200°C après une durée de 60 minutes [132].

Afin de mesurer l'efficacité de la barrière de diffusion des mesures de la résistivité de la bicouche chrome-or ont été réalisées avant et après le passage dans la DRIE pour

chacun des deux échantillons, c'est-à-dire avec et sans barrière de diffusion. Le tableau 3.2 rassemble l'ensemble des mesures effectuées.

TABLE 3.2 – Évolution de l'épaisseur et de la résistivité de la bicouche avant et après gravure DRIE de l'empilement et retrait du masque dur de nickel

Échantillon	Avant		Après	
	Épaisseur (nm)	Résistivité ($n\Omega \cdot m$)	Épaisseur (nm)	Résistivité ($n\Omega \cdot m$)
CrAu	122	16,6±0,08	92	4156±0,07
CrAuAl ₂ O ₃	124	36,5±0,03	126	34±0,03

Les mesures rassemblées dans le tableau 3.2 ont été faites à partir d'un appareil de mesure 4 pointes (dans une configuration des 4 pointes alignées), chaque mesure a été réalisée avec un courant de 1 mA. Pour chaque échantillon la mesure a été répétée 2 fois, la résistivité fourni dans le tableau a été calculée à partir de la formule suivante tirée de [165] :

$$\rho = \frac{\pi}{\ln 2} h \langle M_i \rangle \quad (3.1)$$

Avec ρ la résistance en [$n\Omega \cdot m$], h l'épaisseur de la couche mesuré en [m], n le nombre de mesure, M_i la i -ème mesure en [Ω] et $\frac{\pi}{\ln 2}$ un facteur de correction adimensionnel.

Ces mesures permettent de mettre en évidence la dégradation de la bi-couche chrome-or en montrant une perte de l'épaisseur de la bi-couche mais également un changement dans la résistivité de la bi-couche. En effet, un facteur 250 entre la résistivité avant et après DRIE a été mesuré. Cette différence s'explique d'une part l'augmentation de la rugosité de la bi-couche due à l'arrachement du l'or lors du retrait du nickel. D'autre part par la diffusion du chrome et de l'or dans le nickel qui est ensuite retiré, ce qui a pour conséquence une perte de matière pour la bi-couche. Cette diminution d'épaisseur peut être à l'origine d'une augmentation de la résistivité comme cela a été montré par Lacy *et al.* [166]. Un autre effet pouvant détériorer la résistivité est l'interdiffusion chrome-or qui peut augmenter significativement la résistivité de la couche notamment pour des recuits proche de 200°C [132]. Un dernier phénomène peut quant à lui améliorer la résistivité de la couche, à savoir l'augmentation de la taille des grains, mis en évidence par de Vries [167]. La diminution de la résistivité de la bi-couche avec la barrière de diffusion tend à montrer que la température dans le bâti de DRIE est favorable à une augmentation de la taille des grains et donc à une amélioration de la résistivité de la bi-couche.

L'étude a montré que la pulvérisation cathodique et les températures dans le bâti de DRIE sont à l'origine de la détérioration des couches métalliques présentes sous le masque de nickel. Un phénomène de diffusion métallique entre le chrome, l'or et le nickel a été mis en avant. Finalement, une solution utilisant une couche mince en alumine s'est montré comme étant une barrière de diffusion efficace pour pallier le verrou technologique de l'interdiffusion.

3.5.2.4 Proposition de solution : Structuration des électrodes par spray-coating après la gravure DRIE

Une autre solution au problème d'inter-diffusion métallique est le dépôt et la structuration de la bicouche chrome-or à postériori de la gravure DRIE. Cela est possible notamment grâce à l'utilisation de la méthode du spray-coating. La méthode du spray-coating a été explorée et est présentée par la suite.

3.5.3 Conclusion partielle

Cette étude sur les problématiques liées à la gravure DRIE a permis de lever deux verrous technologiques majeurs entravant le bon déroulement du procédé de fabrication d'un résonateur quartz MEMS.

La première étude, consacrée à la fluorisation du nickel lors de la gravure DRIE du quartz, depuis l'échelle macroscopique jusqu'à l'échelle nanoscopique, a mis en évidence un lien direct entre le contraste optique observé à la surface du wafer et la quantité de fluor présent à la surface. Cette corrélation permet désormais une quantification indirecte mais fiable de la contamination de surface. Par ailleurs, les analyses en microscopie électronique en transmission (TEM) ont révélé que cette contamination est confinée à une fine couche de passivation à la surface du nickel. Enfin, un lien a pu être établi entre la durée du nettoyage par gravure plasma O_2 et la réduction de la contamination fluorée, ouvrant la voie à une maîtrise efficace des résidus après retrait du masque en nickel.

La seconde étude a porté sur le phénomène d'interdiffusion métallique au sein d'une bicouche chrome-or sur laquelle une couche épaisse de nickel a été déposée. Elle a permis d'identifier l'origine de la dégradation des électrodes après la gravure DRIE, qui est liée à la diffusion le long des joints de grain du masque dur de nickel. L'introduction d'un film mince d'alumine obtenu par évaporation comme barrière de diffusion s'est révélée être une solution efficace pour stopper ce phénomène au sein de l'empilement métallique.

La suite du chapitre se consacrera à la mise en place des solutions proposées au sein d'un procédé de fabrication, ce procédé repose sur l'utilisation de wafers hybrides et l'intégration maîtrisée de la gravure DRIE du quartz.

3.6 Application des solutions aux problèmes liés à la DRIE

Deux solutions ont été proposées précédemment pour pallier au problème d'interdiffusion métallique, qui sont l'utilisation d'une barrière de diffusion et l'utilisation d'une méthode de dépôt de résine par spray-coating.

3.6.1 Utilisation d'une barrière de diffusion

L'alumine est connu pour être une barrière de diffusion, d'oxydation et de corrosion efficace [168], [169] sur les alliages utilisés notamment dans l'aéronautique et l'utilisation comme barrière de diffusion pour pallier au problème d'interdiffusion métallique lié à la gravure DRIE a été démontrée dans la partie précédente. Dans le cas de ce procédé, l'alumine a été déposée par évaporation, une couche de 20 nm d'alumine amorphe a été ajoutée par dessus la couche de chrome et d'or. Elle a ensuite été structurée par gravure chimique simultanément à la couche de chrome et d'or. Aucune modification du procédé n'a été nécessaire pour l'application de cette solution. La figure 3.19 montre une cellule en fin de procédé qui a été fabriquée à l'ONERA et à MIMENTO.

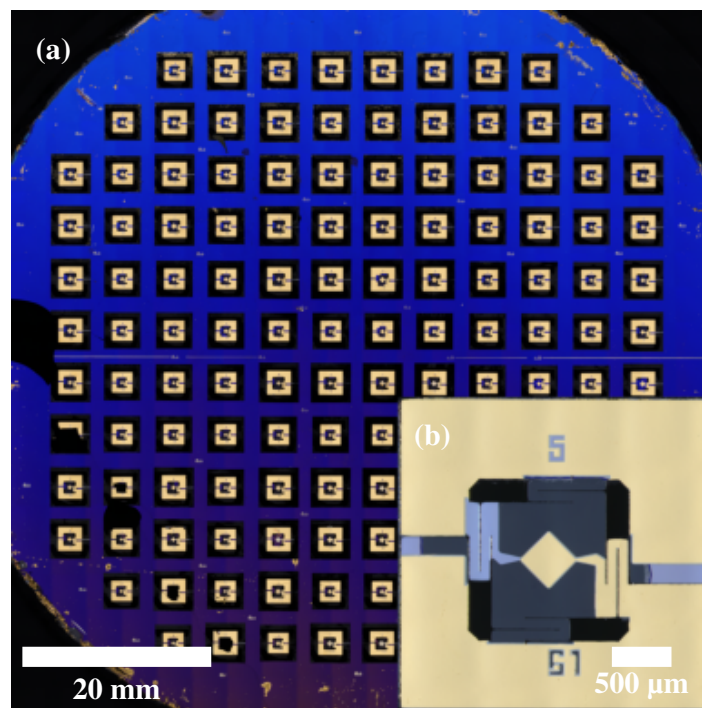


FIGURE 3.19 – Image par microscopie optique d'un wafer 4'' (a) et d'un résonateur (b) dans leurs états finaux dans le cas de l'utilisation d'une barrière de diffusion en alumine. Mesure électrique visible sur la figure 4.2 (page 120)

Comparativement à la figure 3.7 (page 88) montrant l'état d'un résonateur après gravure DRIE sans l'application des solutions trouvées précédemment, le résonateur de la figure 3.19 utilisant une barrière de diffusion a un résultat final bien plus satisfaisant. En effet,

aucune trace de diffusion n'est visible sur les électrodes, de plus l'amélioration du procédé de gravure DRIE a permis de retirer les résidus restants à la surface du quartz.

Cette solution technologique a été implémentée sur un wafer 4 pouces; de l'étape de gravure chimique à l'étape de lift-off du masque de nickel, l'ensemble des 132 cellules étaient viables, après un contrôle visuel par microscopie optique. Suite à la gravure DRIE et au retrait du masque de nickel, 126 cellules étaient encore viables après un contrôle par microscopie optique, ce qui donne un rendement de 95%.

Un second moyen d'éviter les problèmes d'interdiffusion est l'utilisation de la méthode du spray-coating pour la structuration des électrodes à posteriori de la gravure DRIE du quartz.

3.6.2 Utilisation du spray-coating

L'amélioration du procédé de gravure DRIE, par l'utilisation de la barrière de diffusion et du retrait des résidus, ayant nécessité l'ensemble des deux études présentées dans le chapitre 3.5. Il a fallu trouver un autre moyen de contourner ces verrous technologiques. Pour cela, le procédé a été modifié. Il est visible dans la figure 3.20, les électrodes sont réalisées après la gravure du quartz, afin d'éviter tout phénomène de diffusion et d'avoir plus de liberté pour le nettoyage des résidus, mais nécessite le recourt au spray-coating pour la structuration des électrodes.

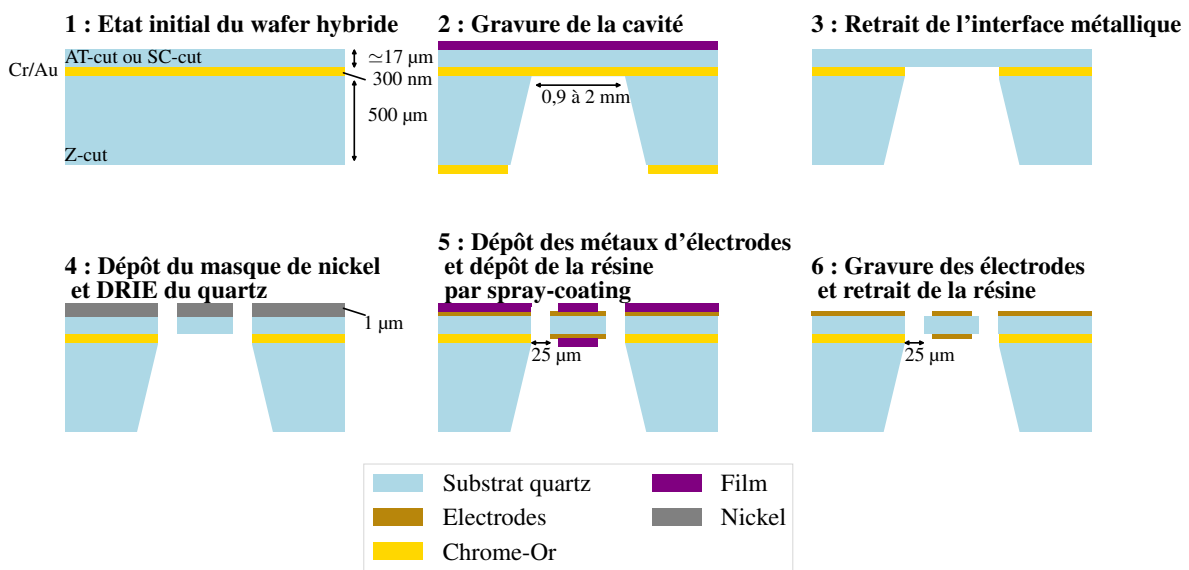


FIGURE 3.20 – Organigramme du procédé de fabrication après modification pour l'utilisation du spray-coating

Le procédé de fabrication diffère peu de celui présenté dans la figure 3.1 (page 78), qui structure les électrodes en amont de la gravure DRIE. L'étape 2 de gravure chimique restent identique au procédé initial afin de créer la cavité, ainsi que l'étape 4 de gravure

DRIE du quartz. Le changement arrive à partir de l'étape 5, au moment de structurer les électrodes par spray-coating.

Le spray-coating est une méthode de dépôt de résine qui utilise une technique de pulvérisation de la résine afin d'obtenir une couche de résine sur un substrat ayant une forte topologie. Cette méthode est largement employée dans les micro-techniques, notamment pour appliquer de la résine dans des cavités ou sur des substrats structurés. L'efficacité de cette technique a été prouvée depuis plus d'une vingtaine d'années [170], [171] et semble être une solution idéale pour pallier au verrou technologique de l'interdiffusion métallique des électrodes dans le masque de nickel.

Cette solution technologique a été implémentée sur un wafer carré de 1" avec une coupe (YXl) / 36° et sur un wafer 4" avec une coupe SC ; de l'étape de gravure chimique à l'étape de gravure DRIE du quartz (étape 1-4), 14 des 16 cellules étaient viables sur le wafer 1 pouce et les 132 cellules étaient viables sur le wafer 4". Suite à la manipulation et au dépôt par spray-coating, 12 cellules étaient encore viables après un contrôle par microscopie optique, ce qui donne un rendement de 75% pour le wafer 1" et 121 cellules, ce qui donne un rendement de 91,6% pour le wafer 4".

La figure 3.21 montre une image de l'un des résonateurs dans son état final et qui a été fabriqué en utilisant le procédé de fabrication décrit plutôt 3.20.

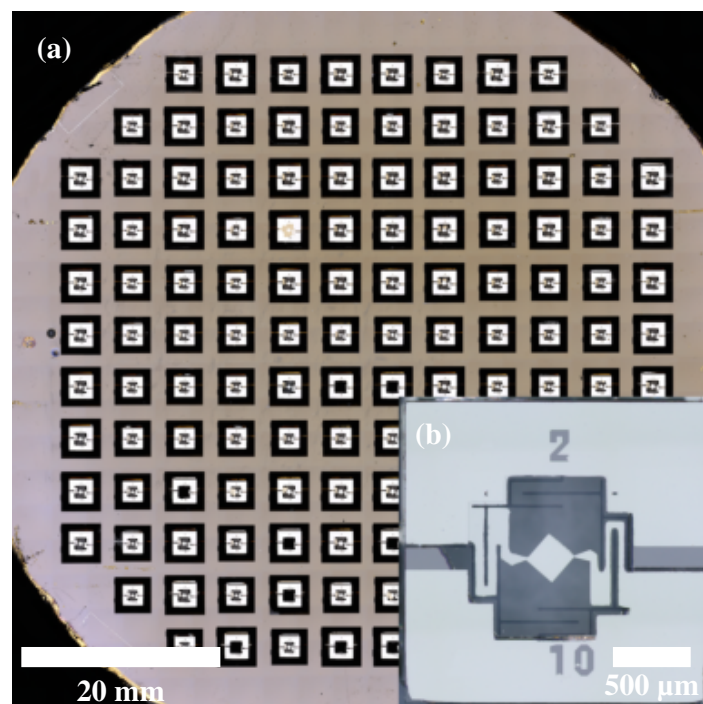


FIGURE 3.21 – Image par microscopie optique d'un wafer 4'' (a) et d'un résonateur (b) dans leurs états finaux dans le cas de l'utilisation du procédé de spray-coating. Mesure électrique visible sur la figure 4.5 (page 124)

Cette méthode de fabrication a permis d'obtenir le premier résonateur fonctionnel lors de

la thèse. Le choix du matériau pour les électrodes s'est porté sur de l'aluminium afin de limiter l'effet de chargement massique (en anglais : *mass loading*).

Le spray-coating s'est montré très efficace pour pallier les différents problèmes causés par la gravure DRIE du quartz. Mais ce procédé reste à optimiser. Le principal désavantage constaté est la perte de cote notamment visible sur la piste de l'électrode de la face supérieure, avec une perte de 40 μm sur la côte initiale. Cela représente une augmentation de 100% de la résistance de piste. L'autre désavantage est l'aspect rugueux du bord des électrodes, cet aspect est dû à l'irrégularité de l'épaisseur de la résine et peut être à l'origine de perte ou d'apparition de mode parasite.

3.7 Conclusion

La table 3.3 résume les différents wafers qui ont été réalisés et qui sont présentés dans la thèse.

TABLE 3.3 – Caractéristiques des différents wafers réalisés

Wafer inférieur	Wafer supérieur	Dimension	Electrode	Structuration	Rendement
Z	(YXl) / 36°	1"	Aluminium	Spray-coating	75%
Z	(YXl) / 36°	4"	Chrome-Or	Standard	95%
Z	SC	4"	Aluminium	Spray-coating	92%
SC	SC	4"	Chrome-Or	Standard	o

La mise en œuvre technologique a initialement rencontré plusieurs obstacles, en particulier lors de l'étape de gravure chimique par bain d'acide fluorhydrique (HF). Plusieurs campagnes de caractérisation ont été menées sur la surface du wafer aminci : il en ressort que les défauts de tenue du masque d'usinage résultent vraisemblablement de plusieurs origines dont la pollution de la surface par les composés KOH et NaOH utilisés lors de l'amincissement, mais également le masque chrome / or en lui-même.

Par la suite, l'avancement du développement du procédé a permis d'étudier en détail les verrous technologiques liés au masque dur en nickel et à la gravure ionique réactive profonde (DRIE). Ces travaux ont conduit à la mise en place et à la validation de deux solutions techniques, démontrant leur faisabilité. Les deux approches se sont révélées viables et ont permis la fabrication de résonateurs.

La première solution, basée sur l'intégration d'une barrière de diffusion, présente l'avantage de permettre la structuration des électrodes sur une surface plane, favorisant ainsi l'obtention de motifs à haute résolution. La seconde solution, reposant sur l'utilisation du spray-coating, permet le dépôt de métallisation après l'étape de gravure DRIE, rendant possible la structuration d'électrodes sur des couches minces conservées dans leur état initial.

Chapitre 4 – Caractérisation des résonateurs et prototypage d'un oscillateur

Objectif : Ce chapitre a pour objectif principal de détailler les différentes étapes liées à la caractérisation expérimentale et à l'intégration du résonateur développé au cours de cette thèse. Dans un premier temps, les caractérisations des performances électriques des résonateurs fabriqués sont présentées. Ces caractérisations sont accompagnées d'une comparaison avec l'état de l'art et avec les résultats simulés issus du chapitre de conception (chapitre 2). Dans un second temps, le processus de prototypage d'un oscillateur intégrant un résonateur conçu et fabriqué au cours de la thèse est présenté. Cette partie inclut la conception du circuit électronique associé ainsi que la caractérisation de l'oscillateur réalisé, qui sera comparé avec l'état de l'art.

4.1 Caractérisation du résonateur selon la coupe du quartz

4.1.1 Variation de design entre les résonateurs

Dans le but de pouvoir comparer l'impact du design sur les performances des résonateurs, plusieurs variations du résonateur ont été réalisées, notamment pour les dimensions de la lame, pour les dimensions et l'orientation des électrodes, mais aussi sur les suspensions afin de compenser les dimensions de la lame. La table 4.1 résume les variations de design qui ont été apportées, sur les masques de photolithographie. 8 types de résonateurs sont présents, avec 2 itérations par type pour les wafers 1" ; et pour les wafers 4", 17 itérations pour les "petits" ($L = 0,8$ mm) et 16 itérations pour les "grands" ($L = 1,0$ mm).

TABLE 4.1 – Résumé des variations de design selon le type de résonateur

Type	Longueur de la lame	Longueur de l'électrode	Orientation de l'électrode
1	0,8 mm	0,28 mm	45°
2	0,8 mm	0,28 mm	49°
3	0,8 mm	0,36 mm	45°
4	0,8 mm	0,36 mm	49°
5	1,0 mm	0,35 mm	45°
6	1,0 mm	0,35 mm	49°
7	1,0 mm	0,45 mm	45°
8	1,0 mm	0,45 mm	49°

Selon les analyses faites dans le chapitre 2, les résultats de modélisation suivant pourront être comparé aux résultats expérimentaux :

- Plus l'électrode du résonateur est grande, plus sa résistance motionnelle est faible.
- Plus l'électrode du résonateur est grande, plus les anharmoniques sont proches de la résonance.

4.1.2 Caractérisation des résonateurs en coupe (YXl) / 36°

Dans un premier temps, les wafers hybrides ont été fabriqués à partir des wafers disponibles dans les salles blanches de l'ONERA et de FEMTO-ST. Le wafer support est un wafer de quartz en coupe Z, tandis que le wafer supérieur est un wafer de quartz avec une coupe (YXl) / 36° (proche de la coupe AT ((YXl) / 35,25°) aminci à 17 μm .

4.1.2.1 Caractérisation des résonateurs avant l'ajout d'une barrière de diffusion

Dans la section 3.6 et notamment avec la figure 3.7 (page 88), des problèmes liés à la gravure DRIE ont été mis en avant. En effet, deux problèmes ont été reliés à la gravure DRIE : la diffusion des électrodes chrome-or dans le masque dur de nickel et la contamination de surface du résonateur due à la fluorisation de la surface du masque du nickel.

La figure 4.1 montre une mesure de l'amplitude et de la phase réalisée avec l'impédance-mètre 4395A d'un résonateur sans barrière de diffusion. Un phénomène peut être remarqué ; la courbe du module ($|Z|$) montre une diminution du pic d'impédance, indiquant des pertes ohmiques ou visco-élastiques liées aux électrodes. La courbe de la phase permet d'affirmer que les pertes sont des pertes ohmiques puisque la phase n'est plus symétrique et subit un décalage, comme cela a été montré précédemment lors de l'analyse des pertes (Chapitre 2, paragraphe 2.2.2.2.2). Cette mesure électrique détériorée peut être directement liée aux problèmes de diffusion de l'électrode, en effet la diffusion provoque une augmentation de la résistivité de la couche et génère ainsi une résistance en série avant le résonateur ($R_s = 120 \Omega$), ce qui a pour effet la détérioration du facteur de qualité ($Q = 4000$) et de la résistance motionnelle ($R_m = 420 \Omega$). Cette mesure électrique d'une cellule n'ayant pas eu l'application des solutions proposées dans le chapitre 3.5 (barrière de diffusion en alumine et retrait de la fluorisation par décapage plasma O_2), montre bien la nécessité d'une évolution du procédé de fabrication.

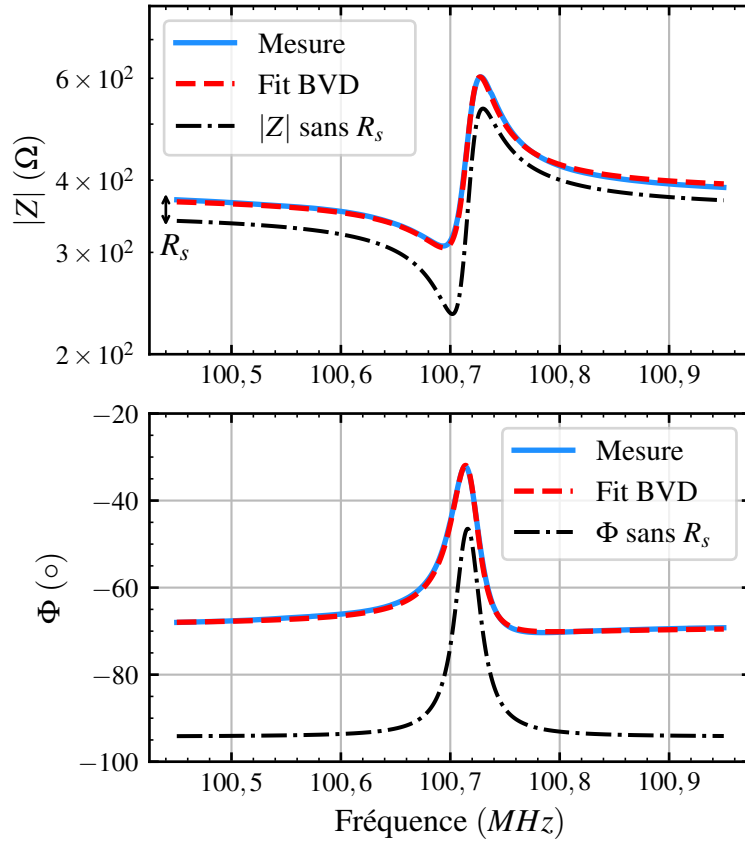


FIGURE 4.1 – Mesure du mode fondamental pour un résonateur avec des électrodes en or **sans** barrière de diffusion. Image par microscopie optique du résonateur visible en figure 3.7 (page 88)

4.1.2.2 Caractérisation des résonateurs avec une barrière de diffusion

Une solution pour résoudre le verrou technologique de la diffusion des électrodes est l'ajout d'une barrière de diffusion entre les électrodes et le masque dur de nickel. Lors du dépôt des couches de chrome et d'or par évaporation, une couche d'alumine a été ajoutée pour jouer le rôle de barrière de diffusion.

4.1.2.2.1 Mesure du fondamental La figure 4.2 montre la mesure électrique d'un résonateur ayant été fabriqué avec une barrière de diffusion en alumine.

En comparaison avec la figure 4.1, la courbe du module ($|Z|$) de la figure 4.2 ne montre plus d'atténuation au niveau de la résonance et la courbe de la phase démarre bien à -90° ce qui permet d'affirmer que les pertes ohmiques ont bien été diminuées grâce à la modification du procédé de fabrication. Le facteur de qualité Q du résonateur est de 24 500 et la résistance motionnelle R_m est de 40Ω , soit une amélioration d'un facteur 5 pour le facteur de qualité et de 10 pour la résistance motionnelle. Cela permet d'affirmer le bon fonctionnement de l'ajout d'une barrière de diffusion comme solution au problème de diffusion des électrodes lors de la gravure DRIE.

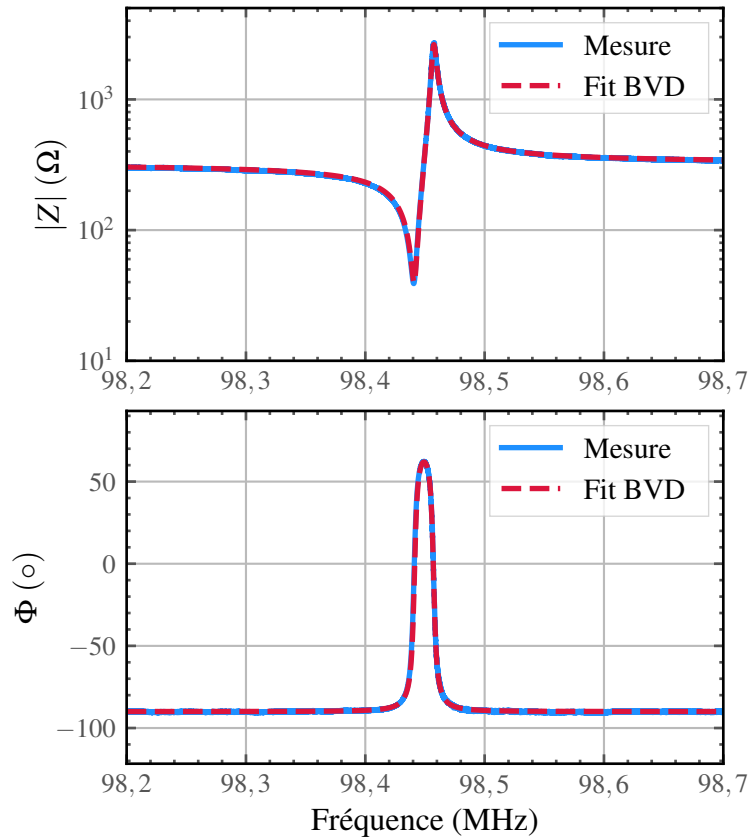


FIGURE 4.2 – Mesure du mode fondamental pour un résonateur avec des électrodes en or **avec** barrière de diffusion. Image par microscopie optique du résonateur visible en figure 3.19 (page 111)

4.1.2.2.2 Mesure des harmoniques La mesure du fondamental a montré que celui-ci avait un facteur de qualité et une résistance motionnelle satisfaisante, c'est pourquoi il a été décidé d'observer les harmoniques du mode de cisaillement d'épaisseur, ceux-ci sont présentés dans la figure 4.3.

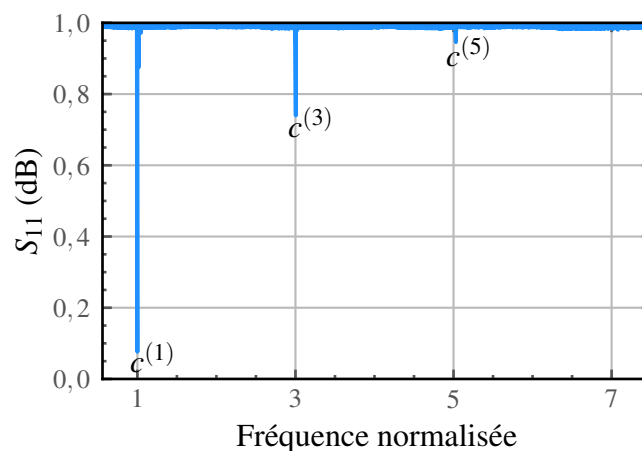


FIGURE 4.3 – Mesure du mode fondamentale et des harmoniques pour un résonateur avec des électrodes en or **avec** barrière de diffusion, la fréquence est normalisé selon le fondamental

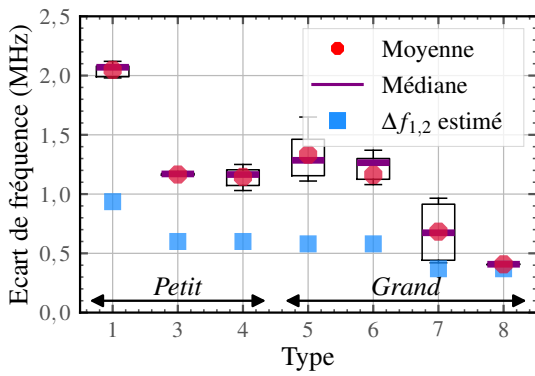
La figure 4.3 montre le fondamental, le 3ème et le 5ème harmonique du mode de cisaillement d'épaisseur. Les modes supérieurs (7ème, 9ème, ...) n'étant pas excités ils n'ont pas pu être caractérisés. Le facteur de qualité et la résistance motionnelle de chacun de ces modes ont pu être mesurés et sont résumés dans la table 4.2.

TABLE 4.2 – Résumé de la fréquence, du facteur de qualité, de la résistance motionnelle et du produit $Q \times f$ des différents modes pour un résonateur avec des électrodes en or avec une barrière de diffusion

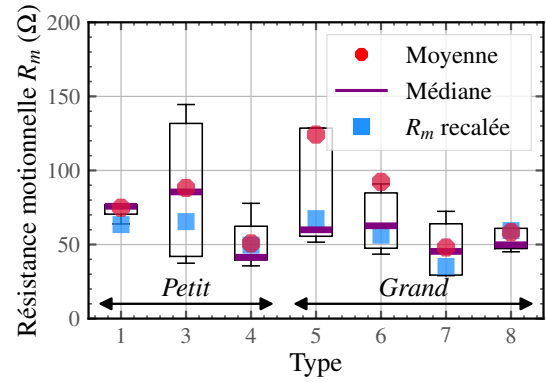
Fréquence	Facteur de qualité Q	Résistance motionnelle R_m	$Q \times f$
98,4 MHz	24 500	40 Ω	$2,41 \times 10^{12}$ Hz
295,7 MHz	22 250	212 Ω	$6,57 \times 10^{12}$ Hz
495,1 MHz	16 400	835 Ω	$8,12 \times 10^{12}$ Hz

La table 4.2 montre une amélioration du produit $Q \times f$ pour les harmoniques, avec un facteur 2,7 avec le 3ème harmonique et 3,3 avec le 5ème harmonique par rapport au fondamental. Ce phénomène a déjà été rapporté pour des résonateurs en cisaillement d'épaisseur utilisés en tant que QCM (Quartz Crystal Microbalance), où le produit $Q \times f$ du fondamental est 24 fois moins élevé que pour le produit $Q \times f$ du 3ème harmonique [172]. Il a également été rapporté pour un résonateur quartz-MEMS le même phénomène, avec un produit $Q \times f$ pour le fondamental à $7,6 \times 10^{10}$ Hz, alors que le 3ème harmonique a un produit $Q \times f$ de $5,3 \times 10^{12}$ Hz, soit un facteur 70 entre les modes [81].

4.1.2.2.3 Comparaison entre la modélisation et les mesures expérimentales Suite à la caractérisation des différentes cellules, il est possible de faire une comparaison entre les modèles analytiques et FEM développés dans le chapitre 2 avec les mesures réalisées. La figure 4.4 montre la dispersion de deux paramètres : l'écart de fréquence entre le fondamental et le 1er anharmonique selon le type de résonateur 4.4a ; et la résistance motionnelle selon le type de résonateur 4.4b. Les statistiques ont été faites sur 33 cellules, chacune étant représentée au moins 4 fois, sauf pour le résonateur de type 2, qui n'a aucune cellule fonctionnelle.



(a) Dispersion de l'écart de fréquence



(b) Dispersion de la résistance mot ionnelle

FIGURE 4.4 – Dispersion de l'écart de fréquence entre la résonance et le 1er anharmonique 4.4a et de la résistance mot ionnelle 4.4b selon le type de résonateur

La sous-figure 4.4a présente la moyenne, la médiane et la dispersion de l'écart de fréquence pour chaque type de résonateur. Une faible dispersion est observée pour l'ensemble des types, ce qui indique une bonne exécution de l'étape de déposition et de structuration des électrodes. Il est également observable que les résonateurs de type 1 présentent les écarts de fréquence les plus élevés, tandis que ceux de type 7 et 8 affichent les plus faibles. Cette observation est cohérente avec les dimensions des électrodes : les résonateurs de type 1 possèdent les plus petites électrodes, alors que les types 7 et 8 sont dotés des plus grandes (voir Table 4.1, page 117). Ces résultats confirment le modèle théorique selon lequel l'écart de fréquence diminue avec l'augmentation de la surface des électrodes. La sous-figure 4.4a intègre également les valeurs d'écart de fréquence estimées à partir des modélisations présentées au chapitre 2. La tendance des valeurs reliant l'écart de fréquence à la dimension des électrodes est globalement respectée. Toutefois, un décalage systématique est observé entre les données expérimentales et les prédictions du modèle. Ce décalage met en évidence une limitation du modèle utilisé, qui présente une précision plus faible pour des taux de chargement massique élevés ($> 1\%$). Dans le cas présent, les résonateurs étudiés atteignent un taux de chargement d'environ 8%, ce qui dépasse significativement le domaine de validité du modèle.

La sous-figure 4.4b présente la moyenne, la médiane et la dispersion de la résistance mot ionnelle pour chaque type de résonateur. De fortes dispersions sont observables sur certains types de résonateurs et entre les types, cela montre une inhomogénéité dans la fabrication des résonateurs. Il est également observable que les résonateurs de type 4 et 7 ont les valeurs de résistance mot ionnelle les plus faibles. Cette observation est cohérente avec le modèle théorique selon lequel la résistance mot ionnelle diminue avec l'augmentation de la surface de l'électrode. La sous-figure 4.4b intègre également les valeurs des résistances mot ionnelles estimées à partir des modélisations présentées au chapitre 2. Ces valeurs ont été recalées en fonction du produit $Q \times f$ moyen pour chaque type de résonateur, et permettent de montrer la validité du modèle sous condition de connaître le facteur de qualité

et la fréquence du résonateur. Sans ces paramètres les valeurs de résistance motionnelle du modèle donnent une plage entre 2Ω et 6Ω selon le type de résonateur pour un produit $Q \times f = 1,2 \times 10^{13}$.

L'analyse statistique des performances selon le type de résonateur, ainsi que la comparaison avec les modèles théoriques, ont permis de mettre en évidence une dispersion des résultats en fonction de la géométrie des dispositifs, tout en révélant les limitations des modèles employés. Afin d'évaluer plus spécifiquement l'impact du chargement massique sur le comportement des résonateurs, la caractérisation a ensuite été étendue aux dispositifs intégrant des électrodes en aluminium.

4.1.2.3 Résonateur fabriqué par spray-coating avec des électrodes en aluminium

Une autre solution pour résoudre le verrou technologique de la diffusion des électrodes est la structuration des électrodes à posteriori de la gravure DRIE, grâce à l'utilisation de la méthode de spray-coating. Dans le but de comparer les performances de résonateurs avec des électrodes chrome-or à ceux avec des électrodes en aluminium. L'aluminium a été sélectionné en raison de sa faible densité, ce qui permet une réduction du chargement massique.

4.1.2.3.1 Mesure du fondamental La figure 4.5 montre la mesure de l'amplitude et de la phase du mode fondamental de cisaillement d'épaisseur d'un résonateur dont les électrodes en aluminium ont été structurées par spray-coating.

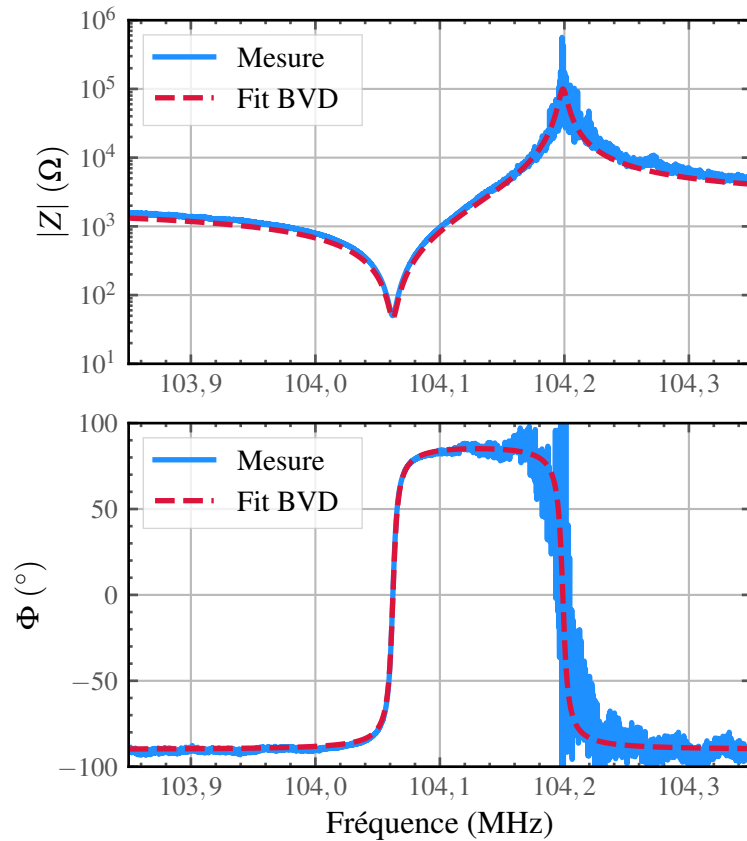


FIGURE 4.5 – Mesure du mode fondamental pour un résonateur avec des électrodes en aluminium structurées avec le procédé de spray-coating. Image par microscopie optique du résonateur visible en figure 3.21 (page 113)

L'amplitude montre une forte résonance et anti-résonance avec un écart de fréquence entre les deux pics bien plus élevé dans le cas de ces électrodes en aluminium que dans le cas d'électrode chrome-or. Cela montre que les électrodes en aluminium permettent d'obtenir une capacité parasite C_0 nettement plus faible, avec un C_0 proche de 0,6 pF pour les électrodes en aluminium et un C_0 proche de 6 pF pour les électrodes en or. Et cela montre aussi que les résonateurs avec des électrodes en aluminium respectent la spécification sur la capacité parasite ($C_0 < 3,0 \text{ pF}$) fournie dans le cahier des charges (Table 1.1, page 7), alors que les résonateurs avec des électrodes en or la dépasse largement.

Pour les résonateurs avec des électrodes en aluminium, la phase quant à elle commence bien à -90° , ce qui montre l'absence de perte ohmique. Et elle a un point de retournement proche de 90° , ce qui permet d'affirmer que les pertes ont bien été diminuées suite à la modification du procédé et par l'utilisation du spray-coating. Le maximum de phase pour les électrodes en or est en moyenne à 49° , avec une cellule ayant atteint 65° . Alors que pour les électrodes en aluminium le maximum de phase est en moyenne à 60° , avec une cellule ayant atteint 87° . Cela montre que la capacité parasite C_0 est plus forte dans le cas d'électrodes en or, les dimensions des électrodes et du résonateur, ainsi que la coupe du quartz utilisé étant similaire dans les deux cas.

4.1.2.3.2 Mesure de l'ensemble des résonances Dans le cas d'électrodes chrome-or, les harmoniques ayant eu des produits $Q \times f$ proche de la spécification demandée dans le cahier des charges, il a aussi été décidé d'observer les harmoniques du mode fondamental, visible dans la figure 4.6.

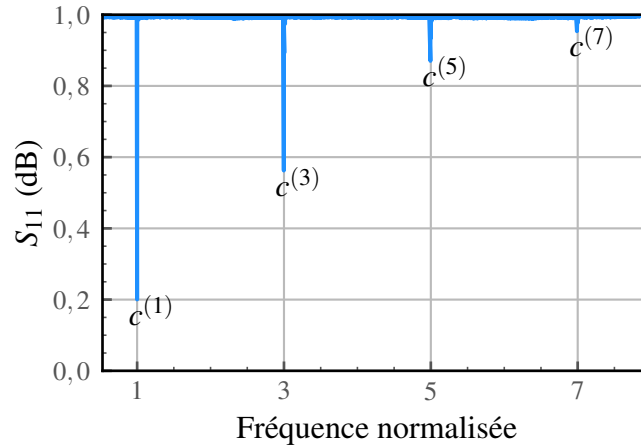


FIGURE 4.6 – Mesure du mode fondamentale et des harmoniques pour un résonateur dont les électrodes en aluminium ont été structurées par spray-coating, la fréquence est normalisé selon le fondamental

La figure 4.6 montre le fondamental et les harmoniques du 3ème jusqu'au 7ème. Le facteur de qualité et la résistance motionnelle de chacun de ces modes ont pu être mesurés et sont résumés dans la table 4.3.

TABLE 4.3 – Résumé de la fréquence, du facteur de qualité, de la résistance motionnelle et du produit $Q \times f$ des différents modes pour un résonateur avec des électrodes en aluminium

Fréquence	Facteur de qualité Q	Résistance motionnelle R_m	$Q \times f$
104 MHz	18 500	45 Ω	$1,92 \times 10^{12}$ Hz
311,9 MHz	26 800	150 Ω	$8,36 \times 10^{12}$ Hz
519,7 MHz	17 100	687 Ω	$8,88 \times 10^{12}$ Hz
727,3 MHz	13 500	\emptyset	$9,81 \times 10^{12}$ Hz

Comme dans le cas du résonateur avec des électrodes chrome-or, le fondamental possède un produit $Q \times f$ plus faible que pour les harmoniques. Il convient de noter également que dans le cas des électrodes en aluminium la résistance motionnelle est similaire pour le fondamental et est environ 20% plus faible pour les harmoniques.

4.1.2.3.3 Mesure du comportement thermique Pour compléter la caractérisation des wafers en coupe (YXl) / 36°, des mesures de la fréquence de résonance du fondamental en fonction de la température ont été réalisées. Puis la variation de la fréquence par rapport à la fréquence de résonance à 25°C a pu être calculée. Les courbes sont visibles dans la figure 4.7.

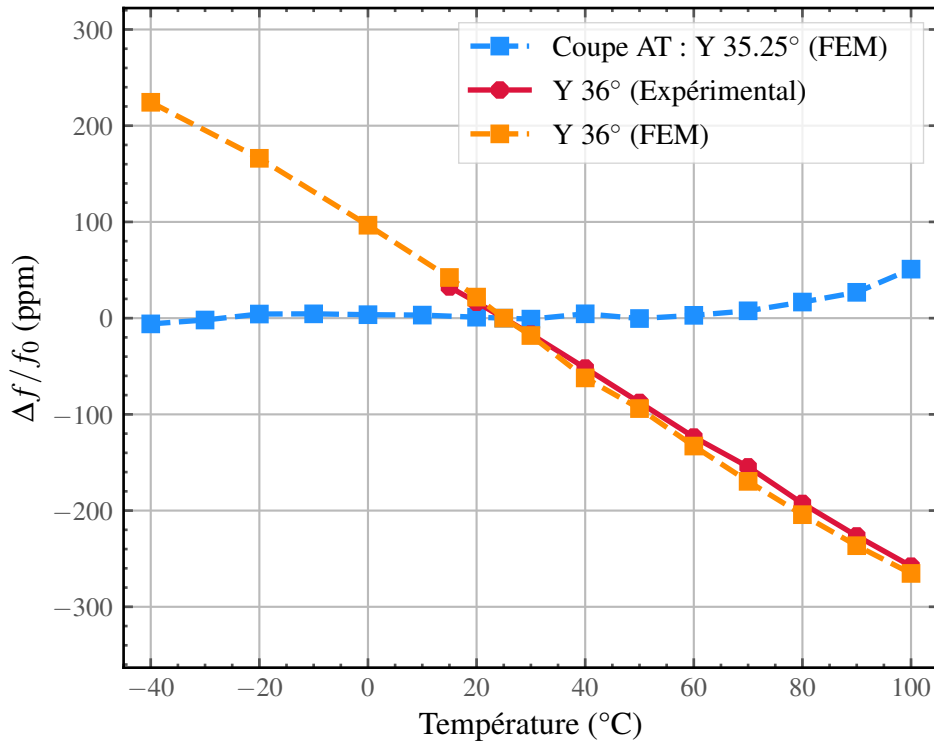


FIGURE 4.7 – Mesure de la fréquence du fondamental selon la température pour un résonateur avec des électrodes en aluminium, comparée à une simulation par éléments finis pour une coupe (YXl) / 36° et pour une coupe AT ((YXl) / 35,25°)

La figure 4.7 montre trois courbes ; une courbe en pointillé proche de l’axe horizontal qui est la simulation par éléments finis de la variation de fréquence en température pour une coupe AT, une courbe en pointillé qui est le résultat de simulations par éléments finis de la fréquence de résonance en température pour une coupe (YXl) / 36° et une courbe continue qui est la mesure expérimentale de la fréquence de résonance en température.

Il a été vérifié que le wafer support n’a pas d’influence sur le comportement en température, en comparant avec les résultats montrés par Satani [173], où un empilement d’une coupe AT sur une coupe Z donne un coefficient d’environ 2,6 ppm/°. La coupe Z possédant un coefficient de dilatation thermique différent de la coupe AT, elle peut donc être à l’origine d’un comportement en température bien différent de celui de la coupe AT. Cependant, la courbe expérimentale possède un coefficient de -3,45 ppm/°, ce changement de signe entre la littérature et la courbe expérimentale permet de douter de l’impact de la coupe Z sur la coupe AT dans ce cas. De plus, la simulation de la structure avec une coupe (YXl) / 36°, montre un comportement similaire à la courbe expérimentale. La bonne corrélation entre la courbe expérimentale et la courbe simulée permet d’affirmer que cette courbe fréquence-température est imputable à la coupe du quartz (YXl) / 36°, qui est trop éloignée de la coupe AT ((YXl) / 35,25°) pour avoir une courbe fréquence-température similaire.

4.1.2.3.4 Comparaison entre la modélisation et les mesures expérimentales La caractérisation des cellules fabriquées avec des électrodes en aluminium permettent une seconde comparaison entre les modèles analytiques et les résultats expérimentaux. Cela permettra d'avoir un second point de comparaison avec les modèles théoriques, notamment avec un chargement massique plus faible.

La figure 4.8 montre la dispersion de deux paramètres ; l'écart de fréquence $\Delta f_{1,2}$ 4.8a et la résistance motionnelle R_m 4.8b selon le type de résonateur. Les statistiques ont été faites sur 10 cellules, chacune étant représentée au moins 1 fois, sauf pour les résonateurs de type 4 et 5, qui n'ont aucune cellule fonctionnelle.

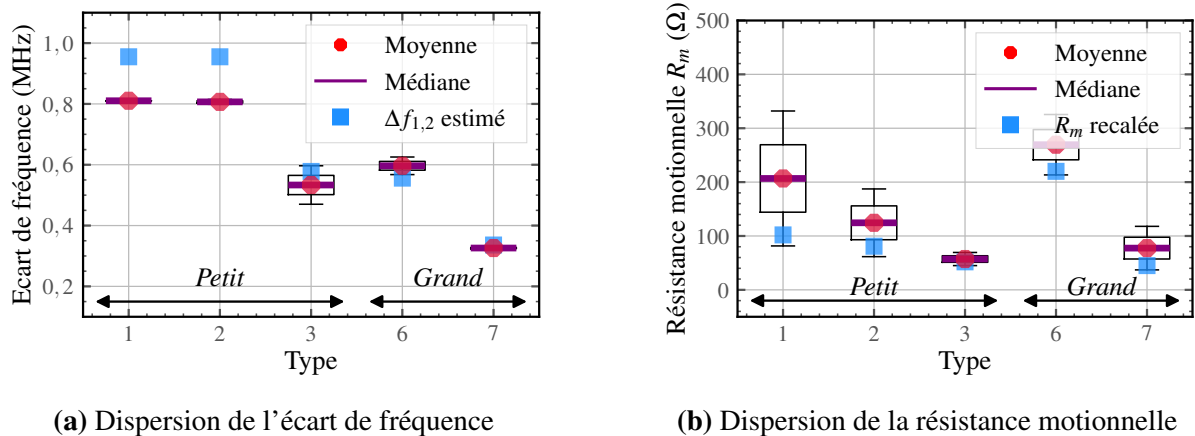


FIGURE 4.8 – Dispersion de l'écart de fréquence entre la résonance et le 1er anharmonique 4.8a et de la résistance motionnelle 4.8b selon le type de résonateur

La sous-figure 4.8a présente la moyenne, la médiane et la dispersion de l'écart de fréquence pour différents types de résonateur. Au vue du nombre trop faible de résonateurs par type, il n'est pas possible de conclure par rapport à la dispersion. Mais il est observable que les résonateurs avec les surfaces d'électrodes les plus faibles (type 1 et 2) ont les écarts de fréquence les plus élevés. Ces résultats confirment une nouvelle fois le modèle théorique selon lequel l'écart de fréquence diminue avec l'augmentation de la surface des électrodes. La comparaison avec les modélisations montre que le modèle correspond plus fidèlement que dans le cas des électrodes chrome-or. En effet, dans le cas des électrodes en aluminium, le chargement massique est d'environ 1,5% ; il est alors possible de valider ce modèle dans le cas de chargement massique n'excédant pas 1,5%.

La sous-figure 4.8b présente la moyenne, la médiane et la dispersion de la résistance motionnelle pour différents types de résonateur. Encore une fois, aucune tendance claire ressort de cette comparaison, il convient tout de même de noter que les résonateurs avec les surfaces d'électrodes les plus grandes semblent à nouveau avoir les résistances motionnelles les plus faibles. Le modèle recalé à partir du produit $Q \times f$ reste valide dans le cas d'électrode en aluminium.

4.1.2.3.5 Comparatif des électrodes en aluminium et des électrodes en or Afin de pouvoir observer des différences entre le matériau utilisé pour les électrodes du résonateur, les 2 meilleurs résonateurs de chaque procédé sont comparés dans la table 4.4 selon la moyenne de leur produit $Q \times f$ pour le fondamental, le troisième et cinquième harmonique.

TABLE 4.4 – Produit $Q \times f$ selon le matériau des électrodes

Mode	Produit $Q \times f$ (Hz)		Différence
	Aluminium	Or	
1	$2,44 \times 10^{12}$	$2,73 \times 10^{12}$	10,6%
3	$9,93 \times 10^{12}$	$7,56 \times 10^{12}$	-31,1%
5	$1,25 \times 10^{13}$	$1,08 \times 10^{13}$	-16,0%

La table 4.4 montre l'évolution du produit $Q \times f$ selon le mode de vibration pour chaque type de matériau d'électrode. Sur le fondamental, l'or domine de 10,6%, mais pour les harmoniques, l'aluminium apparaît être plus efficace pour obtenir un produit $Q \times f$ élevé notamment sur le troisième harmonique.

Finalement, les solutions permettant de résoudre le verrou technologique de la diffusion des électrodes ont pu être validées. La barrière de diffusion semble plus intéressante pour des applications nécessitant une bonne résolution des électrodes et la structuration par spray-coating semblent être plutôt dédiée aux applications nécessitant un bon contrôle des matériaux utilisés pour les électrodes.

Les électrodes en aluminium semblent être plus avantageuses pour les harmoniques alors que les électrodes chrome-or sont plus efficace sur le fondamental. Les caractérisations ont permis de valider le modèle analytique de l'écart de fréquence avec le 1er anharmoniques et le modèle pour l'estimation de la résistance motionnelle. Cependant, les mesures en températures n'ont pas permis de prouver le bon fonctionnement thermique du résonateur dû au choix de la coupe du quartz (YXl) / 36°. C'est pourquoi dans la partie suivante, la caractérisation se focalise sur un wafer hybride composé d'un empilement coupe SC sur coupe Z.

4.1.3 Caractérisation des résonateurs en coupe SC

Afin de valider le comportement thermique du résonateur, celui-ci a été fabriqué à partir d'un wafer hybride composé de l'empilement d'une coupe SC sur une coupe Z. La coupe SC du quartz a une orientation cristalline optimisée pour la stabilité fréquentielle et thermique des résonateurs. C'est une coupe du quartz à double rotation ((YXwl) / 22,52° / 34°), qui possède un point d'inversion en température aux alentours de 80°C. Elle est reconnue pour sa faible sensibilité aux variations de température et aux contraintes mécaniques, ce qui en fait une candidate parfaite pour la fabrication d'un oscillateur thermostaté. Elle possède néanmoins le désavantage d'avoir plusieurs modes de vibration en cisaillement ; le mode B qui est un mode thermique et le mode C qui est un mode métrologique.

4.1.3.0.1 Mesure de l'ensemble des résonances L'ensemble des modes entre le fondamental et le 9ème harmonique ont été caractérisés, sur l'un des 96 résonateurs ayant une réponse électrique au moment de la caractérisation. Trois modes de cisaillement d'épaisseur sont attendues : le mode A, le mode B et le mode C, il est également possible que des modes parasites soient excités [174], [175]. La figure 4.9 montre la caractérisation, où la fréquence normalisée de chaque mode est référencée par rapport à la fréquence du mode C fondamental.

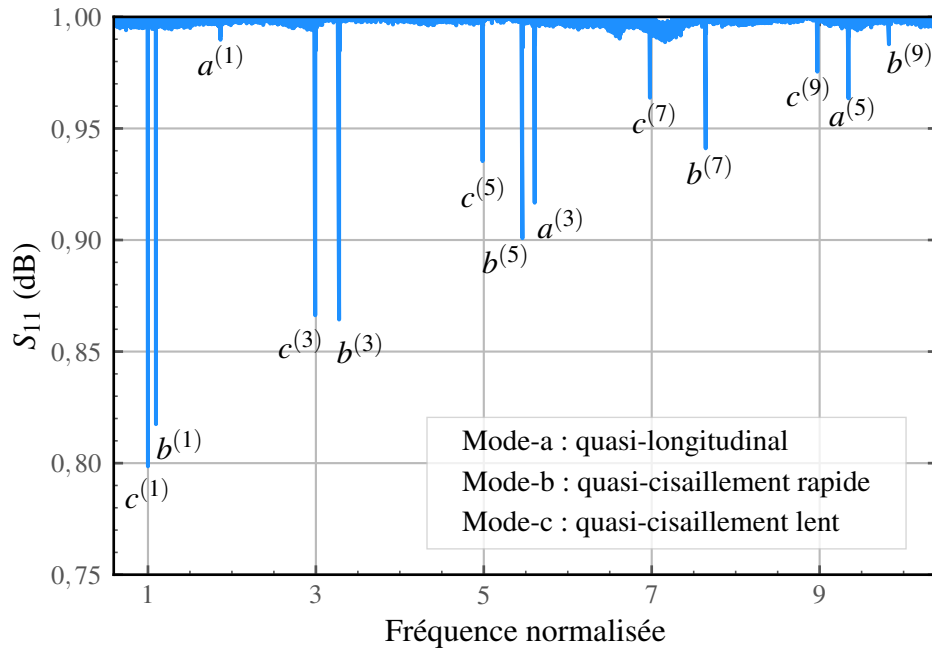


FIGURE 4.9 – Mesure des modes fondamentaux et des harmoniques, selon leur mode de vibration

La figure 4.9 montre la courbe de réponse en fréquence d'un résonateur, chaque minimum de S_{11} correspond à la résonance d'un mode de vibration particulier. Les différents modes sont clairement identifiés à des fréquences distinctes, sans apparition de modes parasites, ce qui témoigne de la pureté spectrale du résonateur. La présence de plusieurs harmoniques, en particulier celle du neuvième harmonique, indique que le résonateur est capable de supporter plusieurs modes de vibration avec un faible niveau d'amortissement. Il est également observable une dominance du mode C sur le fondamental, ce qui constitue un résultat favorable pour l'intégration du résonateur en oscillateur. En effet, il est théoriquement possible dans le cas présent de faire démarrer l'oscillateur sur le mode C du résonateur sans avoir à utiliser un circuit de détrompage pour éliminer le mode B. Les harmoniques sont quant à eux dominés par le mode B, à l'exception de l'harmonique 9. Afin de permettre une analyse comparative entre les différents modes, l'ensemble des paramètres motionnels et le facteur de qualité des différents modes sont rassemblés dans la table 4.5

TABLE 4.5 – Résumé de la fréquence, du facteur de qualité, de la résistance motionnelle et du produit $Q \times f$ des différents modes

Mode	Fréquence	Facteur de qualité Q	Résistance motionnelle R_m	$Q \times f$
c^1	81 MHz	23 800	212 Ω	$1,92 \times 10^{12}$ Hz
b^1	88,7 MHz	19 300	288 Ω	$1,71 \times 10^{12}$ Hz
a^1	151 MHz	450	\emptyset Ω	$6,8 \times 10^{10}$ Hz
c^3	242,5 MHz	35 000	428 Ω	$8,49 \times 10^{12}$ Hz
b^3	265,5 MHz	55 000	304 Ω	$1,46 \times 10^{13}$ Hz
a^3	454,3 MHz	24 800	1070 Ω	$1,12 \times 10^{12}$ Hz
c^5	404 MHz	25 500	1040 Ω	$1,03 \times 10^{13}$ Hz
b^5	442,5 MHz	47 000	625 Ω	$2,1 \times 10^{13}$ Hz
a^5	757,1 MHz	19 200	2685 Ω	$1,45 \times 10^{12}$ Hz
c^7	565,5 MHz	18 600	2680 Ω	$1,05 \times 10^{13}$ Hz
b^7	619,4 MHz	43 000	1280 Ω	$2,67 \times 10^{13}$ Hz
c^9	727,1 MHz	19 600	3620 Ω	$1,42 \times 10^{13}$ Hz
b^9	796,3 MHz	7 500	7970 Ω	$6,01 \times 10^{12}$ Hz

La table 4.5 confirme la dominance du mode C pour le fondamental et du mode B pour les harmoniques. La table met également en avant des résistances motionnelles élevées pour l'ensemble des modes, avec un facteur 5 entre la coupe (YXl) / 36° (voir Table 4.3, page 125) et la coupe SC résumé ici. La coupe SC étant sensible à la pression [64], cela implique qu'elle doit être conditionnée sous vide pour obtenir un facteur de qualité optimal. Or, les mesures résumées dans la table 4.5 ont été réalisées sous air à température fixe.

Une évolution constante du produit $Q \times f$ pour le mode C est également observable, avec des valeurs proches ou supérieures à 1×10^{13} Hz, sachant que la mesure a été réalisée sous air. De plus, la limite théorique et pratique du facteur de qualité des pertes intrinsèques (friction interne) est de $3,2 \times 10^{13}$ Hz [13] et $1,6 \times 10^{13}$ Hz [24] respectivement, pour une température proche de 25°C . Cela montre que le résonateur subit peu de pertes pour les harmoniques, cependant le fondamental reste encore bas pour ce type de résonateur, une analyse poussée des pertes au fondamental est nécessaire pour comprendre le facteur limite pour ce mode spécifique.

4.1.3.0.2 Comparaison du fondamental des modes-B et C Afin de comparer les différents types de résonateurs entre eux et notamment pour savoir si un type de résonateur est plus avantageux pour l'intégration dans un oscillateur thermostatée, la figure 4.10 présente le produit $Q \times f$ du mode C et le ratio de la résistance motionnelle entre le mode B et C pour le fondamental.

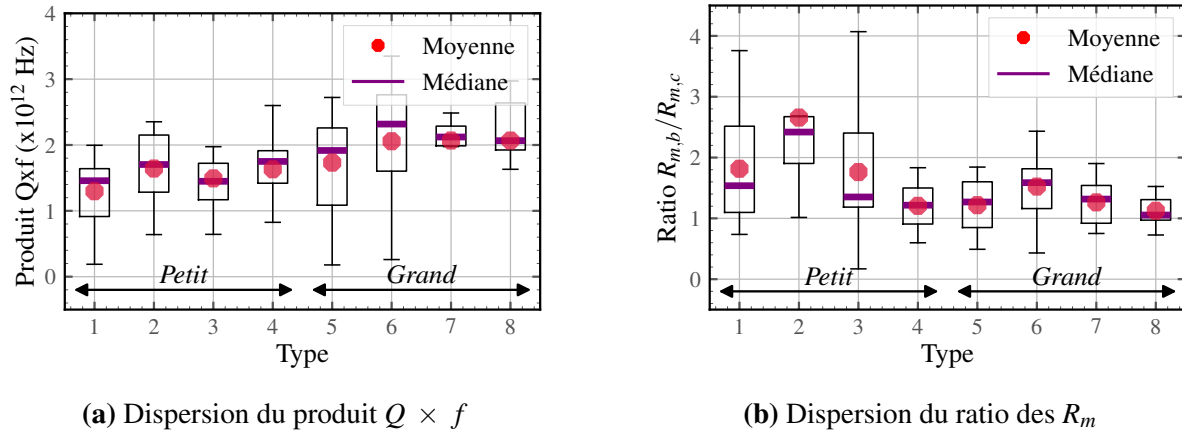


FIGURE 4.10 – Dispersion du produit $Q \times f$ 4.10b et du ratio de la résistance motionnelle du mode-B et du mode-C 4.10b selon le type de résonateur

La figure 4.10 montre la dispersion du produit $Q \times f$ et du ratio des résistances motionnelles selon le type de résonateur. Les statistiques ont été réalisées sur 96 cellules, chaque type étant représenté au moins 8 fois.

La sous-figure 4.10a présente la moyenne, la médiane et la dispersion du produit $Q \times f$ pour les différents types de résonateur. Une évolution croissante du produit $Q \times f$ se fait en fonction de la dimension de l'électrode et de la lame. En effet, les résonateurs avec les lames les plus grandes ont en moyenne une valeur plus élevée. Parmi ces résonateurs ceux avec des électrodes plus grandes ont en moyenne une valeur encore plus élevée. Ces résultats suggèrent d'utiliser des résonateurs avec des lames plus grandes.

La sous-figure 4.10b présente la moyenne, la médiane et la dispersion du ratio entre la résistance motionnelle du mode B et celle du mode C. Deux types de résonateurs ressortent selon la dimension de la lame, les résonateurs de type 2 et de type 6 montrent un ratio plus élevé que les autres types de résonateurs selon la dimension de la lame (petit ou grand). Ces deux types possèdent exactement la même orientation de lame et le même rapport de longueur d'électrode sur la longueur de la lame. Il est alors possible d'affirmer que l'orientation de l'électrode a bien un impact sur le ratio de résistance motionnelle entre le mode B et C, cependant il faut également noter que la dimension de l'électrode joue un rôle dans ce phénomène.

4.1.3.0.3 Mesure du comportement thermique L'objectif principal de l'utilisation d'une coupe SC était la confirmation du comportement thermique et thermomécanique du résonateur qui a été conçu dans cette thèse. Des mesures de la fréquence du fondamental du mode B et du mode C, ainsi que des troisièmes harmoniques ont été réalisées entre 20°C et 100°C par pas de 10°C. Le résultat des mesures est visible dans la figure 4.11.

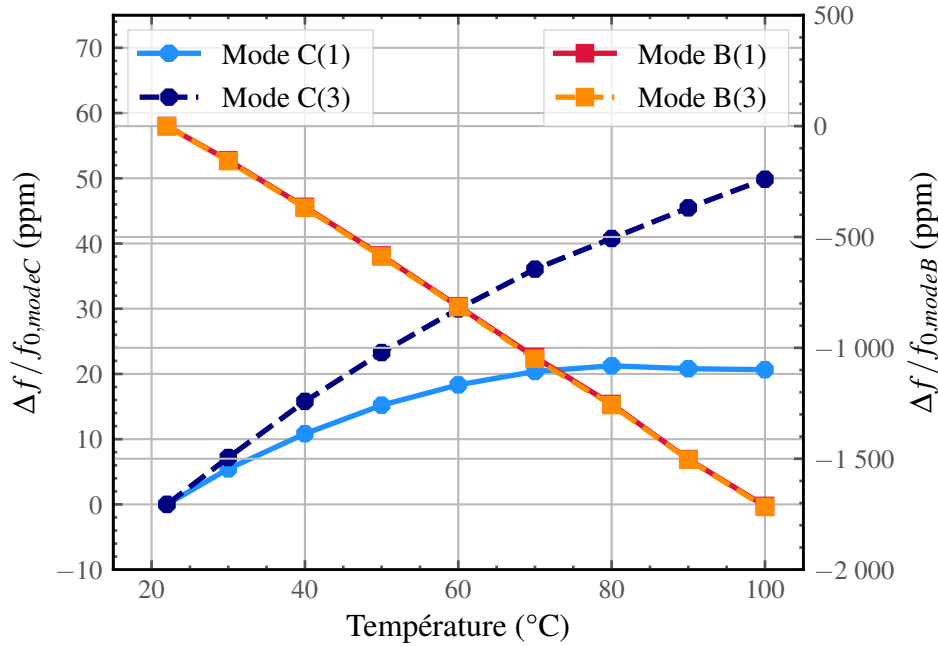


FIGURE 4.11 – Mesure de la variation de fréquence selon la température pour les modes B et C fondamentaux

La figure 4.11 montre deux courbes représentant l'évolution de la fréquence en fonction de la température. Les mesures du fondamental et du 3ème harmonique du mode B décroissent de manière linéaire avec une pente de $-22,2 \text{ ppm}/^\circ$ entre 0 et -2000 ppm sur l'intervalle de température de la mesure. Ce comportement est caractéristique du mode B de la coupe SC du quartz qui a une pente de $-25,5 \text{ ppm}/^\circ$ selon la littérature [64], [175], [176]. La courbe du fondamental du mode C suit une évolution de type cubique, avec un point d'inversion situé aux alentours de 80°C . Dans la littérature ce point d'inversion est typique du mode C pour la coupe SC du quartz [175]. De plus, cela montre que le résonateur respecte la spécification demandée dans le cahier des charges (Table 1.1, page 7).

La courbe du 3ème harmonique ne possède malheureusement pas de point d'inversion entre 20°C et 100°C comme attendu [72], l'appareil de mesure étant limité à 100°C il est impossible d'explorer des valeurs de températures plus élevées. Cependant, la littérature a également montré que le comportement en température entre le fondamental et le 3ème harmonique peut être bien différent [175], [176].

A partir d'une approximation polynomiale, il est possible de trouver les coefficients de la relation fréquence-température (défini par l'équation 2.24). Pour le fondamental, $a_0 = 1,1 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$, $b_0 = -8,71 \times 10^{-9}/^\circ\text{C}^2$ et $c_0 = 17,81 \times 10^{-12}/^\circ\text{C}^3$. Et pour le troisième harmonique, $a_0 = 1,25 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$, $b_0 = -6,64 \times 10^{-9}/^\circ\text{C}^2$ et $c_0 = 15,72 \times 10^{-12}/^\circ\text{C}^3$. Selon l'approximation, le troisième harmonique ne possède pas de point d'inversion.

Les résultats de la caractérisation thermique permettent de valider expérimentalement le design du résonateur du point de vue thermomécanique et thermique, et de démontrer que les résultats expérimentaux sont en cohérence avec les simulations présentées au chapitre 2 (Section 2.4.2).

Cette validation est particulièrement encourageante, car elle ouvre la voie à l'utilisation de la coupe AT, plus économique que la coupe SC, pour la fabrication de résonateurs sur wafer hybride. Elle confirme également la faisabilité de modifier le wafer support, notamment avec du silicium, qui présente l'avantage d'être à la fois peu coûteux et compatible avec les procédés de gravure standard.

Un second point qu'il est intéressant d'analyser est l'évolution de la résistance motionnelle des modes B et C selon la température (Figure 4.12). En effet, si la résistance motionnelle du mode C reste plus faible que la résistance motionnelle du mode B cela permet de pouvoir démarrer un oscillateur thermostaté à la température du point d'inversion et cela directement sur le mode C sans avoir à utiliser de circuit de détrompage.

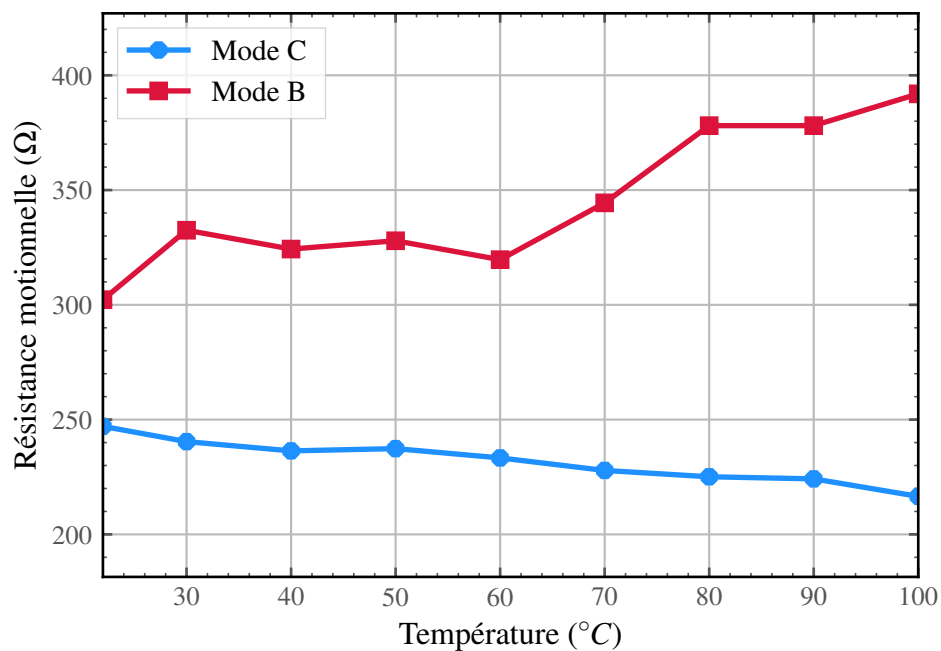


FIGURE 4.12 – Évolution de la résistance motionnelle selon la température pour les modes B et C fondamentaux

La figure 4.12 montre l'évolution de la résistance motionnelle du mode B et du mode C selon la température. La résistance motionnelle du mode B évolue de manière croissante et celle du mode C de manière décroissante, ce qui est très positif, puisqu'à la température du point d'inversion de la stabilité en fréquence (80°C), le ratio de la résistance motionnelle du mode B par celle du mode C est de 1,65.

Ces résultats confirment l'intérêt de ce résonateur pour l'intégration dans un oscillateur thermostaté et apportent un avantage supplémentaire à l'utilisation d'une coupe à double

rotation, comme la coupe SC, en permettant l'utilisation du mode C sans avoir besoin de circuit de détrompage.

Pour finir cette partie, un comparatif a été réalisé entre l'état de l'art et les résultats présentés dans cette partie. La figure 4.13 compare ces travaux avec l'état de l'art.

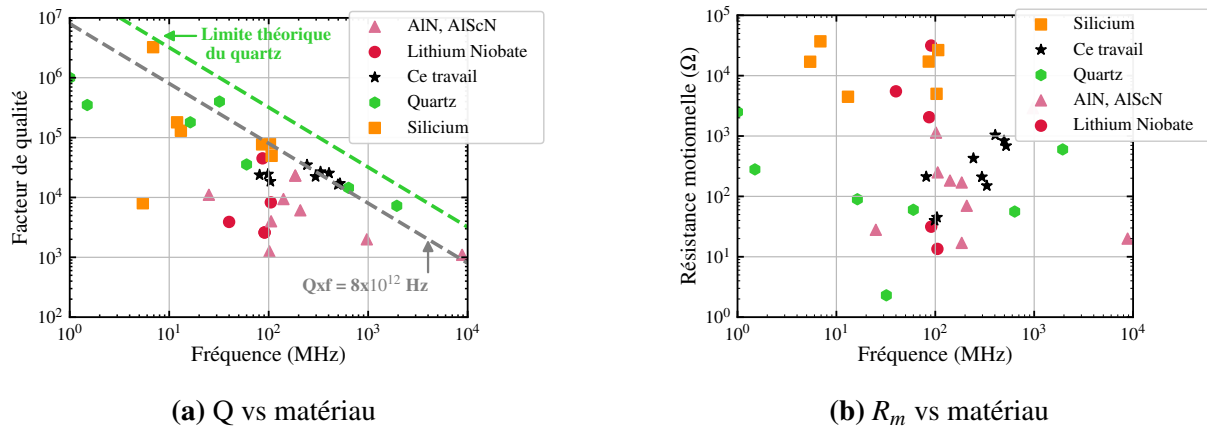


FIGURE 4.13 – Comparatif du facteur de qualité et de la résistance mot ionnelle selon le type de résonateur avec les résonateurs produits au cours de cette thèse

La figure 4.13 compare le facteur de qualité et la résistance mot ionnelle des résonateurs de ces travaux avec des résonateurs de l'état de l'art. Pour le facteur de qualité, les points du mode fondamental apparaissent en dessous des résonateurs en silicium et en dessous de la valeur nominale demandée dans le cahier des charges qui est de 8×10^{12} Hz. Mais pour les harmoniques, les facteurs de qualité s'approchent ou dépassent cette valeur, et place ce résonateur à l'état de l'art actuel en terme de facteur de qualité, et respectent aussi la spécification du cahier des charges. Pour la résistance mot ionnelle, ces travaux se placent légèrement au dessus de l'état de l'art mais respectent tout de même le cahier des charges (Table 1.1, page 7) pour la valeur demandée de 150Ω sur le fondamental.

4.2 Encapsulation du résonateur

Afin de pouvoir intégrer un résonateur dans un oscillateur, il est nécessaire de tirer avantage du meilleur facteur de qualité possible et de la résistance motionnelle la plus faible possible. Pour cela, le résonateur doit être placé sous vide. Ce procédé se déroule en plusieurs étapes, premièrement celui-ci doit être détaché de son wafer, puis il faut le coller à l'embase et enfin le raccorder aux connexions extérieures de l'embase. Finalement, le résonateur monté sur l'embase peut être monté dans un boîtier cuivre qui sera mis sous vide.

4.2.1 Connexion à l'embase

Le résonateur une fois détaché de son wafer, est collé et raccordé aux connexions extérieures. Mais avant le collage, il faut réaliser le nettoyage de l'embase, ce nettoyage a pour but de retirer un maximum de contamination de l'embase et de retirer toutes sortes de résidus, qui pourrait dégazer une fois l'embase mise sous vide. La figure 4.14 montre l'intégration sur une embase TO-8 d'un résonateur. Après nettoyage de l'embase, le résonateur est collé à l'intérieur du boîtier TO-8 à partir d'une colle epoxy (Colle EPO-TEK H20E) compatible avec le vide [177].

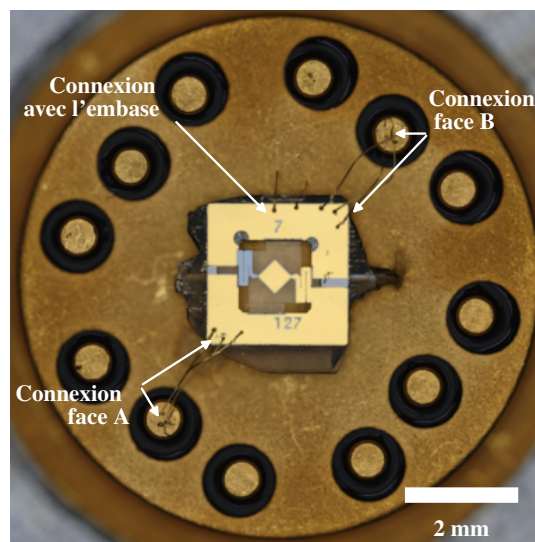


FIGURE 4.14 – Montage d'un résonateur sur une embase TO-8

Une fois collés, les pads des électrodes sont reliés aux connexions extérieures de l'embase par microsoudure. Les connexions sont réalisées avec une micro soudeuse semi-automatique (JFP Microtechnic WB-200). Des fils d'or en ball bonding (soudure à bille) sont utilisés au niveau des pads des électrodes et en wedge bonding (soudure par écrasement) sont utilisés au niveau des connectiques de l'embase. Le ball bonding consiste à créer une bille d'or en utilisant un arc électrique pour faire fondre le fil. Cette boule est ensuite

soudée par ultrasons sur le pad de l'électrode, le fil est déroulé jusqu'à la connectique, où il est finalement soudé par wedge bonding, qui consiste en l'écrasement du fil pour réaliser la soudure. L'opération est réalisée plusieurs fois entre les pads et les connectiques, afin d'obtenir un lien robuste et redondant, mais permet également de limiter la résistance et l'inductance des fils. Finalement, pour éviter tout phénomène de capacité flottante, le pad de l'électrode inférieur est relié au plan de masse de l'embase.

4.2.2 Mise sous vide

Pour obtenir des mesures avec un facteur de qualité le plus haut possible, le résonateur a besoin d'être placé sous vide. Pour cela, l'ONERA utilise des boîtiers en cuivre (voir figure 4.15a) qui sont soudés sur l'embase TO-8 (voir 4.15b) sur laquelle le résonateur a été collé et connecté précédemment.



(a) Boîtier en cuivre

(b) Embase TO-8

FIGURE 4.15 – Images du boîtier en cuivre (a) et de l'embase TO-8 (b)

Pour avoir un vide satisfaisant et durable, le boîtier est relié à un système de pompage pendant une semaine. Le banc de pompage est visible sur la figure 4.16.

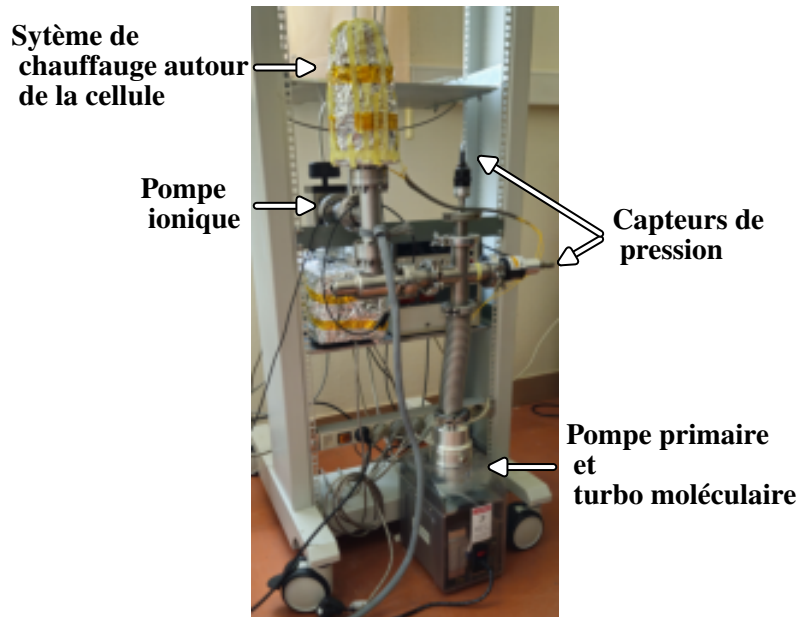


FIGURE 4.16 – Photographie légendée du banc de pompage pour la mise sous vide des cellules

La figure 4.16 présente le système pour la mise sous vide des boîtiers cuivre. Le système est composé d'une pompe primaire sur laquelle est installée une pompe turbo, et une pompe ionique avec une pression de sortie de 2×10^{-8} mbar. Le boîtier peut également être chauffé jusqu'à 120°C via une chaufferette, afin d'accélérer le dégazage des produits (colle et cellule) présents à l'intérieur du boîtier.

Une fois le boîtier cuivre monté sur le système de pompage, le boîtier est d'abord pompé par les pompes primaire et turbo pour descendre à une pression de 10^{-6} mbar. Ensuite, les pompes primaires et turbo sont arrêtées, le pompage passe sur la pompe ionique. Afin de contrôler le vide, le courant de la pompe ionique est observé en tant qu'image de la pression, qui peut atteindre une pression de 10^{-8} mbar. Après une semaine de pompage et de chauffage, la pression se stabilise à une pression limite dans le boîtier, celui-ci peut alors être fermé par queusotage. Le résonateur est alors prêt pour être intégré dans un oscillateur.

4.3 Développement du circuit électronique d'entretien de l'oscillateur

Suite à la conception, la réalisation et la caractérisation des résonateurs, le prototypage d'un oscillateur incluant un résonateur permettra de comparer et de placer l'oscillateur dans l'état de l'art.

4.3.1 Paramètres du résonateur monté en oscillateur

Avant de concevoir l'électronique d'entretien de l'oscillateur, il est d'abord nécessaire de caractériser le résonateur une fois mis sous vide. La table 4.6 rassemble les performances du résonateur au cours de son intégration.

TABLE 4.6 – Caractéristiques du résonateur, incluant la fréquence, le facteur de qualité et les paramètres motionnels, selon l'étape d'intégration

Étape	Fréquence (MHz)	Facteur de qualité Q	Produit $Q \times f$ (Hz)	Paramètres motionnels			
				R_m (Ω)	L_m (mH)	C_m (fF)	C_0 (pF)
Sur wafer sous air	117,679	14039	$1,65 \times 10^{12}$	69	1,32	1,39	0,54
Sur embase sous air	117,670	12296	$1,45 \times 10^{12}$	47	0,78	2,34	19,00
Sur embase sous vide	117,673	15327	$1,80 \times 10^{12}$	37	0,76	2,39	20,16

La table 4.6 montre l'évolution des caractéristiques électriques du résonateur, une augmentation significative du facteur de qualité et une diminution de la résistance motionnelle (environ 50%) sont visibles. Un autre changement dans les paramètres est celui de la capacité C_0 , qui a une augmentation d'un facteur 40 entre la caractérisation sur wafer et la caractérisation dans le boîtier sous vide. Cette grande différence s'explique par le fait, que le résonateur utilisé ici pour l'intégration en oscillateur n'avait pas son électrode inférieure reliée à la masse. Une capacité parasite peut alors se former entre le plan de masse de l'embase et l'électrode inférieure du résonateur.

Finalement, les caractéristiques du résonateur mis sous vide sont suffisantes pour l'intégration dans un oscillateur.

4.3.2 Choix du type d'oscillateur

Pour générer un signal périodique à partir d'une source de courant continue, il faut les conditions suivantes :

- Un amplificateur de signal ;
- Une boucle de retour positive ;
- Un dispositif sélectif de fréquence pour déterminer la fréquence de sortie, ici le résonateur réalisé.

De nombreux types d'architecture d'oscillateur sont possibles pour le développement d'un oscillateur. Les trois principales topologies sont nommées d'après leurs inventeurs, Pierce [178], [179], Colpitts [180] et Clapp [181].

La principale différence de structure est le positionnement de la masse ;

- l'oscillateur Pierce met l'émetteur du transistor à la masse et le résonateur est en parallèle de la masse. Les oscillateurs Pierces sont très stables et la puissance de sortie est typiquement de l'ordre de 3 à 5 mW.

- l'oscillateur Colpitts à quartz met le collecteur du transistor à la masse et le résonateur est en série de la masse. Les oscillateurs Colpitts permettent des plus faibles consommations que les oscillateurs Pierce.
- l'oscillateur Clapp met la base du transistor à la masse et le résonateur est en série de la masse. Les consommations sont similaires à l'oscillateur Colpitts.

Pour des raisons de simplicité, l'architecture de type Colpitts a été choisie couplée avec un amplificateur d'isolement et un amplificateur de signal, afin d'isoler la partie oscillante de son environnement. Le schéma de l'oscillateur est visible dans la figure 4.17.

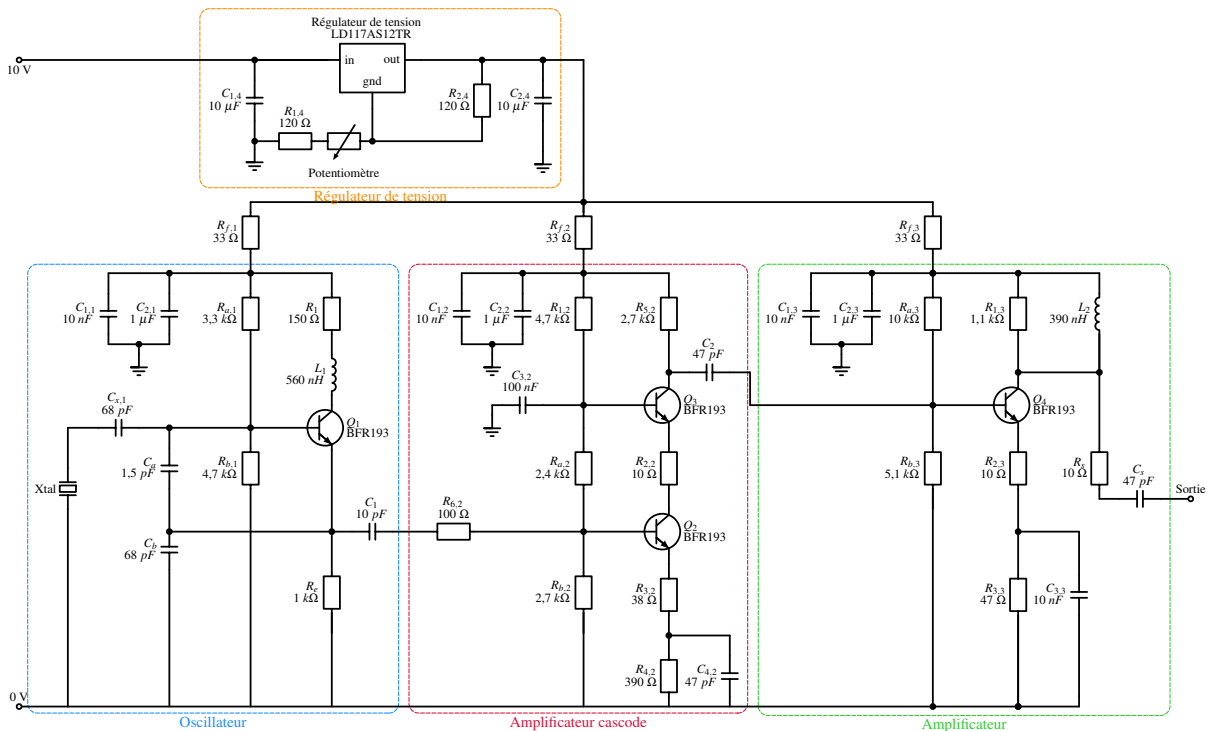


FIGURE 4.17 – Schéma du circuit électronique du résonateur

La figure 4.17 montre le schéma du circuit d'entretien de l'oscillateur, la partie oscillateur est l'électronique d'oscillation de type Colpitts, qui a été développé pour le résonateur. La partie cascode quant à elle est un amplificateur cascode, qui permet un isolement extrêmement efficace entre le circuit oscillant et la sortie de l'oscillateur. La partie amplificateur est un amplificateur de signal, cette partie a été fournie par le CNES. Et un régulateur de tension est présent en amont de l'oscillateur pour limiter le bruit venant de l'alimentation. Ce schéma 4.17 a été simulé avec les valeurs du cristal (sur embase sous vide) de la table 4.6.

4.3.3 Simulation de l'oscillateur

Les simulations ont été réalisées avec le logiciel LTSpice, qui permet de simuler le comportement d'un système électrique. L'oscillateur doit respecter la condition suivante fournie

par les spécifications données par le CNES : la puissance fournie au résonateur doit être inférieure à $150 \mu\text{W}$. Pour respecter des spécifications de télécommunication, l'oscillateur doit avoir un bruit de phase inférieur à -170 dBc/Hz à 1 MHz .

Dans un premier temps, le circuit a été simulé en boucle ouverte, afin de connaître le gain de la boucle oscillatrice.

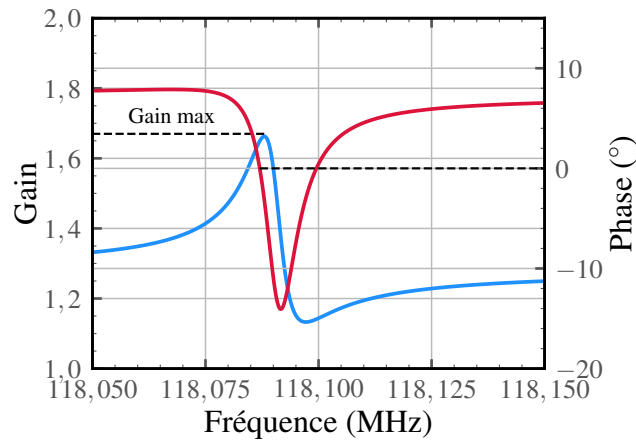
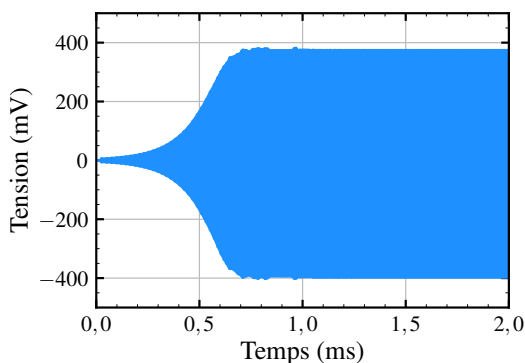


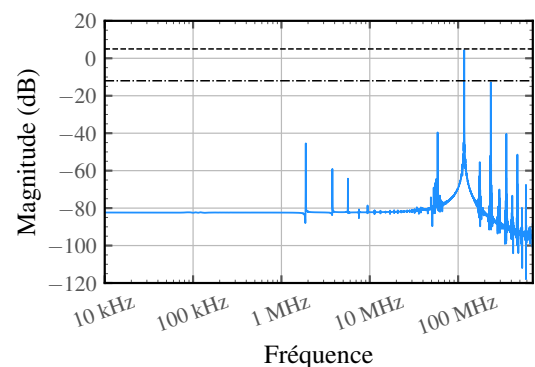
FIGURE 4.18 – Simulation du gain de l'oscillateur

La figure 4.18 montre le gain et la phase de l'oscillateur en boucle ouverte, au passage à zéro de la phase, il est possible d'obtenir le gain de la boucle oscillatrice qui est ici de 1,65. Ce gain est satisfaisant puisqu'il doit être supérieur à 1,2 pour permettre à l'oscillateur de démarrer.

Une fois les bonnes valeurs des capacités trouvées, il est possible de simuler le circuit en boucle fermée, et d'ainsi connaître le temps de démarrage de l'oscillateur et l'amplitude des modes harmoniques et parasites autour du fondamental.



(a) Simulation du démarrage



(b) FFT de la simulation

FIGURE 4.19 – Simulation du démarrage 4.19a et de la FFT du signal 4.19b de l'oscillateur

La figure 4.19 montre la simulation du démarrage 4.19a et la FFT 4.19b du signal de l'oscillateur. La simulation du démarrage montre que l'oscillateur est stable au bout de 1 ms, ce qui est largement satisfaisant pour un premier prototype. La FFT montre d'une part une amplitude pour le fondamental de 5 dB, d'autre part elle montre que l'électronique n'est pas encore idéale, en effet de nombreux modes parasites sont visibles. L'harmonique du mode d'oscillation se trouve à une fréquence de 234 MHz, avec une amplitude de -12 dB et l'ensemble des modes parasites ont une amplitude inférieure à -40 dB.

4.4 Caractérisation de l'oscillateur

Une fois le résonateur monté sur son embase, mis sous vide dans le boîtier en cuivre, l'électronique d'entretien développée, l'oscillateur a été revu, optimisé et intégré (Figure 4.20) par l'électronicien du département Temps-Fréquence de FEMTO-ST et finalement l'oscillateur a pu être caractérisé.

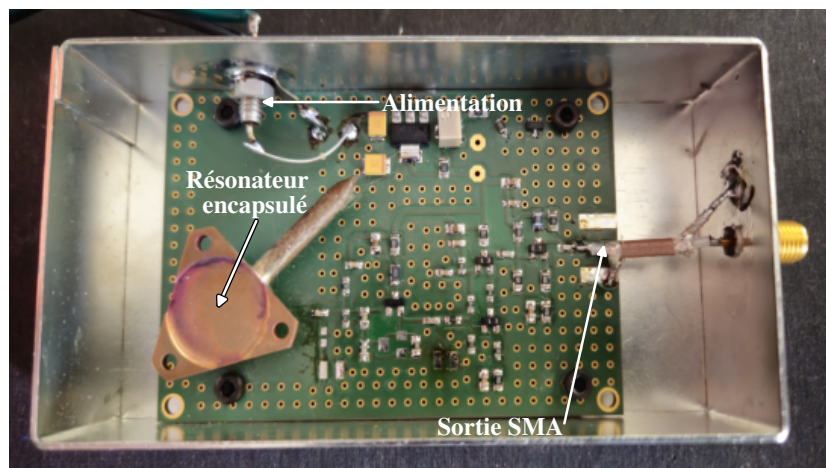


FIGURE 4.20 – Photographie de l'oscillateur monté dans un boîtier en aluminium

La figure 4.20 montre le prototype d'oscillateur dans un boîtier en aluminium pour créer un plan de masse. Plusieurs remarques peuvent être faites sur le développement de l'oscillateur, une capacité a été ajoutée au niveau de l'alimentation afin de réguler la tension d'entrée pour compenser l'absence d'un régulateur de tension. Les pistes de la carte électronique auraient dû être dessinées le plus court possible afin d'éviter toute inductance parasite, des capacités de découplage ont été rajoutées manuellement sur la carte électronique pour découpler l'oscillateur de son environnement. Finalement, après avoir ajusté la conception de l'oscillateur, la phase de caractérisation a pu débuter.

4.4.1 Mesure de la fréquence et du signal de l'oscillateur

La première caractérisation a consisté à vérifier la valeur de la fréquence et le signal, par sa forme et son amplitude. La figure 4.21 montre une photographie de l'oscillateur en fonctionnement.

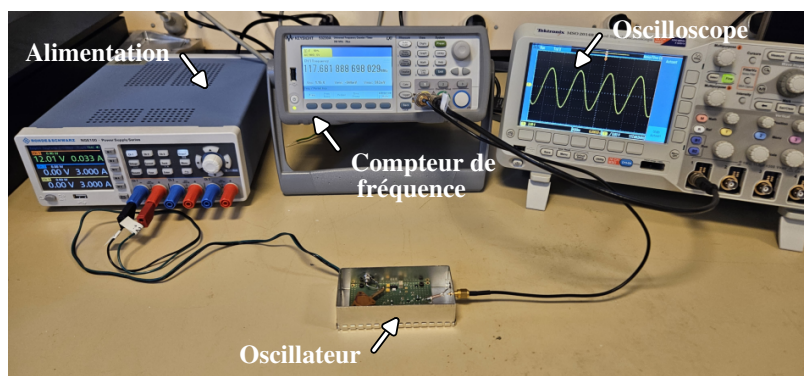


FIGURE 4.21 – Photographie du montage de mesure du signal et de la fréquence de l'oscillateur

La figure 4.21 montre une photographie du bon fonctionnement de l'oscillateur, avec une mesure de sa fréquence et une acquisition de son signal. La mesure de fréquence a été réalisée à partir d'un compteur de fréquence *Keysight 53230A* avec un oscillateur OCXO interne à 10 MHz. La caractérisation de la fréquence est moyennée sur 200 mesures avec un temps d'acquisition de 0,1 s. La mesure du signal a été faite à partir d'un oscilloscope *Tektronix DPO 3014*. La forme du signal semble bien être sinusoïdale et la mesure de l'amplitude crête à crête est de 1 V, ce qui est proche de la valeur simulée de 800 mV.

4.4.2 Mesure du bruit de phase de l'oscillateur

Afin de pouvoir placer le résonateur dans l'état de l'art, une mesure du bruit de phase de l'oscillateur a été réalisée. Le bruit de phase constitue un paramètre critique dans la conception des oscillateurs, notamment dans les systèmes de communication, de mesure de précision et de traitement du signal. Il se manifeste sous la forme de fluctuations aléatoires autour de la fréquence porteuse, dégradant la pureté spectrale du signal et impactant directement les performances en sensibilité et en stabilité des dispositifs. Pour modéliser et anticiper ce phénomène, l'équation de Leeson offre un cadre analytique pertinent. Introduite en 1966 par David Leeson [182], elle établit une relation entre la densité spectrale du bruit de phase et les caractéristiques internes de l'oscillateur, telles que le facteur de bruit de l'amplificateur, la puissance du signal, la fréquence d'oscillation et le facteur de qualité du résonateur. L'équation met en évidence l'amplification des fluctuations de phase proches de la porteuse, causée par la boucle de rétroaction et les propriétés du résonateur, tout en intégrant les contributions du bruit thermique et du bruit de scintillation (1/f) de l'élément actif. L'équation de Leeson 4.1 est définie par la relation suivante :

$$\mathcal{L}(f) = 10 \log_{10} \left[\left(\frac{FkT}{2P} + \frac{b_{-1}}{f} \right) \left(1 + \left(\frac{f_L}{f} \right)^2 \right) \right] \quad (4.1)$$

Avec :

- $\mathcal{L}(f)$: Bruit de phase en dBc/Hz à la fréquence de décalage f
- F : Facteur de bruit de l'amplificateur adimensionnel, fixé à 1.
- k : Constante de Boltzmann en JK^{-1}
- T : Température en K , fixée à 298 K .
- P : Puissance reçue par le résonateur fixée à $100 \mu\text{W}$, soit -10 dBm
- b_{-1} : Bruit Flicker de l'amplificateur en dBrad^2/Hz , estimé à $-120 \text{ dBrad}^2/\text{Hz}$ [183]
- f_L : Fréquence de Leeson $\frac{f_0}{2Q_L}$, avec f_0 la fréquence d'oscillation en Hz et Q_L le facteur de qualité chargé du résonateur

Dans le but de caractériser le bruit de phase de l'oscillateur, un analyseur de bruit de phase (Rhode & Schwartz FSWP) a été utilisé dans une pièce thermostatée à 20°C en étant entourée par une cage de faraday afin d'éviter toute interaction avec un champ électro-magnétique extérieur. La mesure a été réalisée pour un décalage de fréquence allant de 1 Hz à 100 MHz et est visible dans la figure 4.22.

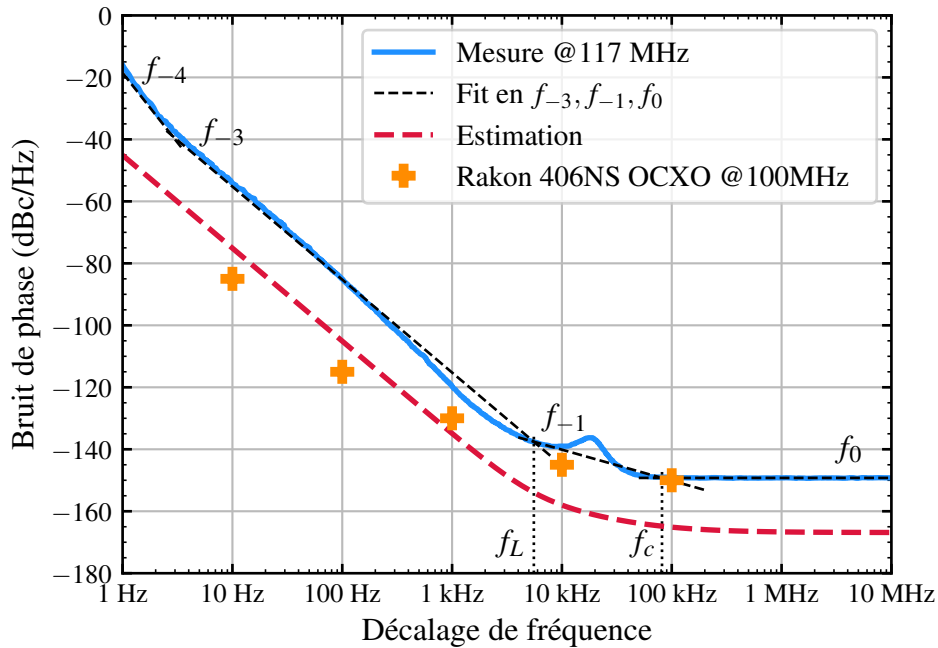


FIGURE 4.22 – Mesure du bruit de phase de l'oscillateur

La figure 4.22 montre le bruit de phase de l'oscillateur, l'estimation est faite à partir de l'équation de Leeson 4.1, d'un oscillateur Rakon d'une fréquence de 100 MHz et de la mesure de l'appareil, qui se stabilise à -10 dBc de la mesure de l'oscillateur.

La mesure de l'oscillateur montre quatre zones distinctes avec des pentes différentes :

- Une première zone (1 Hz - 3 Hz) où la pente est en f_{-4} , qui est caractéristique du bruit généré par la sensibilité thermique du résonateur. Celle-ci est influencée par l'évolution de la température extérieure.
- Une zone (3 Hz - 10 Hz) où la pente est en f_{-3} , ce bruit provient du bruit du résonateur qui est en f_{-2} , et qui est multiplié par le bruit de l'amplificateur de l'oscillateur en f_{-1} , jusqu'à la fréquence de Leeson.
- Une zone intermédiaire (10 Hz - 10 kHz) où la pente est en f_{-1} , ce qui est caractéristique du bruit généré par l'amplificateur de l'oscillateur. Cette zone est également marquée par une ondulation, celle-ci peut être due à des résonances parasites comme des impédances mal adaptés ou des anharmoniques présents après le fondamental. Finalement, cette zone respecte le cahier des charges (Table 1.2, page 8) pour les valeurs de bruit de phase à 1 kHz et à 10 kHz avec des valeurs respectivement de -120 dBc/Hz et -140 dBc/Hz.
- Une zone lointaine (10 kHz - 10 MHz) où le niveau de plancher du bruit de phase est atteint, ce niveau est dominé par le bruit blanc thermique. L'influence du résonateur est négligeable, seule la puissance injectée dans le résonateur et l'électronique de l'oscillateur ont encore un impact. Cette zone ne respecte plus le cahier des charges avec des valeurs à 100 kHz, 1 MHz et de plancher qui sont toutes de -149 dBc/Hz.

L'estimation a été réalisée à partir de l'équation de Leeson avec les paramètres de bruit d'amplificateur donnés précédemment et avec les paramètres du résonateur donnés dans la table 4.6 (page 138). Cette estimation met en avant la possibilité d'un gain théorique de -20 à -30 dBc/Hz sur le plancher du bruit de phase. L'amélioration de l'amplificateur de l'oscillateur semble être une voie nécessaire pour l'amélioration de l'oscillateur.

Pour comparer cet oscillateur prototypé à partir du résonateur conçu et fabriqué au cours de la thèse, le bruit de phase de l'oscillateur est comparé avec un oscillateur à quartz thermostaté d'une fréquence de 100 MHz (RK406NS de chez Rakon). Dans la zone (10 Hz - 10 kHz), une différence de -20 dBc/Hz est visible et peut être imputé au facteur de qualité du résonateur qui est légèrement faible pour 117 MHz. Dans la zone (10 kHz - 1 MHz), une différence de -10 dBc/Hz est visible entre les deux planchers, cette différence peut être imputable à l'amplificateur mais également à la puissance fournie au résonateur qui pourrait être augmenté à 1 mW (0 dBm). Finalement, cette comparaison met en avant les possibles voies d'amélioration de l'amplificateur de l'oscillateur et du résonateur.

La mesure du bruit de phase de l'oscillateur présenté dans la figure 4.22 peut être fittée pour obtenir des informations supplémentaires sur le résonateur et l'oscillateur. Le fit de la courbe du bruit de phase permet de remonter aux différents paramètres de bruit ; avec $b_0 = -149 \text{ dBrad}^2/\text{Hz}$, $b_{-1} = -100,1 \text{ dBrad}^2/\text{Hz}$ et $b_{-3} = -25,24 \text{ dBrad}^2/\text{Hz}$. L'intersection de la pente en f^{-1} et f^{-3} donne la fréquence de Leeson, et permet ensuite de calculer le facteur de qualité chargé du résonateur à partir de la formule suivante 4.2 :

$$f_L = \frac{f_0}{2Q_L} \quad (4.2)$$

Avec $f_{\mathcal{L}}$ la fréquence de Leeson en Hz , f_0 la fréquence de résonance à vide en Hz et Q_L le facteur de qualité chargé. L'intersection des deux pentes donne une fréquence de Leeson $f_{\mathcal{L}} = 5552 \text{ Hz}$, soit un facteur de qualité chargé de 10 600.

La valeur du plancher b_0 permet quant à elle de connaître la valeur de la puissance fournie au cristal à partir de la formule suivante :

$$b_0 = \frac{FkT}{2P_0} \quad (4.3)$$

Cependant, la limitation du plancher est fixé par l'amplificateur de sortie et non par la puissance injectée dans le cristal. Pour connaître une estimation de cette valeur, une simulation LTSpice est nécessaire. Celle-ci donne une valeur de $95 \mu\text{W}$, ce qui correspond à une valeur standard de puissance injectée dans un cristal qui varie de 20 à $200 \mu\text{W}$ [64], [184]. A partir de cette valeur de puissance et de la formule (4.3), il est possible de calculer le facteur de bruit de l'amplificateur, qui est de 58 pour un plancher de bruit à $-149 \text{ dBrad}^2/\text{Hz}$ et une puissance injectée de $95 \mu\text{W}$. Sachant qu'une valeur de bruit de l'amplificateur classique est de l'ordre de 1 [183], cela montre bien qu'il est nécessaire d'améliorer le bruit de l'amplificateur de l'oscillateur.

Pour conclure sur cette mesure du bruit de phase de l'oscillateur celui-ci est comparé avec l'état de l'art en terme de consommation et de plancher de bruit de phase dans la figure 4.23.

La figure 4.23 compare le plancher de bruit de phase selon la consommation pour plusieurs architectures d'oscillateurs. Des oscillateurs à quartz conventionnels y sont comparés avec des oscillateurs MEMS silicium et avec l'oscillateur XO développé lors de ces travaux. En termes de consommation cette oscillateur se place dans le même domaine que les TCXOs et en termes de plancher de bruit de phase il rivalise également avec des TCXOs à quartz mais aussi avec les oscillateurs TCXO et OCXO en silicium. Ce dernier point confirme l'intérêt du développement d'oscillateur intégrant des résonateurs quartz-MEMS, afin de tirer avantage des capacités du quartz et de la technologie MEMS.

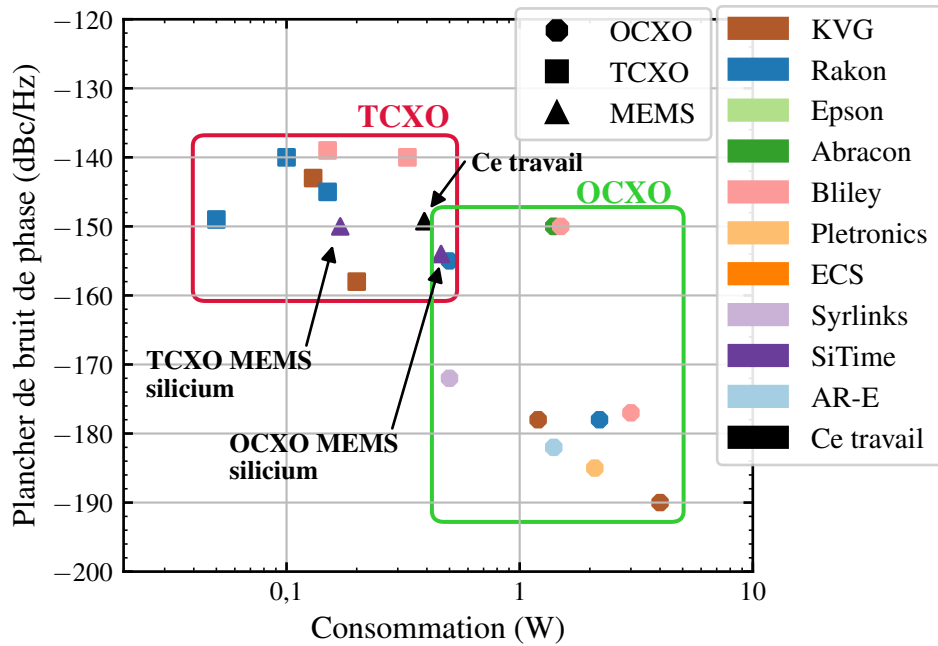


FIGURE 4.23 – Performance de stabilité selon le volume et le type d’oscillateur en comparaison avec l’oscillateur réalisé au cours de cette thèse

4.4.3 Caractérisation de la variance d’Allan de l’oscillateur

Pour estimer la performance ultime de l’oscillateur, il est nécessaire de mesurer sa stabilité de fréquence au cours du temps, pour cela une mesure de la variance d’Allan a été réalisée et elle est présentée dans la figure 4.24.

Cette figure 4.24 montre la variance d’Allan mesurée en fonction du temps d’intégration. Pour des temps d’intégration faibles (0,01 s à 1 s) la variance d’Allan est constante et cela indique une dominance du bruit blanc (Flicker frequency) typique à court terme, la valeur minimum de la variance d’Allan est de 4×10^{-10} ce qui est classique pour un oscillateur XO. Pour des temps d’intégration longs, la variance d’Allan augmente de manière linéaire en τ , ce qui indique une dégradation de la stabilité due au bruit de fréquence aléatoire (random walk frequency).

En comparaison avec la littérature le résonateur et la spécification du cahier des charges (valeur demandé à 1 s : 1×10^{-10} présente une stabilité court terme intéressante, mais nécessite encore du travail sur le pallier avec notamment une stabilisation ou compensation électronique de la sensibilité à la température de l’oscillateur. En effet, le résonateur monté en TCXO de l’équipe de Kubena [2] présente une fréquence de résonance à 32 MHz et un pallier de la variance d’Allan à 3×10^{-11} . Cette comparaison permet de mettre en avant le potentiel du résonateur développé au court de la thèse.

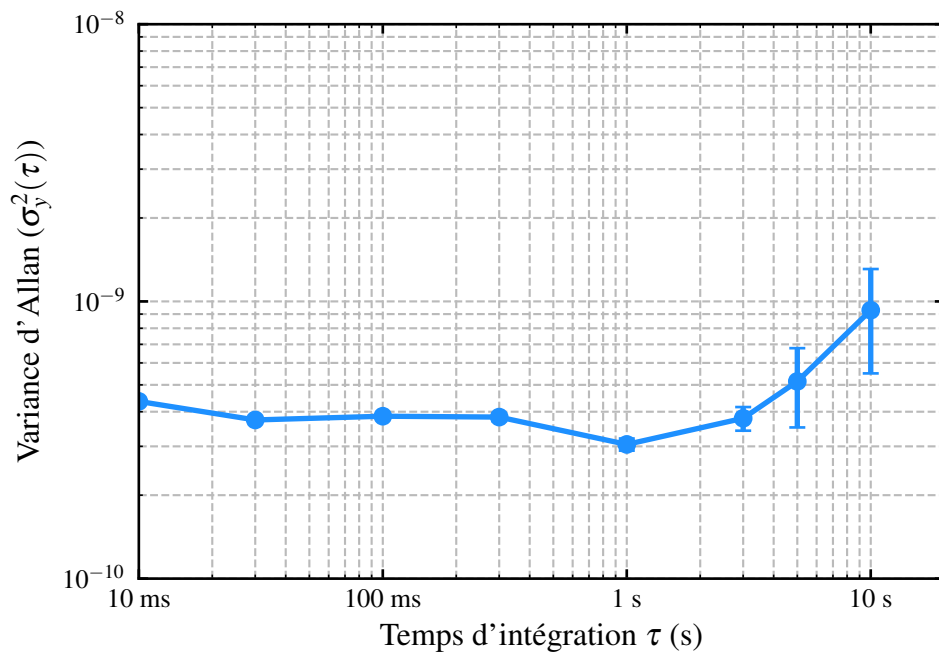


FIGURE 4.24 – Mesure de la variance d'Allan de l'oscillateur

4.5 Conclusion

La caractérisation électrique des résonateurs a permis, d'une part, de valider l'efficacité des solutions technologiques proposées dans la chapitre précédent, et d'autre part, de mettre en évidence une amélioration notable des paramètres motionnels ainsi que du facteur de qualité, en comparaison avec des cellules de référence non optimisées. Puis, une étude de la réponse en température des résonateurs a été réalisée. Les premiers essais, réalisés avec une orientation cristalline inadéquate, n'ont pas permis de tirer de conclusions définitives. Mais l'utilisation ultérieure d'une coupe SC pour le wafer aminci a permis de valider le comportement thermomécanique du résonateur, confirmant que le design proposé assure une insensibilité thermique vis-à-vis du type de substrat support utilisé.

Finalement, l'intégration du résonateur a permis de montrer le gain apporté par la mise sous vide du résonateur et notamment la faisabilité de l'intégration du résonateur dans un oscillateur. Les mesures de la stabilité de l'oscillateur montre le potentiel des oscillateurs quartz-MEMS et permet de placer ce type d'oscillateur dans l'état de l'art et de montrer qu'il atteint des valeurs de plancher de bruit de phase d'un oscillateur OCXO industriel, avec une stabilité court-terme très prometteuse. Le développement d'un oscillateur TCXO ou OCXO permettrait d'améliorer encore la stabilité de l'oscillateur et permettrait de le comparer avec des oscillateurs MEMS.

Conclusion générale et perspective

Ces travaux ont dans un premier temps permis d'identifier, parmi les différentes technologies de résonateurs, la technologie quartz-MEMS comme étant la plus appropriée pour atteindre une fréquence nominale de 100 MHz, dans la perspective du développement d'un oscillateur miniature à très haute stabilité. Au sein de cette technologie, plusieurs architectures peuvent théoriquement satisfaire cette exigence sur la fréquence. Toutefois, l'architecture exploitant le mode de cisaillement d'épaisseur s'est révélée être la plus pertinente, en raison de sa compacité, de son facteur de qualité élevé, de sa faible résistance motionnelle et de sa bonne stabilité en température. Par ailleurs, l'état de l'art a mis en évidence un intérêt croissant pour ce mode de vibration, avec diverses approches technologiques explorées et une diversité de coupes de quartz disponibles. Dans ce contexte, l'utilisation de wafers hybrides s'est avérée particulièrement avantageuse et novatrice, en permettant l'intégration de coupes de quartz optimales pour le cisaillement d'épaisseur, telles que les coupes AT et SC. De plus, une analyse comparative entre les oscillateurs à quartz traditionnels et les oscillateurs MEMS a confirmé la pertinence de la miniaturisation de ce type de résonateur, renforçant ainsi la légitimité du développement d'un résonateur quartz MEMS à haute fréquence.

Dans cette optique, des modèles analytiques et numériques ont été utilisés afin de simuler le comportement d'un résonateur vibrant en cisaillement d'épaisseur et de concevoir une géométrie innovante. D'une part, la modélisation de la lame vibrante a permis de quantifier l'influence des dimensions du résonateur et des électrodes sur la résistance motionnelle, le confinement de l'énergie, l'écart de fréquence avec les modes anharmoniques et la suppression des modes parasites. D'autre part, la conception d'une géométrie intégrant des suspensions optimisées a démontré la faisabilité d'un résonateur présentant une sensibilité accélérométrique de l'ordre de $10^{-12}/g$ pour les coupes AT et SC, ainsi qu'une sensibilité thermomécanique de l'ordre de $10^{-9}/^{\circ}C$ - $10^{-8}/^{\circ}C$. En complément, les simulations ont montré que le substrat support d'un wafer hybride a un impact négligeable sur la sensibilité thermique du résonateur lorsque le design présenté dans ces travaux est utilisé. Toutefois, les principales pertes simulées dans ce type de structure semblent être attribuables aux phénomènes extrinsèques, tels que les pertes ohmiques et visco-élastiques

Puis la mise en œuvre technologique a permis d'aboutir à la fabrication d'un résonateur auto-suspendu, en combinant l'utilisation de wafers hybrides et la gravure ionique réactive profonde (DRIE) du quartz. Les premières étapes du développement ont été confrontées à plusieurs verrous technologiques, notamment lors de la gravure chimique par bain d'acide fluorhydrique (HF) du wafer hybride en quartz, malgré différentes caractérisations de la surface du wafer, aucune explication claire à ce phénomène n'a pu être apportée. Une solution a tout de même été mise en place et a permis l'avancement du développement

du procédé de fabrication. La suite du développement a ensuite nécessité une investigation approfondie des limitations liées au masque dur en nickel et au procédé de gravure DRIE. Deux problèmes ont été caractérisés et analysés, qui sont la contamination du masque dur par un composé fluoré et l'interdiffusion des électrodes dans le masque dur de nickel. Pour le premier problème, une modification du procédé de DRIE en ajoutant un décapage plasma en fin de procédé s'est montrée être une solution efficace. Pour le problème d'interdiffusion, deux solutions technologiques ont ainsi été mises en œuvre et validées expérimentalement. La première repose sur l'intégration d'une barrière de diffusion permettant la structuration des électrodes en suivant un procédé de microfabrication classique, propice à la définition de motifs de haute résolution. La seconde solution, utilisant la technique de spray-coating, qui permet la métallisation et la structuration des électrodes après la gravure DRIE.

Les résonateurs fabriqués ont ensuite été caractérisés électriquement, ce qui a permis de valider l'efficacité des solutions technologiques proposées, en démontrant une amélioration notable du facteur de qualité et des paramètres motionnels par rapport à des cellules ayant été fabriquées à partir d'un procédé non optimisé. Une étude du comportement en température a ensuite été menée : les premiers essais, réalisés avec une orientation cristalline inadaptée, se sont révélés non concluants. En revanche, l'utilisation d'une coupe SC a permis de valider expérimentalement le comportement thermique et thermomécanique du résonateur, confirmant que le design proposé est peu sensible au substrat utilisé, tel que modélisé dans le chapitre de conception. Enfin, l'intégration du résonateur au sein d'un oscillateur a mis en évidence le gain procuré par l'encapsulation sous vide, démontrant également la faisabilité d'un oscillateur quartz-MEMS. Les mesures de stabilité obtenues positionnent ce dispositif dans l'état de l'art, atteignant des planchers de bruit de phase comparables à ceux d'un oscillateur OCXO industriel, avec une stabilité à court terme particulièrement prometteuse. Le développement ultérieur d'un oscillateur de type TCXO ou OCXO permettrait d'envisager une amélioration significative de ses performances, notamment en terme de sensibilité à l'accélération, en vue d'une comparaison directe avec les oscillateurs MEMS existants.

Perspectives :

À l'issue de ce travail, plusieurs perspectives de recherche et d'amélioration technologique se dessinent afin d'approfondir les résultats obtenus et d'élargir les applications potentielles du résonateur quartz-MEMS développé, tant sur le plan de la modélisation que de la mise en œuvre expérimentale.

- Du point de vue de la modélisation et de la conception, un axe d'amélioration notable concerne la compréhension du facteur de qualité du mode fondamental. Bien que les résonateurs caractérisés aient démontré d'excellentes performances sur les harmoniques (avec un produit $Q \times f$ atteignant 10^{13}), une dégradation significative

du facteur de qualité sur le mode fondamental a été observée. Cette limitation impacte directement les performances de l'oscillateur associé. Une étude approfondie sur les mécanismes responsables de cette dégradation, ainsi que le développement d'un modèle analytique ou numérique permettant d'en prédire l'apparition, constitue une piste essentielle pour lever ce verrou technologique.

- Concernant la mise en œuvre technologique, bien que le procédé de fabrication ait été validé expérimentalement, plusieurs pistes restent à explorer. Tout d'abord, le caractère auto-suspendu du résonateur, développée dans cette thèse, ouvre la voie à l'utilisation de wafers supports alternatifs, notamment en silicium. Un tel choix permettrait non seulement d'éliminer l'usage de la gravure chimique par bain de HF, mais aussi de réduire les coûts de fabrication des wafers hybrides, grâce au coût inférieur des wafers en silicium. Par ailleurs, la robustesse du procédé mis en place suggère une possibilité de transfert vers d'autres systèmes, tels que le magnétomètre Magrit développé dans la thèse de Mauc [185], dont l'architecture se prête bien à une adaptation avec ce type de technologie.
- Une autre perspective d'intérêt concerne le développement d'un résonateur à électrodes déportées, à l'image de l'architecture BVA [78]. La combinaison de ce principe avec la géométrie proposée dans ces travaux pourrait permettre, en théorie, de concevoir un résonateur possédant simultanément une très faible sensibilité thermique, une insensibilité accélérométrique, ainsi qu'un vieillissement extrêmement réduit.
- L'étude menée sur les verrous liés au masque dur en nickel et à la gravure DRIE a conduit à une amélioration significative du procédé. Toutefois, cette investigation ouvre de nouvelles perspectives. En particulier, l'utilisation de la technologie ALD (Atomic Layer Deposition) pour le dépôt de la barrière de diffusion en alumine pourrait offrir une meilleure rugosité de surface, bénéfique à la performance des électrodes, tout en renforçant la stabilité chimique du dépôt, aujourd'hui à sa limite inférieure. De plus, la croissance observée de la couche de NiF_2 pendant l'étape de gravure pourrait être étudiée plus en détail : déterminer si cette couche améliore la sélectivité du masque ou s'il est préférable de la retirer rapidement pour éviter toute contamination est une question encore ouverte. Enfin, la découverte récente des propriétés d'altermagnétisme du NiF_2 [186] ouvre une perspective originale : la possibilité de créer des couches alter-magnétiques à grande échelle et de haute qualité cristalline, exploitables pour de futures applications.
- Les résultats obtenus avec les électrodes en aluminium, comparés à ceux obtenus avec les électrodes chrome-or, en particulier en ce qui concerne les harmoniques, mettent en évidence l'intérêt de poursuivre les recherches sur l'optimisation des électrodes, tant du point de vue du choix des matériaux que des géométries. Par ailleurs, les technologies développées dans le cadre de ces travaux apparaissent prometteuses pour la conception de résonateurs exploitant le troisième harmonique. En

complément, la diminution observée de la résistance motionnelle du mode C par rapport au mode B, grâce à une orientation et une dimension d'électrode correctement choisie, renforce l'intérêt d'approfondir les recherches sur l'optimisation des électrodes.

- Enfin, le prototypage d'un oscillateur thermostaté constitue une perspective particulièrement prometteuse. À partir de deux résonateurs en coupe SC, il serait envisageable de concevoir un oscillateur MOCXO (Microcomputer Compensated and Oven Controlled Crystal Oscillator) utilisant deux résonateurs distincts. Grâce aux deux modes de vibration présents dans cette coupe (modes B et C), le premier résonateur pourrait servir de référence métrologique via le mode C, tandis que le second, exploitant le mode B, fonctionnerait comme capteur thermique, permettant une correction en temps réel de la dérive thermique par compensation active.

Bibliographie

- [1] C. LAM, « A review of the recent development of MEMS and crystal oscillators and their impacts on the frequency control products industry, » in *2008 IEEE Ultrasonics Symposium*, 2008, p. 694-704. DOI : [10.1109/ULTSYM.2008.0167](https://doi.org/10.1109/ULTSYM.2008.0167) (cf. p. 1, 14).
- [2] R. L. KUBENA et al., « A Fully Integrated Quartz MEMS VHF TCXO, » *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, t. 65, n° 6, p. 904-910, 2018. DOI : [10.1109/TUFFC.2017.2786248](https://doi.org/10.1109/TUFFC.2017.2786248) (cf. p. 1, 12, 18, 87, 146).
- [3] P. CHAPPELLIER, « MEMS piézo-électriques pour applications temps-fréquence, » Theses, Université Bourgogne Franche-Comté, 2019 (cf. p. 1, 23, 78, 89, 98).
- [4] P. CURIE et J. CURIE, *Développement par compression de l'électricité polaire dans les cristaux hémihédres à faces inclinées*. Paris : Comptes rendus de l'Académie des Sciences, 1880, p. 294-295 (cf. p. 5, 35).
- [5] W. CADY, « The Piezo-Electric Resonator, » *Proceedings of the Institute of Radio Engineers*, t. 10, n° 2, p. 83-114, 1922. DOI : [10.1109/JRPROC.1922.219800](https://doi.org/10.1109/JRPROC.1922.219800) (cf. p. 5).
- [6] V. GIORDANO, « Génération de fréquence, » *Techniques de l'ingénieur Mesures et tests électroniques*, t. base documentaire : TIP674WEB. N° ref. article : r682, 2007, fre. DOI : [10.51257/a-v1-r682](https://doi.org/10.51257/a-v1-r682) (cf. p. 5, 16).
- [7] P. SALZENSTEIN, A. KUNA, L. SOJDR et J. CHAUVIN, « Significant step in ultra high stability quartz crystal oscillators, » *Electronics Letters*, t. 46, n° 21, p. 1433-1434, oct. 2010. DOI : [10.1049/e1.2010.1828](https://doi.org/10.1049/e1.2010.1828) (cf. p. 5).
- [8] L ESSEN et J. V. L. PARRY, « An Atomic Standard of Frequency and Time Interval : A Cæsium Resonator, » *Nature*, t. 176, n° 4476, p. 280-282, 1955. DOI : [10.1038/176280a0](https://doi.org/10.1038/176280a0) (cf. p. 6).
- [9] V. GERGINOV, G. W. HOTH, T. P. HEAVNER, T. E. PARKER, K. GIBBLE et J. A. SHERMAN, « Accuracy evaluation of primary frequency standard NIST-F4, » *Metrologia*, t. 62, n° 3, p. 035 002, 2025. DOI : [10.1088/1681-7575/adc7bd](https://doi.org/10.1088/1681-7575/adc7bd) (cf. p. 6).
- [10] M. HASEGAWA et al., « Microfabrication of cesium vapor cells with buffer gas for MEMS atomic clocks, » *Sensors and Actuators A : Physical*, t. 167, n° 2, p. 594-601, 2011, Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Workshop. DOI : <https://doi.org/10.1016/j.sna.2011.02.039> (cf. p. 6).
- [11] M. chargé de l'enseignement supérieur et de la RECHERCHE, *Nanosatellites, des objets volants miniaturisés*, <https://www.enseignementsup-recherche.gouv.fr/fr/nanosatellites-des-objets-volants-miniaturises-90377> [Consulté le : 23 juin 2025], 2023 (cf. p. 6).
- [12] NANOXPLORE, *Datasheet ULTRA300ES NX2H300TSA0*, <https://nanoxplore-wiki.atlassian.net/wiki/spaces/NAN/pages/11927553/ULTRA300> [Consulté le : 3 juillet 2025], 2024 (cf. p. 6).

- [13] S. GHAFARI et al., « Quantum Limit of Quality Factor in Silicon Micro and Nano Mechanical Resonators, » *Scientific Reports*, t. 3, n° 1, p. 3244, nov. 2013. DOI : [10.1038/srep03244](https://doi.org/10.1038/srep03244) (cf. p. 7, 18, 130).
- [14] G. PIAZZA, *MEMS Resonators for Frequency Control and Sensing Applications*, <https://ieee-uffc.org/technical-committees/frequency-control/educational-resources> [Consulté le : 06 juin 2025], 2011 (cf. p. 8).
- [15] A. PARTRIDGE, H.-C. LEE, P. HAGELIN et V. MENON, « We know that MEMS is replacing quartz. But why? And why now? » In *2013 Joint European Frequency and Time Forum and International Frequency Control Symposium (EFTF/IFCS)*, 2013, p. 411-416. DOI : [10.1109/EFTF-IFC.2013.6702311](https://doi.org/10.1109/EFTF-IFC.2013.6702311) (cf. p. 9).
- [16] J. E.-Y. LEE, J. YAN et A. A. SESHIA, « Study of lateral mode SOI-MEMS resonators for reduced anchor loss, » *Journal of Micromechanics and Microengineering*, t. 21, n° 4, p. 045 010, 2011. DOI : [10.1088/0960-1317/21/4/045010](https://doi.org/10.1088/0960-1317/21/4/045010) (cf. p. 9).
- [17] S. POURKAMALI, G. K. HO et F. AYAZI, « Low-Impedance VHF and UHF Capacitive Silicon Bulk Acoustic-Wave Resonators-Part II : Measurement and Characterization, » *IEEE Transactions on Electron Devices*, t. 54, n° 8, p. 2024-2030, 2007. DOI : [10.1109/TED.2007.901405](https://doi.org/10.1109/TED.2007.901405) (cf. p. 9, 18).
- [18] S. POURKAMALI, G. K. HO et F. AYAZI, « Low-Impedance VHF and UHF Capacitive Silicon Bulk Acoustic Wave Resonators-Part I : Concept and Fabrication, » *IEEE Transactions on Electron Devices*, t. 54, n° 8, p. 2017-2023, 2007. DOI : [10.1109/TED.2007.901403](https://doi.org/10.1109/TED.2007.901403) (cf. p. 9, 10).
- [19] H. LEE, A. PARTRIDGE et F. ASSADERAGHI, « Low jitter and temperature stable MEMS oscillators, » in *2012 IEEE International Frequency Control Symposium Proceedings*, 2012, p. 1-5. DOI : [10.1109/FCS.2012.6243704](https://doi.org/10.1109/FCS.2012.6243704) (cf. p. 9, 10).
- [20] A. K. SAMARAO et F. AYAZI, « Temperature Compensation of Silicon Resonators via Degenerate Doping, » *IEEE Transactions on Electron Devices*, t. 59, n° 1, p. 87-93, 2012. DOI : [10.1109/TED.2011.2172613](https://doi.org/10.1109/TED.2011.2172613) (cf. p. 10).
- [21] G. PILLAI et S.-S. LI, « Piezoelectric MEMS Resonators : A Review, » *IEEE Sensors Journal*, t. 21, n° 11, p. 12 589-12 605, 2021. DOI : [10.1109/JSEN.2020.3039052](https://doi.org/10.1109/JSEN.2020.3039052) (cf. p. 11, 18).
- [22] S. SHAHRANI, H. MANSOORZARE, A. MAHIGIR et R. ABDOLVAND, « Thickness-Lamé Thin-Film Piezoelectric-on-Silicon Resonators, » *Journal of Microelectromechanical Systems*, t. 29, n° 3, p. 296-305, 2020. DOI : [10.1109/JMEMS.2020.2972779](https://doi.org/10.1109/JMEMS.2020.2972779) (cf. p. 11, 18).
- [23] F. STRATTON et al., « A MEMS-based quartz resonator technology for GHz applications, » in *Proceedings of the 2004 IEEE International Frequency Control Symposium and Exposition, 2004.*, 2004, p. 27-34. DOI : [10.1109/FREQ.2004.1418425](https://doi.org/10.1109/FREQ.2004.1418425) (cf. p. 12, 16).
- [24] J. VIG, *Quartz Crystal Resonators and Oscillators for Frequency Control and Timing Applications - A Tutorial*, <https://ieee-uffc.org/technical-committees/>

- [frequency-control/educational-resources](#) [Consulté le : 28 mai 2025], 2016 (cf. p. 12, 16, 130).
- [25] R. M. WHITE et F. W. VOLTMER, « DIRECT PIEZOELECTRIC COUPLING TO SURFACE ELASTIC WAVES, » *Applied Physics Letters*, t. 7, n° 12, p. 314-316, déc. 1965. DOI : [10.1063/1.1754276](#) (cf. p. 13).
- [26] A. HAGELAUER et al., « From Microwave Acoustic Filters to Millimeter-Wave Operation and New Applications, » *IEEE Journal of Microwaves*, t. 3, n° 1, p. 484-508, 2023. DOI : [10.1109/JMW.2022.3226415](#) (cf. p. 13).
- [27] A. POHL, « A review of wireless SAW sensors, » *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, t. 47, n° 2, p. 317-332, 2000. DOI : [10.1109/58.827416](#) (cf. p. 13).
- [28] MICROCHIP, VS-800, <https://ww1.microchip.com/downloads/aemdocuments/documents/RFSP/ProductDocuments/DataSheets/VS-800.pdf> [Consulté le : 10 juin 2025], 2020 (cf. p. 13).
- [29] R. DINGER, « A Miniature Quartz Resonator Vibrating at 1 MHz, » in *Thirty Fifth Annual Frequency Control Symposium*, 1981, p. 144-148. DOI : [10.1109/FREQ.1981.200468](#) (cf. p. 14, 18).
- [30] C. LAM, A. GAO, C.-M. LIN et J. ZOU, « A review of Lamé and Lamb mode crystal resonators for timing applications and prospects of Lamé and Lamb mode PiezoMEMS resonators for filtering applications, » in *Proc. Int. Symp. Acoustic Devices Future Mobile Commun. Syst.*, 2018, p. 1-12 (cf. p. 14).
- [31] H. KAWASHIMA, M. MATSUYAMA et K. SUNAGA, « Lamé-mode quartz crystal resonators, » in *Proceedings of 1996 IEEE International Frequency Control Symposium*, 1996, p. 416-421. DOI : [10.1109/FREQ.1996.559890](#) (cf. p. 15).
- [32] H. KANIE, Y. TODO, Y. HIROTA, M. FURUKAWA, T. UENO et K. TADAMATSU, « Zero temperature coefficient characteristic of four-corner-truncated square quartz resonator supported at four nodal points in Lamé mode, » in *2010 IEEE International Frequency Control Symposium*, 2010, p. 52-55. DOI : [10.1109/FREQ.2010.5556376](#) (cf. p. 15).
- [33] P. SCHMITT, « High-Q BT-Cut Resonators in Flat Configuration, » in *28th Annual Symposium on Frequency Control*, 1974, p. 67-72. DOI : [10.1109/FREQ.1974.200004](#) (cf. p. 16).
- [34] J.-P. AUBRY, « Composants piézo-électriques, » *Techniques de l'ingénieur Mesures et tests électroniques*, t. base documentaire : TIP674WEB. N° ref. article : e2205, 1998. DOI : [10.51257/a-v1-e2205](#) (cf. p. 16).
- [35] S. BALLANDRAS et al., « High overtone Bulk Acoustic Resonators : application to resonators, filters and sensors, » in *Acoustics 2012 Nantes*, S. F. D'ACOUSTIQUE, éd., Nantes, France, avr. 2012 (cf. p. 16).
- [36] K. LAKIN, G. KLINE et K. MCCARRON, « High Q microwave acoustic resonators and filters, » in *1993 IEEE MTT-S International Microwave Symposium Digest*, 1993, 1517-1520 vol.3. DOI : [10.1109/22.260698](#) (cf. p. 16).

- [37] T. BARON et al., « Temperature compensated radio-frequency harmonic bulk acoustic resonators pressure sensors, » in *2010 IEEE International Ultrasonics Symposium*, 2010, p. 2040-2043. DOI : [10.1109/ULTSYM.2010.5935869](https://doi.org/10.1109/ULTSYM.2010.5935869) (cf. p. 16).
- [38] T. BARON et al., « Low-g sensitivity of HBAR oscillator, » in *2014 European Frequency and Time Forum (EFTF)*, 2014, p. 431-434. DOI : [10.1109/EFTF.2014.7331528](https://doi.org/10.1109/EFTF.2014.7331528) (cf. p. 16, 71).
- [39] C.-Y. CHEN, S.-S. LI, M.-H. LI, A. GAO, R. LU et S. GONG, « Q-enhanced Lithium Niobate SH0 Resonators with Optimized Acoustic Boundaries, » in *2019 Joint Conference of the IEEE International Frequency Control Symposium and European Frequency and Time Forum (EFTF/IFC)*, 2019, p. 1-4. DOI : [10.1109/FCS.2019.8856007](https://doi.org/10.1109/FCS.2019.8856007) (cf. p. 18).
- [40] L. COLOMBO, A. KOCHHAR, G. VIDAL-ALVAREZ, P. SIMEONI, U. SOYSAL et G. PIAZZA, « Sub-GHz X-Cut Lithium Niobate S0 Mode MEMS Resonators, » *Journal of Microelectromechanical Systems*, t. 31, n° 6, p. 888-900, 2022. DOI : [10.1109/JMEMS.2022.3204449](https://doi.org/10.1109/JMEMS.2022.3204449) (cf. p. 18).
- [41] D. T. CHANG et al., « Nonlinear UHF quartz MEMS oscillator with phase noise reduction, » in *2013 IEEE 26th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, 2013, p. 781-784. DOI : [10.1109/MEMSYS.2013.6474359](https://doi.org/10.1109/MEMSYS.2013.6474359) (cf. p. 18).
- [42] H. KAWASHIMA et M. NAKAZATO, « Variational analysis of new shape length extensional mode quartz crystal resonator taking account of lateral motion, » in *44th Annual Symposium on Frequency Control*, 1990, p. 378-386. DOI : [10.1109/FREQ.1990.177523](https://doi.org/10.1109/FREQ.1990.177523) (cf. p. 18).
- [43] H. KAWASHIMA, « New cuts for width-extensional mode quartz crystal resonators, » *Electronics and Communications in Japan (Part III : Fundamental Electronic Science)*, t. 76, n° 12, p. 28-36, 1993. DOI : [10.1002/ecjc.4430761203](https://doi.org/10.1002/ecjc.4430761203) (cf. p. 18).
- [44] Y. YOKOYAMA, H. KAWASHIMA et H. KANIE, « Design and fabrication of a mode rectangular X-cut quartz resonator with zero temperature coefficient, » *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, t. 53, n° 5, p. 847-852, 2006. DOI : [10.1109/TUFFC.2006.1632675](https://doi.org/10.1109/TUFFC.2006.1632675) (cf. p. 18).
- [45] R. L. KUBENA et al., « Next Generation Quartz Oscillators and Filters for VHF-UHF Systems, » in *2006 IEEE MTT-S International Microwave Symposium Digest*, 2006, p. 668-671. DOI : [10.1109/MWSYM.2006.249703](https://doi.org/10.1109/MWSYM.2006.249703) (cf. p. 18).
- [46] K. SUNDARESAN, G. K. HO, S. POURKAMALI et F. AYAZI, « A Low Phase Noise 100MHz Silicon BAW Reference Oscillator, » in *IEEE Custom Integrated Circuits Conference 2006*, 2006, p. 841-844. DOI : [10.1109/CICC.2006.320843](https://doi.org/10.1109/CICC.2006.320843) (cf. p. 18).
- [47] T. MATTILA et al., « A 12 MHz micromechanical bulk acoustic mode oscillator, » *Sensors and Actuators A : Physical*, t. 101, n° 1, p. 1-9, 2002. DOI : [10.1016/S0924-4247\(02\)00204-2](https://doi.org/10.1016/S0924-4247(02)00204-2) (cf. p. 18).
- [48] V. KAAJAKARI, T. MATTILA, A. OJA, J. KIIHAMAKI et H. SEPPA, « Square-extensional mode single-crystal silicon micromechanical resonator for low-phase-noise oscillator

- applications, » *IEEE Electron Device Letters*, t. 25, n° 4, p. 173-175, 2004. DOI : [10.1109/LED.2004.824840](https://doi.org/10.1109/LED.2004.824840) (cf. p. 18).
- [49] J.-Y. LEE et A. SESHIA, « 5.4-MHz single-crystal silicon wine glass mode disk resonator with quality factor of 2 million, » *Sensors and Actuators A : Physical*, t. 156, n° 1, p. 28-35, 2009, EUROSENSORS XXII, 2008. DOI : [10.1016/j.sna.2009.02.007](https://doi.org/10.1016/j.sna.2009.02.007) (cf. p. 18).
- [50] G. XEREAS et V. P. CHODAVARAPU, « Wafer-Level Vacuum-Encapsulated Lamé Mode Resonator With f-Q Product of 2.23×10^{13} Hz, » *IEEE Electron Device Letters*, t. 36, n° 10, p. 1079-1081, 2015. DOI : [10.1109/LED.2015.2464713](https://doi.org/10.1109/LED.2015.2464713) (cf. p. 18).
- [51] K. E. WOJCIECHOWSKI, R. H. OLSSON, M. R. TUCK, E. ROHERTY-OSMUN et T. A. HILL, « Single-chip precision oscillators based on multi-frequency, high-Q aluminum nitride MEMS resonators, » in *TRANSDUCERS 2009 - 2009 International Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference*, 2009, p. 2126-2130. DOI : [10.1109/SENSOR.2009.5285626](https://doi.org/10.1109/SENSOR.2009.5285626) (cf. p. 18).
- [52] R. ABDOLVAND, H. M. LAVASANI, G. K. HO et F. AYAZI, « Thin-film piezoelectric-on-silicon resonators for high-frequency reference oscillator applications, » *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, t. 55, n° 12, p. 2596-2606, 2008. DOI : [10.1109/TUFFC.2008.976](https://doi.org/10.1109/TUFFC.2008.976) (cf. p. 18).
- [53] M. W. U. SIDDIQI et J. E.-Y. LEE, « AlN-on-Si MEMS resonator bounded by wide acoustic bandgap two-dimensional phononic crystal anchors, » in *2018 IEEE Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, 2018, p. 727-730. DOI : [10.1109/MEMSYS.2018.8346658](https://doi.org/10.1109/MEMSYS.2018.8346658) (cf. p. 18).
- [54] W. CHEN, W. JIA, Y. XIAO et G. WU, « Design, Modeling and Characterization of High-Performance Bulk-Mode Piezoelectric MEMS Resonators, » *Journal of Microelectromechanical Systems*, t. 31, n° 3, p. 318-327, 2022. DOI : [10.1109/JMEMS.2022.3159995](https://doi.org/10.1109/JMEMS.2022.3159995) (cf. p. 18).
- [55] S. BALLANDRAS, W. STEICHEN, E. BRIOT, M. SOLAL, M. DOISY et J.-M. HODE, « A new triply rotated quartz cut for the fabrication of low loss IF SAW filters, » *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, t. 51, n° 1, p. 121-126, 2004. DOI : [10.1109/TUFFC.2004.1268474](https://doi.org/10.1109/TUFFC.2004.1268474) (cf. p. 19).
- [56] *IEEE Standard on Piezoelectricity*, 1988. DOI : [10.1109/IEEESTD.1988.79638](https://doi.org/10.1109/IEEESTD.1988.79638) (cf. p. 19, 20).
- [57] F. R. LACK, G. W. WILLARD et I. E. FAIR, « Some Improvements in Quartz Crystal Circuit Elements, » *Bell System Technical Journal*, t. 13, p. 453-463, 3 1934. DOI : [10.1002/J.1538-7305.1934.TB00674.X](https://doi.org/10.1002/J.1538-7305.1934.TB00674.X) (cf. p. 20).
- [58] H. KAWASHIMA, « An analysis of frequency temperature characteristics and electrical equivalent circuit parameters of a new shape GT cut quartz crystal resonator formed by an etching method, » t. 1, Publ by IEEE, 1989, p. 465-470. DOI : [10.1109/ultsym.1989.67028](https://doi.org/10.1109/ultsym.1989.67028) (cf. p. 20).

- [59] N. GUFFLET, F. STHAL, J. J. BOY, R. BOURQUIN et M. MOUREY, « Doubly rotated quartz resonators with a low amplitude-frequency effect : The LD-cut, » *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, t. 48, p. 1681-1685, 6 nov. 2001. DOI : [10.1109/58.971721](https://doi.org/10.1109/58.971721) (cf. p. 21).
- [60] E. P. EARNISSE, « Activity dips in FC-cut resonators from interaction with a modes at twice the frequency, » 2000, p. 331-333. DOI : [10.1109/freq.2000.887376](https://doi.org/10.1109/freq.2000.887376) (cf. p. 21).
- [61] M. VALDOIS, B. K. SINHA et J. J. BOY, « Experimental verification of stress compensation in the SBTC-cut, » t. 1, Publ by IEEE, oct. 1988, p. 347-352. DOI : [10.1109/ultsym.1988.49397](https://doi.org/10.1109/ultsym.1988.49397) (cf. p. 21).
- [62] E. EERNISSE, « Quartz Resonator Frequency Shifts Arising from Electrode Stress, » Institute of Electrical et Electronics Engineers (IEEE), juill. 1975, p. 1-4. DOI : [10.1109/freq.1975.200056](https://doi.org/10.1109/freq.1975.200056) (cf. p. 21).
- [63] H. IWATA, « Miniaturized ultrahigh frequency fundamental quartz resonators, » *IEICE Electronics Express*, t. 1, n° 12, p. 346-351, 2004. DOI : [10.1587/elex.1.346](https://doi.org/10.1587/elex.1.346) (cf. p. 22).
- [64] R. CERDA, *Understanding Quartz Crystals and Oscillators*. 2014 (cf. p. 22, 73, 130, 132, 145).
- [65] T. ABE et Y. ITASAKA, « A fabrication method of high-Q quartz crystal resonator using double-layered etching mask for DRIE, » *Sensors and Actuators A : Physical*, t. 188, p. 503-506, 2012, Selected papers from The 16th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems. DOI : <https://doi.org/10.1016/j.sna.2012.02.006> (cf. p. 23).
- [66] J. J. BOY, H. TAVERNIER, X. VACHERET, T. LAROCHE et A. CLAIRET, « Collective fabrication of 20 MHz resonators by deep Reactive Ion Etching on 3” quartz wafers, » in *2011 Joint Conference of the IEEE International Frequency Control and the European Frequency and Time Forum (FCS) Proceedings*, 2011, p. 1-5. DOI : [10.1109/FCS.2011.5977812](https://doi.org/10.1109/FCS.2011.5977812) (cf. p. 23, 176).
- [67] H MORICEAU et al., « Overview of recent direct wafer bonding advances and applications, » *Advances in Natural Sciences : Nanoscience and Nanotechnology*, t. 1, n° 4, p. 043 004, 2011. DOI : [10.1088/2043-6262/1/4/043004](https://doi.org/10.1088/2043-6262/1/4/043004) (cf. p. 23).
- [68] T. ABE, K. SUNAGAWA, A. UCHIYAMA, K. YOSHIKAWA et Y. NAKAZATO, « Fabrication and Bonding Strength of Bonded Silicon-Quartz Wafers, » *Japanese Journal of Applied Physics*, t. 32, n° 1S, p. 334, 1993. DOI : [10.1143/JJAP.32.334](https://doi.org/10.1143/JJAP.32.334) (cf. p. 23).
- [69] P. RANGSTEN, Ö. VALLIN, K. HERMANSSON et Y. BÄCKLUND, « Quartz to Quartz Direct Bonding, » *Journal of The Electrochemical Society*, t. 146, n° 3, p. 1104, 1999. DOI : [10.1149/1.1391728](https://doi.org/10.1149/1.1391728) (cf. p. 24).
- [70] R. WOLFFENBUTTEL et K. WISE, « Low-temperature silicon wafer-to-wafer bonding using gold at eutectic temperature, » *Sensors and Actuators A : Physical*, t. 43, n° 1, p. 223-229, 1994. DOI : [https://doi.org/10.1016/0924-4247\(93\)00653-L](https://doi.org/10.1016/0924-4247(93)00653-L) (cf. p. 24).

- [71] B DULMET, R BOURQUIN et E BIGLER, « Lagrangian effective material constants for the modeling of thermal behavior of acoustic waves in piezoelectric crystals. II. Applications and numerical values for quartz, » *Citation : The Journal of the Acoustical Society of America*, t. 110, p. 1800, 2001. DOI : [10.1121/1.1391251](https://doi.org/10.1121/1.1391251) (cf. p. 25).
- [72] F. STHAL et al., « Thermal characterization of crystal ovens used in phase noise measurement system, » in *2006 IEEE International Frequency Control Symposium and Exposition*, 2006, p. 736-739. DOI : [10.1109/FREQ.2006.275480](https://doi.org/10.1109/FREQ.2006.275480) (cf. p. 25, 132).
- [73] D. JANIAUD, « Modélisation de l'influence d'une accélération sur la fréquence des résonateurs à quartz, » Thèse de Docteur-Ingénieur, Faculté des Sciences de Besançon, 1978 (cf. p. 26, 63).
- [74] R. DELAITE, « Résonateur à quartz pour environnement sévère, » *Revue de Physique Appliquée*, t. 20, p. 741-752, 10 oct. 1985. DOI : [10.1051/RPHYSAP:019850020010074100](https://doi.org/10.1051/RPHYSAP:019850020010074100) (cf. p. 26, 63, 66, 68).
- [75] R. DELAITE et J.-P. VALENTIN, « Compensation des effets mécaniques dans un cristal de coupe SC, » *Revue de Physique Appliquée*, t. 22, p. 119-123, 2 fév. 1987. DOI : [10.1051/RPHYSAP:01987002202011900](https://doi.org/10.1051/RPHYSAP:01987002202011900) (cf. p. 26, 63, 66, 68).
- [76] F. L. WALLS et J. J. GAGNEPAIN, « Environmental Sensitivities of Quartz Oscillators, » *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, t. 39, p. 241-249, 2 1992. DOI : [10.1109/58.139120](https://doi.org/10.1109/58.139120) (cf. p. 26).
- [77] R. L. FILLER, « The Acceleration Sensitivity of Quartz Crystal Oscillators : A Review, » *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, t. 35, p. 297-305, 3 1988. DOI : [10.1109/58.20450](https://doi.org/10.1109/58.20450) (cf. p. 26).
- [78] R. J. BESSON, J. J. BOY et F. DEYZAC, « Acceleration sensitivity of BVA resonators, » *Proceedings of the Annual IEEE International Frequency Control Symposium*, p. 457-463, 1996. DOI : [10.1109/FREQ.1996.559895](https://doi.org/10.1109/FREQ.1996.559895) (cf. p. 26, 27, 63, 151).
- [79] A. LO et al., « Acoustic Tests of Lorentz Symmetry Using Quartz Oscillators, » *Phys. Rev. X*, t. 6, p. 011 018, 1 fév. 2016. DOI : [10.1103/PhysRevX.6.011018](https://doi.org/10.1103/PhysRevX.6.011018) (cf. p. 26).
- [80] R. B. HASKELL, P. E. MORLEY et D. S. STEVENS, « High Q, precision SC cut resonators with low acceleration sensitivity, » *Proceedings of the Annual IEEE International Frequency Control Symposium*, p. 111-118, 2002. DOI : [10.1109/FREQ.2002.1075866](https://doi.org/10.1109/FREQ.2002.1075866) (cf. p. 27, 71).
- [81] C.-Y. CHANG, P.-C. HSIEH, C.-W. YAO, C.-C. YANG et S.-S. LI, « A Selective Overtone MEMS-based Quartz Oscillator with Low Acceleration Sensitivity, » in *2023 International Electron Devices Meeting (IEDM)*, 2023, p. 1-4. DOI : [10.1109/IEDM45741.2023.10413831](https://doi.org/10.1109/IEDM45741.2023.10413831) (cf. p. 28, 121).
- [82] G. LIPPMANN, *Principe de la conservation de l'électricité*. Paris : Crochard, V.Masson, 1881 (cf. p. 35).
- [83] D. ROYER et V.-B. TONY, *Elastic Waves in Solids, Volume 1*. Wiley-ISTE, 2022 (cf. p. 36).

- [84] H. F. TIERSTEN, *Linear Piezoelectric Plate Vibrations*. Springer US, 1969. DOI : [10.1007/978-1-4899-6453-3](https://doi.org/10.1007/978-1-4899-6453-3) (cf. p. 37).
- [85] K. VAN DYKE, « The Piezo-Electric Resonator and Its Equivalent Network, » *Proceedings of the Institute of Radio Engineers*, t. 16, n° 6, p. 742-764, 1928. DOI : [10.1109/JRPROC.1928.221466](https://doi.org/10.1109/JRPROC.1928.221466) (cf. p. 38).
- [86] A ARNAU, Y JIMÉNEZ, T. SOGORB, Y. J. NEZ et T SOGORB, « Thickness-shear mode quartz crystal resonators in viscoelastic fluid media, » *Journal of Applied Physics*, t. 88, p. 4498-4506, 2000. DOI : [10.1063/1.1309122](https://doi.org/10.1063/1.1309122) (cf. p. 39, 40).
- [87] G. SAUERBREY, « Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung, » *Zeitschrift für Physik*, t. 55, p. 206-222, 1959 (cf. p. 47).
- [88] R. D. MINDLIN, « FREQUENCIES OF PIEZOELECTRICALLY FORCED VIBRATIONS OF ELECTRODED, DOUBLY ROTATED, QUARTZ PLATES, » *Int. J. Solid Structures*, t. 20, p. 141-157, 2 1984 (cf. p. 49).
- [89] P. C. LEE et J. P. HOU, « Vibrations of doubly-rotated piezoelectric crystal strip with a pair of electrode-plated, traction-free edges, » *Proceedings of the 39th Annual Symposium on Frequency Control*, p. 742-764, 1985 (cf. p. 49).
- [90] P. C. LEE et W. S. LIN, « Piezoelectrically forced vibrations of rectangular SC-cut quartz plates, » *Journal of Applied Physics*, t. 83, p. 7822-7833, 12 juin 1998. DOI : [10.1063/1.367957](https://doi.org/10.1063/1.367957) (cf. p. 49-53, 62).
- [91] I. KOGA, « Radio-Frequency Vibrations of Rectangular AT-Cut Quartz Plates, » *Journal of Applied Physics*, t. 34, n° 8, p. 2357-2365, 1963. DOI : [10.1063/1.1702746](https://doi.org/10.1063/1.1702746) (cf. p. 49).
- [92] M. NAKAZAWA, K. HORIUCHI et H. ITO, « Frequency mode charts of rectangular AT-cut quartz plates, » *IEEE Symposium on Ultrasonics*, t. 1, p. 547-555, 1990. DOI : [10.1109/ULTSYM.1990.171423](https://doi.org/10.1109/ULTSYM.1990.171423) (cf. p. 49).
- [93] R. D. MINDLIN et P. C. LEE, « Thickness-shear and flexural vibrations of partially plated, crystal plates, » *International Journal of Solids and Structures*, t. 2, p. 125-139, 1 1966. DOI : [10.1016/0020-7683\(66\)90010-2](https://doi.org/10.1016/0020-7683(66)90010-2) (cf. p. 55).
- [94] J. GAGNEPAIN, J. UEBERSFELD, G. GOUJON et P. HANDEL, « Relation Between 1/f Noise and Q-Factor in Quartz Resonators at Room and Low Temperatures, First Theoretical Interpretation, » in *Thirty Fifth Annual Frequency Control Symposium*, 1981, p. 476-483. DOI : [10.1109/FREQ.1981.200515](https://doi.org/10.1109/FREQ.1981.200515) (cf. p. 55).
- [95] T. PERRIER, « Développement d'un micro-magnétomètre vibrant, » n° 2022UPAST044, mars 2022 (cf. p. 56, 60).
- [96] C. Z. WAYMAN, « Internal Friction in Solids I. Theory of Internal Friction in Reeds, » *AJGUST*, t. 1, 7 1937. DOI : <https://doi.org/10.1103/PhysRev.52.230> (cf. p. 56, 57).
- [97] J. TASI, « Thermoelastic Dissipation in Thickness-Shear and Flexural Vibrations of AT-Cut Quartz Plates, » *The Journal of the Acoustical Society of America*, t. 36, p. 1929-1933, 10 oct. 1964. DOI : [10.1121/1.1919296](https://doi.org/10.1121/1.1919296) (cf. p. 56, 57).

- [98] R. LIFSHITZ et M. L. ROUKES, « Thermoelastic damping in micro- and nanomechanical systems, » *Phys. Rev. B*, t. 61, p. 5600-5609, 8 fév. 2000. DOI : [10.1103/PhysRevB.61.5600](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.61.5600) (cf. p. 57).
- [99] J. LARSON, P. BRADLEY, S. WARTENBERG et R. RUBY, « Modified Butterworth-Van Dyke circuit for FBAR resonators and automated measurement system, » in *2000 IEEE Ultrasonics Symposium. Proceedings. An International Symposium (Cat. No.00CH37121)*, t. 1, 2000, 863-868 vol.1. DOI : [10.1109/ULTSYM.2000.922679](https://doi.org/10.1109/ULTSYM.2000.922679) (cf. p. 57).
- [100] B. BOURGETEAU-VERLHAC, R. LÉVY, T. PERRIER, P. LAVENUS, J. GUÉRARD et O. LE TRAON, « Gold thin film viscoelastic losses of a length extension mode resonator, » in *2016 European Frequency and Time Forum (EFTF)*, 2016, p. 1-4. DOI : [10.1109/EFTF.2016.7477774](https://doi.org/10.1109/EFTF.2016.7477774) (cf. p. 60).
- [101] F. ZARA, « Modèle mécanique d'une plaque mince, » Doctoral, Lecture, France, mai 2017 (cf. p. 69).
- [102] C.-C. YANG, Y.-C. CHEN, C.-Y. CHANG et S.-S. LI, « Low-G Sensitivity Design and Implementation for Commercial Quartz Crystal Oscillators, » *2024 IEEE Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control Joint Symposium (UFFC-JS)*, p. 1-3, sept. 2024. DOI : [10.1109/UFFC-JS60046.2024.10794175](https://doi.org/10.1109/UFFC-JS60046.2024.10794175) (cf. p. 71).
- [103] O. RONAT, *MEMS Oscillators Take On Hypersonic Challenges | 2022-09-10 | Microwave Journal*, sept. 2022 (cf. p. 71).
- [104] M MOSSAMMAPARAST, P MULLIN, L RONCHETTI, R KOEHLER et N TICHES, « Techniques on Crystal Oscillator Vibration Compensation, » *Journal of Physics : Conference Series*, t. 2889, n° 1, p. 012 010, nov. 2024. DOI : [10.1088/1742-6596/2889/1/012010](https://doi.org/10.1088/1742-6596/2889/1/012010) (cf. p. 71).
- [105] O. LE TRAON, F. DEYZAC, D. JANIAUD et S. MULLER, « The VIA vibrating beam accelerometer : a new quartz micromachined sensor, » in *Proceedings of the 1999 Joint Meeting of the European Frequency and Time Forum and the IEEE International Frequency Control Symposium (Cat. No.99CH36313)*, t. 2, 1999, 1041-1044 vol.2. DOI : [10.1109/FREQ.1999.841483](https://doi.org/10.1109/FREQ.1999.841483) (cf. p. 79).
- [106] J. GUÉRARD et al., « The GYTRIX Quartz Crystal Axisymmetric MemS GYRO : Preliminary measurements, » in *2024 IEEE International Symposium on Inertial Sensors and Systems (INERTIAL)*, 2024, p. 1-3. DOI : [10.1109/INERTIAL60399.2024.10502036](https://doi.org/10.1109/INERTIAL60399.2024.10502036) (cf. p. 79).
- [107] J.-Y. JIN, S. YOO, J.-S. BAE et Y.-K. KIM, « Deep wet etching of borosilicate glass and fused silica with dehydrated AZ4330 and a Cr/Au mask, » *Journal of Micromechanics and Microengineering*, t. 24, n° 1, p. 015 003, 2013. DOI : [10.1088/0960-1317/24/1/015003](https://doi.org/10.1088/0960-1317/24/1/015003) (cf. p. 80).
- [108] F. E. H. TAY, C. ILIESCU, J. JING et J. MIAO, « Defect-free wet etching through pyrex glass using Cr/Au mask, » *Microsystem Technologies*, t. 12, n° 10, p. 935-939, 2006. DOI : [10.1007/s00542-006-0116-0](https://doi.org/10.1007/s00542-006-0116-0) (cf. p. 80).

- [109] M. BU, T. MELVIN, G. J. ENSELL, J. S. WILKINSON et A. G. EVANS, « A new masking technology for deep glass etching and its microfluidic application, » *Sensors and Actuators A : Physical*, t. 115, n° 2, p. 476-482, 2004, The 17th European Conference on Solid-State Transducers. DOI : [10.1016/j.sna.2003.12.013](https://doi.org/10.1016/j.sna.2003.12.013) (cf. p. 80, 84).
- [110] « Spécification géométrique des produits (GPS) — État de surface : Méthode du profil, » International Organization for Standardization, Geneva, CH, Standard, 2021 (cf. p. 80).
- [111] P. TEREK et al., « Surface Roughness and Its Effect on Adhesion and Tribological Performance of Magnetron Sputtered Nitride Coatings, » *Coatings*, t. 14, n° 8, 2024. DOI : [10.3390/coatings14081010](https://doi.org/10.3390/coatings14081010) (cf. p. 81).
- [112] C. A. ROHDE, H. WARE, F. MACMILLAN, M. MELADZE et M. C. SIMPSON, « Selective gold film removal from multi-layer substrates with nanosecond UV pulsed laser ablation, » *Applied Physics A*, t. 111, n° 2, p. 531-537, 2013. DOI : [10.1007/s00339-013-7617-3](https://doi.org/10.1007/s00339-013-7617-3) (cf. p. 85).
- [113] C. HAYDEN et C. DALTON, « Direct patterning of microelectrode arrays using femtosecond laser micromachining, » *Applied Surface Science*, t. 256, n° 12, p. 3761-3766, 2010. DOI : <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.01.022> (cf. p. 85).
- [114] J.-L. ZHANG et al., « Research on Trimming Frequency-Increasing Technology for Quartz Crystal Resonator Using Laser Etching, » *Micromachines*, t. 12, n° 8, 2021. DOI : [10.3390/mi12080894](https://doi.org/10.3390/mi12080894) (cf. p. 85).
- [115] A. SAADANI, P. LAVENUS, O. LE TRAON, G. HWANG et F. STHAL, « Inkjet printing of thin electrodes for quartz resonators, » in *2018 European Frequency and Time Forum (EFTF)*, 2018, p. 10-12. DOI : [10.1109/EFTF.2018.8408986](https://doi.org/10.1109/EFTF.2018.8408986) (cf. p. 85).
- [116] S. QUESTE, G. ULLIAC, J.-C. JEANNOT et C. KHAN MALEK, « DRIE of non-conventional materials : first results, » in *Proc. 4th Int. Conference Multi-Material Micro Manufacture (4M2008)*, S. Dimov et W. Menz (Ed), Cardiff, UK., S. D. et W. MENZ (ED), éd., Cardiff, United Kingdom, sept. 2008, p. 171-174 (cf. p. 87, 89).
- [117] M. HUFF, « Recent Advances in Reactive Ion Etching and Applications of High-Aspect-Ratio Microfabrication, » *Micromachines*, t. 12, n° 8, 2021. DOI : [10.3390/mi12080991](https://doi.org/10.3390/mi12080991) (cf. p. 87).
- [118] F. LAERMER et A. URBAN, « MEMS at Bosch – Si plasma etch success story, history, applications, and products, » *Plasma Processes and Polymers*, t. 16, n° 9, p. 1 800 207, 2019. DOI : [10.1002/ppap.201800207](https://doi.org/10.1002/ppap.201800207) (cf. p. 87).
- [119] M. OUHABAZ et al., « Microfabrication of piezoelectric MEMS based on thick LiNbO3 single-crystal films, » *Nanotechnology*, t. 35, n° 18, p. 185 504, 2024. DOI : [10.1088/1361-6528/ad1b00](https://doi.org/10.1088/1361-6528/ad1b00) (cf. p. 87, 89).
- [120] A. A. OSIPOV et al., « Deep Etching of LiNbO3 Using Inductively Coupled Plasma in SF6-Based Gas Mixture, » *Journal of Microelectromechanical Systems*, t. 30, p. 90-95, 1 fév. 2021. DOI : [10.1109/JMEMS.2020.3039350](https://doi.org/10.1109/JMEMS.2020.3039350) (cf. p. 87).

- [121] S. BENCHABANE, L. ROBERT, J.-Y. RAUCH, A. KHELIF et V. LAUDE, « Highly selective electroplated nickel mask for lithium niobate dry etching, » *Journal of Applied Physics*, t. 105, n° 9, p. 094 109, mai 2009. DOI : [10.1063/1.3125315](https://doi.org/10.1063/1.3125315) (cf. p. 87, 89).
- [122] W. PARK et al., « Ridge structure etching of LiNbO₃ crystal for optical waveguide applications, » *Optical Materials*, t. 28, n° 3, p. 216-220, 2006. DOI : [10.1016/j.optmat.2004.07.023](https://doi.org/10.1016/j.optmat.2004.07.023) (cf. p. 87, 89).
- [123] M. PEDERSEN et M. HUFF, « Plasma Etching of Deep High-Aspect Ratio Features Into Fused Silica, » *Journal of Microelectromechanical Systems*, t. 26, n° 2, p. 448-455, 2017. DOI : [10.1109/JMEMS.2017.2661959](https://doi.org/10.1109/JMEMS.2017.2661959) (cf. p. 87, 89).
- [124] N. VAN TOAN, M. TODA et T. ONO, « An Investigation of Processes for Glass Micro-machining, » *Micromachines*, t. 7, n° 3, 2016. DOI : [10.3390/mi7030051](https://doi.org/10.3390/mi7030051) (cf. p. 87, 89).
- [125] Z. CAO et al., « Drie of fused silica, » in *2013 IEEE 26th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, sér. 2013 IEEE 26th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), 2013, p. 361-364. DOI : [10.1109/MEMSYS.2013.6474253](https://doi.org/10.1109/MEMSYS.2013.6474253) (cf. p. 87).
- [126] N. BEYDOUN, M. LAZAR et X. GASSMANN, « Surface engineering for SiC etching with Ni electroplating masks, » in *2022 International Semiconductor Conference (CAS)*, 2022, p. 119-122. DOI : [10.1109/CAS56377.2022.9934701](https://doi.org/10.1109/CAS56377.2022.9934701) (cf. p. 87, 89).
- [127] S.-D. KO, B. HAMELIN, J. YANG et F. AYAZI, « High-Q monocrystalline silicon carbide disk resonators fabricated using drie of thick SiC-on-insulator substrates, » in *2018 IEEE Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, sér. 2018 IEEE Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), 2018, p. 996-999. DOI : [10.1109/MEMSYS.2018.8346726](https://doi.org/10.1109/MEMSYS.2018.8346726) (cf. p. 87, 89).
- [128] J. LI et al., « Morphology improvement of SiC trench by inductively coupled plasma etching using Ni/Al₂O₃ bilayer mask, » *Materials Science in Semiconductor Processing*, t. 67, p. 104-109, 2017. DOI : <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2017.05.022> (cf. p. 87, 89).
- [129] P. CHAPPELLIER, P. LAVENUS, O. LE TRAON et B. DULMET, « High Q 2D-length extension mode resonators for potential time–frequency applications, » *Microsystem Technologies*, t. 28, n° 6, p. 1485-1496, 2022. DOI : [10.1007/s00542-019-04575-0](https://doi.org/10.1007/s00542-019-04575-0) (cf. p. 87, 89, 101).
- [130] A. KAMIJO, S. MONOE, N. MURAYAMA, T. SAITO et N. KIMURA, « Wafer-level quartz dry etching technology, » *IFCS 2014 - 2014 IEEE International Frequency Control Symposium, Proceedings*, 2014. DOI : [10.1109/FCS.2014.6859862](https://doi.org/10.1109/FCS.2014.6859862) (cf. p. 87).
- [131] T. ABE et M. ESASHI, « One-chip multichannel quartz crystal microbalance (QCM) fabricated by Deep RIE, » *Sensors and Actuators A : Physical*, t. 82, n° 1, p. 139-143, 2000. DOI : [10.1016/S0924-4247\(99\)00330-1](https://doi.org/10.1016/S0924-4247(99)00330-1) (cf. p. 87, 89).

- [132] Y. HUANG, H. QIU, F. WANG, L. PAN, Y. TIAN et P. WU, « Effect of annealing on the characteristics of Au/Cr bilayer films grown on glass, » *Vacuum*, t. 71, n° 4, p. 523-528, 2003. DOI : [10.1016/S0042-207X\(03\)00093-9](https://doi.org/10.1016/S0042-207X(03)00093-9) (cf. p. [88](#), [102](#), [105](#), [108](#), [109](#)).
- [133] H CHEN et C FU, « An investigation into the characteristics of deep reactive ion etching of quartz using SU-8 as a mask, » *Journal of Micromechanics and Microengineering*, t. 18, n° 10, p. 105 001, 2008. DOI : [10.1088/0960-1317/18/10/105001](https://doi.org/10.1088/0960-1317/18/10/105001) (cf. p. [89](#)).
- [134] T. U. TAKEKAZU UJIIE, T. K. TOSHIAKI KIKUCHI, T. I. TAKANORI ICHIKI et Y. H. YASUHIRO HORIIE, « Fabrication of Quartz Microcapillary Electrophoresis Chips Using Plasma Etching, » *Japanese Journal of Applied Physics*, t. 39, n° 6R, p. 3677, 2000. DOI : [10.1143/JJAP.39.3677](https://doi.org/10.1143/JJAP.39.3677) (cf. p. [89](#)).
- [135] V. BLIZNETSOV, H. M. LIN, Y. J. ZHANG et D. JOHNSON, « Deep SiO₂ etching with Al and AlN masks for MEMS devices, » *Journal of Micromechanics and Microengineering*, t. 25, n° 8, p. 087 002, 2015. DOI : [10.1088/0960-1317/25/8/087002](https://doi.org/10.1088/0960-1317/25/8/087002) (cf. p. [89](#)).
- [136] J. WANG, Y. HU, L. QIAN, Y. SHAN et W. SHEN, « A Method for Improving Heat Dissipation and Avoiding Charging Effects for Cavity Silicon-on-Glass Structures, » *Actuators*, t. 12, n° 8, 2023. DOI : [10.3390/act12080337](https://doi.org/10.3390/act12080337) (cf. p. [89](#)).
- [137] A. BAGOLINI, S. RONCHIN, P. BELLUTTI, M. CHISTÈ, M. VEROTTI et N. P. BELFIORE, « Fabrication of Novel MEMS Microgrippers by Deep Reactive Ion Etching With Metal Hard Mask, » *Journal of Microelectromechanical Systems*, t. 26, n° 4, p. 926-934, 2017. DOI : [10.1109/JMEMS.2017.2696033](https://doi.org/10.1109/JMEMS.2017.2696033) (cf. p. [89](#)).
- [138] T. H. FEDYNYSHYN, G. W. GRYNKEWICH, B. A. CHEN et T. P. MA, « The Effect of Metal Masks on the Plasma Etch Rate of Silicon, » *Journal of The Electrochemical Society*, t. 136, n° 6, p. 1799, 1989. DOI : [10.1149/1.2097015](https://doi.org/10.1149/1.2097015) (cf. p. [89](#)).
- [139] D. SENTHILKUMAR, K. L. T. SHEE et B. C. RAO, « Reduction of Aluminum Fluoride Formation during Fluorinated Plasma Etching of Dielectric Passivation Layer over Aluminum Pad, » in *2022 IEEE 24th Electronics Packaging Technology Conference (EPTC)*, 2022, p. 175-178. DOI : [10.1109/EPTC56328.2022.10013198](https://doi.org/10.1109/EPTC56328.2022.10013198) (cf. p. [89](#)).
- [140] A. ZARZYCKI, X. VACHERET, O. BEL, D. PICCHEDDA et J. BOY, « Collective fabrication of BAW resonators on 4 " SC-cut quartz wafers, » in *2012 European Frequency and Time Forum*, sér. 2012 European Frequency and Time Forum, 2012, p. 58-61. DOI : [10.1109/EFTF.2012.6502332](https://doi.org/10.1109/EFTF.2012.6502332) (cf. p. [89](#)).
- [141] R. ETTOURI et al., « Combined analysis methods for investigating titanium and nickel surface contamination after plasma deep etching, » *Surface and Interface Analysis*, t. 54, n° 2, p. 134-147, 2022. DOI : [10.1002/sia.7030](https://doi.org/10.1002/sia.7030) (cf. p. [89](#), [97](#)).
- [142] D. BELHARET, P. DUBREUIL, D. COLIN, L. MAZENQ et H. GRANIER, « Temporary adhesives for wafer bonding : Deep reactive ion etching application, » in *2009 European Microelectronics and Packaging Conference*, 2009, p. 1-7 (cf. p. [90](#)).
- [143] I. TRANSENE COMPANY, *Nickel Etchants*, <https://transene.com/ni-etchant/> [Consulté le : 21 mars 2025], 2025 (cf. p. [91](#), [103](#)).

- [144] J. PATTEN, « Columnar grain structure in thick sputtered nickel, » *Thin Solid Films*, t. 75, n° 3, p. 205-211, 1981. DOI : [10.1016/0040-6090\(81\)90397-7](https://doi.org/10.1016/0040-6090(81)90397-7) (cf. p. 94, 104).
- [145] X ray TRANSITION ENERGIES DATABASE, *National Institute of Standards and Technology (NIST)*, <https://physics.nist.gov/cgi-bin/XrayTrans/search.pl?element=Ni&trans=All&lower=&upper=&units=eV> [Consulté le : 7 févr. 2025], 2025 (cf. p. 95).
- [146] S. HÜFNER, « Analysis of the core level satellites in XPS spectra of Ni dihalides, » *Solid State Communications*, t. 49, n° 12, p. 1177-1179, 1984. DOI : [10.1016/0038-1098\(84\)91057-3](https://doi.org/10.1016/0038-1098(84)91057-3) (cf. p. 97).
- [147] Q. CHANG et al., « A new cathode material of NiF₂ for thermal batteries with high specific power, » *Electrochimica Acta*, t. 361, p. 137 051, 2020. DOI : [10.1016/j.electacta.2020.137051](https://doi.org/10.1016/j.electacta.2020.137051) (cf. p. 97).
- [148] A. P. GROSVENOR, M. C. BIESINGER, R. S. SMART et N. S. MCINTYRE, « New interpretations of XPS spectra of nickel metal and oxides, » *Surface Science*, t. 600, n° 9, p. 1771-1779, 2006. DOI : [10.1016/j.susc.2006.01.041](https://doi.org/10.1016/j.susc.2006.01.041) (cf. p. 97).
- [149] Q. HUANG et al., « Fading Mechanisms and Voltage Hysteresis in FeF₂-NiF₂ Solid Solution Cathodes for Lithium and Lithium-Ion Batteries, » *Small*, t. 15, n° 6, p. 1 804 670, 2019. DOI : [10.1002/smll.201804670](https://doi.org/10.1002/smll.201804670) (cf. p. 97).
- [150] J. G. MARY B. CHAN-PARK et A. H. L. KOO, « Surface characterization of nickel alloy plasma-treated by O₂/CF₄ mixture, » *Journal of Adhesion Science and Technology*, t. 17, n° 15, p. 1979-2004, 2003. DOI : [10.1163/156856103322584173](https://doi.org/10.1163/156856103322584173) (cf. p. 98).
- [151] W. H. SAFRANEK, « Structure and property relationships for bulk electrodeposits, » *Journal of Vacuum Science and Technology*, t. 11, n° 4, p. 765-770, juill. 1974. DOI : [10.1116/1.1312749](https://doi.org/10.1116/1.1312749) (cf. p. 99).
- [152] A. F. CLIFFORD et A. C. TULMELLO, « Hydrogen Fluoride Solvent System VIII. A Study of the System NiF₂-HF-H₂O., » *Journal of Chemical & Engineering Data*, t. 8, n° 3, p. 425-429, 1963. DOI : [10.1021/je60018a042](https://doi.org/10.1021/je60018a042) (cf. p. 100).
- [153] R. H. CARTER, « Solubilities of Some Inorganic Fluorides in Water at 25° C.1, » *Industrial & Engineering Chemistry*, t. 20, n° 11, p. 1195-1195, 1928. DOI : [10.1021/ie50227a024](https://doi.org/10.1021/ie50227a024) (cf. p. 100).
- [154] P. GUIRALDENQ, « Diffusion dans les métaux, » *Techniques de l'ingénieur Étude des métaux et des alliages : état métallique*, t. base documentaire : TIB345DUO. N° ref. article : m55, 1994. DOI : [10.51257/a-v3-m55](https://doi.org/10.51257/a-v3-m55) (cf. p. 101).
- [155] S. W. HOLMAN, R. R. LAWRENCE et L. BARR, « Melting Points of Aluminum, Silver, Gold, Copper, and Platinum, » *Proceedings of the American Academy of Arts and Sciences*, t. 31, p. 218-233, 1895 (cf. p. 101).
- [156] D. S. BLOOM, J. W. PUTMAN et N. J. GRANT, « Melting Point and Transformation of Pure Chromium, » *JOM*, t. 4, n° 6, p. 626-626, juin 1952 (cf. p. 101).

- [157] A CEZAIIRLIYAN et A. P. MIILLER, « Melting temperature of nickel by a pulse heating technique, » *International Journal of Thermophysics*, t. 5, n° 3, p. 315-320, sept. 1984. DOI : [10.1007/BF00507840](https://doi.org/10.1007/BF00507840) (cf. p. 101).
- [158] S. KURINEC et al., « Effects of heat treating Au/Ni thin film composites in various ambients, » *Thin Solid Films*, t. 162, p. 247-255, 1988. DOI : [10.1016/0040-6090\(88\)90212-X](https://doi.org/10.1016/0040-6090(88)90212-X) (cf. p. 102, 106).
- [159] A. TYNKOVA, S. SIDORENKO, S. VOLOSHKO, A. RENNIE et M. VASYLYEV, « Interdiffusion in Au(120 nm)/Ni(70 nm) thin films at the low-temperature annealing in the different atmospheres, » *Vacuum*, t. 87, p. 69-74, 2013, Including rapid communications, original articles and a special section with papers from the Proceedings of the Eleventh International Symposium on Sputtering and Plasma Processes (ISSP 2011) 6–8 July 2011, Kyoto, Japan. DOI : [10.1016/j.vacuum.2012.07.005](https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2012.07.005) (cf. p. 102).
- [160] S. H. HOSSEINI, S. MIRDAMADI et S. RASTEGARI, « Investigating efficiency of alpha-Al₂O₃ diffusion barrier layer in oxidation of EB-PVD NiCrAlY coatings, » *Surface Engineering*, t. 31, n° 2, p. 146-155, 2015. DOI : [10.1179/1743294414Y.0000000365](https://doi.org/10.1179/1743294414Y.0000000365) (cf. p. 106).
- [161] W. E. MARTINEZ, G. GREGORI et T. MATES, « Titanium diffusion in gold thin films, » *Thin Solid Films*, t. 518, n° 10, p. 2585-2591, 2010. DOI : [10.1016/j.tsf.2009.07.187](https://doi.org/10.1016/j.tsf.2009.07.187) (cf. p. 106).
- [162] Y. CHENG, W. WANG, S. ZHU, L. XIN et F. WANG, « Arc ion plated-Cr₂O₃ intermediate film as a diffusion barrier between NiCrAlY and γ -TiAl, » *Intermetallics*, t. 18, n° 4, p. 736-739, 2010. DOI : [10.1016/j.intermet.2009.10.009](https://doi.org/10.1016/j.intermet.2009.10.009) (cf. p. 106).
- [163] I. USOV et al., « Characteristics of Alumina Diffusion Barrier Films on Hastelloy, » *Journal of Materials Research*, t. 19, n° 4, 1175–1180, 2004. DOI : [10.1557/JMR.2004.0152](https://doi.org/10.1557/JMR.2004.0152) (cf. p. 106).
- [164] G. F. HÜTTIG, « Catalytic activity and composition of oxide systems, » *Discuss. Faraday Soc.*, t. 8, p. 215-222, 0 1950. DOI : [10.1039/DF9500800215](https://doi.org/10.1039/DF9500800215) (cf. p. 108).
- [165] F. M. SMITS, « Measurement of sheet resistivities with the four-point probe, » *The Bell System Technical Journal*, t. 37, n° 3, p. 711-718, 1958. DOI : [10.1002/j.1538-7305.1958.tb03883.x](https://doi.org/10.1002/j.1538-7305.1958.tb03883.x) (cf. p. 109).
- [166] F. LACY, « Developing a theoretical relationship between electrical resistivity, temperature, and film thickness for conductors, » *Nanoscale Research Letters*, t. 6, n° 1, p. 636, 2011. DOI : [10.1186/1556-276X-6-636](https://doi.org/10.1186/1556-276X-6-636) (cf. p. 109).
- [167] J. W. C. de VRIES, « Resistivity of thin Au films as a function of grain diameter and temperature, » *Journal of Physics F : Metal Physics*, t. 17, n° 9, p. 1945, 1987. DOI : [10.1088/0305-4608/17/9/019](https://doi.org/10.1088/0305-4608/17/9/019) (cf. p. 109).
- [168] J. MÜLLER et D. NEUSCHÜTZ, « Efficiency of alpha-alumina as diffusion barrier between bond coat and bulk material of gas turbine blades, » *Vacuum*, t. 71, n° 1, p. 247-251, 2003, Proceedings of the 9th Joint Vacuum Conference (JVC-9), organised by the Austrian Vacuum Society, in cooperation with the Vacuum societies of Hungary,

- Croatia, Slovenia, Czech Republic, Slovakia and Italy, Schloss Seggau, Austria. DOI : [10.1016/S0042-207X\(02\)00746-7](https://doi.org/10.1016/S0042-207X(02)00746-7) (cf. p. 111).
- [169] D. SAMÉLOR et al., « Amorphous alumina coatings : processing, structure and remarkable barrier properties., » *Journal of nanoscience and nanotechnology*, t. 11 9, p. 8387-91, 2011. DOI : [10.1166/jnn.2011.5068](https://doi.org/10.1166/jnn.2011.5068) (cf. p. 111).
- [170] N. P. PHAM, E. BOELLARD, P. M. SARRO et J. N. BURGHARTZ, « Spin , Spray coating and Electrodeposition of photoresist for MEMS structures – A comparison, » 2000 (cf. p. 113).
- [171] N. P. PHAM, T. L. SCHOLTES, R. KLERK, B. WIEDER, P. M. SARRO et J. N. BURGHARTZ, « Direct spray coating of photoresist for MEMS applications, » in *Micromachining and Microfabrication Process Technology VII*, J. M. KARAM et J. A. YASAITIS, éd., International Society for Optics et Photonics, t. 4557, SPIE, 2001, p. 312 -319. DOI : [10.1117/12.442960](https://doi.org/10.1117/12.442960) (cf. p. 113).
- [172] J. HU et T.-L. REN, « Investigation of Q Factor of the QCM Resonator Under Overtone Modes, » in *2022 IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC)*, 2022, p. 1-5. DOI : [10.1109/I2MTC48687.2022.9806600](https://doi.org/10.1109/I2MTC48687.2022.9806600) (cf. p. 121).
- [173] H. SATANI, K. YASUDA, M. SOHGAWA et T. ABE, « Temperature characteristics of a thickness shear mode quartz crystal resonator bonded to a support substrate, » *Applied Physics Letters*, t. 121, n° 25, p. 252903, déc. 2022. DOI : [10.1063/5.0132804](https://doi.org/10.1063/5.0132804) (cf. p. 126).
- [174] A. BALLATO, « 5 - Doubly Rotated Thickness Mode Plate Vibrators, » in *Physical Acoustics*, sér. Physical Acoustics, W. P. MASON et R. THURSTON, éd., t. 13, Academic Press, 1977, p. 115-181. DOI : [10.1016/B978-0-12-477913-6.50010-3](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-477913-6.50010-3) (cf. p. 129).
- [175] J. VIG, « Dual-mode oscillators for clocks and sensors, » in *1999 IEEE Ultrasonics Symposium. Proceedings. International Symposium (Cat. No.99CH37027)*, t. 2, 1999, 859-868 vol.2. DOI : [10.1109/ULTSYM.1999.849128](https://doi.org/10.1109/ULTSYM.1999.849128) (cf. p. 129, 132).
- [176] D. PIERCE, Y. KIM et J. VIG, « A temperature insensitive quartz microbalance, » *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, t. 45, n° 5, p. 1238-1245, 1998. DOI : [10.1109/58.726449](https://doi.org/10.1109/58.726449) (cf. p. 132).
- [177] I. EPOXY TECHNOLOGY, *EPO-TEK Low Outgassing Adhesives*, <https://www.epotek.com/about/literature-and-downloads/> [Consulté le : 30 mai 2025], 2013 (cf. p. 135).
- [178] G. W. PIERCE, « Piezoelectric Crystal Resonators and Crystal Oscillators Applied to the Precision Calibration of Wavemeters, » *Proceedings of the American Academy of Arts and Sciences*, t. 59, n° 4, p. 81-106, 1923. DOI : [10.2307/20026061](https://doi.org/10.2307/20026061) (cf. p. 138).
- [179] G. W. PIERCE, « Electrical system, » brev. amér. US2133642A, 1924 (cf. p. 138).
- [180] E. H. COLPITTS, « Oscillation generator, » brev. amér. US1624537A, 1918 (cf. p. 138).

- [181] J. CLAPP, « An Inductance-Capacitance Oscillator of Unusual Frequency Stability, » *Proceedings of the IRE*, t. 36, n° 3, p. 356-358, 1948. DOI : [10.1109/JRPROC.1948.233920](https://doi.org/10.1109/JRPROC.1948.233920) (cf. p. 138).
- [182] D. LEESON, « A simple model of feedback oscillator noise spectrum, » *Proceedings of the IEEE*, t. 54, n° 2, p. 329-330, 1966. DOI : [10.1109/PROC.1966.4682](https://doi.org/10.1109/PROC.1966.4682) (cf. p. 142).
- [183] E. RUBIOLA, *The Leeson effect - Phase noise in quasilinear oscillators*, 2005. DOI : [10.48550/arXiv.physics/0502143](https://doi.org/10.48550/arXiv.physics/0502143) (cf. p. 143, 145).
- [184] F. STHAL et al., « The effect of power-drive level on the calibration of the bridge instrument for the measurement of the quartz stability, » in *2009 IEEE International Frequency Control Symposium Joint with the 22nd European Frequency and Time forum*, 2009, p. 487-491. DOI : [10.1109/FREQ.2009.5168227](https://doi.org/10.1109/FREQ.2009.5168227) (cf. p. 145).
- [185] C. MAUC, « Développement d'un magnétomètre miniature exploitant un résonateur MEMS et une structure multicouche de matériaux magnétiques, » Theses, Université Paris-Saclay, déc. 2022 (cf. p. 151).
- [186] A HARIKI, K SAKURAI, T OKAUCHI et J KUNEŠ, « Separating altermagnetic and ferromagnetic effects in X-ray magnetic dichroism of rutile NiF₂, » *npj Quantum Materials*, t. 10, n° 1, p. 49, mai 2025. DOI : [10.1038/s41535-025-00753-8](https://doi.org/10.1038/s41535-025-00753-8) (cf. p. 151).
- [187] I. A. WOJTASZAK, « The Calculation of Maximum Deflection, Moment, and Shear for Uniformly Loaded Rectangular Plate With Clamped Edges, » *Journal of Applied Mechanics*, t. 4, n° 4, A173-A176, fév. 2021. DOI : [10.1115/1.4008810](https://doi.org/10.1115/1.4008810) (cf. p. 177).

Annexe

A Résonateur sur wafer hybride quartz-quartz à cavité fermée

A.1 Description du procédé de fabrication

Un second procédé de fabrication a été exploré pendant la thèse, visant à fabriquer des résonateurs avec un empilement de wafers en coupe SC. Cet empilement doit permettre d'éviter tout problème venant du wafer support étant donnée que celui-ci à la même orientation que le wafer supérieur. Les problèmes majeurs à éviter sont les différences de variation de température, qui peuvent engendrer des contraintes mécaniques et donc une variation de fréquence. Pour cela le procédé présenté dans la figure 5.1 a été mis en place et permet l'utilisation d'un wafer de coupe identique pour le support et le wafer d'aminci, la coupe choisie est une coupe SC.

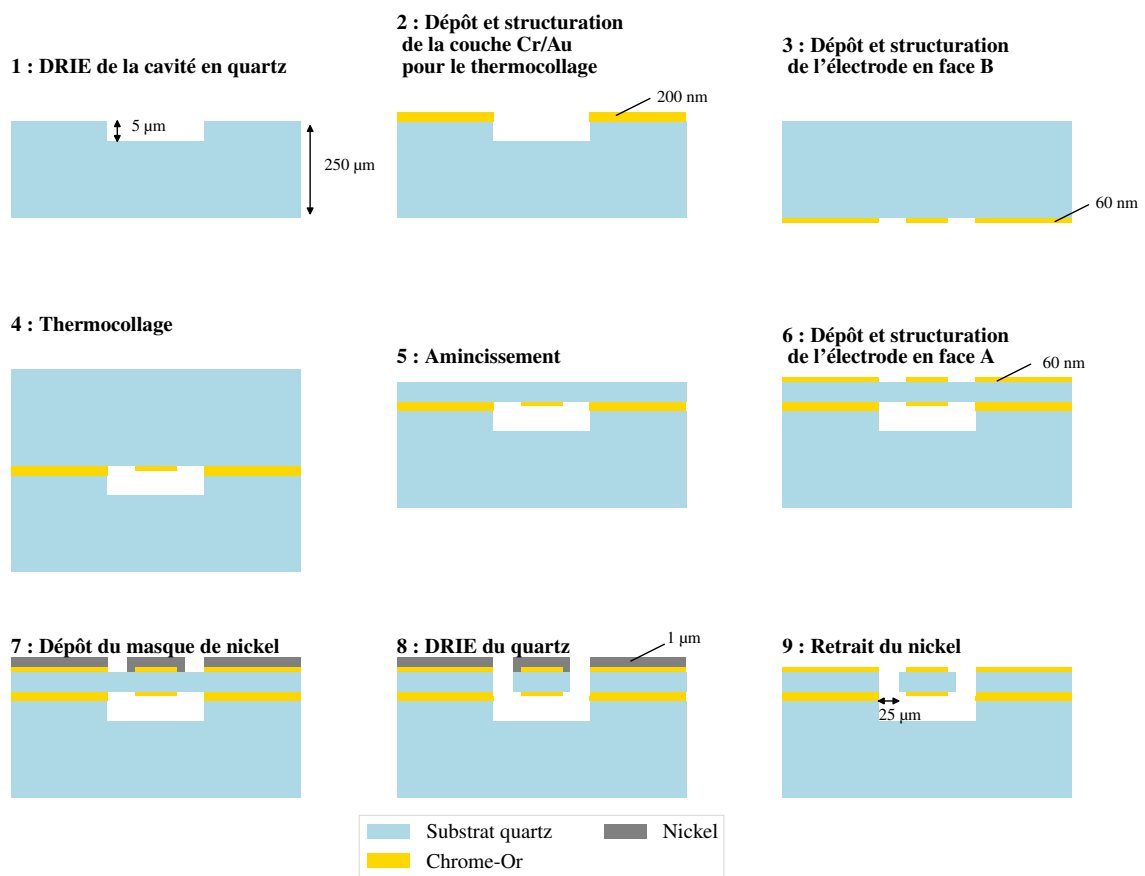


FIGURE 5.1 – Organigramme du procédé de fabrication

Ce procédé a en partie été réalisé par FEMTO-ENGINEERING dans la plateforme technologique MIMENTO. La première étape consiste à graver par DRIE une cavité dans le wafer support, cette cavité a été optimisée pour limiter les contraintes dans le wafer supérieur lors de l'étape d'amincissement. Les deuxième et troisième étapes consistent à déposer et structurer l'électrode en face arrière et à déposer les couches d'or permettant le thermocollage des wafers. Une fois les wafers thermocollés, l'étape d'amincissement peut être réalisée, puis les étapes redeviennent classiques, tel que pour le procédé présenté dans la thèse. C'est à dire, la structuration de l'électrode en face avant, dépôt et structuration du masque de nickel, gravure DRIE du quartz pour structurer le résonateur. Et enfin, le retrait du masque de nickel et le nettoyage du wafer.

Les étapes 2 à 5 visibles sur la figure 5.1 ont été réalisés par FEMTO-ENGINEERING. Dans la section qui va suivre, la caractérisation de l'empilement va être présentée et une voie d'amélioration du procédé sera proposée.

A.2 Thermocollage or-or des wafers et amincissement sur cavité

La figure 5.2 montre deux images par microscopie optique de la face arrière de la membrane en transparence du wafer support. Ces images ont été réalisées à la réception du wafer, une fois l'étape d'amincissement terminée.

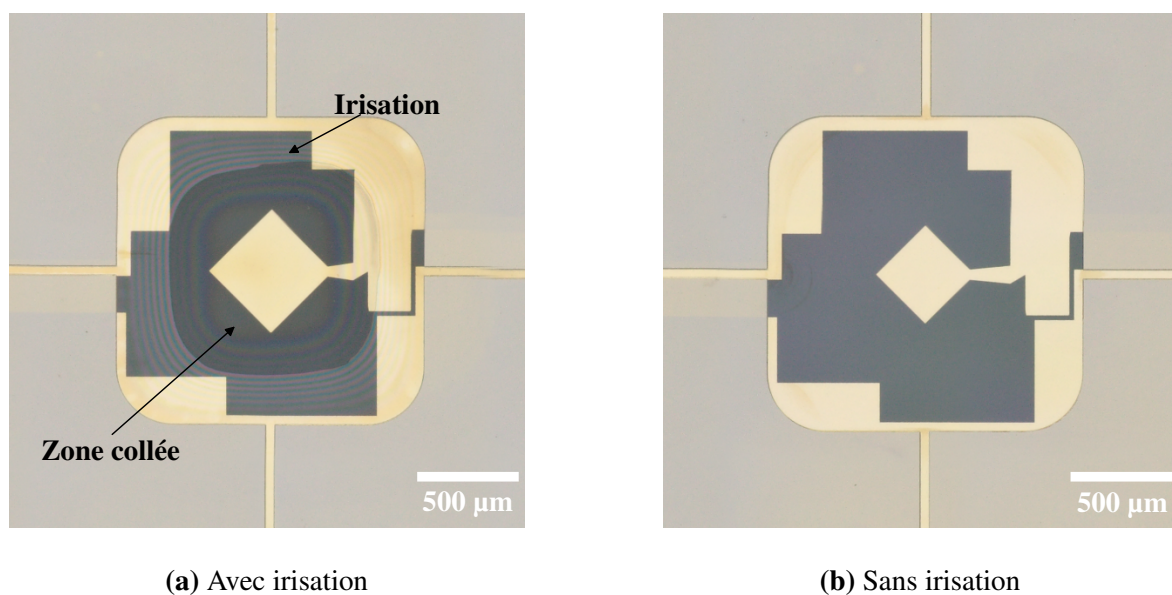
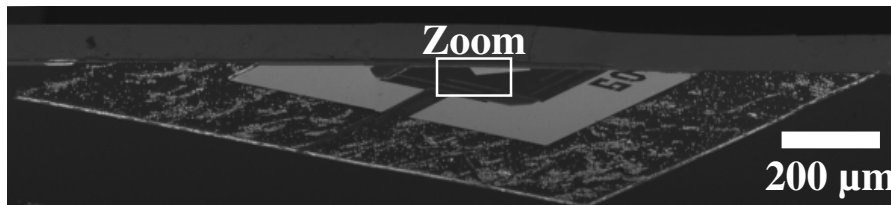


FIGURE 5.2 – Images par microscopie optique de la face arrière du résonateur après l'amincissement sur cavité par transparence du wafer support

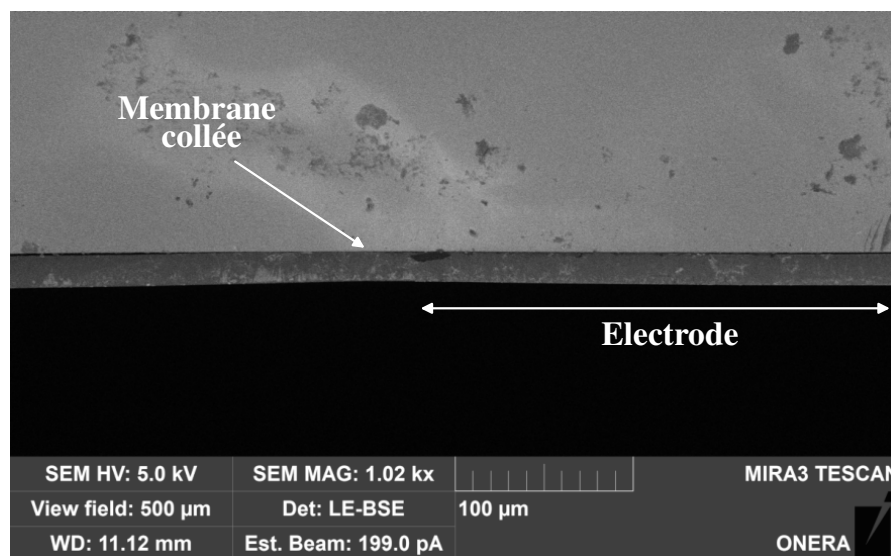
La figure 5.2 met en avant le tri du wafer en deux types de membrane, un premier type de membrane constitué de membrane ayant une irisation sur le contour de la membrane. La seconde catégorie se compose des membranes sans irisation. La raison la plus probable pour l'apparition de ces irisations est le collage de la membrane sur le fond de la cavité.

A.3 Caractérisation de l'amincissement du wafer supérieur

Afin de valider l'hypothèse du collage, des images par microscopie électronique à balayage ont été réalisées, pour permettre l'observation de la tranche d'un résonateur qui a été clivé au milieu de la lame. Une caractérisation est présentée dans la figure 5.3.



(a) Image macroscopique de la zone analysée



(b) Image de la zone de collage de la membrane et du fond de la cavité

FIGURE 5.3 – Images par microscopie électronique d'un résonateur clivé lors de la gravure DRIE

La figure 5.3 montre deux images par microscopie électronique, une première 5.3a étant une image macroscopique du résonateur analysée avec une mise en avant de la zone de clivage et une seconde 5.3b étant un zoom sur la tranche de la zone de clivage du résonateur. Cette zone de clivage se situe au centre du résonateur au niveau de l'électrode du résonateur. L'espace qui est visible à droite et à gauche de la figure 5.3b mesure entre 0,81 µm et 1,63 µm. La longueur de la zone collée mesure environ 240 µm.

A.4 Gravure DRIE du wafer

En supposant que les membranes qui n'ont pas d'irisation sont bien décollées du fond de la cavité, le déroulement du procédé a été poursuivi. Les électrodes ont été déposées et structurées sur la face avant de la membrane. Puis le masque de nickel a été déposé et enfin la gravure DRIE a pu commencer. La figure 5.4 montre deux images de résonateurs ayant été gravés par DRIE et dont le masque de nickel a été retiré.

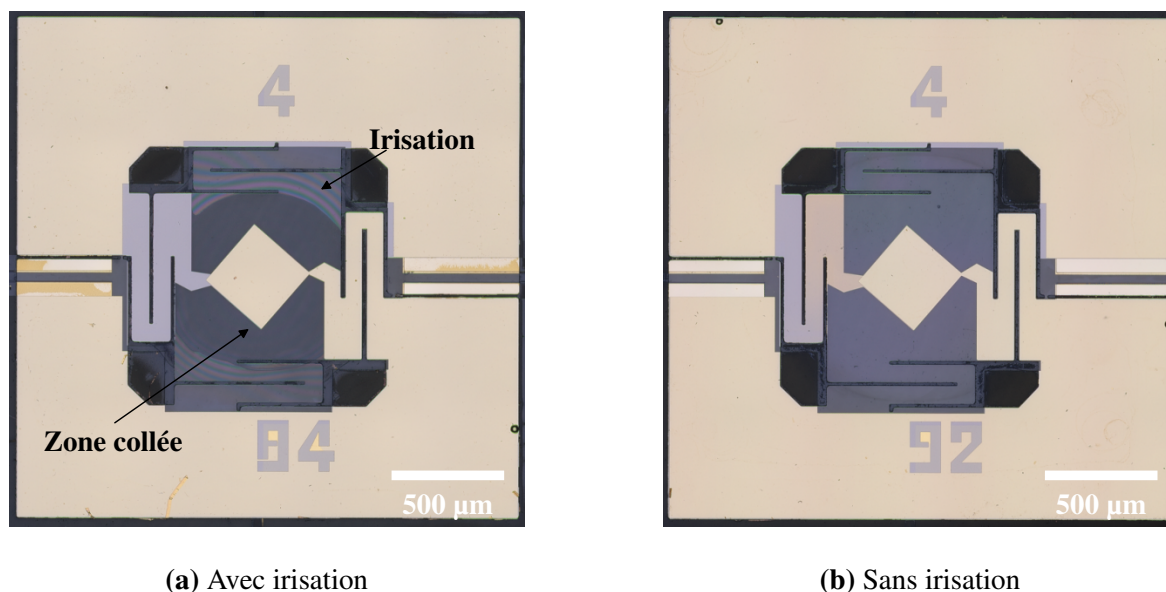


FIGURE 5.4 – Images par microscopie optique du résonateur après gravure DRIE et retrait du nickel

La figure 5.4 montre deux résonateurs dans leurs états finals, la sous-figure 5.4a montre une forte irisation au niveau des suspensions puis un changement de contraste au centre de la lame. Cette irisation peut être assimilée à une variation de l'épaisseur de la membrane ou une variation de son orientation. Le changement de contraste quant à lui fait plutôt penser à un collage de la lame au fond de la cavité. L'analyse de la sous-figure 5.4b permet une comparaison intéressante : le contraste du centre de la lame y apparaît plus clair, laissant penser que la lame n'est pas collée sur le fond de la cavité.

Lors de la gravure DRIE le wafer 4 pouces s'est brisé, provoquant la perte de 53 membranes, sachant que 28 membranes se sont détachées au moment du dépôt du masque de nickel. Le masque de nickel étant déposé par pulvérisation cathodique et le wafer ayant une épaisseur de $270 \mu\text{m}$, la casse du wafer était prévisible puisque c'est un problème bien connu de la gravure DRIE du quartz [66]. Même si une solution à ce problème est l'électrodéposition du nickel, l'empilement des différentes couches métalliques de chrome, d'or, de cuivre et de nickel aboutirait à une forte interdiffusion métallique de ces couches et rendrait potentiellement inutilisable les résonateurs. A la fin du procédé, 50 résonateurs étaient encore viables après contrôle par microscopie optique.

A.5 Propositions de solution

A.5.1 Solution au problème de l'amincissement

Pour remédier au problème de collage, plusieurs solutions sont envisageables :

- Une première solution consiste à "percer" des trous au fond de la cavité afin de limiter la surface de collage potentiel.
- Une seconde solution consiste à diminuer la surface de la membrane au maximum afin d'augmenter la rigidité de la membrane. En effet, la flèche d'une surface plane rectangulaire encastré sur tout son pourtour dépend de la longueur à la puissance 4 [187], ainsi une faible diminution de la longueur de la membrane augmente fortement la raideur de la membrane.
- Une troisième solution serait de faire l'amincissement sur un wafer support avec un collage temporaire, puis de faire le thermocollage sur un troisième wafer sur lequel les cavités aurait été gravé.

Titre : Développement d'un résonateur auto-suspendu en technologie quartz-MEMS pour applications spatiales

Mots clés : MEMS, quartz, résonateur, auto-suspendu, vibrations, microfabrication

Résumé : Les oscillateurs hautes performances utilisent des résonateurs à quartz volumineux et à une fréquence typique de 10 MHz. Dans le contexte de miniaturisation des composants électroniques et le besoin d'oscillateur à plus haute fréquence, 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 à ces besoins un résonateur quartz-MEMS miniaturisé opérant à 100 MHz, destiné à l'intégration dans un oscillateur de haute performance est développé. Face aux limites des résonateurs à quartz traditionnels pour la miniaturisation, les travaux explorent une nouvelle approche de fabrication collective en combinant wafers hybrides quartz/quartz et gravure DRIE. L'étude débute par une ana-

lyse comparative des technologies de résonateurs MEMS, mettant en avant l'intérêt du mode de cisaillement d'épaisseur pour sa compacité, son facteur de qualité élevé et sa bonne stabilité thermique. Une conception originale est ensuite proposée, intégrant des suspensions optimisées pour réduire la sensibilité aux accélérations et aux variations thermomécaniques. La fabrication a nécessité la résolution de plusieurs verrous technologiques, qui ont menée à plusieurs études. Les résonateurs réalisés ont montré de bonnes performances électriques, confirmées par des caractérisations en température. Enfin, leur intégration dans un oscillateur a démontré un excellent niveau de stabilité, comparable aux oscillateurs industriels actuels. Ces résultats valident la faisabilité d'oscillateurs quartz-MEMS hautes performances et ouvrent la voie à des développements TCXO ou OCXO miniaturisés.

Title : Development of a self-suspended resonator using quartz-MEMS technology for space applications

Keywords : MEMS, quartz, resonator, self-suspended, vibration, microfabrication

Abstract : High-performance oscillators use large quartz resonators with a typical frequency of 10 MHz. In the context of the miniaturisation of electronic components and the need for higher-frequency oscillators, a reduction in the volume of the resonator and the use of collective manufacturing processes would enable a significant reduction in the size, cost and power consumption of these oscillators. To meet these needs, a miniaturised quartz-MEMS resonator operating at 100 MHz is being developed for integration in a high-performance oscillator. Given the limitations of traditional quartz resonators for miniaturisation, the work explores a new collective manufacturing approach combining hybrid quartz/quartz wafers and DRIE etching. The study begins with a compara-

tive analysis of MEMS resonator technologies, highlighting the value of the thickness shear mode for its compactness, high quality factor and good thermal stability. An original design is then proposed, incorporating optimised suspensions to reduce sensitivity to accelerations and thermomechanical variations. The manufacturing process required the resolution of several technological issues, which led to several studies. The resonators produced showed good electrical performance, confirmed by temperature characterisations. Finally, their integration into an oscillator demonstrated an excellent level of stability, comparable to current industrial oscillators. These results validate the feasibility of high-performance quartz-MEMS oscillators and pave the way for miniaturised TCXO or OCXO developments.