



Université de Lille 1- Sciences et Technologies

Ecole Doctorale Science Pour l'Ingénieur

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR de l'Université de Lille 1

Spécialité : Micro et Nanotechnologies, télécommunications

Oumy NDIAYE-TANDIA

Caractérisation Electromagnétique de Nouveaux Matériaux pour des Applications Industrielles aux fréquences micro-ondes

Soutenue le 04 Décembre 2014 devant le jury composé de :

Gilles DAMBRINE, Professeur à l'Université de Lille 1	Président
Eric BERGEAULT, Professeur à Télécom ParisTech	Rapporteur
Pierre BLONDY, Professeur à l'Université de Limoges	Rapporteur
Aziz BENLARBI-DELAÏ, Professeur à l'Université Pierre et Marie Curie	Examineur
Guy GARRY, Ingénieur chercheur à Thales Research and Technology	Examineur
Bertrand BOCQUET, Professeur à l'Université de Lille 1	Directeur de thèse
Djamel ALLAL, Ingénieur chercheur au Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE)	Encadrant
Michaël CHARLES, Ingénieur chercheur au Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE)	Co-encadrant

*« If you can't fly then run,
if you can't run then walk,
if you can't walk then crawl,
but whatever you do, you have to keep moving forward. »*

Martin Luther King
Speech at Spelman College, April 1960.

*« You make experiments and I make theories. Do you
know the difference? A theory is something nobody
believes, except the person who made it.
An experiment is something everybody believes, except
the person who made it. »*

Albert Einstein
In Gerald Holtons, "The Advancement of Science, and Its Burdens", 1986.

À ma mère, pour le soutien inégalable et sans faille qu'elle m'apporte.

À mon père pour tous les efforts afin que je puisse mener de longues études.

Remerciements

Cette thèse a été effectuée dans le cadre d'une bourse CIFRE au sein du Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE). Ces remerciements vont à l'endroit des personnes qui ont fait de cette thèse une expérience enrichissante et qui, chacune à leur façon ont contribué à la réalisation de ce travail de thèse.

J'adresse mes plus vifs remerciements à mes encadrants Djamel ALLAL et Michaël CHARLES pour la confiance qu'ils m'ont accordé me permettant de faire une thèse à l'issue de mon stage de fin d'études, mais aussi pour leurs disponibilités, le soutien et les connaissances qu'ils m'ont apporté au cours de ces trois dernières années.

Je remercie également mon directeur de thèse Bertrand BOCQUET, qui m'a suivi lors de cette thèse, il a su m'apporter des remarques constructives et pertinentes qui m'ont beaucoup aidée lors de la rédaction de ce manuscrit.

Je remercie vivement M. Gilles DAMBRINE, Professeur à l'Université de Lille 1, de m'avoir fait l'honneur d'assurer la présidence du jury.

J'adresse mes sincères remerciements à M. Eric BERGEAULT, Professeur à Télécom Paristech, et à M. Pierre BLONDY, Professeur à l'Université de Limoges, pour avoir accepté de faire partie de ce jury afin de rapporter ce travail de thèse.

Je remercie M. Aziz BENLARBI, Professeur à l'Université Pierre et Marie Curie, ainsi que M. Guy GARRY, Ingénieur chercheur à Thales Research and Technology, d'avoir bien voulu participer à ce jury de thèse.

Je tiens à remercier également Alexis LITWIN, pour son aide qui m'a permis de réaliser mes caractérisations hyperfréquences dans d'excellentes conditions et François ZIADE pour sa disponibilité lors de la mesure de résistivité des lignes d'or ainsi que ses conseils lors de la préparation de ma soutenance.

J'adresse ma profonde reconnaissance à Mme Sandrine PAYAN, Professeur à l'Université de Bordeaux et à M. Anthony ROUSSEAU pour leur chaleureux accueil et leurs disponibilités lors de mon séjour à l'Institut de Chimie et la Matière Condensée de Bordeaux pour le dépôt

des couches minces de BST. Ils ont su répondre à mes nombreuses interrogations et m'ont fait partager leurs connaissances sur les matériaux ferroélectriques avec une grande gentillesse.

Je remercie également M. Denis REMIENS, Enseignant-Chercheur à l'Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis, pour la richesse de nos échanges qui a su donner à cette thèse un autre tournant, mais aussi pour les dépôts de couches minces de PZT.

Je tiens à remercier les partenaires du projet Européen : Uwe ARZ de la PTB (Physikalisch Technischen Bundesanstalt), Kevin LEE du NPL (National Physical Laboratory) et Tim JACKSON de l'Université de Birmingham, pour la richesse d'une première expérience collaborative à l'échelle Européenne.

J'adresse mes vifs remerciements à mes collègues du pôle métrologie électrique qui m'ont très vite « adoptée », et avec qui j'ai pu avoir des discussions, des pauses café, des déjeuners entre filles et parfois même nous avons fait du footing avec une très grande « motivation ». Merci pour tous ces bons moments partagés à Patricia, Daniela, Christel, Monique, Coraline et Michèle.

Je remercie l'ensemble des collaborateurs du pôle métrologie électrique du LNE ainsi que les personnes que j'ai pu côtoyer au laboratoire et avec qui j'ai partagé de bons moments (restaurants, bowling, karting, cinés, soirées....) : Alexandra, Saif, Ralph, Younes, Florentin, Thibaut, Myriam, Shiraz...

Je ne peux oublier de remercier ma « deuxième famille », mention spéciale à ma cousine Aïssatou. Pour ces week-ends passés en famille, pour ces moments de détente indispensable au bon fonctionnement de l'être humain, qui me permettaient de sortir un peu du monde des hyperfréquences, pour ses sorties avec mes 4 petites canailles : je vous dis merci !!!

Merci à mon petit frère pour ses blagues « affectueuses » censées me faire déstresser et ses encouragements ; et à mes ami(es) Louise, Alexandra [encore ;-)] et Hervé qui m'ont soutenu sur tous les plans : merci de tout cœur pour l'amitié que vous me portez.

Je remercie sincèrement mes parents qui m'ont toujours fait confiance et laissée libre de mes choix et m'ont soutenu dans cette aventure. En particulier ma mère qui malgré la distance, a

su m'épauler, me conseiller et surtout être à l'écoute notamment lors de la rédaction de ce manuscrit.

Enfin, the last but not the least !!!! Mes plus sincères remerciements s'adressent à mon mari pour sa compréhension, ses encouragements et son soutien sans faille à mon égard. Je le remercie d'avoir toujours trouvé les mots justes dans les moments difficiles et de m'avoir apporté le réconfort dont j'avais besoin pendant cette thèse.

Résumé

Cette thèse entre dans le cadre d'un projet de recherche intitulé Electromagnetic Characterization of new Materials for Industrial Applications up to microwave frequencies (EMINDA) entre 6 laboratoires nationaux de métrologie Européens (France, Angleterre, Allemagne, Suisse, Pologne, Slovénie), des institutions de recherches (London Imperial College, ETH Zürich) et un industriel (Agilent Technologies). Il a pour objectif principal de développer une traçabilité électromagnétique de matériaux fonctionnels afin de permettre l'adoption de ces matériaux dans les industries européennes plus particulièrement dans le domaine de l'électronique et des Technologies de l'information et de la communication.

Le projet vise dans un premier temps à développer des techniques de caractérisation électromagnétiques des matériaux à l'échelle submicronique aux fréquences micro-ondes (jusqu'à 110 GHz), puis par la suite à élargir la traçabilité métrologique de ces matériaux car la métrologie des propriétés électromagnétiques des matériaux n'a jamais été entièrement développée : dans certains cas les incertitudes de mesures n'ont été que partiellement évaluées.

Une technique de caractérisation électromagnétique sur des matériaux ferroélectrique (BST et PZT) en couches minces à partir d'une topologie CPW (CoPlanar Waveguide) pour en déterminer leurs propriétés électromagnétiques (Conductivité, Permittivité, Perméabilité, ...) a été développée dans cette thèse. La topologie CPW a été privilégiée dans la réalisation de ces mesures hyperfréquences, car elle est compatible avec les exigences métrologiques de traçabilité des mesures aux unités du SI. Ce travail de thèse a également pour objectif de réaliser des mesures comparatives entre laboratoires nationaux de métrologie utilisant des techniques expérimentales différentes. Ces travaux constitueront au final au niveau européen, une base de mesures des propriétés électromagnétiques de matériaux émergents dans l'industrie (matériaux, capteurs, électronique, télécoms, énergies renouvelables, automobile, aérospatiale, etc.), avec une grande précision sur les incertitudes pour des mesures allant jusqu'à 110 GHz.

Mots clés : Permittivité, paramètres S, diélectriques, analyseur de réseau vectoriel, perméabilité, ferroélectrique, TRL, ligne coplanaire, BST, PZT, pertes tangentielles.

Abstract

This thesis is part of a Join Research Project entitled Electromagnetic Characterization of new Materials for Industrial Applications up to microwave frequencies (EMINDA) between 6 Europeans national Metrology Institute (France, United Kingdom, Germany, Switzerland, Poland, Slovenia), Research Institutions (London Imperial College, ETH Zürich) and an industrial (Agilent Technologies).

The central aim of EMINDA is to develop traceable Electromagnetic (EM) materials metrology to enable the uptake of new EM and functional materials by European industries, especially electronics and ICT related industries.

The project aims initially to develop techniques for electromagnetic characterization of materials at the submicron scale to microwave frequencies (up to 110 GHz), and later to extend the metrological traceability of these materials. It should be noted that traceable EM properties metrology for many relevant materials at required scales has never been fully developed, and in some cases measurement uncertainties have been only partially evaluated if they have been evaluated at all.

An electromagnetic characterization technique has been developed to extract electromagnetic properties of ferroelectric thin films (BST and PZT) from a CPW topology (CoPlanar Waveguide). CPW measurements on such thin-films have been shown to be the most tractable for metrological purposes.

This thesis also aims to make comparative measurements between national metrology institutes using different experimental techniques. This work will constitute at European level, a measurement base of electromagnetic properties of emerging materials in industry (materials, sensors, electronics, telecom, renewable energy, automotive, aerospace, etc.) with high accuracy on uncertainties measurements up to 110 GHz.

Key words : Permittivity, S parameters, dielectrics, vector network analyzer, permeability, ferroelectrics materials, TRL, coplanar waveguide, BST, PZT, loss tangent.

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE	14
Chapitre I : ETAT DE L'ART SUR LES DIFFERENTES TECHNIQUES DE CARACTERISATION DES MATERIAUX	16
Introduction	18
1 Les méthodes résonantes	19
1.1 Le Split Cylinder resonator	19
1.2 Méthode de perturbation aux cavités résonantes.....	21
2 Les techniques en espace libre.....	24
3 Les techniques capacitives	26
4 Les méthodes en lignes de transmission	28
4.1 La ligne coaxiale	28
4.2 La ligne microruban	31
4.3 La ligne coplanaire	34
5 Etude comparative des différentes techniques de caractérisation des matériaux.....	39
Conclusion.....	40
Bibliographie du Chapitre I	41
Chapitre II : CARACTERISATION ELECTROMAGNETIQUE LARGE BANDE DE LIGNES COPLANAIRES SUR SUBSTRAT DIELECTRIQUE EN HYPERFREQUENCE	42
Introduction	46
1 Rappels théoriques sur les paramètres S	46
2 Modélisation des lignes coplanaires.....	49

2.1	Dimensionnement et calcul quasi-statique	49
2.2	Définition des longueurs du kit	52
3	Extraction analytique des propriétés électromagnétiques d'une ligne coplaire	54
3.1	Equivalence à un circuit électrique : Paramètres R, L, C et G	54
3.2	Paramètres S et permittivité	55
3.2.1	Simulations électromagnétiques et analytiques des paramètres S.....	56
3.2.2	Détermination de la permittivité relative par la méthode analytique	66
4	Résultats expérimentaux et validation du programme.....	69
4.1	Mesure des paramètres S avec l'analyseur de réseau vectoriel.....	69
4.2	Mesure de la résistivité des lignes coplanaires.....	73
4.3	Détermination de la constante de propagation et extraction	76
4.4	Optimisation des dispositifs sous test.....	86
5	Evaluation de l'incertitude de mesure sur la permittivité relative des substrats....	90
	Conclusion.....	93
	Bibliographie du Chapitre II.....	94
	Chapitre III : GENERALITES SUR LES MATERIAUX FERROELECTRIQUES	93
	Introduction : Un peu d'Histoire... ..	98
1	Propriétés physiques et électriques d'un matériau ferroélectrique.....	99
1.1	Définition et Structure cristalline	99
1.2	Polarisation et cycle d'hystérésis	102
2	Les différentes techniques de dépôts d'une couche mince ferroélectrique	104
2.1	Les dépôts chimiques	105
2.1.1	Metal Organic Chemical Vapor Deposition (MOCVD)	106
2.1.2	La méthode sol-gel	108

2.2 Les dépôts physiques.....	111
2.2.1 L'ablation laser pulsé (PLD)	111
2.2.2 La pulvérisation cathodique	112
2.3 Avantages et inconvénients des différentes techniques de dépôts en couche mince .	115
3 Types de matériaux étudiés et intérêt des couches minces ferroélectriques	117
3.1 Le Titanate de Baryum et de Strontium (BST)	117
3.2 Le Titanate Zirconate de Plomb (PZT)	119
3.3 Intérêt et applications des couches minces de BST et PZT	120
Conclusion.....	123
Bibliographie du Chapitre III	124
 Chapitre IV : LES COUCHES MINCES FERROELECTRIQUES : DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX D'ELABORATION ET DE CARACTERISATION.....	 124
Introduction	129
 1 Dépôt et caractérisation physico-chimique des couches minces ferroélectriques	 130
1.1 Synthèse de cible ferroélectrique et dépôt par la pulvérisation Magnétron Fréquence	130
1.2 Analyse par la diffraction des Rayons X (DRX).....	133
1.3 Microscopie électronique à balayage (MEB), Microsonde de Castaing et Microscopie à force atomique (AFM)	136
1.4 Mesures diélectriques en tension et en fréquence	145
 2 Extraction de la permittivité relative d'une couche mince ferroélectrique intégrée dans une ligne coplanaire	 148
 3 Résultats expérimentaux de la caractérisation des couches minces de BST et de PZT	 151
3.1 Procédé expérimental d'extraction des couches minces ferroélectriques	151
3.2 Caractérisation de couches minces de Titanate de Baryum et de Strontium.....	155
3.3 Caractérisation de couches minces de Titanate Zirconate de Plomb (PZT).....	168
3.4 Optimisation du dispositif sous test avec couche mince de PZT	171

Conclusion.....	175
Bibliographie du Chapitre IV	176
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	180
ANNEXES.....	183
Annexe 1 : Passage des matrices S à T	184
Annexe 2 : Calcul des paramètres R, L, C et G d'une ligne coplanaire.....	186
Annexe 3 : La multiligne TRL	192
Annexe 4 : Liste des publications.....	197

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

La caractérisation des matériaux a été largement étudiée ces dernières années notamment avec la montée en fréquence et la miniaturisation des circuits électroniques. Afin de répondre aux besoins actuels des industriels qui créent des dispositifs d'électroniques intégrés aux grandes performances, la connaissance des propriétés intrinsèques des matériaux utilisés dans les composants électroniques devient une étape indispensable. En effet la connaissance des propriétés électromagnétiques des matériaux est essentielle car le dimensionnement des circuits est directement lié à ces dernières, mais aussi elles doivent être maîtrisées dans la perspective de potentielles nouvelles applications.

L'objectif du projet EMINDA dans lequel s'inscrit cette thèse est de développer une traçabilité électromagnétique des matériaux afin de permettre l'adoption des nouveaux matériaux et des matériaux fonctionnels par les industries Européennes en particulier celles liées à l'électronique et aux technologies de l'information et de la communication. Il s'agit en d'autres termes de développer la métrologie Européenne pour la caractérisation électromagnétique des matériaux de telle sorte qu'elle puisse correspondre en termes d'impact industriel à l'efficacité déjà atteinte par la métrologie dans d'autres domaines¹. Ce développement s'articule sur deux fronts : dans un premier temps il s'agit de développer des techniques de mesures permettant l'extraction des propriétés électromagnétiques des matériaux et dans un second temps la mise en place d'une infrastructure plus grande en ce qui concerne la traçabilité des propriétés électromagnétiques des matériaux en Europe. Il est à noter que la traçabilité métrologique des propriétés électromagnétiques pour de nombreux matériaux aux fréquences micro-ondes n'a été jamais pleinement développée et dans certains cas les incertitudes de mesures n'ont été que partiellement évaluées¹.

D'un point de vue technique, le projet vise une métrologie de pointe en effectuant des caractérisations aux fréquences micro-ondes (80 GHz étant la limite fixée dans le projet), cependant dans le cadre de la thèse nous allons effectuer des mesures jusqu'à 110 GHz étant donné que les équipements pour le faire sont disponibles au laboratoire.

¹ Projects.npl.co.uk/eminda/project.html

Cependant avec l'avancé technologique dans le secteur de la microélectronique, de nouveaux matériaux tels que les multiferroïques, les magnétoélectriques, les ferroélectriques etc... sont ciblés par l'industrie comme des alternatives efficaces pour l'avenir des technologies à base de Silicium dans les applications électroniques. La compétitivité des industries liées à l'électronique dépendra alors de l'adoption de ces nouveaux matériaux afin de permettre le développement et l'exploitation de la prochaine génération d'appareils électroniques

Ces nouveaux matériaux nécessitent de nouvelles approches pour la caractérisation de leurs propriétés électromagnétiques et dans le cadre de cette thèse nous allons nous concentrer sur la caractérisation électromagnétique des matériaux ferroélectriques.

Les matériaux ferroélectriques sont une classe de matériaux caractérisés par une polarisation spontanée même en l'absence de champ électrique. Les ferroélectriques sont très appréciés car ils possèdent de nombreuses propriétés telles que la piézoélectricité, la pyroélectricité mais aussi des propriétés électro-optiques (dépendance de la biréfringence optique en fonction du champ électrique). La propriété qui suscite le plus d'intérêt envers les ferroélectrique est leurs permittivités diélectrique qui peut atteindre des valeurs relativement importante. En effet cette propriété rend le ferroélectrique particulièrement attractif notamment pour la réalisation de mémoires non volatile, de capacités, de capteurs.....

Ce manuscrit est structuré en quatre chapitres :

Dans le premier chapitre nous aborderons les principales techniques de caractérisation des matériaux en haute fréquence et nous allons faire une étude comparative de ces différentes méthodes.

Le second chapitre est consacré aux résultats analytiques et expérimentaux obtenus lors de la caractérisation électromagnétique de substrats diélectriques (Alumine et Quartz) aux fréquences micro-ondes.

Le troisième chapitre traite quelques généralités sur les matériaux ferroélectriques en passant par les propriétés physiques et électriques d'un matériau ferroélectrique, les différentes techniques de dépôts en couche mince existante et enfin en présentant l'intérêt des couches minces et les matériaux ferroélectriques qui seront étudiés dans ce manuscrit.

Le dernier chapitre présente les dispositifs d'élaboration et de caractérisation des couches minces ferroélectriques ainsi que les résultats expérimentaux obtenus lors de la caractérisation électromagnétiques des couches minces de Titanate de Baryum et de Strontium (BST) et de Titanate Zirconate de Plomb (PZT).

Nous terminerons avec des perspectives liées aux résultats obtenus lors de cette thèse.

CHAPITRE I

ETAT DE L'ART SUR LES DIFFERENTES TECHNIQUES DE CARACTERISATION DES MATERIAUX

Contenu du chapitre I

Introduction	18
1 Les méthodes résonantes	19
1.1 Le Split Cylinder resonator	19
1.2 Méthode de perturbation aux cavités résonantes.....	21
2 Les techniques en espace libre.....	24
3 Les techniques capacitives.....	26
4 Les méthodes en lignes de transmission	28
4.1 La ligne coaxiale	28
4.2 La ligne microruban	31
4.3 La ligne coplanaire	34
5 Etude comparative des différentes techniques de caractérisation des matériaux.....	39
Conclusion.....	40
Bibliographie du Chapitre I	41

Introduction

La connaissance des propriétés électriques des matériaux est fondamentale dans le domaine de la microélectronique notamment avec la montée en fréquence et la miniaturisation des circuits. La famille des matériaux dans le domaine électromagnétique est ainsi très vaste et nous y retrouvons les semi-conducteurs, les diélectriques, les métamatériaux, les matériaux magnétiques, les supraconducteurs.

Nous aborderons dans ce travail les propriétés de matériaux non-conducteurs soumis à des champs électromagnétiques radiofréquences dont les fréquences ne cessent de croître. Elles sont liées au développement de l'électronique solide qui permet d'obtenir des performances remarquables en la matière, bien au-delà des micro-ondes. Ces performances sont généralement obtenues au prix d'une miniaturisation extrême des composants électroniques. D'autre part, les applications envisagées par l'électronique ne cessent de se diversifier. Une des conséquences principale est l'utilisation de matériaux peu ou pas utilisés dans les circuits. Une autre donnée importante est que l'utilisation des matériaux à l'échelle nanométrique, notamment sous forme planaire, peut avoir des propriétés particulières devant tenir compte de son environnement immédiat. Il s'ensuit le nécessaire développement d'une métrologie spécifique.

La maîtrise des propriétés intrinsèques des matériaux est requise pour répondre aux exigences des laboratoires de recherches académiques et industriels dans la perspective de modélisation de composants dits « exotiques » ou de nouvelles applications. Dans le cadre de ce travail nous allons nous intéresser aux matériaux diélectriques qui sont des isolants électriques capable d'emmagasiner de l'énergie électrostatique et sont caractérisés par leur permittivité.

Il existe deux grandes classes de méthodes pour caractériser des matériaux diélectriques en hyperfréquence et ces dernières varient suivant le type du matériau (massique ou multicouche) mais aussi suivant les fréquences d'utilisation ; ainsi nous avons des techniques mono fréquences à « bande étroite » et d'autres qui sont « larges bandes » appliquées aux lignes de transmission.

Dans la suite nous allons parler des principales techniques de caractérisation des matériaux existantes ainsi que de leur limite.

1 Les méthodes résonantes

Les méthodes résonantes ont l'avantage d'avoir une meilleure précision en termes de paramètres à caractériser contrairement aux autres techniques, elles fournissent la précision nécessaire que les méthodes larges bandes ne possèdent pas. En effet ces méthodes sont précises car elles permettent la connaissance exacte des propriétés diélectriques à chaque point de fréquence. Le seul inconvénient de ces méthodes est que l'échantillon à caractériser doit être précisément usiné avec une forme particulière, cela engendre forcément des coûts supplémentaires et en font des méthodes destructives.

Néanmoins ces méthodes sont utilisées pour des échantillons à faibles pertes et font appel aux méthodes de cavité résonante basée sur la technique des perturbations résonantes. La technique de perturbation résonante consiste à faire une mesure d'abord à vide, puis à insérer l'échantillon dans la cavité rectangulaire ou cylindrique. L'insertion de cet échantillon implique des variations de fréquence de résonance et de largeur de bande passante fournissant des informations pour le calcul de la constante diélectrique complexe. Il existe plusieurs techniques de mesure pour les méthodes résonantes dans la littérature telles que le Split Cylinder resonator, le résonateur de Pérot-Fabry, la cavité entrante, le résonateur magnétique et diélectrique etc... Nous allons nous intéresser à deux exemples afin de montrer comment se fait l'extraction des propriétés électromagnétiques.

1.1 Le Split Cylinder resonator

Cette technique est une méthode qui permet d'extraire la permittivité et les pertes tangentielles de matériaux faibles pertes aux fréquences micro-ondes. Cette méthode introduite par Kent [I-1] utilise un cylindre intégrant une cavité séparant ce dernier en deux parties, ainsi l'échantillon à mesurer est inséré dans la cavité ; la seule exigence est que l'échantillon doit être plat et s'étendre au-delà du diamètre du cylindre [I-1] (figure I-1). Une résonance de mode TE_{011} apparaît grâce aux boucles de couplages et ainsi on peut déterminer les champs transverses électriques et magnétiques puis extraire la permittivité relative de l'échantillon, l'extraction des pertes tangentielles se fait via la mesure du facteur de qualité Q qui fait intervenir les puissances dissipées dans le cylindre et dans l'échantillon.

La figure I-1 ci-dessous illustre la technique utilisée pour caractériser un échantillon avec le split cylinder resonator :

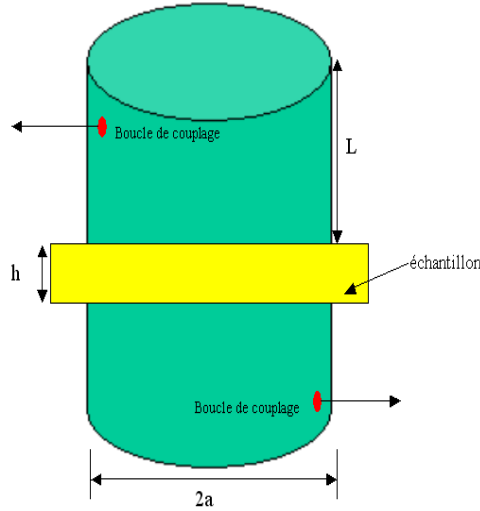


Figure I-1: Split cylinder resonator

La technique pour la détermination des champs transverses électriques et magnétiques régie par les équations de Maxwell afin de caractériser l'échantillon est plus amplement détaillée dans [I-2].

La détermination des propriétés électromagnétiques selon le modèle de Kent se fait en deux étapes : dans un premier temps les « gaps » d'air sont négligés et la structure est définie comme étant un cylindre fermé sur lui-même avec l'échantillon (diamètre $2a$ et longueur $2L+h$) ; la seconde étape consiste à ajouter une correction afin de considérer les « gaps » d'air. Ainsi la continuité des champs électriques et magnétiques à la surface de l'échantillon est décrite comme suit [I-3] :

$$\theta \tan \theta = \Psi \cot \Psi \cdot \left(\frac{h}{2L} \right) \quad (\text{I-1})$$

$$\theta = \frac{\beta \cdot h}{2} \quad (\text{I-2})$$

$$\Psi = \beta_0 L \quad (\text{I-3})$$

$$\beta_0^2 = \left(\frac{2\pi}{\lambda_0} \right)^2 - \left(\frac{2\pi}{\lambda_c} \right)^2 \quad (\text{I-4})$$

Avec L longueur de la moitié de la cavité cylindrique, h épaisseur de l'échantillon à caractériser, λ_0 longueur d'onde à la fréquence de résonance et λ_c longueur d'onde à la fréquence de coupure du mode TE_{011} .

La connaissance de θ nous permet d'extraire la constante diélectrique avec l'équation (I-5) :

$$\varepsilon'_r = \frac{1 + \left(\frac{\theta}{\theta_c} \right)^2}{\lambda_c^2} \cdot \lambda_0^2 \quad (I-5)$$

Les pertes tangentielles sont obtenues à l'aide du facteur de qualité à vide du résonateur, afin de dissocier les pertes de l'échantillon et celles de la cavité elle-même deux fonctions sont introduites [I-4]:

$$U = \frac{1}{\varepsilon'_r} \cdot \frac{\cos^3 \theta}{(\theta + \sin \theta \cos \theta) \sin \theta} \quad (I-6)$$

$$W = j_{11} \frac{\left(\frac{\Psi}{\Psi_c} \right)^3}{\Psi - \sin \Psi \cos \Psi} \quad (I-7)$$

Où j_{11} est le premier zéro de la fonction de Bessel de la première espèce d'ordre 1.

Nous pouvons ainsi introduire l'expression des pertes tangentielles :

$$\tan \delta = \frac{1+U}{Q_0} - SW(1+W) \quad (I-8)$$

Avec S qui correspond à la mesure des pertes de la cavité dépendant de la fréquence et de la conductivité de la cavité résonante.

1.2 Méthode de perturbation aux cavités résonantes

Avec cette méthode l'échantillon est introduit dans une cavité de type métallique creuse ou résonateur diélectrique, cela induit un changement de la fréquence de résonance ainsi que du facteur de qualité et les propriétés diélectriques sont ainsi obtenues. Cette méthode est largement utilisée dans l'étude des propriétés électromagnétiques des diélectriques, semi-conducteurs, des matériaux magnétiques et composites en général pour les céramiques à

faibles pertes et les échantillons à formes irrégulières. La technique de perturbation d'une cavité est souvent utilisée dans la caractérisation des propriétés diélectriques des matériaux homogènes. La mesure se fait d'abord à vide, puis en insérant l'échantillon dans la cavité rectangulaire ou cylindrique.

L'insertion de l'échantillon implique des variations de fréquence de résonance et de largeur de bande passante fournissant des informations pour le calcul de la constante diélectrique.

La figure I-2 illustre une cavité résonante avec l'insertion d'un échantillon :



Figure I-2: Cavité résonante rectangulaire.

En considérant une cavité résonante avant l'introduction d'une perturbation (à vide), les propriétés diélectriques du système sont décrites par les équations de Maxwell suivantes [I-5] :

$$\nabla \cdot E_1 = -j\omega\mu_1 H_1 \quad (\text{I-9})$$

$$\nabla \cdot H_1 = j\omega\epsilon_1 H_1 \quad (\text{I-10})$$

Par analogie les propriétés diélectriques du système après perturbation sont définies comme suit :

$$\nabla \cdot E_2 = -j\omega\mu_2 H_2 \quad (\text{I-11})$$

$$\nabla \cdot H_2 = j\omega\epsilon_2 H_2 \quad (\text{I-12})$$

La concaténation de ses équations nous permet d'écrire la relation suivante :

$$\frac{\omega_2 - \omega_1}{\omega_2} = -\left(\frac{\varepsilon_r - 1}{2}\right) \frac{\iiint_{V_s} E_1 \cdot E_2 dV}{\iiint_{V_c} |E_1|^2 dV} \quad (I-13)$$

De manière plus simplifiée les parties réelles et imaginaires de la permittivité de l'échantillon à caractériser peuvent s'écrire comme suit :

$$(\varepsilon_r' - 1)C = 2\left(\frac{f_1 - f_2}{f_2}\right) \quad (I-14)$$

$$\varepsilon_r''C = \frac{1}{Q_2} - \frac{1}{Q_1} \quad (I-15)$$

$$\text{où } C = \frac{\iiint_{V_s} E_1^* \cdot E_2 dV}{\iiint_{V_c} |E_1|^2 dV} \quad (I-16)$$

Les paramètres f_1 , Q_1 et f_2 , Q_2 sont respectivement les fréquences de résonance et facteurs de qualité à vide et avec introduction d'une perturbation. C est une constante qui ne dépend pas des propriétés de l'échantillon, V_s et V_c correspondent aux volumes de l'échantillon et de la cavité.

Cependant l'extraction de la perméabilité de l'échantillon requiert une étude un peu plus poussée nous permettant d'introduire deux paramètres A et B .

$$(\varepsilon_r' - 1)A \frac{V_s}{V_c} = \left(\frac{f_1 - f_2}{f_2}\right) \quad (I-17)$$

$$\varepsilon_r''B \frac{V_s}{V_c} = \frac{1}{Q_2} - \frac{1}{Q_1} \quad (I-18)$$

En effet les paramètres A et B sont obtenus avec un échantillon aux propriétés connues (notamment la permittivité) mais cet échantillon doit absolument avoir les mêmes dimensions que notre échantillon à caractériser. Avec le changement des fréquences de résonance et du facteur de qualité, les paramètres A et B peuvent être calculés avec les équations (I-17) et (I-18).

Nous pouvons ainsi extraire la perméabilité du dispositif sous test avec les relations ci-dessous [I-3]:

$$A(\mu_r' - 1) \frac{V_s}{V_c} = \frac{f_1 - f_2}{f_2} \quad (\text{I-19})$$

$$\frac{1}{Q_2} - \frac{1}{Q_1} = B\mu_r'' \frac{V_s}{V_c} \quad (\text{I-20})$$

2 Les techniques en espace libre

Les mesures en espace libre sont des techniques large bande qui ont été introduites en 1948 par suite du manque de précision et des difficultés pour l'obtention d'échantillons de plus grandes dimensions que celles nécessaires aux guides d'ondes [I-6]. Il s'agit de techniques non destructives et sans contact réapparues en 1986 pour la caractérisation des matériaux dans le domaine des micro-ondes. Elles reposent sur la mesure de la variation en amplitude et en phase d'une onde électromagnétique transmise ou réfléchi par un échantillon placé entre deux antennes. En effet il s'agit de mesurer les coefficients de réflexion et de transmission d'éléments plans sous différents angles de polarisation. Cette technique est particulièrement appréciée car elle réduit les erreurs de mesure étant donné que l'échantillon ne nécessite pas d'être usiné, mais aussi elle peut être utilisée pour mesurer une large gamme de matériaux y compris les solides, liquides et gaz [I-7]. De plus elle est appropriée pour la caractérisation de matériaux diélectriques non homogènes destinés à des applications à haute température. Cependant les inconvénients majeurs de cette technique sont les réflexions multiples entre les cornets de l'antenne ainsi que les effets de diffraction aux bords de l'échantillon.

Plusieurs études ont été publiées [I-8], [I-9], [I-10] en ce qui concerne les techniques en espace libre et elles reposent toutes sur le même principe : La mesure des paramètres S_{11} et S_{21} du dispositif sous test.

Les paramètres S sont les coefficients de transmission et de réflexion correspondant aux réponses électriques d'un dispositif sous test en hyperfréquence, ces paramètres feront l'objet d'une étude plus détaillée dans le chapitre suivant.

La permittivité et la perméabilité complexe de l'échantillon à caractériser sont obtenues grâce à l'analyseur de réseau vectoriel (VNA) relié à des antennes. Les figures I-3 et I-4 illustrent la distribution des paramètres S ainsi que le banc de mesure en espace libre.

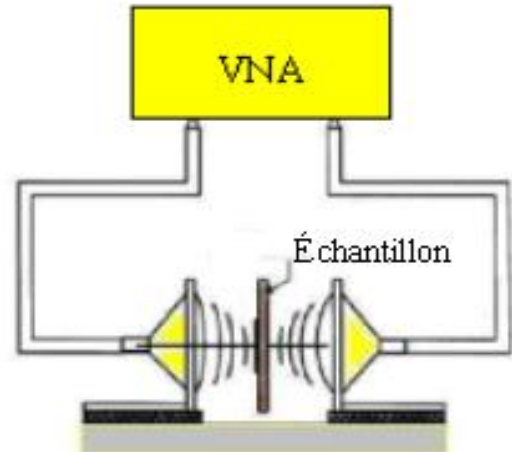
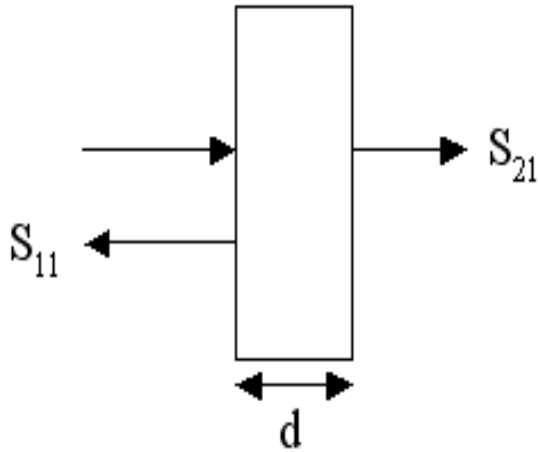


Figure I-3 : Diagramme schématisant d'un échantillon lors de la caractérisation en espace libre

Figure I-4 : Banc de mesure en espace libre

Afin d'extraire les propriétés électromagnétiques de notre échantillon, deux paramètres Γ et T sont introduits :

$$\Gamma = K \pm \sqrt{K^2 - 1} \quad (\text{I-21})$$

$$K = \frac{S_{11}^2 - S_{21}^2 + 1}{2S_{11}} \quad (\text{I-22})$$

$$T = \frac{S_{11} + S_{21} - \Gamma}{1 - (S_{11} + S_{21})\Gamma} \quad (\text{I-23})$$

Γ et T correspondent respectivement aux facteurs de réflexion et de transmission à l'interface air/échantillon.

Nous pouvons ainsi écrire les relations suivantes en ce qui concerne la permittivité et la perméabilité pour un échantillon d'épaisseur d :

$$\varepsilon^* = \frac{\gamma}{\gamma_0} \left(\frac{1 - \Gamma}{1 + \Gamma} \right) \quad (\text{I-24})$$

$$\mu^* = \frac{\gamma}{\gamma_0} \left(\frac{1+\Gamma}{1-\Gamma} \right) \quad (\text{I-25})$$

$$\gamma = \frac{[\log(\frac{1}{\sqrt{T}})]}{d} \quad (\text{I-26})$$

$$\text{et } \gamma_0 = j \frac{2\pi}{\lambda_0} \quad (\text{I-27})$$

γ représente la constante de propagation de l'échantillon, γ_0 et λ_0 représentent respectivement la constante de propagation dans l'air et la longueur d'onde.

La technique de mesure en espace libre reste relativement simple et précise en ce qui concerne l'extraction des propriétés électromagnétiques de matériaux, les travaux de Kumar *et al.* [I-10] ont démontré l'exactitude de la méthode avec notamment des résultats probants sur la permittivité. Cependant cette méthode est limitée par le fait qu'elle s'applique aux échantillons avec des grandes pertes ($\tan\delta > 0,1$). Pour les matériaux faibles pertes il faudrait appliquer une métallisation en dessous de l'échantillon afin de minimiser les erreurs dans la mesure des coefficients de réflexion et de transmission ; mais aussi l'épaisseur de l'échantillon doit être assez grande (supérieure aux dimensions du support). Les travaux de D.Ghodgaonkar *et al.* [I-11] ont expérimenté une nouvelle technique utilisant un étalonnage TRL (Thru Reflect Line) afin de minimiser les erreurs dues aux réflexions multiples.

3 Les techniques capacitives

L'utilisation des techniques capacitives pour la caractérisation des matériaux est largement utilisée dans le domaine de la microélectronique notamment dans les basses fréquences (de l'hertz à la centaine de mégahertz), les mesures peuvent s'étendre au gigahertz dans le cas où l'échantillon à caractériser serait déposé sur une puce [I-12].

Une des difficultés liées à ces techniques sont les effets de bords en basses fréquences, qui peuvent être minimisés en utilisant des électrodes de garde ou en effectuant d'autres mesures à l'aide d'un matériau de référence ou à vide (air).

Dans le cadre d'un condensateur plan de surface S , ayant une distance d entre les deux conducteurs les expressions de la capacité et de la conductance sont données par :

$$C = \frac{\varepsilon' S}{d} \quad (\text{I-28})$$

$$G = \frac{\varepsilon'' S}{d} \omega \quad (\text{I-29})$$

Le modèle présenté à la figure I-5 réduit au maximum les effets de bords et l'expression de la permittivité relative de l'échantillon à caractériser est décrite par l'équation suivante :

$$\varepsilon_r = \frac{C - jG/\omega}{C_{air} - jG_{air}/\omega} \quad (\text{I-30})$$

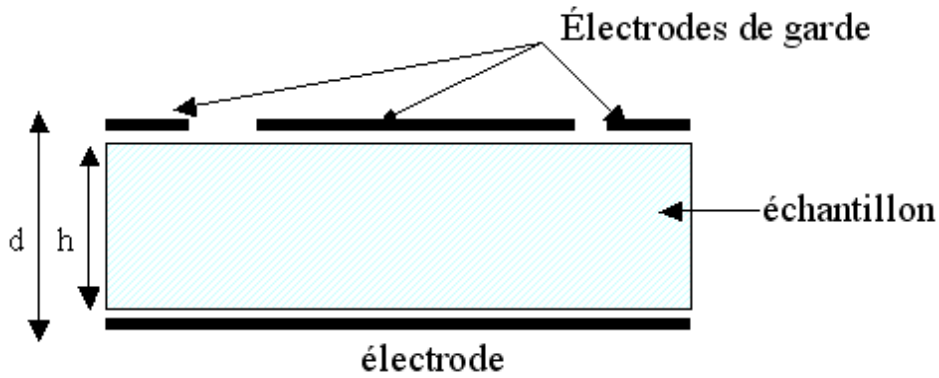


Figure I-5 : Condensateur avec électrodes de garde

Dans le cas d'une structure multicouche la permittivité relative équivalente est donnée par la technique des moyennes pondérées [I-10] :

$$\varepsilon_r = \left(\sum_{n=1}^N \frac{h_n}{h_t \varepsilon_{r,n}} \right) \quad (\text{I-31}) \quad \text{avec} \quad h_t = \sum_{n=1}^N h_n$$

Où h_n représente la hauteur de chaque couche et $\varepsilon_{r,n}$ la permittivité de la nième couche.

Cependant pour des systèmes multicouches composés de faibles épaisseurs cette relation n'est pas applicable à cause des pertes métalliques qui deviennent prépondérantes [I-13].

4 Les méthodes en lignes de transmission

Les méthodes en lignes de transmission sont des méthodes non-résonantes qui permettent une caractérisation large bande. Elles consistent à insérer dans une section d'une ligne de transmission l'échantillon à caractériser et la permittivité et la perméabilité complexes sont déduites des paramètres de réflexion et de transmission. Généralement les lignes utilisées sont de type coaxiale ou en technologie planaire (la ligne micro-ruban, la ligne triplaque, le guide d'onde coplanaire, le condensateur interdigité...).

Nous allons nous intéresser aux trois principales lignes de transmissions qui sont largement utilisées en ce qui concerne l'extraction des propriétés électromagnétiques dans le domaine des hyperfréquences.

4.1 La ligne coaxiale

La ligne coaxiale est une ligne de transmission constituée d'une âme centrale et d'un diélectrique entouré d'un blindage qui opère selon un mode TEM (les champs électrique et magnétique sont perpendiculaires à l'axe de la ligne). Cette technique est intéressante en ce qui concerne la mesure de la permittivité et la perméabilité de matériaux ayant de faibles pertes. Les mesures en ligne coaxiale peuvent se faire soit en utilisant un court-circuit, un circuit ouvert ou une charge adaptée. La ligne coaxiale est aussi utilisée pour la mesure des propriétés magnétiques des ferrites à travers la mesure de l'impédance caractéristique et de la constante de propagation qui se font à l'aide d'un analyseur d'impédance [I-14].

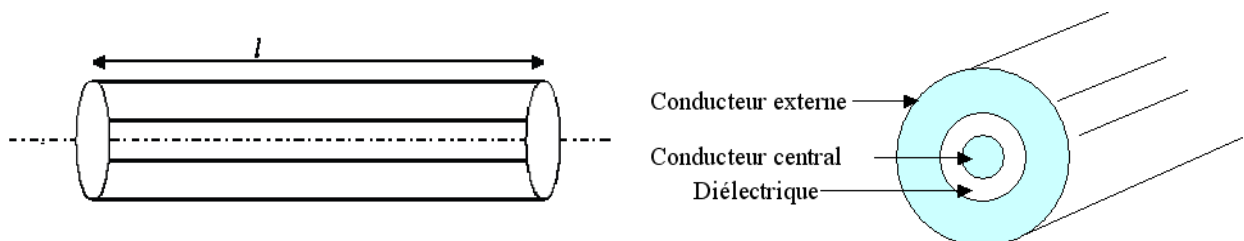


Figure I-6: *Ligne coaxiale*

En 1970 Nicolson et Ross [I-15] introduisent une méthode large bande permettant d'extraire la permittivité et la perméabilité complexes de matériaux linéaires.

Cette méthode était mieux adaptée à des composants dont les propriétés électromagnétiques variaient relativement lentement en fonction de la fréquence. Cette méthode combinée aux travaux de Weir [I-16] nous donne l'algorithme communément appelé Nicolson-Ross-Weir (NRW) où les coefficients de réflexion et de transmission sont dérivés des paramètres S_{11} et S_{12} afin de pouvoir effectuer le calcul de la permittivité et de la perméabilité. Cet algorithme a l'avantage d'être non itératif et est applicable aux lignes coaxiales et aux guides d'ondes rectangulaires.

L'extraction des propriétés électromagnétiques se fait suivant les systèmes d'équations suivants [I-17]:

Soit Γ le coefficient de réflexion suivant les modes TE et TEM :

$$\Gamma = \frac{Z - Z_0}{Z + Z_0} = \frac{\gamma_0 \mu^* - \gamma}{\gamma_0 \mu^* + \gamma}$$

$$Z = \frac{j\omega\mu_0 \mu^*}{\gamma}$$

$$Z_0 = \frac{j\omega\mu_0}{\gamma_0}$$

$$\gamma_0 = j \frac{2\pi}{\lambda_0} \sqrt{1 - \left(\frac{\lambda_0}{\lambda_c}\right)^2} \quad \text{et} \quad \gamma = j \frac{2\pi}{\lambda_0} \sqrt{\epsilon^* \mu^* - \left(\frac{\lambda_0}{\lambda_c}\right)^2}$$

De même ce coefficient de réflexion peut s'écrire avec les paramètres S_{21} et S_{11} :

$$\Gamma = K \pm \sqrt{K^2 - 1} \quad \text{et} \quad K = \frac{S_{11}^2 - S_{21}^2 + 1}{2S_{11}}$$

Soit T le coefficient de transmission suivant les modes TE et TEM :

$$T = \exp(-\gamma L) = \frac{S_{11} + S_{21} - \Gamma}{1 - (S_{11} + S_{21})\Gamma}$$

Nous pouvons déduire les expressions de la perméabilité et de la permittivité :

$$\mu^* = \frac{1 + \Gamma}{(1 - \Gamma)\Lambda \sqrt{\left(\frac{1}{\lambda_0^2}\right) - \left(\frac{1}{\lambda_c^2}\right)}} \quad (\text{I-32}) \quad \text{avec} \quad \frac{1}{\Lambda^2} = \left[\frac{j}{2\pi L} \ln(T) \right]^2$$

$$\varepsilon^* = \frac{\lambda_0^2}{\mu^* \left[\left(\frac{1}{\lambda_c^2}\right) - \left(\frac{1}{\Lambda^2}\right) \right]} \quad (\text{I-33})$$

L'algorithme NRW propose une extraction large bande des propriétés électromagnétiques des matériaux faibles pertes mais cependant il présente quelques lacunes.

En effet dans les années 1990, les travaux de J.Barker-Jarvis [I-17] ont démontré qu'il subsistait des pics à certains points de fréquences où la longueur de l'échantillon correspond à un multiple de la demi-longueur d'onde dans l'échantillon lors de la détermination de la permittivité. A ces points de fréquences les équations deviennent algébriquement instables car $S_{11} \rightarrow 0$ et l'incertitude sur la mesure de la phase de S_{11} devient grande.

La figure I-7 illustre les pics observés avec l'application de l'algorithme NRW :

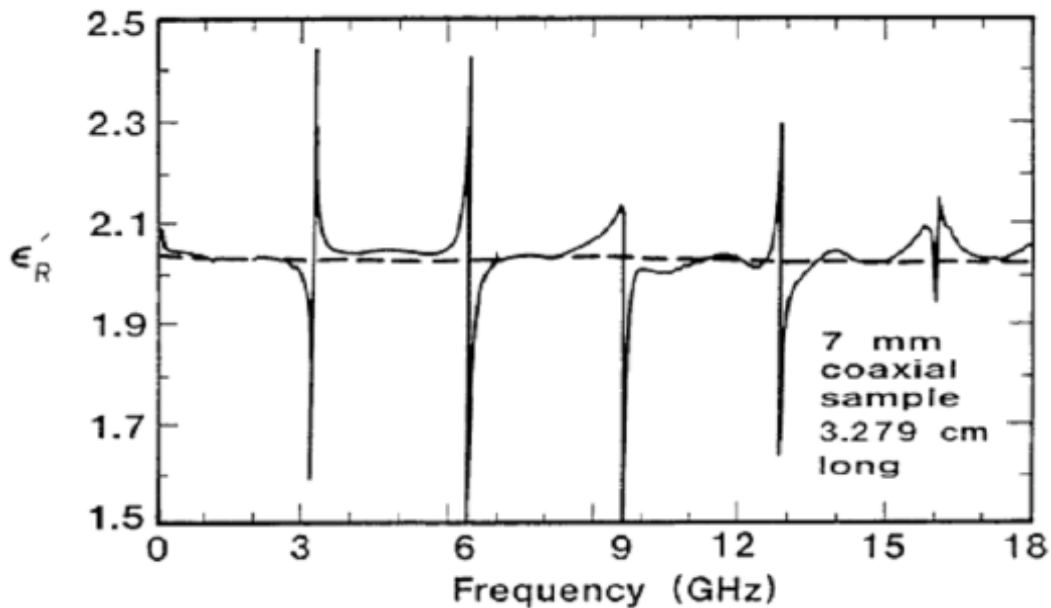


Figure I-7 : Permittivité d'un échantillon de polytetrafluoroéthylène (PTFE) en fonction de la fréquence avec l'algorithme NRW

Plusieurs solutions en ce qui concerne l'élimination des pics ont été émises, J.Barker-Jarvis a implémenté une technique itérative en supposant que $\mu_r^* = 1$ et en utilisant une combinaison linéaire des paramètres S :

$$\frac{1}{2} \{ [S_{12} + S_{21}] + \beta [S_{11} + S_{22}] \} = \frac{Z(1 - \Gamma^2) + \beta \Gamma(1 - Z^2)}{1 - Z^2 \Gamma}$$

Dans les travaux de Boughriet et al. [I-18] la procédure consiste à introduire les relations de la permittivité et de la perméabilité effective :

$$\mu_{eff} = \frac{\lambda_{0g}}{\Lambda} \frac{1 + \Gamma}{1 - \Gamma} = \mu_r \quad (I-34)$$

$$\varepsilon_{eff} = \frac{\lambda_{0g}}{\Lambda} \frac{1 - \Gamma}{1 + \Gamma} \quad (I-35)$$

$$\text{avec } \lambda_{0g} = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{1}{\lambda_0^2} - \frac{1}{\lambda_c^2} \right)}} \quad \text{et} \quad \frac{1}{\Lambda^2} = \left[\frac{j}{2\pi L} \ln(T) \right]^2$$

La permittivité relative est donnée par la relation suivante :

$$\varepsilon_r = \left(1 - \frac{\lambda_{0g}^2}{\lambda_c^2} \right) \varepsilon_{eff} + \frac{\lambda_0^2}{\lambda_c^2} \frac{1}{\mu_{eff}} \quad (I-36)$$

4.2 La ligne microruban

La ligne microruban (microstrip) est l'une des lignes de transmission planaires les plus utilisées dans les circuits intégrés monolithiques micro-ondes de part son faible encombrement et sa facilité de fabrication et d'intégration avec des dispositifs actifs ou passifs. Cependant les lignes microrubans transportent des plus faibles puissances et ont des pertes plus importantes par rapport aux lignes coaxiales du fait de l'absence d'un blindage.

Ce type de ligne est constitué d'un conducteur central métallisé déposé sur un substrat diélectrique entièrement métallisé sur la face inférieure qui constitue le plan de masse. La figure I-8 illustre la structure générale d'une ligne micro ruban ainsi que la dispersion des champs électrique et magnétique dans ce type de ligne.

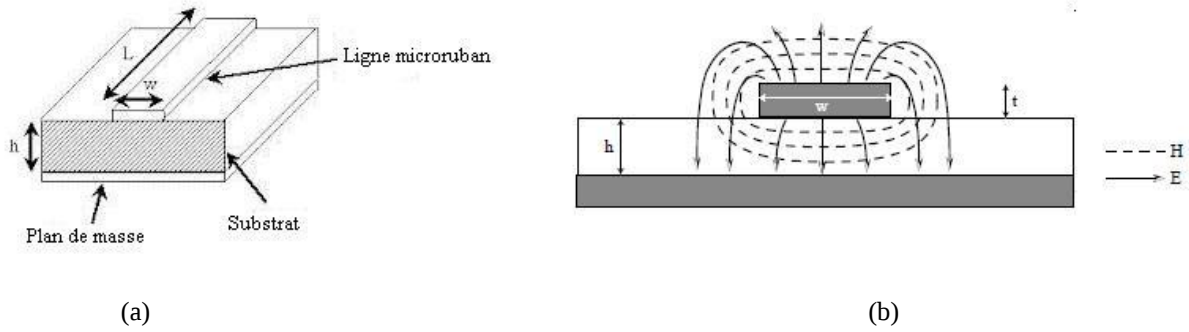


Figure I-8 : Configuration ligne microruban (a) et dispersion des champs électrique et magnétique (b)

La ligne microruban est caractérisée par son impédance caractéristique, sa vitesse de phase et sa permittivité effective.

Avec ce type de configuration, le milieu de propagation n'est pas homogène car une partie des lignes de champs se situe dans l'air ($v_\phi = c$) et l'autre dans le substrat ($v_\phi = \frac{c}{\sqrt{\epsilon_r}}$), ainsi

l'approximation qui est faite pour le mode de propagation est celle du mode Quasi-TEM avec une vitesse de phase $v_\phi = \frac{c}{\sqrt{\epsilon_e}}$, avec c qui correspond à la célérité de la lumière et ϵ_e qui correspond à la permittivité effective de notre système.

Dans ce cas de figure la permittivité effective dépend fortement des dimensions géométriques de la ligne microruban ainsi que de la permittivité relative du substrat. L'expression de la permittivité effective est décrite par la relation suivante [I-19]:

$$\epsilon_e = \frac{\epsilon_r + 1}{2} + \frac{\epsilon_r - 1}{2} \cdot f\left(\frac{w}{h}\right) \quad (\text{I-37})$$

Avec :

$$\begin{cases} f\left(\frac{w}{h}\right) = \left(1 + 12 \frac{h}{w}\right)^{\frac{1}{2}} + 0,04 \left(1 - \frac{w}{h}\right)^2 & \text{si } \frac{w}{h} \leq 1 \\ f\left(\frac{w}{h}\right) = \left(1 + 12 \frac{h}{w}\right)^{\frac{1}{2}} & \text{si } \frac{w}{h} \geq 1 \end{cases}$$

Les techniques de caractérisation des matériaux en ligne microruban peuvent être soit destructives : l'échantillon à caractériser est inséré entre le substrat et la ligne ; ou non destructives : l'échantillon est directement déposé sur la ligne microruban sans avoir recours à un quelconque usinage ou de combler la longueur de la ligne.

Dans le cas des techniques destructives, la méthode est basée sur la mesure des paramètres S aux accès de la ligne microruban permettent de déterminer l'impédance caractéristique et la constante de propagation qui sont données par les équations suivantes [I-20] :

$$Z_c = Z'_0 \sqrt{\frac{\mu_{\text{reff}}}{\epsilon_{\text{reff}}}}$$

$$\gamma = \omega \sqrt{\epsilon_0 \mu_0} \sqrt{\epsilon_{\text{reff}} \mu_{\text{reff}}}$$

Les propriétés électromagnétiques de l'échantillon sont par la suite déduites de ces mesures.

La figure I-9 illustre une cellule microruban avec un échantillon sous test dans le cadre de techniques non destructives.

La détermination de la permittivité et de la perméabilité du matériau fait appel à la connaissance de deux variables mesurables correspondant aux facteurs de réflexion et de transmission. Dans le cas où l'échantillon à caractériser possède les mêmes dimensions que la cellule microruban, alors les facteurs de transmission et de réflexion seront calculées selon la théorie des lignes parfaitement décrite dans [I-16].

Dans le cas contraire, c'est à dire lorsque l'échantillon ne couvre qu'une partie de la ligne (figure I-9) : une analyse du mode de propagation est requise afin de pouvoir déterminer les propriétés électromagnétiques du dispositif sous test [I-21]. Ainsi l'extraction de la permittivité et de la perméabilité à travers les paramètres S requiert une procédure d'optimisation numérique (problème inverse) couplée à une analyse complète du mode de propagation dans la cellule microruban (problème direct).

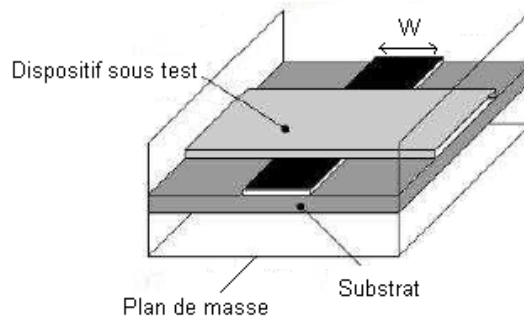


Figure I-9 : Ligne microruban chargée avec un dispositif sous test

4.3 La ligne coplanaire

La topologie coplanaire (Coplanar Waveguide_CPW) a été introduite en 1969 par Wen [I-22], elle est constituée d'un substrat diélectrique sur lequel est déposé des lignes conductrices séparées entre elles par une fente (« gap »). La ligne coplanaire possède plusieurs avantages par rapport aux lignes à fentes et microruban, en effet avec ses plans de masse qui se situent au même niveau que le conducteur central, elle offre une facilité d'intégration pour la connexion aux circuits externes.

La ligne coplanaire est très utilisée comme ligne de transmission dans les circuits intégrés micro-ondes monolithiques (MMICs) du fait de ses propriétés électromagnétiques et technologiques. Ainsi avec la miniaturisation des circuits et la montée en fréquence des dispositifs, son utilisation s'avère être pertinente.

Dans le cadre de techniques de caractérisation notamment pour les méthodes en lignes de transmission, la ligne coplanaire suscite un réel intérêt car elle représente elle-même une cellule de mesure. En effet, la ligne coplanaire permet l'exécution d'une méthode simple de caractérisation électromagnétique pour les matériaux couche mince car elle devient une cellule de mesure intégrant directement l'échantillon.

En haute fréquence la connaissance des paramètres S (coefficients de réflexion et de transmission) correspondant aux réponses électriques d'un dispositif sous test en fonction des signaux d'entrées, devient importante. La mesure de ces paramètres se fait grâce à l'analyseur de réseau vectoriel. Afin d'établir le comportement électromagnétique de la ligne coplanaire, nous déterminons ses paramètres S (paramètres de réflexion S_{11} et S_{22} ; paramètres de transmission S_{12} et S_{21}) dans la bande de fréquence souhaitée (jusqu'à 110 GHz). La mesure de ces paramètres se fait à l'analyseur de réseau vectoriel, nous permettant ainsi de déterminer

à partir de relations analytiques la constante de propagation et l'impédance caractéristique de la ligne coplanaire et donc les propriétés électromagnétiques du substrat ou d'un matériau couche mince placé entre le substrat et la ligne coplanaire.

L'avantage de ce type de ligne est qu'elle offre une caractérisation large bande, qu'elle est adaptée aux mesures en couches minces, mais aussi qu'elle possède un caractère non destructif pour son insertion dans des applications.

Enfin la ligne coplanaire est un guide d'onde qui est facilement réalisable, qui induit de faibles coûts technologiques et fonctionne sous un mode quasi-TEM peu dispersif malgré la non-homogénéité du milieu (air + substrat) : c'est-à-dire que les champs électrique et magnétique peuvent être considérés comme perpendiculaires à l'axe de la ligne selon lequel s'effectue la propagation. Il est possible d'optimiser les dimensions de la ligne afin de propager le mode dominant (Quasi-TEM) et d'obtenir une meilleure exactitude des paramètres S mesurés.

Les figures ci-dessous illustrent la topologie d'une ligne coplanaire ainsi que la distribution des champs électriques et magnétiques dans la ligne.

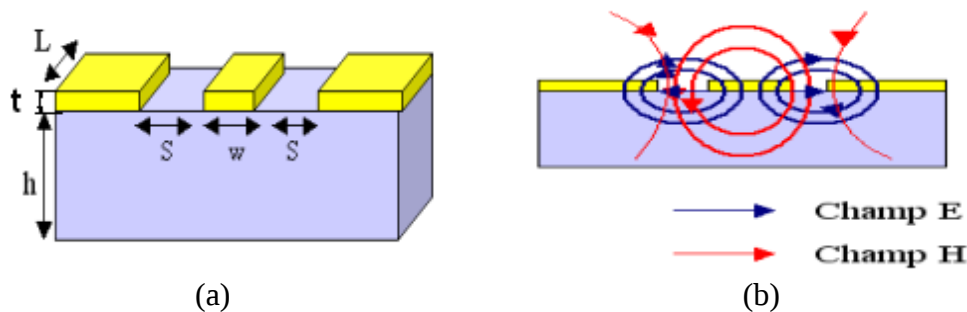


Figure I-10 : Ligne coplanaire (a) et répartition des lignes de champs électrique et magnétique (b)

Comme avec la ligne microruban, il existe des techniques destructives et non destructives en ce qui concerne la caractérisation de matériaux avec la ligne coplanaire. Dans la suite nous allons présenter une méthode de caractérisation destructive où le substrat constitue l'échantillon à caractériser. En effet cette technique de caractérisation des matériaux large bande dite « destructive » s'avère être la technique la plus souple à des fins métrologiques.

La caractérisation des lignes coplanaires pour l'extraction des propriétés électromagnétiques du substrat se fait via un analyseur de réseau vectoriel afin de mesurer les paramètres S de la ligne, la connaissance des paramètres S nous permet aussi de déterminer la constante de propagation γ de la ligne.

Avec ce type de configuration la permittivité effective de notre système est donnée par la relation suivante :

$$\varepsilon_{eff} = 1 + \frac{\varepsilon_r - 1}{2} \frac{K(k_1)}{K(k'_1)} \frac{K(k'_0)}{K(k_0)} \quad (I-38)$$

avec : ε_r permittivité relative du substrat ; $K(k_0)$ et $K(k_1)$ intégrales elliptiques du premier ordre ; $K(k'_0)$ et $K(k'_1)$ intégrales elliptiques du second ordre ; k_0 , k_1 , k'_0 et k'_1 coefficients qui dépendent des propriétés géométriques de la ligne coplanaire.

$$k_0 = \frac{w}{w + 2s}$$

$$k_1 = k_0 \cdot \sqrt{\frac{1 - \left(\frac{w + 2s}{w + 2s + 2w_g} \right)^2}{1 - \left(\frac{w}{w + 2s + 2w_g} \right)^2}}$$

$$K(k'_i) = K(\sqrt{1 - k_i^2}), i = 0, 1, 2, \dots$$

avec W qui correspond à la largeur du conducteur central, S la fente et W_g la largeur du plan de masse de la ligne coplanaire.

La ligne coplanaire peut être schématisée par un circuit électrique équivalent de type RLCG (Figure I-11). Ces paramètres dépendent des dimensions géométriques du guide d'onde et des propriétés électromagnétiques du substrat. Les systèmes d'équations permettant de déterminer ces 4 paramètres ont été développés dans les travaux de W. Heinrich [I-23], elles sont particulièrement complexes dans leur exploitation et seront plus amplement détaillé dans l'annexe 2.



Figure I-11 : Circuit électrique équivalent de la ligne coplanaire

La constante de propagation s'exprime alors analytiquement comme suit :

$$\gamma = \sqrt{(R + jL\omega) \cdot (G + jC\omega)}$$

Ainsi la permittivité relative du substrat et les pertes tangentielles s'expriment selon les équations ci-dessous :

$$\varepsilon_r = \frac{C - 2\varepsilon_0 F_{up}}{2\varepsilon_0 F_{low}} \quad (I-39) \quad \tan \delta = \frac{G}{2\omega\varepsilon_0\varepsilon_r F_{low}} \quad (I-40)$$

Avec C qui correspond à la composante capacitive de la ligne coplanaire, G sa conductance, ε_0 la permittivité du vide ; F_{up} et F_{low} plus amplement détaillées dans [I-23].

La perméabilité effective de notre système peut aussi être déterminée, et dans le cas de matériaux non magnétiques cette dernière équivaut à la perméabilité relative du substrat.

L'expression de la permittivité effective de la ligne coplanaire est décrite par la relation suivante [24]:

$$\mu_{reff} = -j \frac{1}{\omega L \sqrt{\varepsilon_0 \mu_0}} \left(\frac{1+\Gamma}{1-\Gamma} \right) \left(\frac{Z_0}{Z'_0} \right) \ln(T) \quad (I-41)$$

Avec : Γ coefficient de réflexion à l'entrée de la cellule coplanaire ; T coefficient de transmission le long de la ligne coplanaire ; Z_0 impédance caractéristique de la ligne coplanaire sous test ; Z'_0 impédance caractéristique de cette dernière lorsque $\varepsilon_r=1$, $\mu_r=1$.

La relation du facteur de réflexion s'écrit comme suit :

$$\Gamma = \frac{Z'_0 - Z_0}{Z'_0 + Z_0}$$

$$\text{avec } Z_0 = \frac{30\pi}{\sqrt{\epsilon_{eff}}} \frac{K(k'_0)}{K(k_0)} \quad \text{et} \quad Z'_0 = \frac{K(k'_0)}{K(k_0)} \cdot \frac{1}{4 \cdot c_e \epsilon_0}, \quad c_e \text{ représente la célérité de la lumière.}$$

La technique de caractérisation des matériaux en ligne de transmission décrite dans cette partie démontre que la ligne coplanaire de par sa topologie et ses nombreux avantages demeure le guide d'onde par excellence utilisé dans les circuits intégrés hyperfréquence.

De plus, malgré la mise en œuvre complexe des multiples équations pour la caractérisation électromagnétique des matériaux, elle reste une technique de caractérisation large bande fiable adaptée aux matériaux en couches minces.

5 Etude comparative des différentes techniques de caractérisation des matériaux

Dans cette partie nous allons lister les principales techniques de caractérisation des matériaux qui ont été détaillées dans les précédents paragraphes afin de pouvoir les comparer entre elles. Ainsi nous allons procéder à une étude comparative afin de pouvoir dégager les principaux avantages et points faibles de chacune d'entre elles.

Le tableau ci-dessous résume l'étude qui a été faite sur les différentes catégories de technique de caractérisation des matériaux :

Techniques de caractérisation des matériaux	Avantages	Inconvénients
Résonantes	▪ Meilleure précision	▪ Mono fréquence ▪ Usinage de l'échantillon → coûts supplémentaires
Espace Libre	▪ Large bande ▪ Mesure sans contact	▪ Réflexions multiples ▪ Diffraction aux bords de l'échantillon ▪ Ne convient pas aux mesures en couches minces
Capacitives	▪ Méthode simple pour déterminer la constante diélectrique	▪ Mesures en basse fréquence : maximum 1 GHz ▪ Effets de bords ▪ Non adapté aux systèmes multicouches
Lignes de transmission	▪ Large bande ▪ Permet la connaissance exacte à chaque point de fréquence de ϵ_r, μ_r et de $\tan \delta$ ▪ Polarisation facile	▪ Moins précise que les méthodes résonantes pour des échantillons faibles pertes.

Tableau I-1 : Avantages et inconvénients des techniques de caractérisation électromagnétiques des matériaux

Conclusion

Au terme de cette analyse sur les différentes techniques de caractérisation des matériaux aux fréquences micro-ondes, nous avons pu constater que ces dernières sont classées en deux grandes classes fondamentales : les méthodes à bandes étroites appliquées aux techniques résonantes et les méthodes larges bandes que l'on retrouve notamment avec les techniques en espace libre et en lignes de transmissions. Cette étude nous a permis de pouvoir valider la technique la mieux adaptée aux besoins de notre projet à savoir la caractérisation large bande de matériaux et adaptable en couche mince.

Dans le chapitre suivant nous allons donc aborder la caractérisation de substrats diélectriques à faibles pertes avec la méthode coplanaire.

Bibliographie du Chapitre I

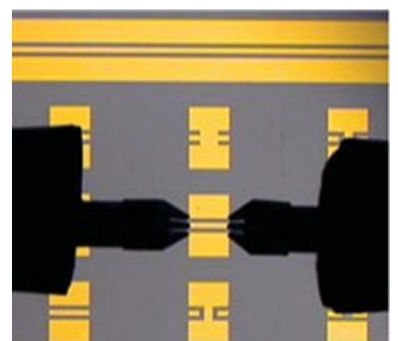
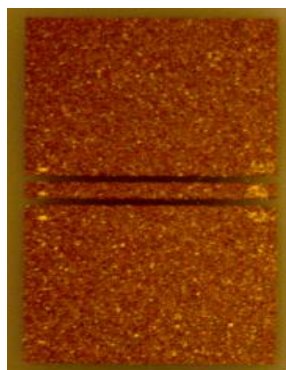
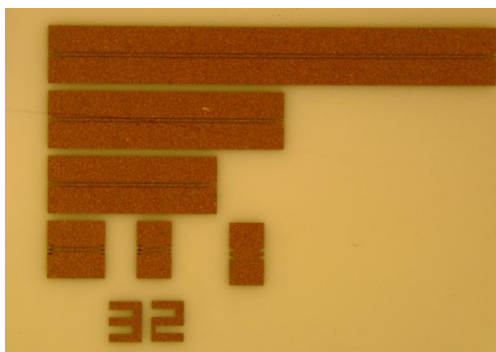
- [I-1] M.D. Janezic, J.B. Jarvis, "Full-wave analysis of a split cylinder resonator for nondestructive permittivity measurements", IEEE Transactions on microwave theory and techniques, Vol.47,N0.10, October 1999.
- [I-2] M.Janezic, E.Kuester,J.Baker-Jarvis, "Broadband complex permittivity measurement of dielectric substrates using a split cylinder resonator", IEEE Microwave Theory and Techniques,2004.
- [I-3] L.F. Cheng, C.K. Ong, C.P. Neo, V.V. Karadan, V.K. Karadan, " Microwave electronics measurements and materials characterisation" , pp 39-415.
- [I-4] G. Kent, "Non destructive permittivity measurement of substrates", IEEE Transactions on instrumentation and measurement, vol.45,N0.1, Feb.1996.
- [I-5] G. Boudouris, "Validité de la méthode de perturbation appliquée aux cavités résonantes pour la mesure de la perméabilité et de la permittivité de petits échantillons", Annales des télécommunications, t.19,N0 3-4, 1964.
- [I-6] G. Friedsam, E. Biebl,"A broadband free-space dielectric properties measurement system at millimeter wavelengths",IEEE Transaction on instrumentation and measurement, Vol.46,N0.2, April 1997.
- [I-7] A. Piriou, "Matériaux composites en électromagnétisme-Caractérisation", Dossier Techniques de l'Ingénieur, Novembre 2009.
- [I-8] N. Baba, Z. Awang, D. Ghodgaonkar, "Accuracy considerations for dielectric measurements of semiconductor wafers using free space microwave measurement system in 8-13 GHz range", RF and Microwave conference, 5-6 October 2004, Malaysia.

- [I-9] D. Ghodgaonkar, V.V. Karadan, V.K. Karadan, "Free space measurement of complex permittivity and complex permeability of magnetic materials at microwave frequencies", IEEE Transactions on instrumentation and measurement, vol.39,N0.2, April 1990.
- [I-10] S. Kumar, U. Raveendranath, P. Mohanan, K. Mathew, M. Hajian, L. Lightart, "A simple free space method for measuring the complex permittivity of single and compound dielectric materials", Microwave and optical technology letters, Vol.26,N0.2, July 2000.
- [I-11] D. Ghodgaonkar, V.V. Karadan, V.K. Karadan, "A Free space measurement of dielectric constants and loss tangents at microwave frequencies", IEEE Transactions on instrumentation and measurement, vol.37,N0.3, June 1989.
- [I-12] J.B. Jarvis, M. Janezic, B. Riddle, R. Johnk, P. Kabos, C. Holloway, R. Geyer, C. Grosvenor, "Measuring the permittivity and permeability of lossy materials: Solids, liquids, metals, building materials and negative index-materials", NIST Technical note 1536, December 2004.
- [I-13] F. Mbango, "Contribution à la caractérisation électrique de matériaux utilisés en microélectronique radiofréquence ", Thèse de l'Université de Grenoble, Novembre 2008.
- [I-14] J. Xu, M. Koledintseva, Y. Zhang, Y. He, B. Matlin, R. Dubroff, J. Drewniak, J. Zhang, "Complex permittivity and permeability measurements and finite-difference time-domain simulation of ferrite materials", IEEE Transactions on electromagnetic compatibility, Vol.52,N0.4, November 2010.
- [I-15] A.M. Nicolson, G.F. Ross, "Measurements of the intrinsic properties of materials by time domain techniques", IEEE Tran.Instrum.Meas., Vol.IM-17, pp. 395-402, Dec. 1968.
- [I-16] W.B. Weir, "Automatic Measurement of complex dielectric constant and permeability at microwave frequencies", Proceedings of the IEEE, Vol.62, N0.1, January 1974.

- [I-17] J. B.Jarvis, E. Vanzura, W. Kissick, "Improved Technique for determining complex permittivity with the transmission\ reflection method", IEEE Microwave Theory and techniques, Vol.38,N0.8, August 1990.
- [I-18] A. H.Boughriet, C. Legrand, A. Chapoton, "Noniterative stable transmission/ reflection method for low loss material complex permittivity determination", IEEE Microwave Theory and Techniques, vol.45,N0.1, January 1997.
- [I-19] R. Badoual, Ch. Martin, S. Jacquet, "Les micro-ondes - I. Circuits. Microruban. Fibres", Collection Technologies, Séries électroniques, 2ème édition, 1993.
- [I-20] J. Hinojosa, "S-Parameter Broad-Band measurements on-microstrip and fast extraction of the substrate intrinsic properties", IEEE Microwave and wireless components letters, Vol.11, N0.7, July 2001.
- [I-21] P. Quéffélec, M. Le Floc'h and P. Gelin, "Broad-band characterization of magnetic and dielectric thin films using a microstrip line", IEEE Transactions on instrumentation and measurement, Vol.47, N0.4, August 1998.
- [I-22] C.P. Wen, "Coplanar Waveguide: A surface strip transmission line suitable for nonreciprocal gyromagnetic device applications", IEEE Microwave Theory and Techniques, Vol.17, Issue: 12, December 1969.
- [I-23] W. Heinrich, "Quasi-TEM description of MMIC coplanar lines including conductor loss effect", IEEE transaction on microwave theory and techniques, vol.41.N0.1, January 1993.
- [I-24] J. Hinojosa, "S-parameter broadband Measurements on-coplanar and Fast extraction of the substrate intrinsic properties", IEEE microwave and wireless letters, vol.11,N0.2, February 2001.

CHAPITRE II

CARACTERISATION ELECTROMAGNETIQUE LARGE BANDE DE LIGNES COPLANAIRES SUR SUBSTRAT DIELECTRIQUE EN HYPER FREQUENCE



Contenu du Chapitre II

Introduction.....	46
1 Rappels théoriques sur les paramètres S.....	46
2 Modélisation des lignes coplanaires.....	49
2.1 Dimensionnement et calcul quasi-statique	49
2.2 Définition des longueurs du kit	52
3 Extraction analytique des propriétés électromagnétiques d'une ligne coplanaire.....	51
3.1 Equivalence à un circuit électrique : Paramètres R, L, C et G	54
3.2 Paramètres S et permittivité	55
3.2.1 Simulations électromagnétiques et analytiques des paramètres S.....	56
3.2.2 Détermination de la permittivité relative par la méthode analytique	66
4 Résultats expérimentaux et validation du programme MatLab.....	67
4.1 Mesure des paramètres S avec l'analyseur de réseau vectoriel.....	69
4.2 Mesure de la résistivité des lignes coplanaires.....	73
4.3 Détermination de la constante de propagation et extraction des propriétés électromagnétiques du Quartz et de l'Alumine.....	76
4.4 Optimisation des dispositifs sous test.....	86
5 Evaluation de l'incertitude de mesure sur la permittivité relative des substrats.....	90
Conclusion.....	93
Bibliographie du Chapitre II.....	94

Introduction

La caractérisation des matériaux notamment dans le domaine des micro-ondes est primordiale pour répondre aux exigences des industriels. En effet l'essor des nouvelles technologies notamment celles liées aux télécommunications implique l'utilisation de composants électroniques de plus en plus petits et opérants à des fréquences de plus en plus élevées. Ainsi ces dispositifs micro-ondes se retrouvent de plus en plus présents dans nos vies de tous les jours (téléphones portables, tablettes numériques, domotique...), dans le domaine médical, ou celui de la défense. La connaissance fine des propriétés électromagnétiques des matériaux devient ainsi fondamentale pour la conception et le développement de composants électroniques car les fréquences d'horloge de ces derniers ont tendance à opérer à des fréquences micro-ondes, mais aussi, le développement de ces composants électroniques implique un besoin en transport électrique d'où le besoin d'une connaissance de la permittivité et de la perméabilité des matériaux utilisés.

Dans ce chapitre nous allons parler de la caractérisation électromagnétique de matériaux diélectriques faibles pertes : le Quartz et l'Alumine. L'utilisation de matériaux faibles pertes (notamment l'alumine) comme substrat est très appréciée dans les circuits de la microélectronique compte tenu du rapport qualité/coût/performance intéressant qu'ils possèdent.

Nous allons introduire des paramètres fondamentaux en hyper fréquence ainsi que les étapes analytiques nécessaires à la modélisation de lignes coplanaires ; ensuite nous allons présenter les résultats théoriques et expérimentaux obtenus ainsi que leurs incertitudes associées.

1 Rappels théoriques sur les paramètres S

Dans les systèmes hyperfréquences la matrice de dispersion $[S]$ (Scattering) est utilisée car il est plus commode de parler en termes d'ondes plutôt qu'en tension et courant. En effet en hyperfréquence la mesure directe des tensions et courants devient impossible du fait de leur variation rapide le long du dispositif à étudier et ainsi la puissance devient dans ce cas une grandeur de référence. Par conséquent la matrice de dispersion est l'outil de base utilisé pour l'étude de systèmes micro-ondes en lignes de transmissions où en espace libre.

L'utilisation des paramètres S nécessite la définition des plans de références. Chaque mesure doit être associée à une référence géométrique car les grandeurs à mesurer varient très rapidement sur quelques centimètres voire quelques millimètres.

La connaissance des paramètres S permet au final de calculer les grandeurs les plus communément recherchées telles que la puissance, le gain, l'impédance d'entrée etc.

Dans notre cas, les coefficients de réflexion et de transmission vont nous permettre d'obtenir les caractéristiques électromagnétiques d'un échantillon diélectrique. Cependant la mesure des paramètres S se fait sur une entrée et une sortie adaptée sur une impédance caractéristique.

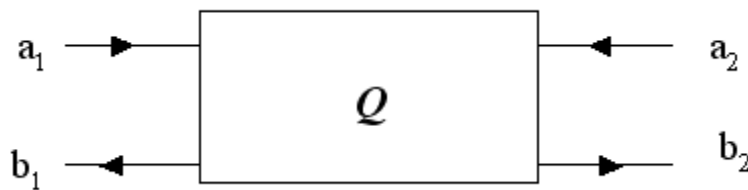


Figure II-1 : Ondes incidentes et réfléchies d'un quadripôle

Les paramètres S sont une représentation mathématique des ondes incidentes et réfléchies. Dans cette configuration (figure II-1) les relations entre les ondes incidentes et réfléchies sont décrites par la relation matricielle suivante:

$$\begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} \equiv [b] = [S] \cdot [a] \quad (\text{II-1})$$

La figure II-2 illustre la répartition des paramètres S dans un dispositif sous test :

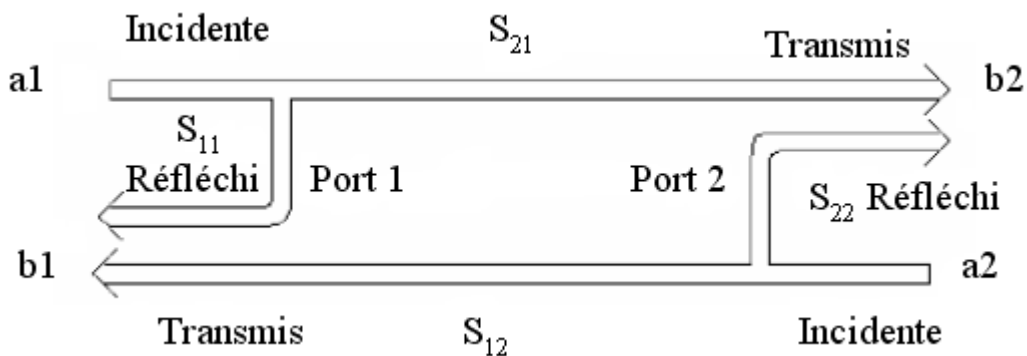


Figure II- 2 : Ondes incidentes et réfléchies d'un quadripôle

Les paramètres S_{ij} ($i,j = 1,2$) sont définis comme suit :

$$\begin{cases} b_1 = S_{11}a_1 + S_{12}a_2 \\ b_2 = S_{21}a_1 + S_{22}a_2 \end{cases} \quad (\text{II-2})$$

Avec :

- $S_{11} = \frac{b_1}{a_1}$, lorsque $a_2 = 0$: qui correspond au coefficient de réflexion en entrée du quadripôle.
- $S_{12} = \frac{b_1}{a_2}$, lorsque $a_1 = 0$: qui correspond au coefficient de transmission du port 2 vers le port 1 (gain inverse).
- $S_{21} = \frac{b_2}{a_1}$, lorsque $a_2 = 0$: qui correspond au coefficient de transmission du port 1 vers le port 2 (gain direct).
- $S_{22} = \frac{b_2}{a_2}$, lorsque $a_1 = 0$: qui correspond au coefficient de réflexion à la sortie du quadripôle.

Il existe d'autres types de matrice pour les quadripôles tels que la matrice impédance (Z), la matrice admittance (Y), la matrice hybride (H). Cependant la détermination expérimentale de ces matrices requiert des mesures en court-circuit et en circuit ouvert qui sont difficile à réaliser pour nos gammes de fréquences. En circuit ouvert, les dimensions physiques des structures guidant le signal sont proches de la longueur d'onde, et lors des mesures, des phénomènes de rayonnements sont présents ; en court-circuit de nombreuses oscillations sont observées.

Le principe de calcul de la matrice S n'est pas applicable dans le cas de quadripôles mis en cascade. Dans ce contexte, nous devons nous reporter à une matrice chaîne en onde de puissance ou matrice de transfert définie comme suit:

$$\begin{pmatrix} b_1 \\ a_1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} T_{11} & T_{12} \\ T_{21} & T_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_2 \\ b_2 \end{pmatrix} \quad (\text{II-3})$$

Il s'ensuit que la matrice de transmission totale d'un dispositif en cascade correspond au produit des matrices de transmission de chaque tronçon. La relation de passage entre la matrice S à la matrice T est donnée par l'équation suivante :

$$[S] = \frac{1}{T_{22}} \begin{pmatrix} T_{12} & (T_{11}T_{22} - T_{12}T_{21}) \\ 1 & T_{21} \end{pmatrix} \quad (\text{II-4})$$

2 Modélisation des lignes coplanaires

La modélisation des lignes coplanaires implique la prise en compte des dimensions géométriques de plusieurs paramètres tels que la largeur du conducteur central, les fentes de la ligne coplaire, l'épaisseur de métallisation et la hauteur du substrat afin d'obtenir un système adapté à 50 ohms, qui est la valeur correspondant à l'impédance de référence des différents appareils nécessaires à la mesure, et ainsi éviter des pertes dues à une mauvaise adaptation. L'adaptation en impédance permet de réduire les pertes entre un émetteur et un récepteur par exemple, en harmonisant les impédances de fonctionnement entre les différents dispositifs nécessaires à la mesure. Ce principe repose sur le fait d'avoir une impédance caractéristique à la sortie de notre système de mesure (Z_c) équivalente à l'impédance du dispositif sous test (Z_0).

Dans un premier temps, nous allons définir les contraintes dimensionnelles de la ligne coplaire pour permettre son exploitation sur une bande de fréquence pouvant aller jusqu'à 80 GHz voire 110 GHz. Par la suite, nous allons développer la méthode de calcul permettant la définition des longueurs des lignes coplanaires suivant les bandes de fréquences étudiées.

2.1 Dimensionnement et calcul quasi-statique

La première étape de la caractérisation électromagnétique de lignes coplanaires sur substrats diélectriques consiste à définir au préalable les paramètres dimensionnels du guide d'onde coplaire afin que ce dernier soit adapté à 50 ohms, et ensuite, de la réaliser afin de permettre la mesure des paramètres S de ces structures. La conception des lignes coplanaires est réalisée

d'abord selon une approche quasi-statique afin d'obtenir une impédance caractéristique centrée autour de 50 ohms.

Cependant, certains paramètres dimensionnels ne peuvent être modifiés pour causes de contraintes de réalisations technologiques et physiques (épaisseur de la métallisation, épaisseur du substrat).

Par conséquent nous avons effectué plusieurs séries de calcul sur plusieurs logiciels : AppCad et MatLab pour le calcul quasi-statique complété par une approche numérique avec CST Microwave Studio.

L'importance d'avoir un système bien adapté en impédance est primordiale, pour obtenir des résultats de mesures cohérents.

L'expression analytique de l'impédance caractéristique d'une ligne coplanaire est définie comme suit [II-1] :

$$Z_0 = \frac{30\pi}{\sqrt{\epsilon_{eff}}} \frac{K'(k_0)}{K(k_0)} \quad (II-5)$$

Avec $K(k_0)$ et $K'(k_0)$ qui représentent respectivement les intégrales elliptiques du premier et du second ordre (voir annexe 2).

Les dimensions des fentes et du conducteur central de la ligne coplanaire sont aussi choisies de telle sorte que le mode dominant (Quasi-TEM) soit propagé en respectant la relation $W+2S > h$.

L'épaisseur de la ligne coplanaire doit être spécifiée en considérant l'effet de peau. C'est un phénomène électromagnétique existant pour tous les conducteurs parcourus par un courant alternatif et qui a pour conséquence que le signal se concentre en surface du conducteur et décroît exponentiellement dans le matériau en fonction de sa conductivité. On définit alors l'épaisseur de peau δ pour laquelle la densité de courant est atténuée de $1/e$ par rapport à la densité de courant en surface du conducteur, par l'expression ci-dessous [II-2] :

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi \cdot f \cdot \sigma \cdot \mu_r \cdot \mu_0}} \quad (II-6)$$

Avec f la fréquence du signal, σ la conductivité de la métallisation constituant la ligne coplanaire, μ_r la perméabilité magnétique relative de l'or ($\mu_r=1$) et $\mu_0=4\pi \cdot 10^{-7}$ H.m⁻¹ la perméabilité magnétique du vide.

Afin d'étudier l'influence de l'épaisseur du dépôt sur les propriétés électromagnétiques des substrats nous avons déposé des épaisseurs d'or variables sur nos substrats. Le premier dépôt de 1,1 μm a été déposé au Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes à Toulouse (LAAS) par une technique électrolytique et le second dépôt de 500 nm a été déposé à l'Institut d'Electronique de Microélectronique et de Nanotechnologies à Lille (IEMN) par dépôt physique en phase vapeur assisté par faisceau d'électrons (Electrons Beam Physical Vapor Deposition **E-beam**).

Les substrats faibles pertes étudiés sont le Quartz de cristallinité homogène et l'Alumine qui est très utilisé dans les circuits intégrés micro-ondes monolithiques car il présente une bonne conductivité thermique, une haute résistance mécanique et il s'agit d'un matériau à faible coût.

Le tableau ci-dessous est un récapitulatif des dimensions des différents kits de lignes coplanaires sur substrats de Quartz et d'Alumine.

	Epaisseur or = 1,1 μm	Epaisseur or = 500 nm
Substrats	Largeur du conducteur central (W) et dimension des fentes (S)	
Alumine	W1= 120 μm S1= 60 μm W2= 130 μm S2= 65 μm W3= 140 μm S3= 70 μm	W1= 60 μm S1= 28 μm W2= 65 μm S2= 30 μm W3= 70 μm S3= 32 μm
Quartz	W1= 114 μm S1= 12 μm W2= 120 μm S2= 14 μm W3= 130 μm S3= 16 μm	W1= 87 μm S1= 10 μm W2= 104 μm S2= 12 μm W3= 118 μm S3= 14 μm

Tableau II-1: Dimensions des lignes coplanaires sur substrats de Quartz et d'Alumine.

2.2 Définition des longueurs du kit

Les longueurs de nos guides d'onde coplanaires ont été calculées selon la méthode proposée par R.Doerner *et al.* [II-3]. Le calcul est effectuée sur la base de longueurs connues pour des kits de calibration TRL sur substrat d'Arséniure de Gallium (AsGa_ε_r = 12,9) correspondant à $k\frac{\lambda}{2}$ ($k \in \mathbb{N}$ et λ correspond à la longueur d'onde) pour une fréquence de travail de 110 GHz.

La longueur d'une ligne sur substrat d'AsGa est définie comme suit :

$$L_{AsGa} = k \frac{\lambda_{AsGa}}{2} \quad \rightarrow \quad L_{AsGa} = k \frac{c}{2 f_{AsGa} \sqrt{\frac{\epsilon_{AsGa} + 1}{2}}} \quad (II-7)$$

Par analogie nous pouvons déduire l'expression de la longueur d'une ligne coplaire pour une valeur de k donné en fonction de la fréquence de travail :

$$L_{Substrat} = L_{AsGa} \frac{f_{AsGa}}{f_{Substrat}} \sqrt{\frac{\epsilon_{AsGa} + 1}{\epsilon_{Substrat} + 1}} \quad (II-8)$$

Il faut aussi noter que le choix des longueurs des lignes coplanaires est conditionné de telle sorte à éviter un déphasage proche de 0° ou de 180° entre la ligne la plus courte (Thru) et les autres lignes. Le meilleur compromis consiste à utiliser des lignes avec un déphasage compris entre 20° et 160° sur toute la bande de fréquence. Le choix optimal reste des lignes dont le déphasage est proche de 90° [II-4].

Dans le cadre du projet EMINDA dans lequel s'inscrit ce travail de thèse, il a été préconisé de concevoir dans un premier temps des kits avec trois longueurs différentes. Il a été utilisé pour le calcul des longueurs des lignes coplanaires les valeurs des permittivités relatives données par les fournisseurs² des substrats.

² Alumine : Impak
Quartz : Optique Fichou

Ainsi le tableau ci-dessous illustre les différentes longueurs obtenues pour nos substrats de Quartz et d'Alumine :

	Alumine	Quartz
Longueur des lignes coplanaires (μm)	L1= 854 μm L2= 1416 μm L3= 4169 μm	L1= 1030 μm L2= 1700 μm L3= 5030 μm

Tableau II-2: Longueurs des lignes coplanaires sur substrats de Quartz et d'Alumine pour une fréquence de travail de 110 GHz

La figure II-3 illustre la topologie des lignes coplanaires modélisées avec le logiciel Klayout ainsi que les lignes coplanaires réalisées sur un substrat d'Alumine.

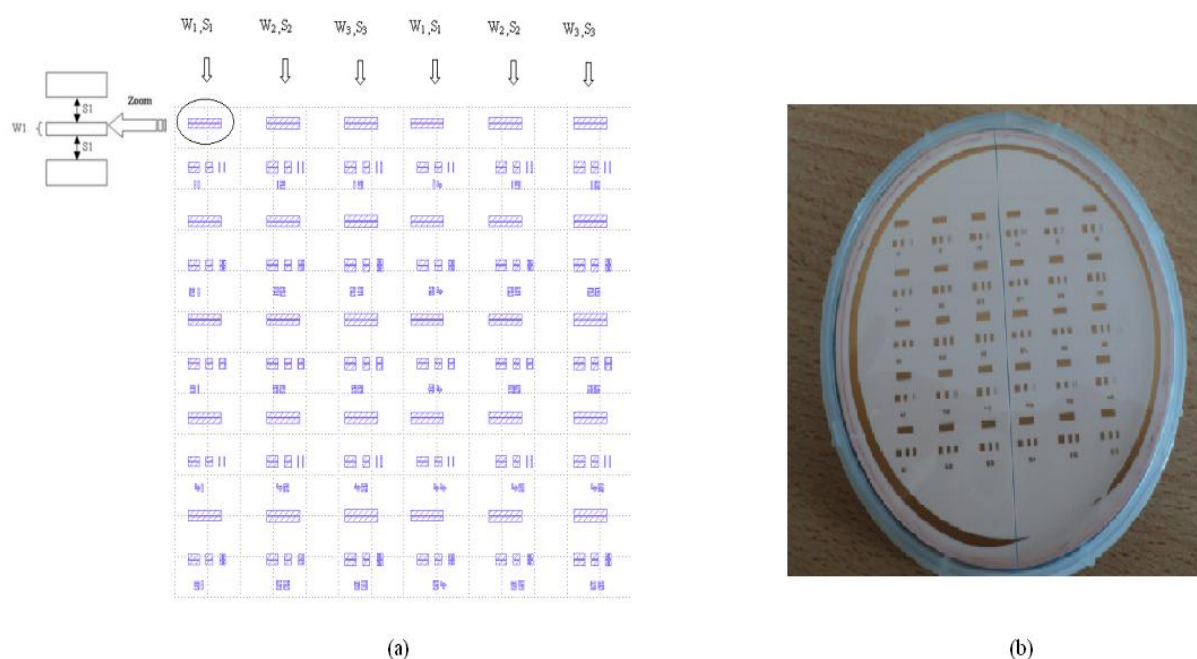


Figure II-3 : Conception des lignes coplanaires avec Klayout (a) et lignes coplanaires réalisées sur substrat d'Alumine (b).

3 Extraction analytique des propriétés électromagnétiques d'une ligne coplanaire

Dans cette partie nous allons nous intéresser à l'extraction des propriétés électromagnétiques d'une ligne coplanaire. Comme explicité dans le chapitre précédent la ligne coplanaire est le guide d'onde intégrable par excellence dans le domaine des micro-ondes du fait de leurs excellentes caractéristiques électromagnétiques et leur simplicité de fabrication technologique. Les conducteurs de la ligne coplanaire se situant sur le même plan simplifient les étapes technologiques de fabrication permettant ainsi de mettre tous types de composants (actifs, passifs) sur le même plan que les conducteurs.

L'extraction des propriétés électromagnétiques par la méthode analytique requiert la connaissance de ses paramètres électriques équivalent permettant leur implémentation dans un algorithme afin d'extraire les propriétés électromagnétiques de la ligne coplanaire.

Dans la suite nous allons présenter le modèle électrique équivalent de la ligne coplanaire, ainsi que les différentes étapes de calculs nécessaires pour l'élaboration de notre algorithme.

3.1 Equivalence à un circuit électrique : Paramètres R , L , C et G

Le modèle électrique équivalent de la ligne coplanaire correspond à un circuit R , L , C , G , où la résistance R correspond aux pertes dans les conducteurs, l'inductance L représente à l'énergie active stockée dans la ligne, la capacité C correspond à l'énergie stockée dans le substrat et la conductance G représente les pertes dans le substrat.

La figure ci-dessous est le schéma électrique équivalent d'une ligne coplanaire

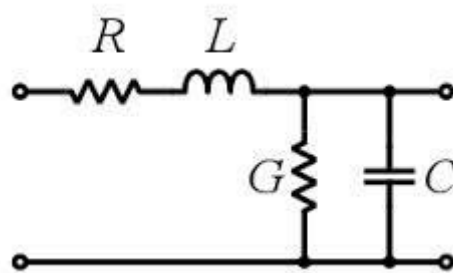


Figure II- 4 : Schéma électrique équivalent d'une ligne coplanaire.

Ces quatre paramètres trouvent leur valeur à partir des dimensions du guide d'onde coplanaire et des propriétés électromagnétiques du substrat. Les systèmes d'équations permettant de

déterminer ces paramètres R, L, C et G sont particulièrement complexes dans leur exploitation et sont synthétisés dans l'annexe 2.

Dans cette configuration l'impédance caractéristique est décrite comme suit :

$$Z_c = \sqrt{\frac{R + jL\omega}{G + jC\omega}} \quad (\text{II-9})$$

Avec $\omega = 2\pi f$ qui correspond à la pulsation.

L'équation (II-10) correspond à l'expression de la constante de propagation γ :

$$\gamma = \sqrt{(R + jL\omega)(G + jC\omega)} = \alpha + j\beta \quad (\text{II-10})$$

La partie réelle de la constante de propagation α correspond à l'atténuation liée aux pertes dans la ligne de transmission exprimée en Np.m^{-1} et la partie imaginaire β exprimée en rad/m correspond à la constante de phase.

L'établissement des paramètres R, L, C, G constitue une étape fondamentale dans l'extraction des propriétés électromagnétiques de la ligne coplaire. En effet ces paramètres vont nous permettre d'obtenir analytiquement les paramètres S, qui constituent des données fondamentales dans la caractérisation électromagnétique de matériaux.

3.2 Paramètres S et permittivité

L'extraction analytique des propriétés électromagnétiques de nos lignes coplanaires sur substrat de Quartz et d'Alumine a été obtenue par un algorithme développé sous MatLab. Une première étape d'extraction des paramètres S a été effectuée avant la mise en œuvre de l'algorithme d'extraction de la permittivité relative des lignes coplanaires.

Dans la suite nous allons présenter les résultats des paramètres S de nos lignes coplanaires obtenus par méthode analytique et par simulation électromagnétique. Ensuite nous allons présenter les résultats des simulations obtenus pour les propriétés électromagnétiques des lignes coplanaires.

3.2.1 Simulations électromagnétiques et analytiques des paramètres S

L'obtention des paramètres S analytiquement nécessite la connaissance des paramètres R, L, C et G de la ligne coplanaire. Une fois déterminés, les paramètres électriques équivalents de la ligne coplanaire effectuée, l'impédance caractéristique et la constante de propagation sont fournies par les équations (II-9) et (II-10).

La constante de propagation γ nous permet d'écrire la matrice de transfert T suivante et d'obtenir par la suite la matrice S via un passage de matrice transfert à S :

$$T = \begin{pmatrix} \cosh(\gamma L) & Z_c \sinh(\gamma L) \\ \frac{\sinh(\gamma L)}{Z_c} & \cosh(\gamma L) \end{pmatrix} \quad (\text{II-11})$$

Où Z_c représente l'impédance caractéristique, γ la constante de propagation et L la longueur de la ligne coplanaire.

Afin de vérifier l'exactitude des calculs analytiques, des simulations électromagnétiques ont été effectuées avec le logiciel de simulation électromagnétique 3D : CST Microwave Studio. C'est un logiciel de simulation électromagnétique tridimensionnel qui résout les équations de Maxwell dans le domaine temporel par la technique des intégrations finies.

A partir des équations de Maxwell en tension et en courant discrétisées sur les bords de deux domaines cubiques imbriqués, cette technique permet l'utilisation du calcul matriciel et de sous programmes pré-calculés aux interfaces. Il permet de calculer les champs électromagnétiques dans une structure en trois dimensions et d'obtenir les signaux temporels de l'onde électromagnétique ainsi que ses paramètres de propagation dans la structure avec des temps de calcul intéressant [II-5].

Nous allons présenter les différents résultats des paramètres S obtenus à la fois par la méthode analytique et par CST pour les lignes coplanaires sur substrats de Quartz et d'Alumine.

Les résultats présentés couvrent une bande de fréquence allant jusqu'à 80 GHz.

- Ligne coplanaire sur substrat de Quartz
 - Epaisseur de métallisation des conducteurs : **500 nm**

Les résultats ci-dessous représentent les paramètres de réflexions et de transmissions pour différents couples (W, S) avec différentes longueurs par la **méthode analytique**

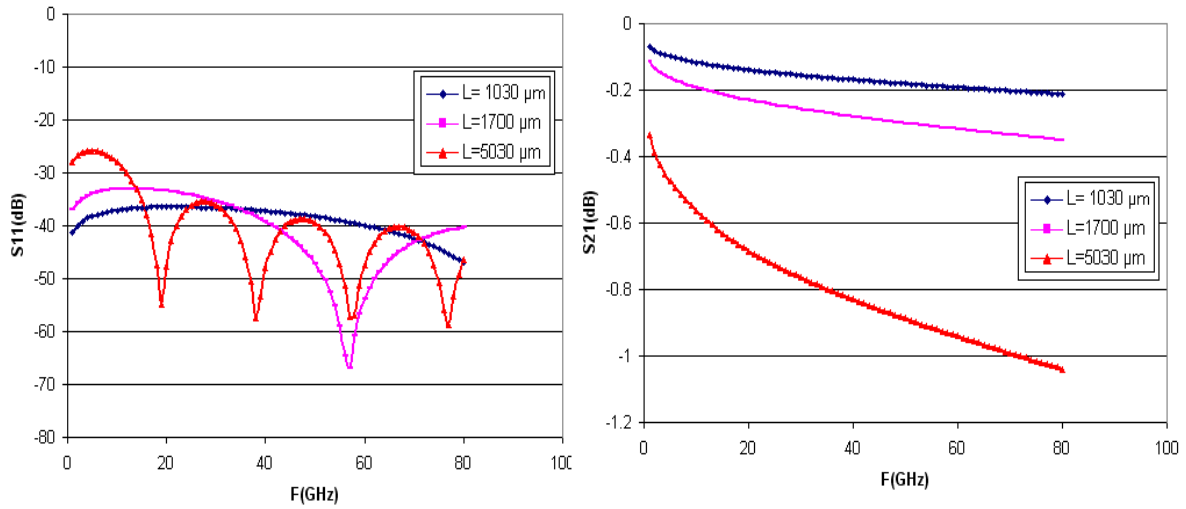


Figure II-5 : Facteurs de transmission et de réflexion calculés par méthode analytique pour des CPWs de différentes longueurs sur substrat de Quartz ($W= 87 \mu\text{m}$, $S= 10 \mu\text{m}$).

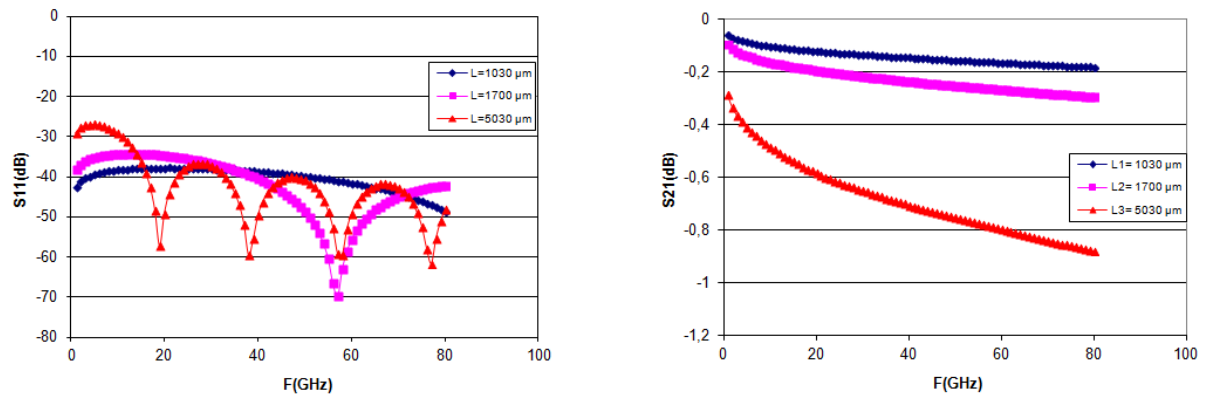


Figure II-6 : Facteurs de transmission et de réflexion calculés par méthode analytique pour des CPWs de différentes longueurs sur substrat de Quartz ($W= 104 \mu\text{m}$, $S= 12 \mu\text{m}$).

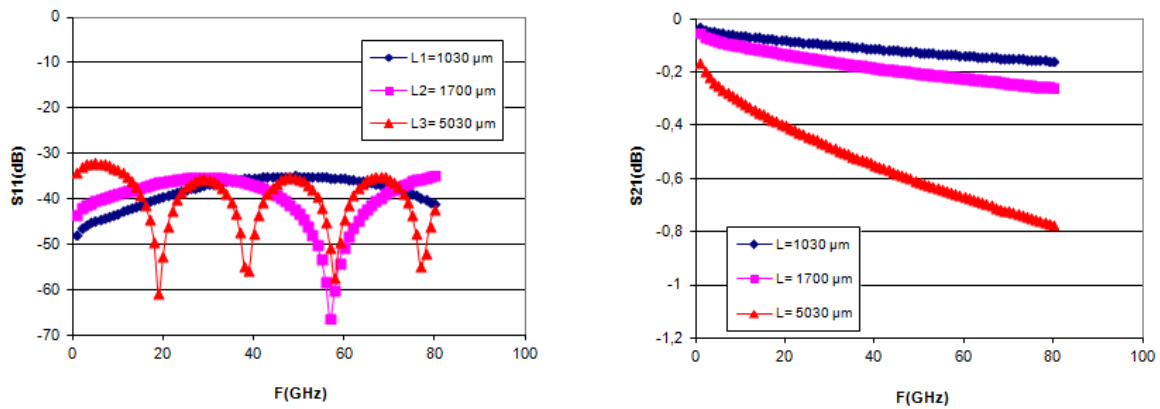


Figure II-7 : Facteurs de transmission et de réflexion calculés par méthode analytique pour des CPWs de différentes longueurs sur substrat de Quartz ($W= 118 \mu\text{m}$, $S= 14 \mu\text{m}$).

Les résultats obtenus par la méthode analytique suivant les différentes configurations de nos lignes coplanaires montrent que la variation de longueur des lignes coplanaires implique de multiples réflexions ainsi qu'une atténuation du signal. On constate que plus la ligne est longue, plus le facteur de transmission S_{21} est atténué en fonction de la fréquence.

Cependant la variation des dimensions des conducteurs centraux et des fentes n'entraîne pas de différence notable au niveau des facteurs de réflexions. On observe par contre une atténuation d'environ 0,1 dB pour les signaux transmis suivant la variation croissante des fentes.

Nous allons effectuer des simulations électromagnétiques avec les mêmes paramètres pour les lignes coplanaires afin de vérifier s'il existe un accord entre les différentes simulations.

Les résultats ci-dessous représentent les paramètres de réflexions et de transmissions pour différents couples (W , S) avec différentes longueurs par **le logiciel CST Microwave Studio**.

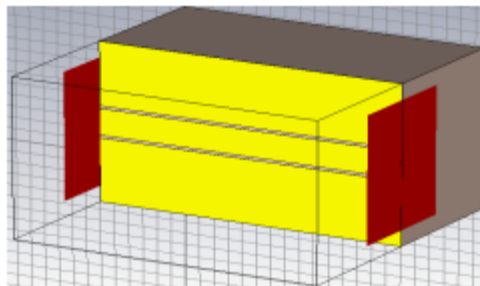


Figure II-8 : Modélisation d'une ligne coplaire sur substrat de Quartz avec CST

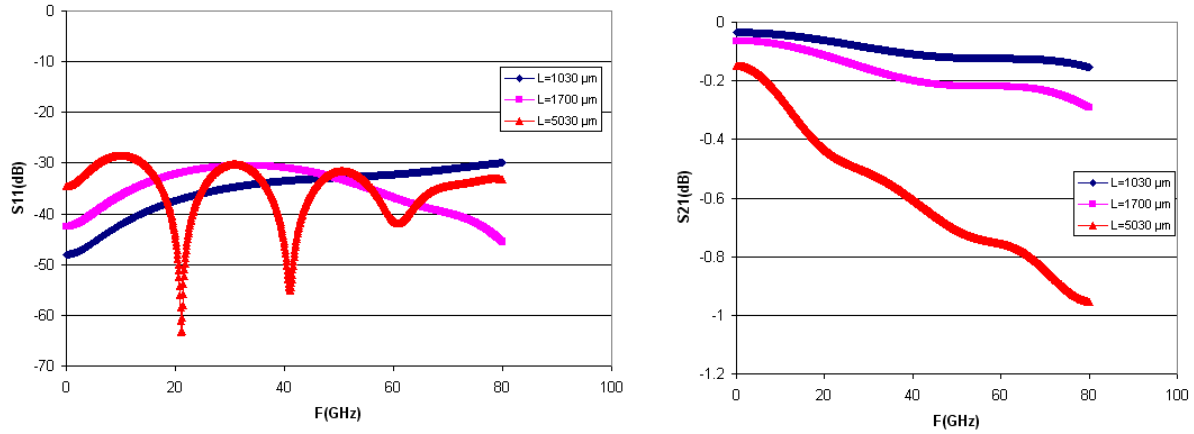


Figure II- 9 : Facteurs de transmission et de réflexion simulés avec CST pour des CPWs de différentes longueurs sur substrat de Quartz ($W= 87 \mu\text{m}$, $S= 10 \mu\text{m}$).

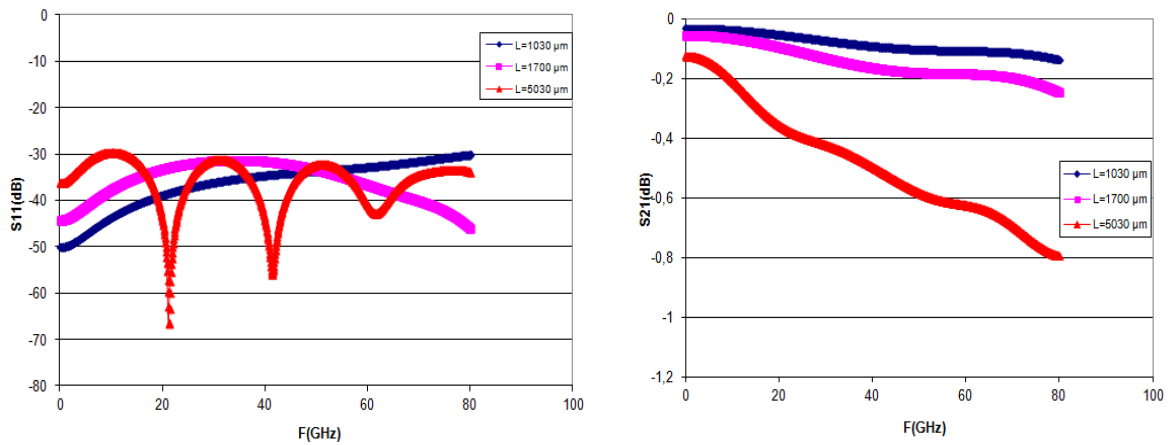


Figure II-10 : Facteurs de transmission et de réflexion simulés avec CST pour des CPWs de différentes longueurs sur substrat de Quartz ($W= 104 \mu\text{m}$, $S= 12 \mu\text{m}$).

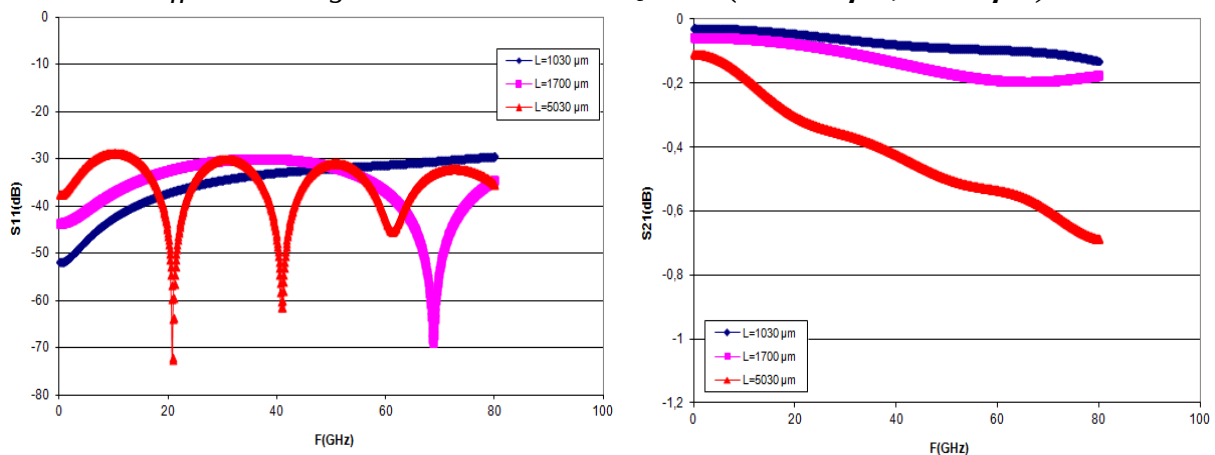


Figure II-11 : Facteurs de transmission et de réflexion simulés avec CST pour des CPWs de différentes longueurs ($W= 118 \mu\text{m}$, $S= 14 \mu\text{m}$).

Nous constatons les mêmes observations citées précédemment en ce qui concerne les résultats des facteurs de transmissions et de réflexions suivant la variation des dimensions géométriques des lignes coplanaires obtenus avec CST.

La figure ci-dessous illustre les facteurs de transmission et réflexion de la plus longue des lignes coplanaires simulés avec les deux méthodes.

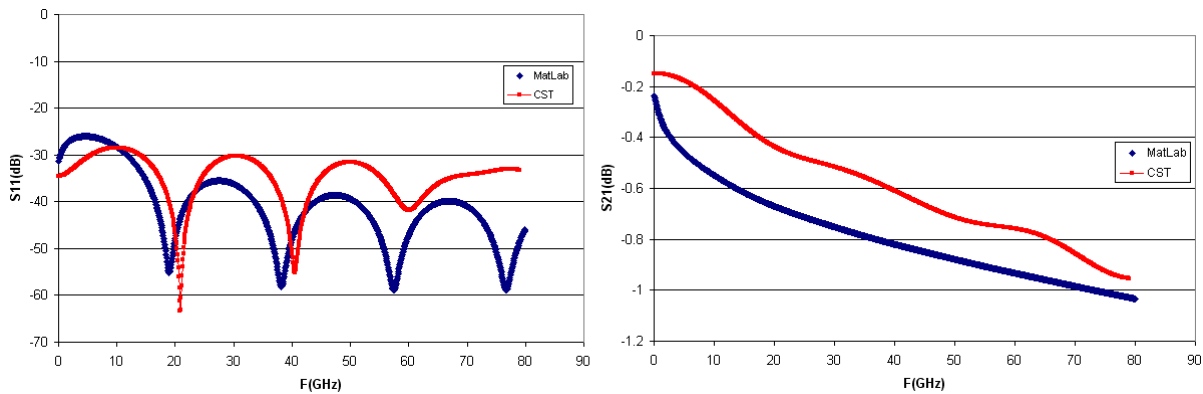


Figure II-12 : Comparaison des facteurs de transmission et de réflexion calculés par méthode analytique et avec CST pour une ligne coplaire sur substrat de Quartz ($W= 87 \mu m$, $S= 10 \mu m$, $L= 5030 \mu m$).

Nous constatons un écart entre les valeurs pour les deux méthodes. La prise en compte des pertes dans le conducteur est généralement sous estimé par les logiciels numériques.

Cependant les résultats restent cohérents pour les deux techniques avec un écart maximum enregistré qui est de l'ordre de 0,2 dB.

- Epaisseur de métallisation des conducteurs : **1,1 μm**

Au vu des résultats présentés pour une épaisseur de métallisation en or de 500 nm nous avons constaté qu'il n'y avait pas de différences notables sur les paramètres de transmissions et de réflexions en fonction de la variation des dimensions géométriques des lignes coplanaires. Nous allons donc présenter dans ce cas, les facteurs de transmission et réflexion de la plus longue des lignes coplanaires simulés avec les deux méthodes.

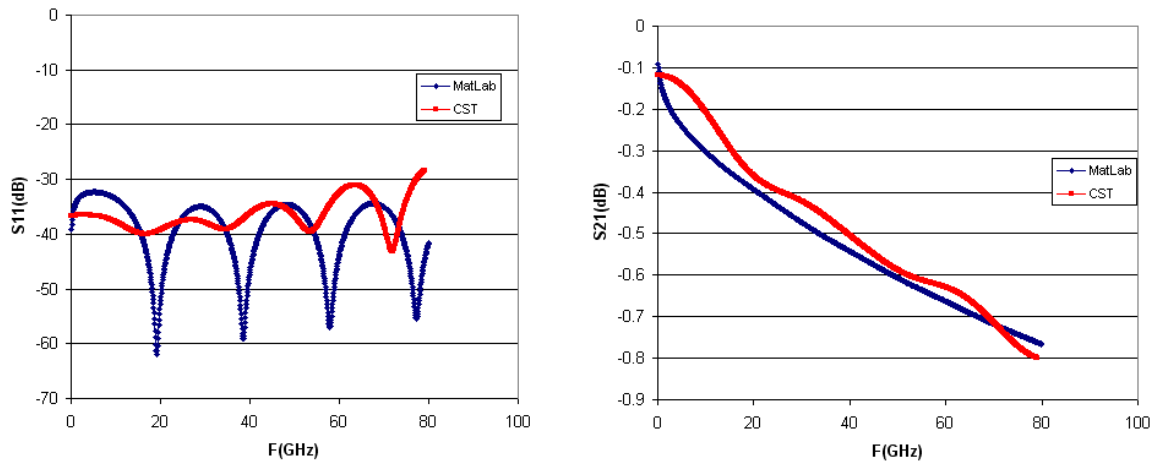


Figure II-13 : Comparaison des facteurs de transmission et de réflexion calculés par méthode analytique et avec CST pour une ligne coplaire sur substrat de Quartz ($W=114 \mu\text{m}$, $S=12 \mu\text{m}$, $L=5030 \mu\text{m}$).

Les résultats obtenus sont concordants, il n'existe pas de grands écarts entre les résultats des deux méthodes. On constate que les résultats des facteurs de transmissions avec une épaisseur de métallisation de $1,1 \mu\text{m}$ présente une légère amélioration en termes de dispersion par rapport à une épaisseur de métallisation de 500 nm .

Dans la suite nous allons établir la même procédure que précédemment mais avec des lignes coplanaires sur substrat d'Alumine.

➤ Ligne coplaire sur substrat d'Alumine

▪ Epaisseur de métallisation des conducteurs : **500 nm**

Les résultats ci-dessous représentent les paramètres de réflexions et de transmissions pour différents couples (W , S) avec différentes longueurs par la **méthode analytique**.

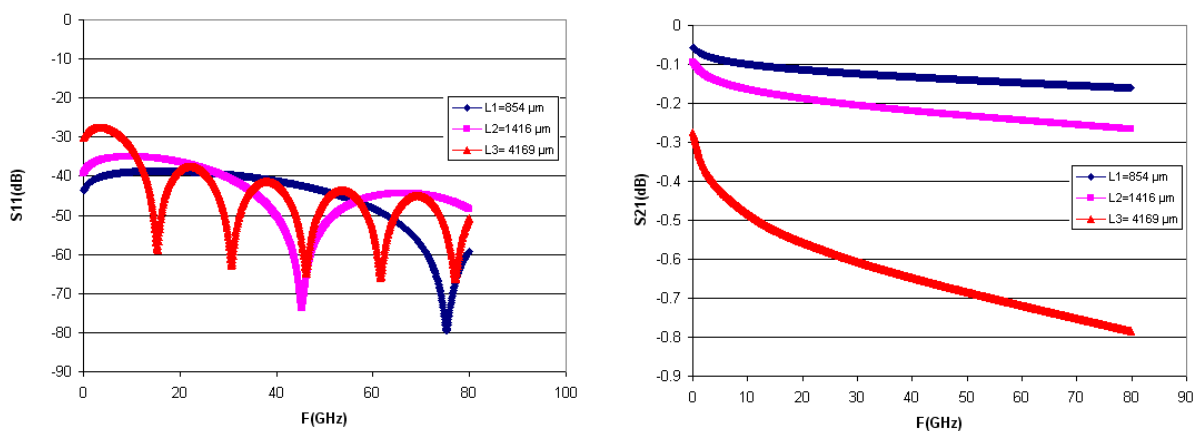


Figure II-14 : Facteurs de transmission et de réflexion calculés par la méthode analytique pour des CPWs de différentes longueurs sur substrat d'Alumine ($W=60 \mu\text{m}$, $S=28 \mu\text{m}$).

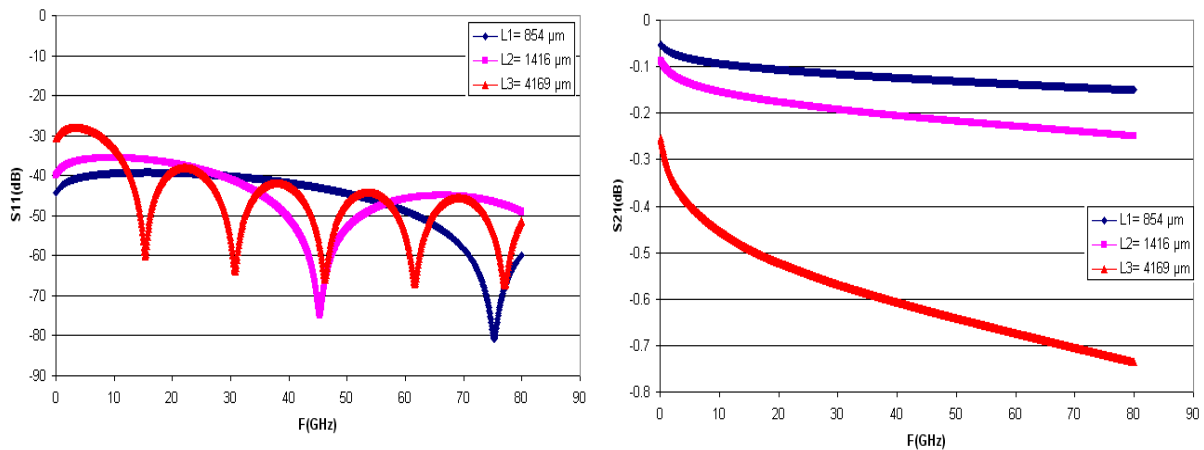


Figure II-15 : Facteurs de transmission et de réflexion calculés par la méthode analytique pour des CPWs de différentes longueurs sur substrat d'Alumine ($W= 65 \mu\text{m}$, $S=30 \mu\text{m}$).

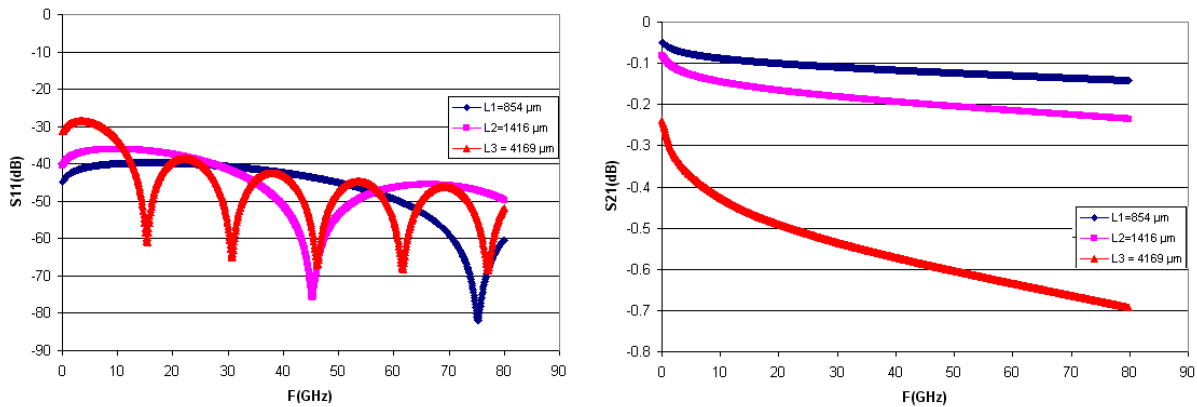


Figure II-16: Facteurs de transmission et de réflexion calculés par la méthode analytique pour des CPWs de différentes longueurs sur substrat d'Alumine ($W= 70 \mu\text{m}$, $S= 32 \mu\text{m}$).

Les résultats obtenus par la méthode analytique suivant les différentes configurations de nos lignes coplanaires sur substrat d'Alumine montrent aussi que la variation de longueur des lignes coplanaires implique de multiples réflexions ainsi qu'une atténuation du signal

On observe une atténuation pour des facteurs de transmission suivant la variation croissante des fentes. Cependant cette variation est légèrement inférieure comparé aux lignes coplanaires sur substrat de Quartz malgré des dimensions de fentes sur Alumine plus grandes que celles sur Quartz. Ces résultats avec la méthode analytique montrent donc que l'Alumine offre une meilleure transmission par rapport au Quartz.

Comme précédemment avec les lignes coplanaires sur substrat de Quartz nous allons également effectuer des simulations électromagnétiques avec les mêmes paramètres pour les lignes coplanaires afin de vérifier s'il existe un accord entre les différentes simulations.

Les résultats ci-dessous représentent les paramètres de réflexions et de transmissions pour différents couples (W, S) avec différentes longueurs par le logiciel CST Microwave Studio.

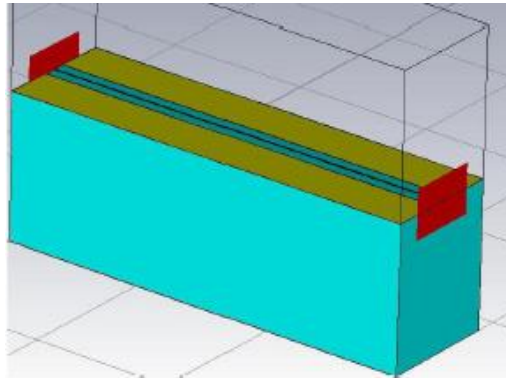


Figure II-17 : Modélisation d'une ligne coplaire sur substrat d'Alumine avec CST

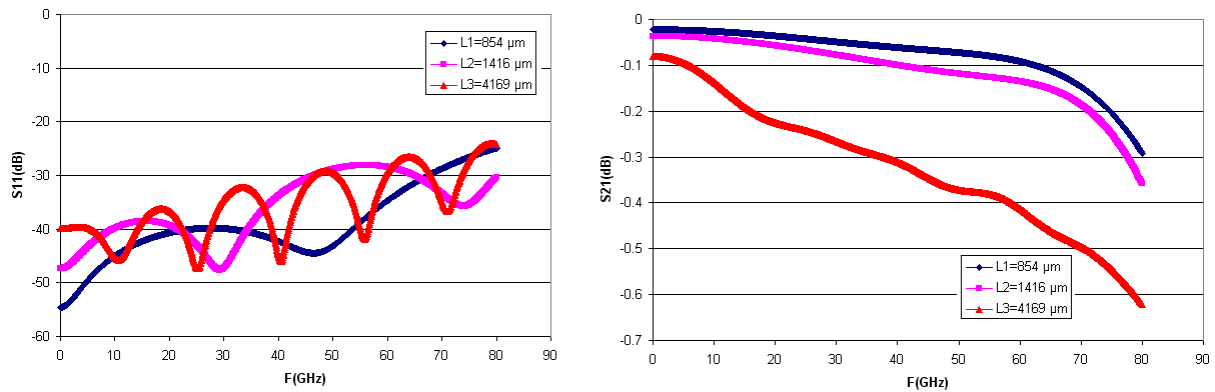


Figure II-18 : Facteurs de transmission et de réflexion simulés avec CST pour des CPWs de différentes longueurs sur substrats d'Alumine ($W=60 \mu\text{m}$, $S=28 \mu\text{m}$).

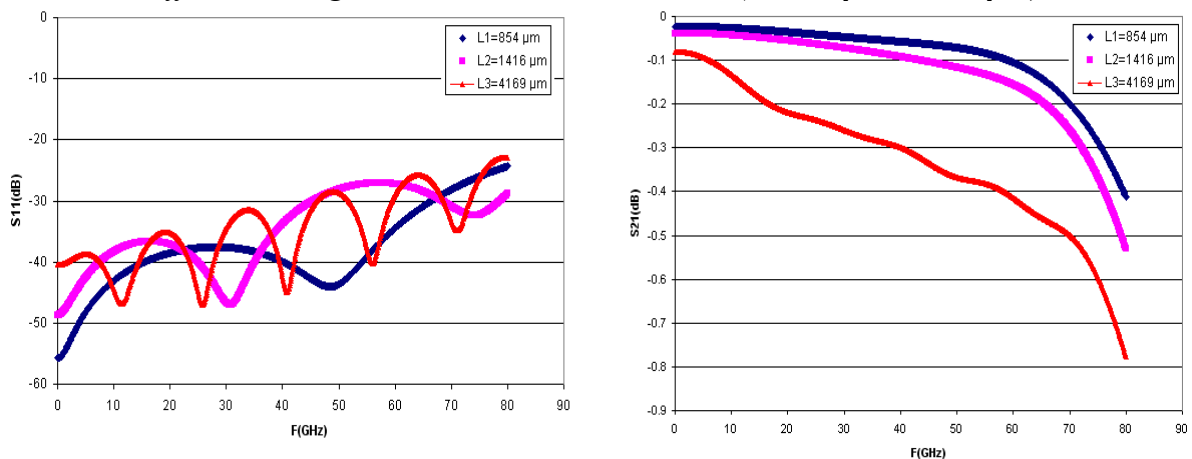


Figure II-19 : Facteurs de transmission et de réflexion simulés avec CST pour des CPWs de différentes longueurs sur substrats d'Alumine ($W=65 \mu\text{m}$, $S=30 \mu\text{m}$).

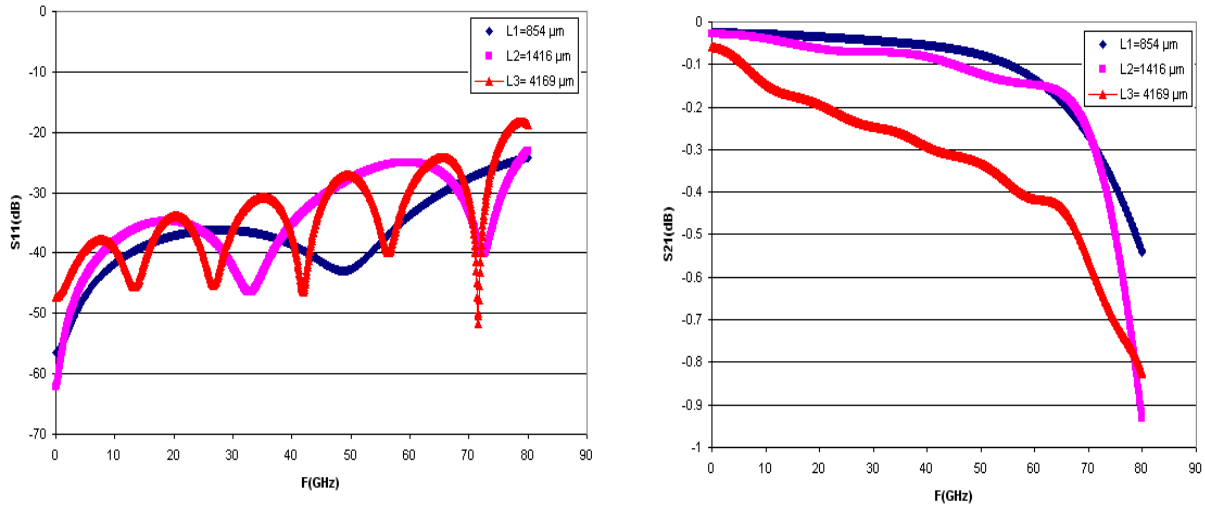


Figure II-20 : Facteurs de transmission et de réflexion simulés avec CST pour des CPWs de différentes longueurs sur substrats d'Alumine ($W=70\ \mu\text{m}$, $S=32\ \mu\text{m}$).

En ce qui concerne les lignes coplanaires sur substrat d'Alumine, les résultats obtenus avec CST Microwave studio pour les facteurs de transmissions montrent une décroissance de ces derniers en fonction de la longueur des lignes coplanaires et de la fréquence. Les facteurs de transmissions calculés par méthode analytique présentent une allure différente de ceux simulés avec CST. On constate aussi que les résultats des simulations des paramètres de transmissions sont légèrement meilleurs que ceux calculés avec la méthode analytique pour une épaisseur de métallisation en or de 500 nm (figure II-21).

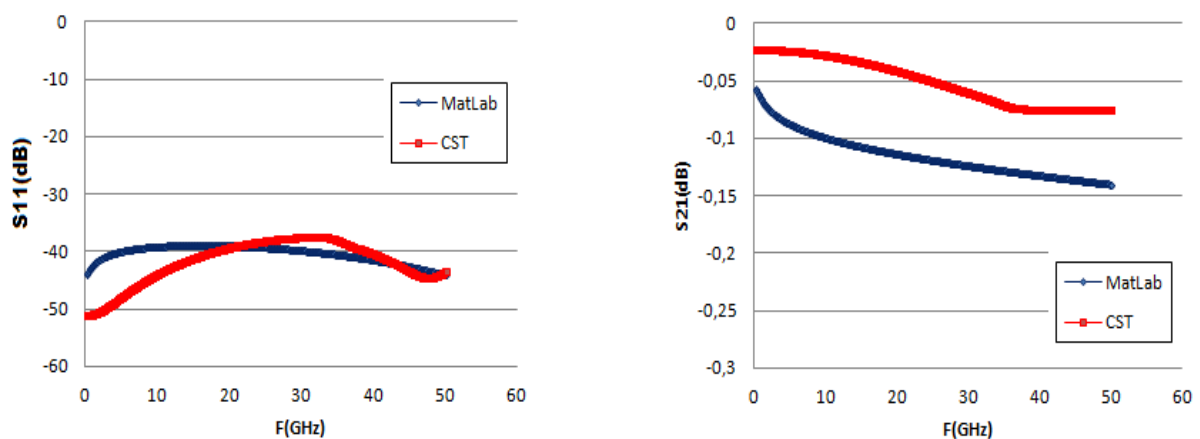


Figure II-21 : Comparaison des facteurs de transmission et de réflexion calculés par méthode analytique et avec CST pour une ligne coplaire ($W=60\ \mu\text{m}$, $S=28\ \mu\text{m}$, $L=854\ \mu\text{m}$) sur substrat d'Alumine.

- Epaisseur de métallisation des conducteurs : **1,1 μm**

Avec la même remarque que pour le Quartz, nous allons présenter une comparaison entre les facteurs de transmission et de réflexion d'une ligne coplanaire avec une épaisseur de métallisation de 1,1 μm simulés avec les deux méthodes.

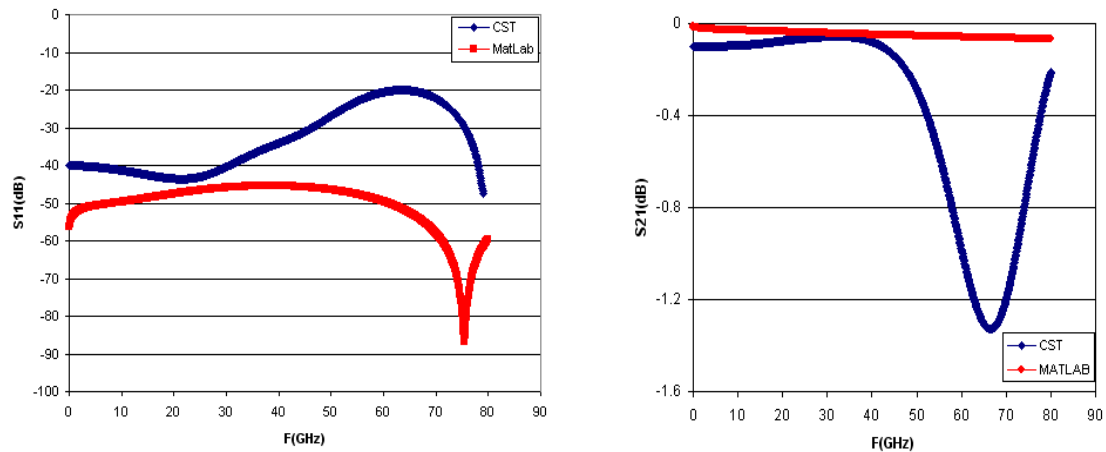


Figure II-22 : Comparaison des facteurs de transmission et de réflexion calculés par méthode analytique et avec CST pour une ligne coplanaire sur substrat d'Alumine ($W=120 \mu\text{m}$, $S=60 \mu\text{m}$, $L=854 \mu\text{m}$).

Nous constatons que les résultats simulés avec CST présentent un pic vers 65 GHz au niveau du facteur de transmission, on observe qu'à partir de 40 GHz il n'y a plus accord entre les deux méthodes utilisées. Cet écart est probablement dû à une résonance créée suite aux difficultés de bouclage des lignes de champs électriques et magnétiques (notons que la métallisation est épaisse et que les fentes sont très grandes : 60 μm). En effet à cause de l'épaisseur de métallisation de 1,1 μm l'adaptation d'impédance à 50 ohms nécessite de larges fentes pour les lignes coplanaires d'où l'apparition d'un pic de résonance.

Cette comparaison entre la méthode analytique et la simulation a été effectuée afin de pouvoir valider notre modèle basé sur un algorithme MatLab. Les résultats obtenus notamment pour les épaisseurs de métallisation de 500 nm montrent une concordance entre la méthode analytique et le simulateur CST. Dans la suite nous allons utiliser les résultats de la méthode analytique afin d'extraire les propriétés électromagnétiques de lignes coplanaires sur substrats de Quartz et d'Alumine.

3.2.2 Détermination de la permittivité relative par la méthode analytique

Les résultats des paramètres S avec la méthode analytique nous permettent d'établir un second algorithme pour la détermination des propriétés électromagnétiques de nos lignes coplanaires. Comme explicité précédemment, les paramètres R, L, C et G nous permettent d'obtenir les paramètres S d'une ligne coplaire facilitant l'extraction de la permittivité relative.

Le schéma ci-dessous illustre le schéma bloc d'extraction des propriétés électromagnétiques par la méthode analytique :

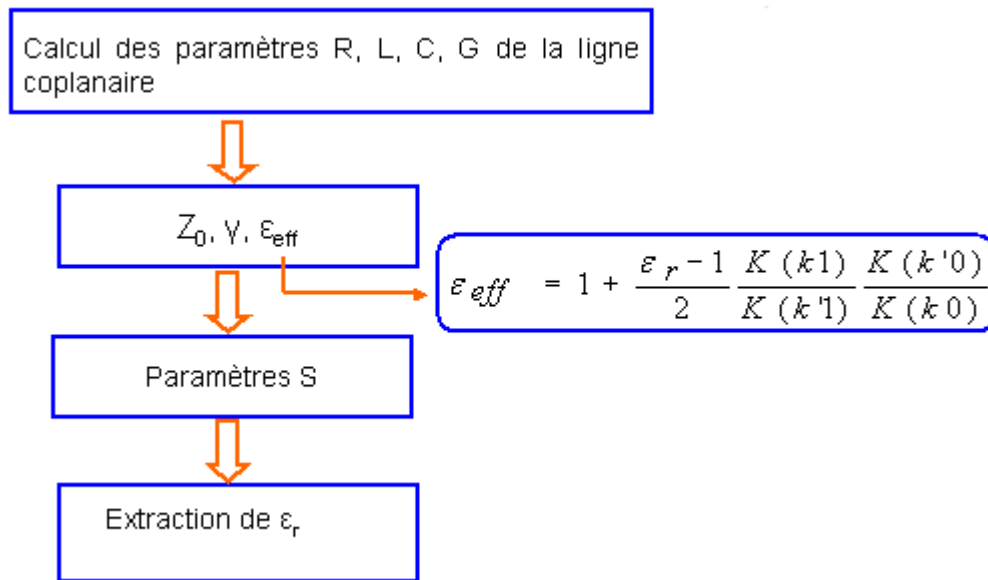


Figure II-23 : Synoptique de l'extraction des propriétés électromagnétiques d'une ligne coplaire par méthode analytique

L'expression de la permittivité relative est décrite comme suit [II-6, II-7]:

$$\epsilon_r = \frac{\frac{C}{2\epsilon_0} - F_{up}}{Flow} \quad (II-12)$$

Fup et Flow sont des paramètres qui dépendent des dimensions géométriques de la ligne coplaire, ils sont plus amplement détaillés dans l'annexe 2.

Nous allons présenter les résultats simulés des propriétés électromagnétiques des lignes coplanaires sur substrats de Quartz et d'Alumine.

➤ Lignes coplanaires sur substrat de Quartz

Il a été démontré dans la section précédente qu'il n'y avait pas de différence significative lors de la variation des paramètres géométriques (W et S), ainsi nous allons présenter les résultats des propriétés électromagnétiques en fonction de la variation des longueurs des lignes coplanaires.

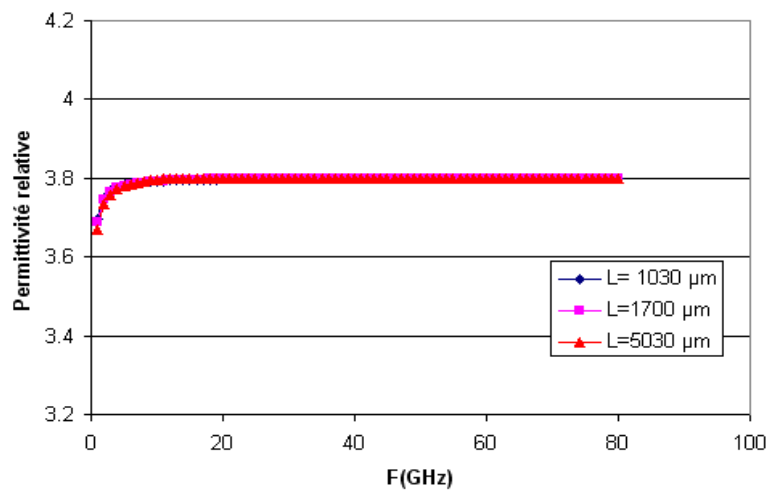


Figure II-24 : Permittivité relative d'une ligne coplaire ($W = 87 \mu\text{m}$, $S = 10 \mu\text{m}$) avec une épaisseur de métallisation de 500 nm sur substrat de Quartz.

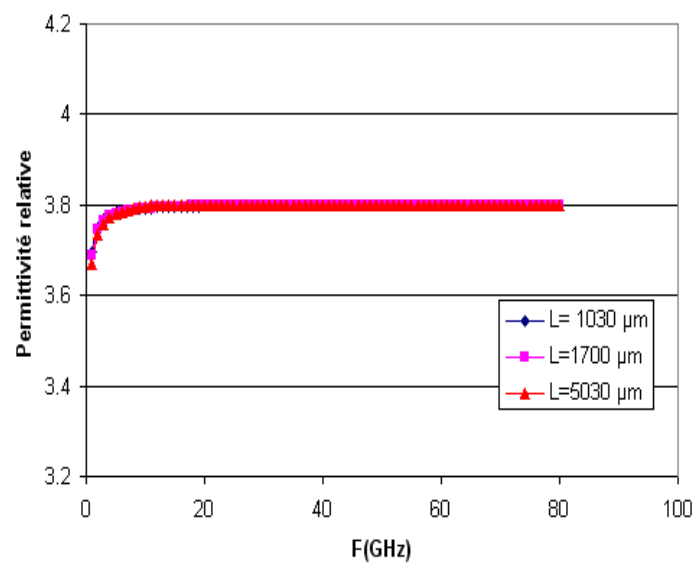


Figure II-25 : Permittivité relative d'une ligne coplaire ($W = 114 \mu\text{m}$, $S = 12 \mu\text{m}$) avec une épaisseur de métallisation de 1,1 μm sur substrat de Quartz.

Les résultats obtenus sont constants sur toute la bande de fréquence. On constate que l'on obtient la valeur donnée par le fabricant en ce qui concerne la permittivité relative. Nous constatons la variation au niveau de la longueur de la ligne coplaire n'influe pas sur les résultats des propriétés électromagnétiques du matériau. Ce qui paraît logique car la permittivité relative est une propriété qui est intrinsèque au matériau lui-même.

Les différentes épaisseurs de métallisation n'entraînent pas aussi des écarts importants au niveau des résultats.

➤ Lignes coplanaires sur substrat d'Alumine

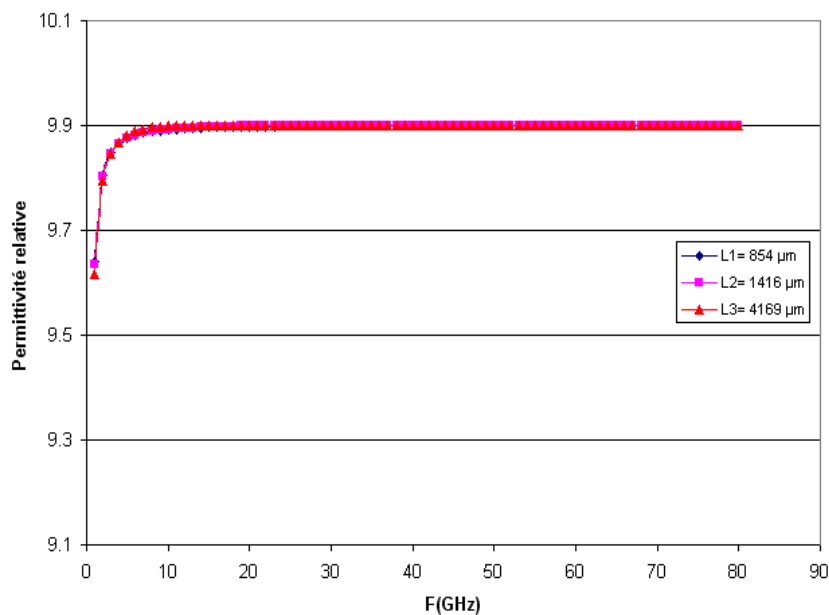


Figure II-26 : Permittivité relative d'une ligne coplaire ($W= 60 \mu\text{m}$, $S= 28 \mu\text{m}$) avec une épaisseur de métallisation de 500 nm sur substrat d'Alumine.

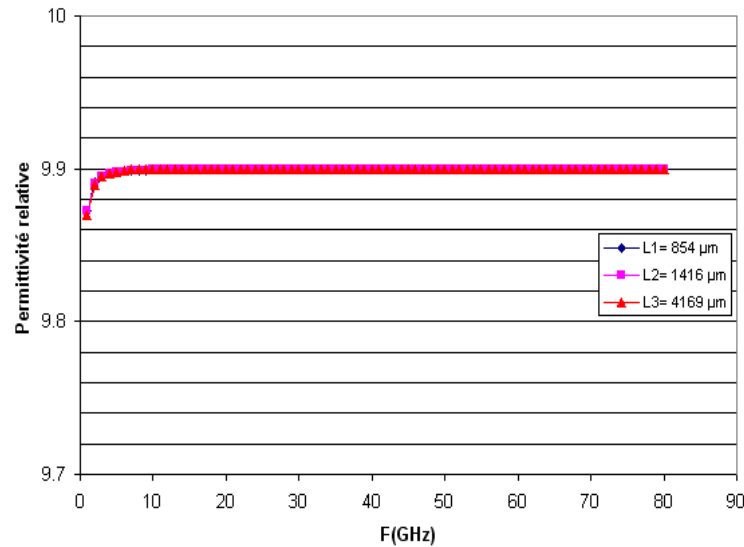


Figure II-27 : Permittivité relative d'une ligne coplanaire ($W=120\ \mu\text{m}$, $S=60\ \mu\text{m}$) avec une épaisseur de métallisation de $1,1\ \mu\text{m}$ sur substrat d'Alumine.

Nous constatons les mêmes observations citées précédemment, en effet les longueurs des lignes n'influent pas sur les propriétés électromagnétiques.

4 Résultats expérimentaux et validation du programme MatLab

Afin de valider notre programme MatLab, il apparaît nécessaire d'effectuer des mesures pour comparer les valeurs expérimentales et les valeurs théoriques. Nous allons procéder à la mesure des paramètres S avec un analyseur de réseau vectoriel (Vector Network Analyzer-VNA).

4.1 Mesure des paramètres S avec l'analyseur de réseau vectoriel

L'extraction expérimentale des paramètres S se fait avec l'analyseur de réseau vectoriel. L'analyseur de réseau est un instrument qui permet de caractériser de façon précise des composants hyperfréquences (un réseau de circuits par exemple) en mesurant leurs effets sur l'amplitude et la phase d'un dispositif sous test (DST) balayé en fréquence. En effet, l'analyseur de réseau permet de mesurer les paramètres S de lignes de transmission dont les valeurs dépendent de la permittivité complexe du diélectrique constituant ces lignes.

L'analyseur de réseau permet ainsi de déterminer les paramètres S de ce DST et mesure les ondes incidentes et réfléchies durant un balayage en fréquence.

Il existe deux principales classes d'analyseurs de réseaux :

- Les analyseurs de réseaux à détection directe de type réflectomètre « **6 portes** » : développés dans les laboratoires de métrologie pour avoir une méthode de mesure indépendante. Ils permettent de mesurer des impédances complexes en utilisant uniquement des mesures de puissance, suivi d'un traitement numérique des données obtenues.
- Les analyseurs de réseaux vectoriels hétérodynes : plus répandus dans le domaine des hyper fréquences et permettent d'obtenir les paramètres S en une seule opération.

Dans la suite nous utiliserons ce type d'analyseur car le réflectomètre « 6 portes » n'est pas adapté pour des produits commercialisés à cause de :

- Sa bande de fréquence assez réduite
- Son encombrement (ce type de structure comporte plusieurs coupleurs directifs)
- Problèmes lors de la procédure de calibrage du système dans certaines situations

La figure ci-dessous est une représentation du fonctionnement d'un analyseur de réseau hétérodyne connecté à un dispositif sous test. La source RF est commuté afin d'exciter les ports 1 ou 2 du dispositif sous test, le commutateur dispose également d'une impédance de sortie Z_0 . Les coupleurs directionnels sont utilisés afin de séparer les signaux incidents, réfléchis et transmis. Des mélangeurs sont utilisés afin de convertir les signaux RF à une fréquence fixe basse intermédiaire (IF), la source LO est ainsi accordée aux fréquences $RF + IF$.

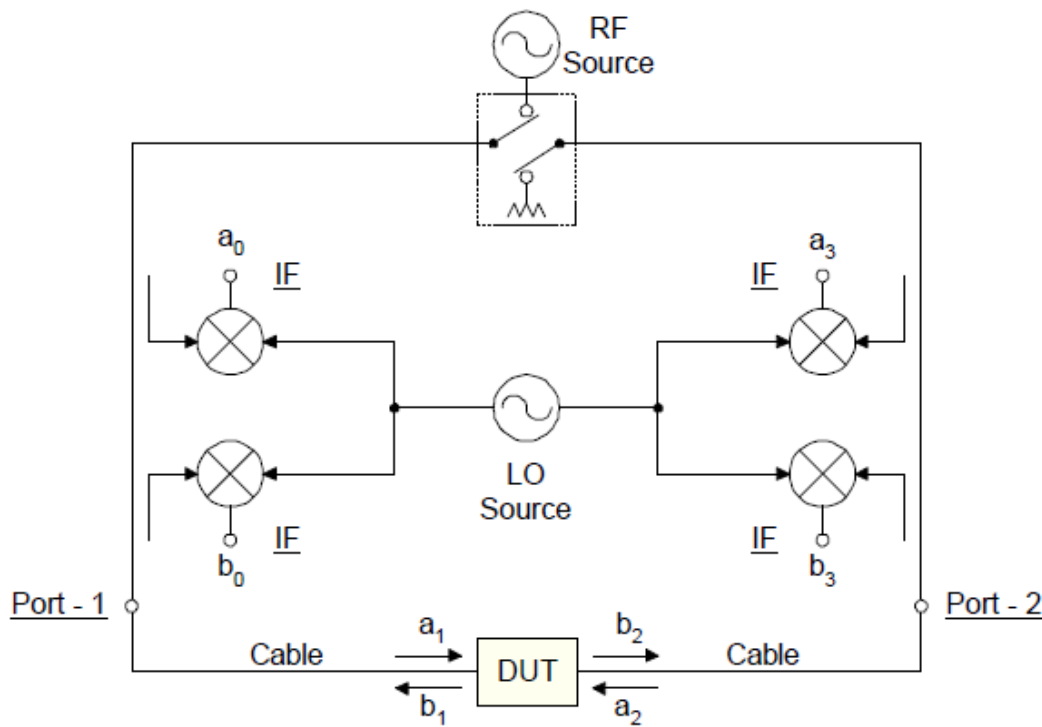


Figure II-28 : Schéma bloc d'un analyseur de réseau vectoriel à quatre récepteurs [II-8]

Cependant lors de la mesure les résultats peuvent être altéré par plusieurs types d'erreurs qui sont soit :

- Aléatoires : qui proviennent de la non-répétabilité des mesures ou du bruit interne des composants.
- Liées aux conditions de mesure de l'utilisateur (mauvais serrage des connecteurs...) ou aux variations de température.
- Systématiques : qui sont liées aux imperfections des éléments constituant l'analyseur de réseau vectoriel. Ainsi les erreurs peuvent provenir de la désadaptation de la source et de la charge induisant des erreurs en transmission et en réflexion, de la directivité des coupleurs, de la non linéarité des réponses en fréquence des câbles et adaptateurs et d'une diaphonie entre la source RF et le récepteur.

Afin d'obtenir une mesure des paramètres S qui n'est pas entaché de ces erreurs il est indispensable de procéder à l'étalonnage de l'analyseur de réseau. L'étalonnage étant l'ensemble des opérations consistant en la correction des erreurs systématiques (dus aux

imperfections des éléments qui constituent l'analyseur de réseau) avant d'effectuer la mesure du dispositif sous test (DST).

Ainsi grâce à l'étalonnage, l'analyseur de réseau mesure ses propres erreurs sur des charges étalons ; avec ces mesures il en déduit les vecteurs d'erreurs et corrige les mesures suivantes et de ce fait on obtient un comportement fidèle lors de l'enregistrement ou la reproduction. Le calibrage revient donc à corriger de manière automatique les erreurs de mesures [II-9].

Il existe deux méthodes de calibrage :

- Le **calibrage direct** : Ce type de calibrage utilise des étalons connus tels qu'un court circuit (CC), un circuit ouvert (CO), une charge adaptée (CA) puis une connexion entre les deux ports de l'analyseur (Thru). Cette technique est plus communément appelée **SOLT** (Short Open Load Thru) et s'utilise dans le cas des technologies standards tels que les guides d'ondes, câbles coaxiaux.....
- L'**autocalibrage** : qui très utilisé lors des caractérisations « on wafer », il consiste à utiliser des méthodes telles que la TRL(Thru Reflect Line), LRM (Line Reflect Match), LAR (Line Attenuator Reflect).....

Nous allons développer dans le chapitre IV une méthode d'autocalibrage qui est la TRL (Thru Reflect Line) pour la caractérisation des couches minces.

Afin de pouvoir effectuer les mesures des paramètres S des lignes coplanaires, l'analyseur de réseau vectoriel est associé à une station de mesure sous pointes. Cette dernière est une interface entre les appareils de mesures et le wafer à caractériser (DST).

La station de mesure sous pointes du LNE utilisée pour nos caractérisations est de type manuelle, de haute précision avec une grande stabilité car elle est supportée par un système anti-vibration permettant d'isoler le système des vibrations extérieures. Elle est constituée d'un microscope optique à fort grossissement, de deux micro-positionneurs (déplacements en X, Y et Z) supportant des têtes millimétriques associés à des pointes RF pouvant assurer des caractérisations jusqu'à 110 GHz.

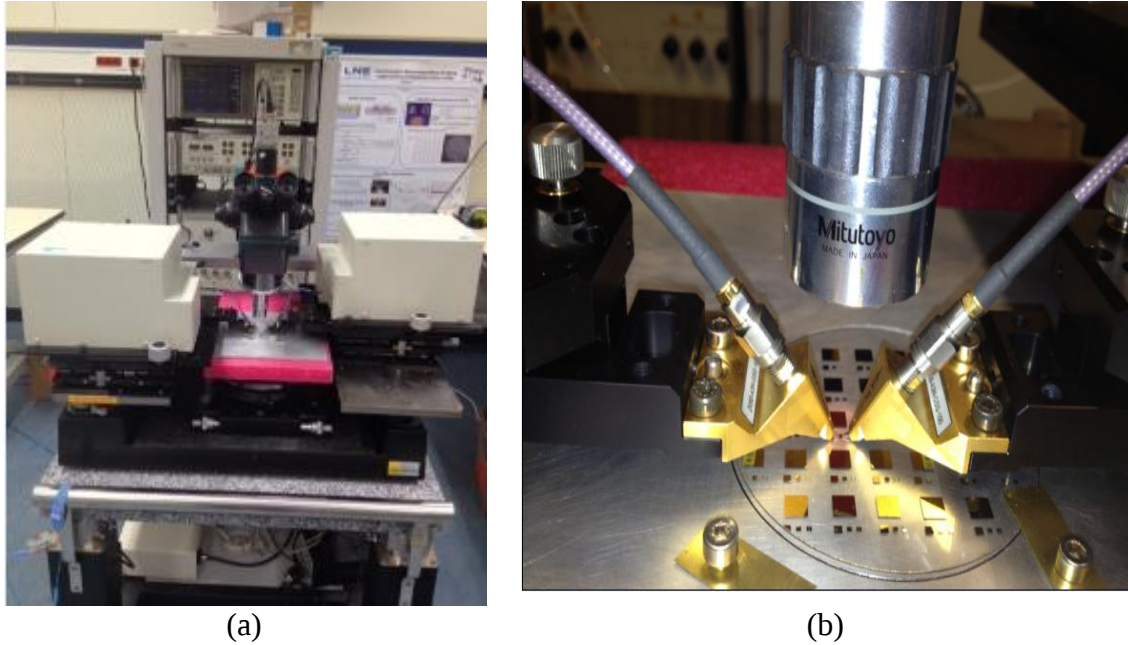


Figure II-29 : Station de mesure sous pointes du LNE (a) et pointes RF (b)

4.2 Mesure de la résistivité des lignes coplanaires

Lors de l'extraction des propriétés électromagnétiques la connaissance de la valeur de la résistivité de la métallisation des lignes coplanaires est indispensable. En effet la résistivité des matériaux varie suivant que le matériau soit sous forme volumique ou en couche mince impliquant ainsi une variation de la conductivité. Cette dernière intervient dans les différentes étapes de calcul pour l'extraction des propriétés électromagnétiques.

La méthode Van der Pauw permet la mesure de la résistivité d'échantillon en couche mince ayant des formes arbitraires, elle est très répandue dans les techniques d'analyses des phénomènes de transport électriques dans les matériaux solides.

Les conditions nécessaires pour que cette méthode puisse être appliquée sont [II-10, II-11]:

- Les contacts doivent être situés sur les bords de l'échantillon.
- L'épaisseur doit être connue et homogène.
- les contacts soient arbitrairement petits par rapport aux dimensions latérales de l'échantillon, car dans le cas contraire, cela ajoute une incertitude à la mesure

effectuée de l'ordre de $\frac{D}{L}$, D étant le diamètre moyen des contacts, et L la distance entre ces derniers.

La figure ci-dessous illustre le schéma d'une mesure de résistivité d'un échantillon de forme quelconque suivant la configuration de Van de Pauw.

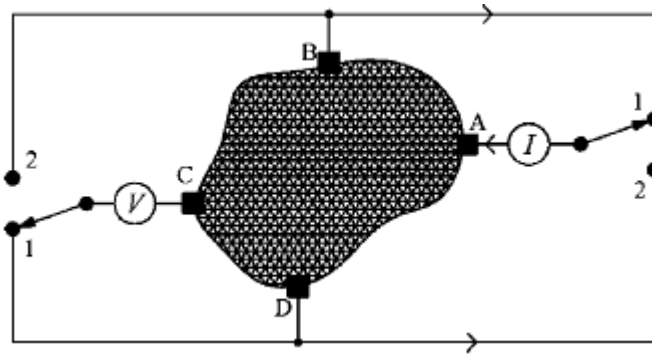


Figure II-30 : Principe de mesure de résistivité avec la méthode Van der Pauw

Van der Pauw définit la résistivité du matériau dans cette configuration par l'équation suivante [II-12] :

$$\rho = \frac{\pi d}{\ln 2} \left(\frac{R_{AB,CD} + R_{BC,DA}}{2} \right) \cdot f \quad (\text{II-13})$$

avec $R_{AB,CD} = \frac{V_{CD}}{I_{AB}}$ et $R_{BC,DA} = \frac{V_{DA}}{I_{BC}}$, f est une fonction de correction qui dépend du ratio

$\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}}$, d correspond à l'épaisseur de l'échantillon.

Cependant le calcul de résistivité est moins entaché d'erreur lorsque l'échantillon a une forme symétrique.

La figure ci-dessous illustre les principales géométries adoptées avec la méthode Van der Pauw [II-13]

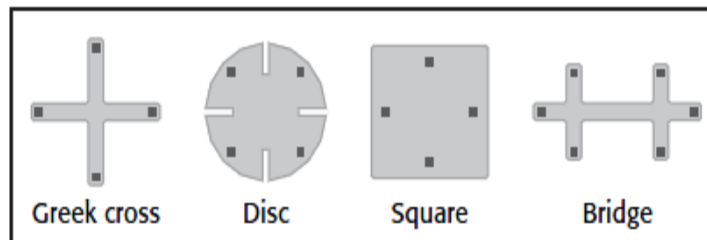


Figure II-31 : Configurations adoptées avec la méthode Van der Pauw

Il est aussi possible de mesurer la résistivité de façon plus simple avec la méthode 4 pointes. Il s'agit de déposer des pointes loin des bords du matériau à mesurer, le courant est mesuré entre les pointes 1 et 4 puis la tension est mesurée entre les pointes 2 et 4. Cette méthode nous permet d'extraire la résistance R , puis d'extraire la résistivité ρ selon la relation suivante :

$$\rho = \frac{RS}{L}, \text{ S correspond à la surface de l'échantillon et L à sa longueur.}$$

Dans notre cas la mesure de la résistivité de l'or se fera sur les plans de masse, avec un multimètre Fluke 8508A étalonné assurant ainsi une meilleure exactitude des résultats.

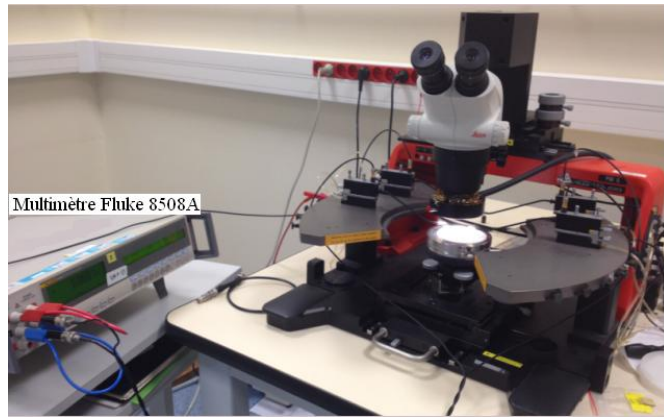
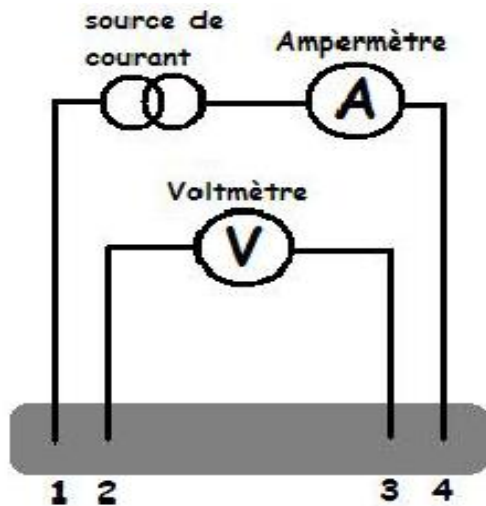


Figure II-32 : Montage pour la mesure de la résistivité des lignes coplanaires en 4 pointes

Plusieurs séries de mesures ont été effectuées afin d'obtenir la valeur de la résistance des lignes coplanaires.

Ainsi la conductivité de l'or correspond à l'inverse de la résistivité mesurée ($\sigma = \frac{1}{\rho}$) et nous obtenons une conductivité $\sigma = 23,34 \cdot 10^6$ S/m pour la métallisation en or d'épaisseur 500 nm de nos lignes coplanaires et une conductivité $\sigma = 35,72 \cdot 10^6$ S/m pour la métallisation en or d'épaisseur 1,1 μm .

4.3 Détermination de la constante de propagation et extraction des propriétés électromagnétiques du Quartz et de l'Alumine

La procédure d'extraction des propriétés électromagnétiques implique la détermination de plusieurs paramètres dont la mesure des paramètres S permettant d'obtenir la constante de propagation.

Une étude sur la permittivité des liquides [II-14] a montré qu'il n'était pas nécessaire d'étalonner l'analyseur de réseau, c'est-à-dire de corriger ses erreurs pour déterminer la constante de propagation et donc la permittivité complexe.

Dans notre cas la structure coplanaire utilisée est homogène, et nous procédons ainsi à l'auto-étalonnage en mesurant les valeurs brutes des paramètres S de nos cellules coplanaires.

Ainsi les relations mathématiques utilisées pour représenter les mesures brutes en fonction des termes d'erreurs sont associés aux paramètres des matrices de transmission T.

La figure ci-dessous correspond à un analyseur de réseau vectoriel à quatre récepteurs de mesure, le détail des paramètres permettra une meilleure compréhension des équations dans la suite.

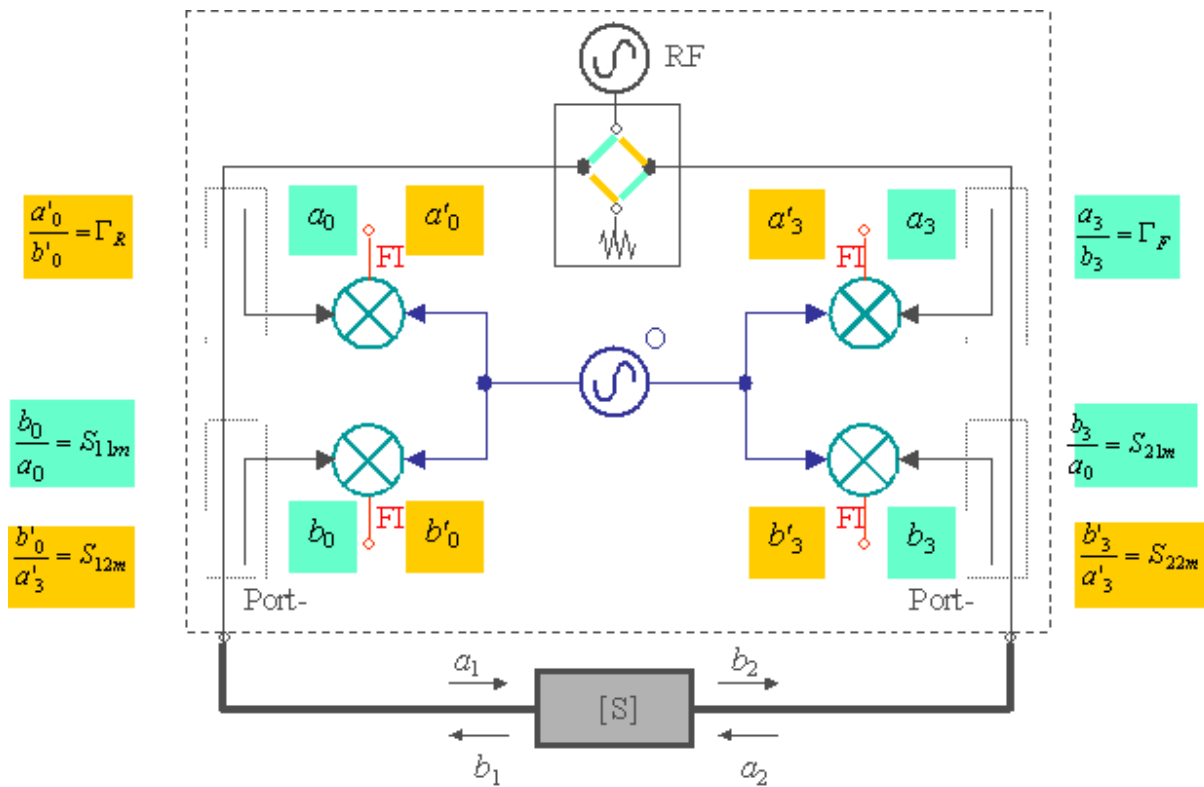


Figure II-33 : Schéma équivalent d'un analyseur de réseau à quatre récepteurs

En considérant le modèle de l'analyseur de réseau à quatre récepteurs de mesure de la figure II-33, un modèle à 8 termes d'erreur peut être appliqué. L'application du modèle à 8 termes d'erreurs repose sur le fait qu'il n'y a pas de différence dans les erreurs des différents ports de l'analyseur de réseau. Il est représenté par deux boîtes d'erreurs : [X] pour le port 1 et [Y] pour le port 2.

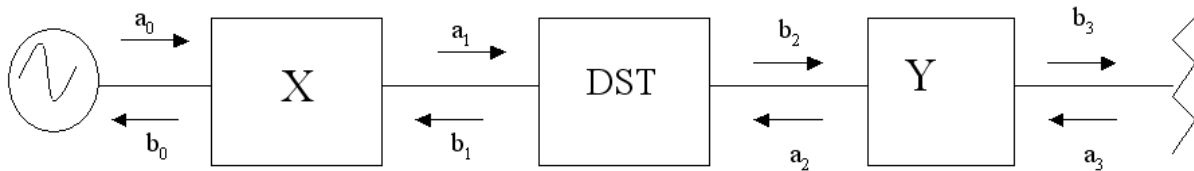


Figure II-34 : *Mesure à l'analyseur de réseau avec représentation des boîtes d'erreurs*

Ainsi la mesure avec l'analyseur de réseau avec les quatre récepteurs permet d'obtenir en plus des quatre paramètres S_{ijm} ($i,j=1,2$), les facteurs de réflexion des ports 1 et 2 de l'analyseur de réseau, respectivement Γ_R et Γ_F .

L'indice m indique qu'il s'agit ici des paramètres bruts mesurés, sans correction (c'est-à-dire sans détermination des termes d'erreur à partir de la mesure d'étalons).

La matrice obtenue avec la mesure est fonction des termes d'erreurs des matrices [X] et [Y] ainsi que de la matrice de transmission du DST, elle est définie comme suit :

$$[M] = [X] \cdot [T] \cdot [Y] \quad (\text{II-14})$$

Lorsque le commutateur est positionné en position 1 (**vert sur la figure**), la relation entre les ondes entrantes et les ondes sortantes mesurées, peut être donnée par :

$$\begin{pmatrix} b_0 \\ a_0 \end{pmatrix} = \mathbf{X} \cdot \mathbf{T} \cdot \mathbf{Y} \begin{pmatrix} a_3 \\ b_3 \end{pmatrix} \quad (\text{II-15})$$

où $\mathbf{X}$ et $\mathbf{Y}$ représentent respectivement les deux matrices d'erreur des réflectomètres 1 et 2 et $\mathbf{T}$ la matrice des paramètres T du quadripôle sous test.

Réciproquement lorsque le commutateur est en position 2 (**jaune sur la figure**), nous pouvons écrire la relation suivante :

$$\begin{pmatrix} b'_0 \\ a'_0 \end{pmatrix} = \mathbf{X} \cdot \mathbf{T} \cdot \mathbf{Y} \begin{pmatrix} a'_3 \\ b'_3 \end{pmatrix} \quad (\text{II-16})$$

Ainsi que la matrice $\mathbf{M}$ définit avec l'équation 15 peut être simplifiée comme suit :

$$\mathbf{M} = \begin{pmatrix} b_0 & b'_0 \\ a_0 & a'_0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_3 & a'_3 \\ b_3 & b'_3 \end{pmatrix}^{-1} = \mathbf{X} \cdot \mathbf{T} \cdot \mathbf{Y} \quad (\text{II-17})$$

Le développement de cette relation matricielle (II-17) nous donne l'équation suivante :

$$\mathbf{M} = \begin{pmatrix} M_{11} = \frac{\frac{b_3}{a_0} \frac{b'_0}{a'_3} - \frac{b_0}{a_3} \frac{b'_3}{a'_0}}{\frac{b_3}{a_0} - \frac{a_3}{a_0} \frac{b'_3}{a'_0}} & M_{12} = \frac{\frac{b_0}{a_0} - \frac{a_3}{a_0} \frac{b'_0}{a'_3}}{\frac{b_3}{a_0} - \frac{a_3}{a_0} \frac{b'_3}{a'_0}} \\ M_{21} = \frac{-\frac{b'_3}{a'_3} + \frac{b_3}{a_0} \frac{a'_0}{a'_3}}{\frac{b_3}{a_0} - \frac{a_3}{a_0} \frac{b'_3}{a'_0}} & M_{22} = \frac{1 - \frac{a_3}{a_0} \frac{a'_0}{a'_3}}{\frac{b_3}{a_0} - \frac{a_3}{a_0} \frac{b'_3}{a'_0}} \end{pmatrix} \quad (\text{II-18})$$

L'équation (II-18) permet de mettre en évidence les rapports $\frac{a_3}{a_0}$ et $\frac{a'_0}{a'_3}$ entre les ondes incidentes respectivement des ports 1 et 2 suivant la position du commutateur (1 ou 2).

La simplification suivante nous permet de réécrire ces deux rapports :

$$\frac{a_3}{a_0} = \frac{a_3}{b_3} \frac{b_3}{a_0} = S_{21m} \Gamma_F \quad (\text{II-19})$$

$$\frac{a'_0}{a'_3} = \frac{a'_0}{b'_0} \frac{b'_0}{a'_3} = S_{12m} \Gamma_R \quad (\text{II-20})$$

La matrice de mesure $\mathbf{M}$ peut ainsi être réécrite de la manière suivante :

$$\mathbf{M} = \begin{pmatrix} M_{11} = \frac{S_{21m} S_{12m} - S_{11m} S_{22m}}{S_{21m} (1 - S_{22m} \Gamma_F)} & M_{12} = \frac{S_{11m} - S_{12m} S_{21m} \Gamma_F}{S_{21m} (1 - S_{22m} \Gamma_F)} \\ M_{21} = \frac{-S_{22m} + S_{12m} S_{21m} \Gamma_R}{S_{21m} (1 - S_{22m} \Gamma_F)} & M_{22} = \frac{1 - S_{12m} S_{21m} \Gamma_F \Gamma_R}{S_{21m} (1 - S_{22m} \Gamma_F)} \end{pmatrix} \quad (\text{II-21})$$

L'extraction des propriétés électromagnétiques du substrat se fait par la mesure de deux matrices $\mathbf{M}$ de deux lignes coplanaires : il s'agit de la méthode **TL** (Thru -Line). Ainsi la mesure du Thru correspondant à la ligne de plus petite longueur de notre kit (elle correspond

aussi à la connexion directe entre les deux ports de l'analyseur de réseau) est effectuée, puis la mesure d'une autre ligne présente sur le kit.

Ainsi nous utilisons la méthode TL (Thru -Line) appliquée à notre algorithme MatLab pour la caractérisation des lignes coplanaires. Cette méthode consiste à faire une analyse de la constante de phase ainsi que de la constante d'atténuation sur les différents couples de lignes de notre substrat afin d'associer chaque couple à une bande de fréquence correspondante. Nous arrivons ainsi à extraire la constante de propagation qui nous permettra par la suite d'obtenir la permittivité du matériau.

La mesure de la connexion directe Thru donne la matrice de mesure $\mathbf{M}_T$ suivante :

$$\mathbf{M}_T = \mathbf{X} \cdot \mathbf{T}_T \cdot \mathbf{Y} = \mathbf{X} \cdot \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \cdot \mathbf{Y} = \mathbf{X} \cdot \mathbf{Y} \quad (\text{II-22})$$

Et la mesure de la ligne coplanaire donne la matrice de mesure $\mathbf{M}_L$ suivante :

$$\mathbf{M}_L = \mathbf{X} \cdot \mathbf{T}_L \cdot \mathbf{Y} = \mathbf{X} \cdot \begin{pmatrix} e^{-\gamma L} & 0 \\ 0 & e^{+\gamma L} \end{pmatrix} \cdot \mathbf{Y} \quad (\text{II-23})$$

où γ correspond à la constante de propagation dans la ligne coplanaire et L la longueur de la ligne coplanaire.

L'expression de la matrice $\mathbf{T}_L$ est décrite dans le sens où la ligne coplanaire est définie comme une ligne de transmission homogène adaptée à son impédance caractéristique ($S_{11} = S_{22} = 0$) ou ($T_{12} = T_{21} = 0$), et que l'impédance de référence de notre système est celle de l'impédance caractéristique de la ligne coplanaire.

Afin d'extraire la constante de propagation nous allons utiliser le produit des matrices:

$$\mathbf{M}_L \cdot \mathbf{M}_T^{-1} = \mathbf{X} \cdot \mathbf{T}_L \cdot \mathbf{Y} \cdot \mathbf{Y}^{-1} \cdot \mathbf{X}^{-1} = \mathbf{X} \cdot \mathbf{T}_L \cdot \mathbf{X}^{-1} = \mathbf{X} \cdot \begin{pmatrix} e^{-\gamma L} & 0 \\ 0 & e^{+\gamma L} \end{pmatrix} \cdot \mathbf{X}^{-1} \quad (\text{II-24})$$

L'utilisation de l'égalité de la fonction trace des matrices semblables nous permet d'introduire la relation suivante :

$$\delta = \text{trace}(\mathbf{M}_L \cdot \mathbf{M}_T^{-1}) = \text{trace}(\mathbf{X} \cdot \mathbf{T}_L \cdot \mathbf{X}^{-1}) = \text{trace}(\mathbf{T}_L) = e^{-\gamma L} + e^{+\gamma L} \quad (\text{II-25})$$

Ainsi l'expression de la constante de propagation peut être définie suivant l'équation (II-26) :

$$\exp(-\gamma L) = \frac{\delta}{2} \pm \sqrt{\frac{\delta^2}{4} - 1} \quad (\text{II-26})$$

La connaissance de la constante de propagation γ nous permet de déterminer les paramètres R, L, C et G et de pouvoir extraire les propriétés électromagnétiques du substrat avec les équations (II-12) définie précédemment.

Le schéma bloc ci-dessous illustre le déroulement des calculs effectués depuis la mesure des paramètres S brutes jusqu'à l'extraction des propriétés électromagnétiques de la ligne coplanaires.

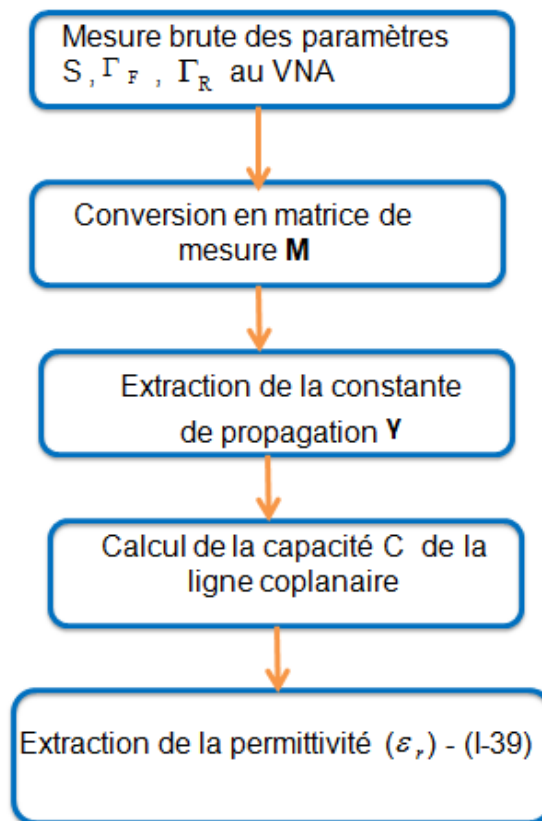


Figure II-35 : Schéma bloc pour l'extraction expérimentale des propriétés électromagnétiques d'une ligne coplanaire

Nous allons présenter les résultats des caractérisations électromagnétiques des lignes coplanaires sur différents substrats, les mesures ont été effectuées avec un analyseur de réseau d'Agilent 8510 C couvrant une bande de fréquence de 45 MHz à 50 GHz.

➤ Résultat de mesures des lignes coplanaires sur substrat de Quartz

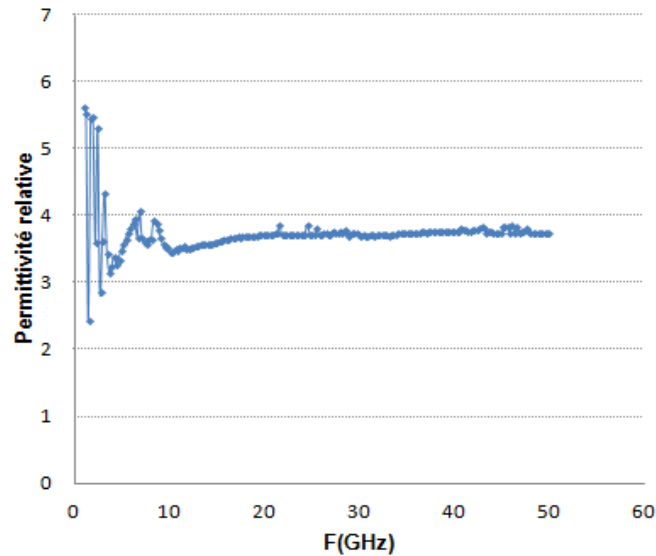


Figure II-36 : Résultats expérimentaux de la permittivité relative d'une ligne coplaire ($W=87 \mu m$, $S=10 \mu m$) avec une épaisseur de métallisation de 500 nm sur substrat de Quartz.

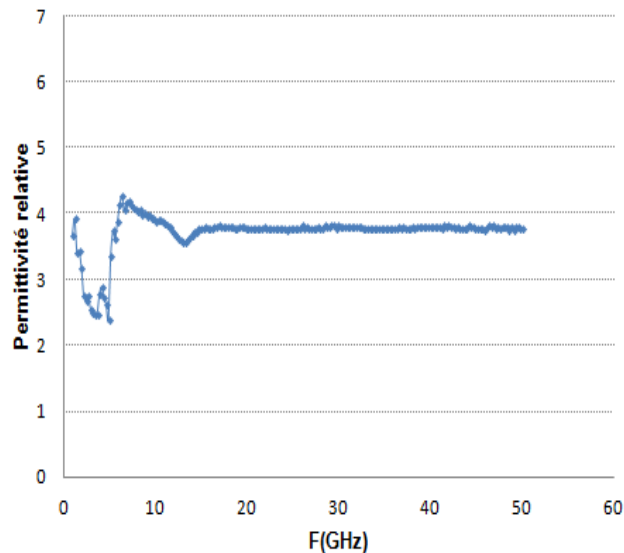


Figure II-37 : Résultats expérimentaux de la permittivité relative d'une ligne coplaire ($W=104 \mu m$, $S=12 \mu m$) avec une épaisseur de métallisation de 500 nm sur substrat de Quartz.

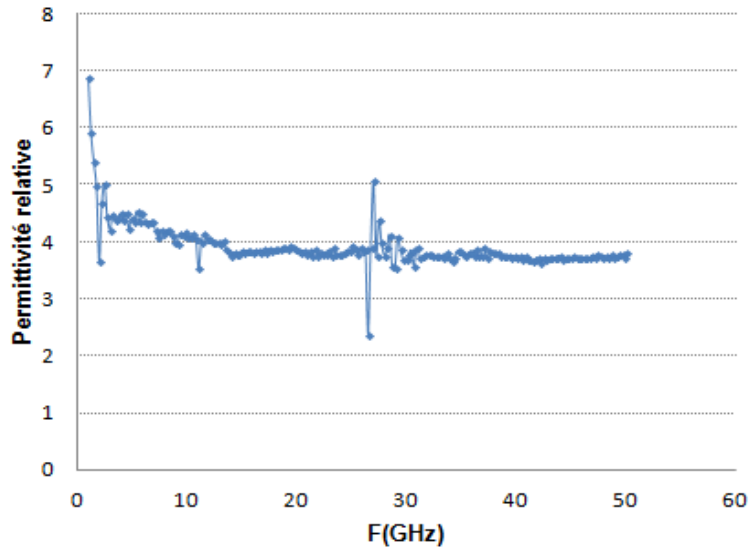


Figure II-38 : Résultats expérimentaux de la permittivité relative d'une ligne coplaire ($W=118\ \mu\text{m}$, $S=14\ \mu\text{m}$) avec une épaisseur de métallisation de 500 nm sur substrat de Quartz.

Les résultats des propriétés électromagnétiques des lignes coplanaires sur substrat de Quartz donnent des résultats qui sont en accord avec la théorie entre 10 GHz et 50 GHz. En effet aux fréquences inférieures à 10 GHz on constate des pics correspondant à des sauts de phase pour la permittivité relative. Les résultats avec la ligne coplaire ayant la plus grande largeur de fente ($W_3=118\ \mu\text{m}$, $S_3=14\ \mu\text{m}$) présentent des pics supplémentaires à 25 GHz au niveau de la permittivité relative.

Mise à part ces pics qui apparaissent sur certaines bandes de fréquence nous obtenons une permittivité relative mesurée qui avoisine 3,8 pour des lignes coplanaires avec une épaisseur de métallisation en or de 500 nm ayant une conductivité de $23,34 \cdot 10^6\ \text{S.m}^{-1}$.

La figure II-39 représente le résultat de la mesure d'une ligne coplanaire sur substrat de Quartz avec cette fois-ci une épaisseur de métallisation de 1,1 μm .

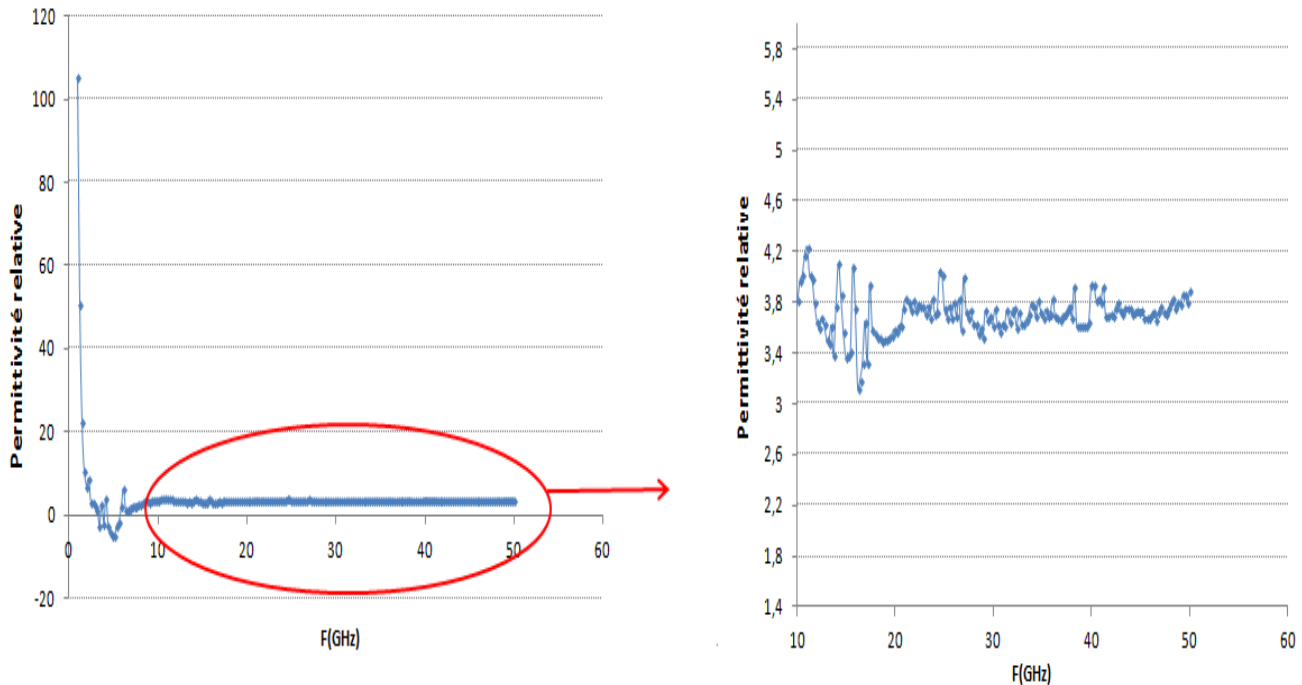


Figure II-39 : Résultats expérimentaux de la permittivité relative d'une ligne coplanaire ($W=112\ \mu\text{m}$, $S=14\ \mu\text{m}$) avec une épaisseur de métallisation de 1,1 μm sur substrat de Quartz.

En ce qui concerne la permittivité relative on constate aussi des valeurs qui ne sont pas en accord avec la théorie en deçà de 10 GHz, on a une valeur mesurée de la permittivité relative très grande en basse fréquence (à 2 GHz, $\epsilon_r = 105$) mais aussi la réponse de la permittivité dans les hautes fréquences même si elle avoisine la valeur théorique reste très bruitée.

Ces écarts de résultats par rapport aux lignes coplanaires avec une épaisseur de métallisation de 500 nm peuvent être causés par la qualité du dépôt à 1,1 μm . En effet les lignes coplanaires avec une épaisseur d'or de 1,1 μm ont été déposés par la méthode électrolytique, qui peut générer un dépôt rugueux, mais aussi ces écarts peuvent être causés par la différence de conductivité entre les deux épaisseurs.

➤ Résultat de mesures des lignes coplanaires sur substrat d'Alumine

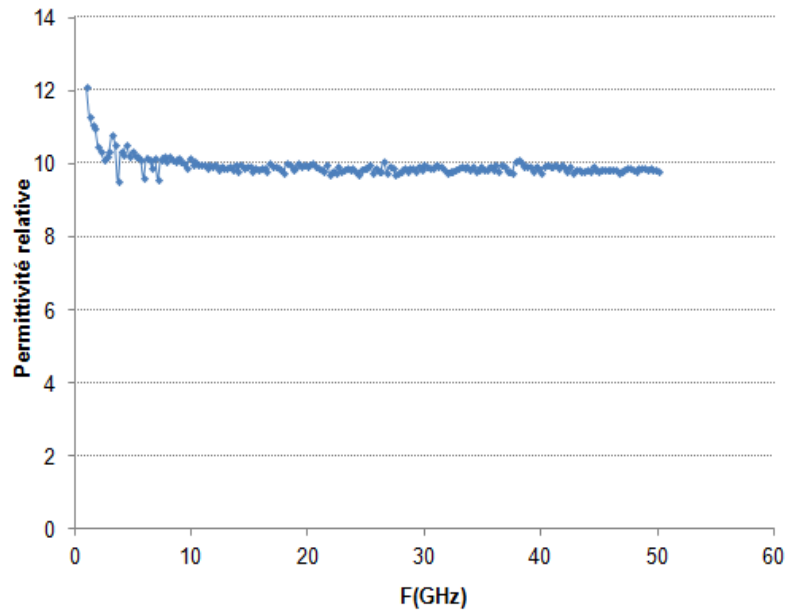


Figure II-40: Résultats expérimentaux de la permittivité relative d'une ligne coplanaire ($W=60 \mu\text{m}$, $S=28 \mu\text{m}$) avec une épaisseur de métallisation de 500 nm sur substrat d'Alumine.

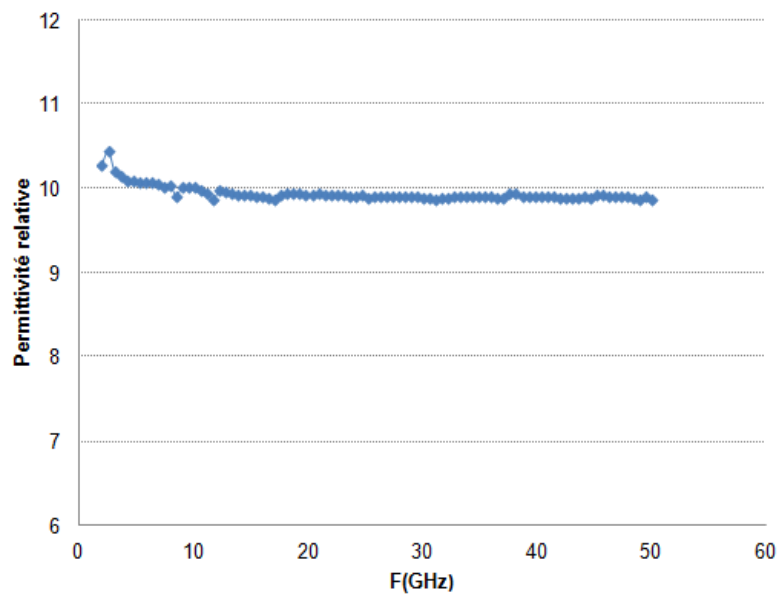


Figure II-41 : Résultats expérimentaux de la permittivité relative d'une ligne coplanaire ($W=65 \mu\text{m}$, $S=30 \mu\text{m}$) avec une épaisseur de métallisation de 500 nm sur substrat d'Alumine.

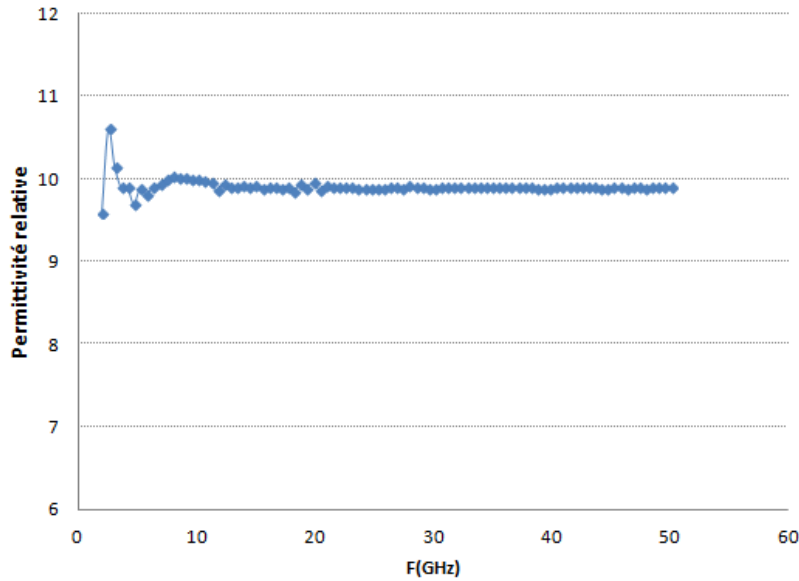


Figure II-42: Résultats expérimentaux de la permittivité relative d'une ligne coplaire ($W=70\ \mu\text{m}$, $S=32\ \mu\text{m}$) avec une épaisseur de métallisation de 500 nm sur substrat d'Alumine.

Nous constatons également pour les résultats expérimentaux sur substrats d'Alumine que la permittivité relative est en accord avec la théorie sauf en basses fréquences où nous observons un pic qui reste néanmoins moins prononcé par rapport au Quartz.

La figure ci-dessous représente le résultat de la mesure d'une ligne coplaire sur substrat d'Alumine avec cette fois-ci une épaisseur de métallisation de 1,1 μm .

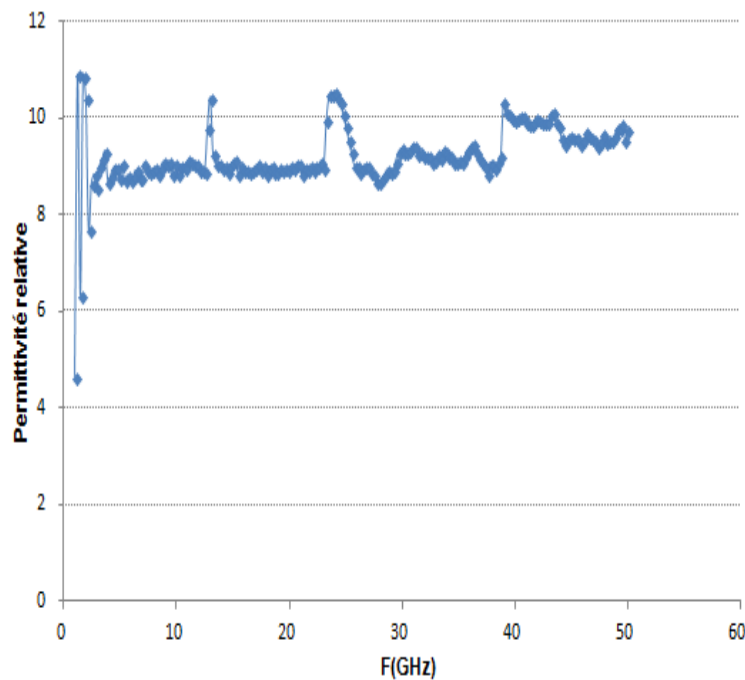


Figure II-43 : Résultats expérimentaux de la permittivité relative d'une ligne coplaire ($W=120\ \mu\text{m}$, $S=60\ \mu\text{m}$) avec une épaisseur de métallisation de 1,1 μm sur substrat d'Alumine.

La réponse de la permittivité relative présente des pics sur différentes bandes de fréquences. Compte tenu des résultats obtenus avec les épaisseurs de métallisation de 1,1 μm , les prochaines réalisations se feront uniquement avec des épaisseurs de 500 nm.

4.4 Optimisation des dispositifs sous test

Dans le cadre du projet EMINDA, une seconde phase d'optimisation visant à caractériser les substrats jusqu'à 110 GHz a été mise en place. Cette procédure d'optimisation prend en compte les différents résultats obtenus lors des mesures jusqu'à 50 GHz. Ainsi afin de pouvoir effectuer la caractérisation jusqu'à 110 GHz nous allons rajouter des lignes coplanaires aux différents kits selon la méthode de R.Doerner *et al.* afin d'étendre la bande de fréquence d'étude passant ainsi de 50 GHz à 110 GHz.

Ainsi de la même façon que les longueurs des lignes ont été définies pour les kits des premiers substrats, nous allons calculer de nouvelles longueurs de lignes coplanaires supplémentaires aux kits précédents. Des contraintes dimensionnelles sur nos substrats de Quartz et d'Alumine nous amène à pouvoir rajouter respectivement 3 lignes coplanaires au substrat de Quartz et 2 lignes coplanaires supplémentaires au kit sur substrat d'Alumine.

Nous obtenons alors les longueurs suivantes pour les différents substrats utilisés :

	Quartz	Alumine
L1 (Thru)	1030 μm	854 μm
L2	1700 μm	1416 μm
L3	5030 μm	4169 μm
L4	7020 μm	5822 μm
L5	13320 μm	11047 μm
L6	37900 μm	—

Tableau II-3 : Longueurs des lignes coplanaires des nouvelles structures optimisées

Dans la suite tous les substrats que nous allons étudier auront une épaisseur de métallisation en or de 500 nm.

La figure ci-dessous représente les substrats d'Alumine et de Quartz avec optimisation des dispositifs sous test.

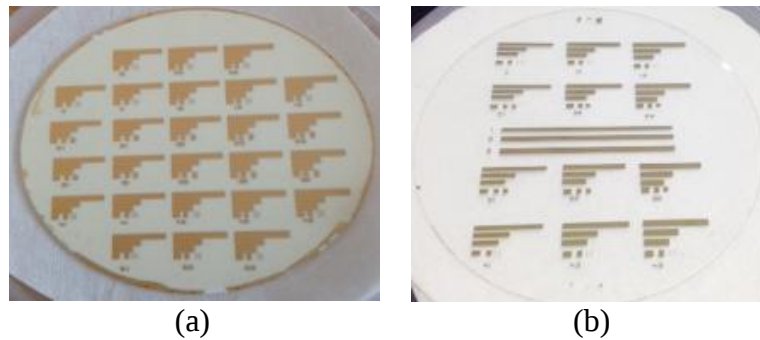


Figure II-44 : Nouvelles structures optimisées sur substrats d'Alumine (a) et de Quartz (b)

Ces nouvelles structures ont été caractérisées à leur tour à l'analyseur de réseau Agilent 8510 XF sur une bande de fréquence allant de 2 GHz à 110 GHz. Nous allons présenter les résultats obtenus pour la caractérisation électromagnétique avec les deux nouvelles structures.

➤ Substrat de Quartz

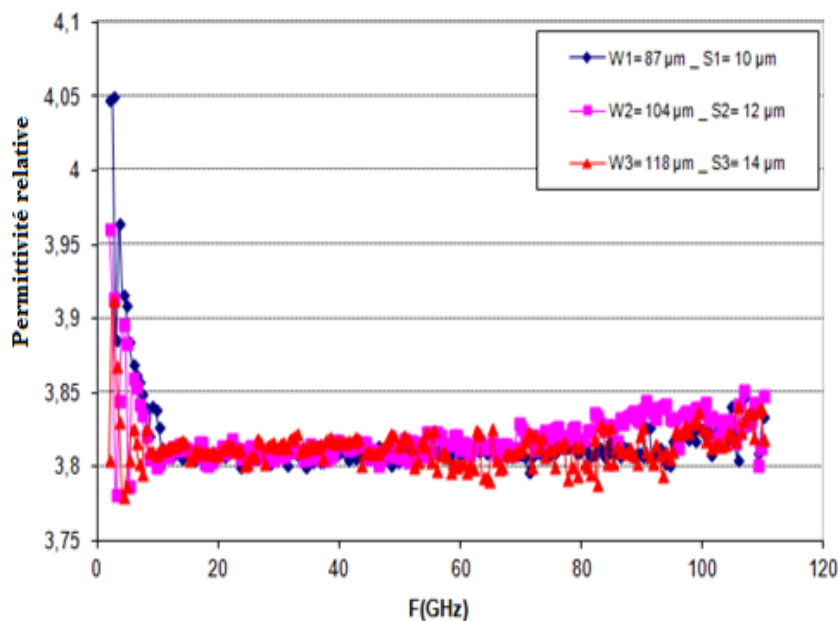


Figure II-45 : Permittivité relative mesurée pour différents couples de lignes coplanaires sur substrat de Quartz.

Les résultats obtenus pour la permittivité sont encourageants car ces derniers correspondent à la valeur théorique de la permittivité du Quartz, la variation des dimensions géométriques des

lignes coplanaires n'influent pas également sur le résultat : on constate que les trois courbes se superposent sur plusieurs points de fréquences.

La figure suivante présente une comparaison entre simulation et mesure pour les propriétés électromagnétiques du Quartz :

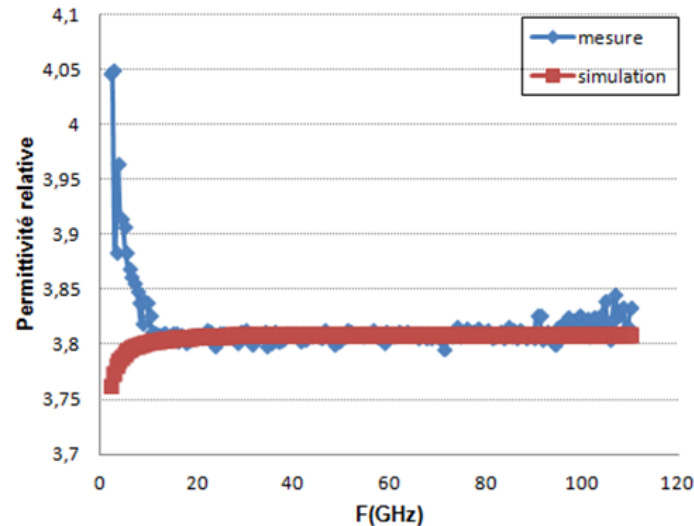


Figure II-46 : Comparaison entre simulation et mesure de la permittivité relative du Quartz.

La figure II-46 illustre un parfait accord entre simulation et mesure en ce qui concerne les propriétés électromagnétiques du Quartz, le seul écart qui subsiste correspond aux fréquences basses (< 10 GHz) dû à une désadaptation en impédance.

➤ Substrat d'Alumine

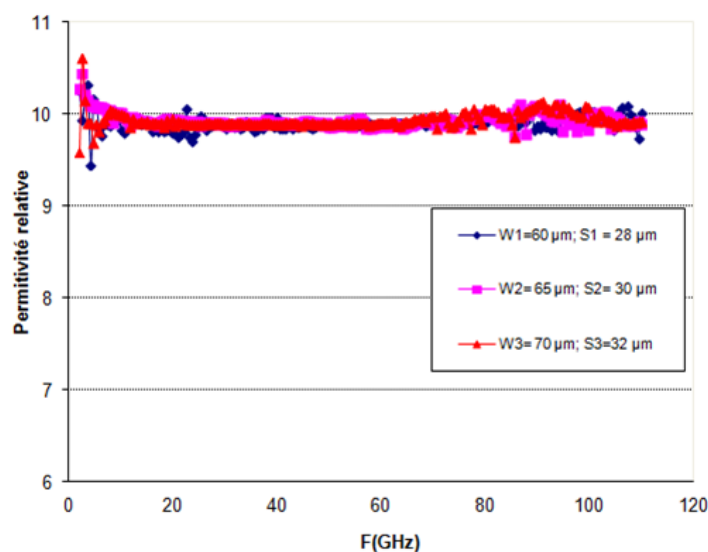


Figure II-47 : Permittivité relative mesurée pour différents couples de lignes coplanaires sur substrat d'Alumine.

Les résultats expérimentaux des propriétés électromagnétiques sont également très encourageants, la permittivité relative correspond aux valeurs théoriques. De plus la variation des dimensions géométriques des lignes n'entraîne pas de variations considérables sur les résultats de la permittivité relative de l'Alumine.

La figure suivante présente une comparaison entre simulation et mesure pour les propriétés électromagnétiques de l'Alumine :

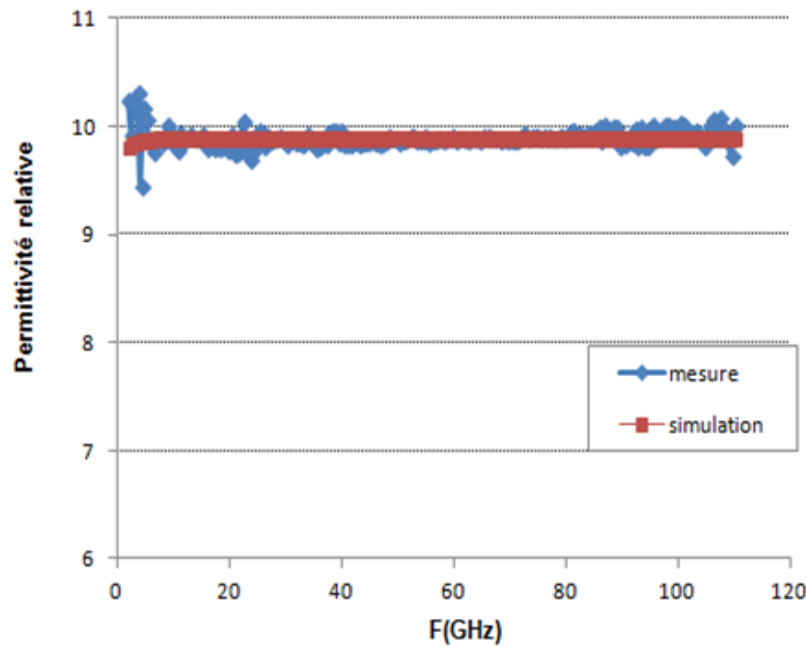


Figure II-48 : Comparaison entre simulation et mesure de la permittivité relative de l'Alumine.

Nous constatons aussi un accord entre simulation et mesure en ce qui concerne la permittivité relative de l'Alumine. En effet on constate que la valeur de la permittivité relative mesurée s'avoisine de la valeur trouvée en simulation, de même ces résultats concordent aussi avec la valeur donnée par le fabricant du matériau ($\epsilon_r=9,9$).

Les résultats obtenus lors de la caractérisation électromagnétique de l'Alumine et du Quartz nous ont donné des résultats probants. Cela nous permet de valider notre algorithme MatLab et de pouvoir conclure qu'à ce stade nous sommes en mesure de pouvoir extraire la permittivité de substrats dont les propriétés sont connues. La seconde étape consiste à insérer un matériau dont les propriétés nous sont totalement inconnues entre les plans de la ligne coplanaire et le substrat et d'en extraire les propriétés électromagnétiques.

5 Evaluation de l'incertitude de mesure sur la permittivité relative des substrats

Le calcul d'incertitude est une évaluation maximisée des erreurs qui se produisent lors des mesures. Il est essentiel car il permet d'établir une traçabilité métrologique. Il existe plusieurs sources d'erreurs aléatoires qui peuvent affecter une mesure :

- La précision limitée des appareils de mesure.
- L'erreur humaine (mauvais serrage des connecteurs, position des pointes...).
- Les grandeurs physiques (température, temps, dimensions...).

L'incertitude de mesure est donc un paramètre associé au résultat d'un mesurage qui caractérise la dispersion des valeurs autour de ce résultat, qui pourraient raisonnablement être attribuées au mesurande avec des degrés de crédibilité divers [II-15].

Le calcul d'incertitude se fait généralement suivant la loi de propagation des variances préconisée par le guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (Guide to the expression of Uncertainties Measurement- **GUM**). Cette méthode propage les incertitudes à partir de notre processus de mesure, c'est-à-dire les incertitudes des appareils de mesures et celles de notre modèle mathématique utilisé pour extraire les résultats. La propagation des incertitudes requiert ainsi la dérivation du modèle mathématique appliqué à notre processus de mesure en fonction des différentes variables.

De manière générale, ce calcul s'appuie sur la loi de propagation des incertitudes basée sur un développement de Taylor appliqué aux équations du système. Compte tenu de la complexité de nos systèmes d'équations, la méthode de Monte Carlo s'avère être une alternative intéressante pour l'évaluation de l'incertitude de mesure. En effet avec cette méthode il ne s'agit plus de propager l'incertitude mais la densité de probabilité des grandeurs d'entrées afin d'obtenir la densité de probabilité associée au mesurande [II-16].

La méthode Monte Carlo permet de reconstituer artificiellement un phénomène aléatoire. En réalité, il s'agit de simuler un échantillon fictif de réalisations de ce phénomène à partir d'hypothèses sur les variables aléatoires.

Le processus d'évaluation des incertitudes de mesures avec la méthode Monte Carlo se résume en 5 principales étapes :

- L'établissement du mesurande, du processus de mesure et du modèle mathématique.
- L'association d'une loi de distribution à chaque grandeur d'entrée ou d'une distribution conjointe lorsque les variables sont corrélées.
- La génération de M réalisations des grandeurs d'entrées, le supplément 1 du GUM préconise d'utiliser 10^6 tirages afin d'obtenir un intervalle de couverture de 95 % [II-17].
- L'obtention des M valeurs de la grandeur de sortie obtenus par calcul via le modèle mathématique
- Le calcul de l'écart-type, l'espérance, la moyenne du mesurande

Dans notre cas des incertitudes sur plusieurs paramètres primaires ont été pris en compte lors de la procédure du calcul d'incertitude de mesure sur la permittivité tels que : l'épaisseur de métallisation (25 nm pour l'Alumine et 23 nm pour le Quartz), la largeur, la longueur, les fentes et les plans de masse des lignes coplanaires (1 μm pour l'Alumine et le Quartz).

Nous présentons à la figure II-49 l'incertitude associée aux résultats de mesures de la permittivité du Quartz et de l'Alumine.

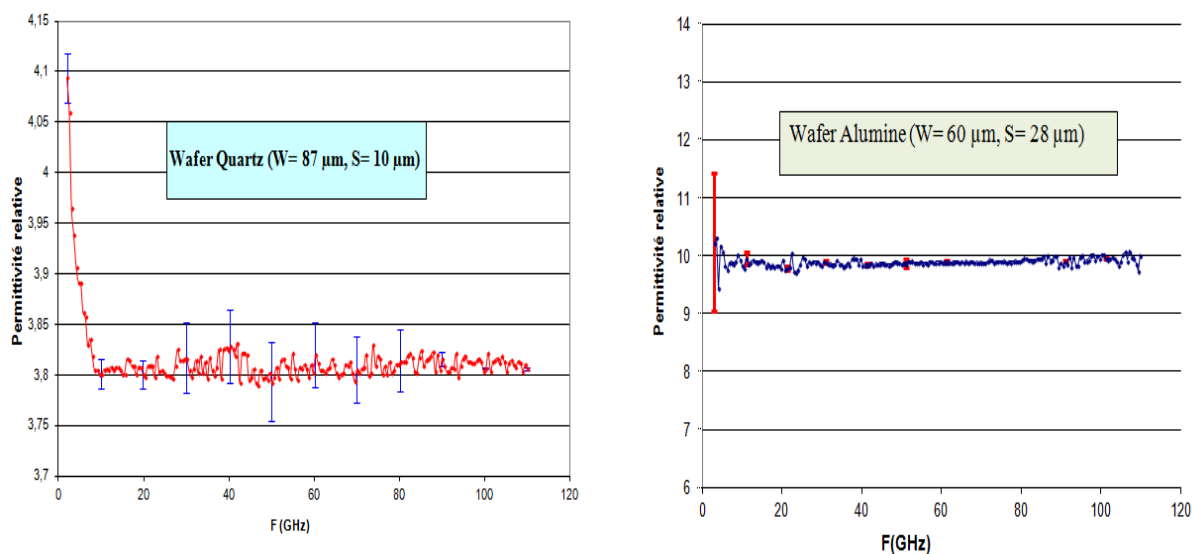


Figure II-49 : Résultats expérimentaux de la permittivité du Quartz et de l'Alumine et leurs incertitudes associées.

Les résultats expérimentaux en ce qui concerne la permittivité relative du Quartz et de l'Alumine présente de faibles incertitudes. La mesure de la permittivité relative du Quartz nous donne une incertitude de 0,03 entre 30 GHz et 80 GHz, les incertitudes restent assez faibles sur le reste de la bande de fréquence (nous avons 8.10^{-4} à 110 GHz).

En ce qui concerne le substrat d'Alumine, la plus grande valeur sur l'incertitude de mesure se situe en basse fréquence (à 2 GHz). Mise à part le premier point de fréquence, l'incertitude de mesure est très faible sur le résultat de la permittivité de l'Alumine avec une incertitude de mesure qui varie de 0,02 à 0,008 entre 10 GHz et 110 GHz.

Le tableau ci-dessous est un comparatif des résultats obtenus entre simulation et mesure pour la caractérisation électromagnétique du Quartz et de l'Alumine à 50 GHz :

	Permittivité relative ϵ_r		Incertitudes sur la permittivité
	Simulation	Mesure	
Quartz	3,81	3,80	0,038
Alumine	9,9	9,86	0,064

Tableau II-4 : Comparaison entre simulation et mesure sur la permittivité relative sur substrats de Quartz et d'Alumine et incertitudes associées.

Conclusion

Nous avons étudié dans ce chapitre la caractérisation de substrats diélectriques faibles pertes avec la méthode en lignes de transmissions CPW. Un algorithme basé sur des relations analytiques a été développé afin d'extraire les propriétés électromagnétiques des lignes coplanaires. Les résultats obtenus tant au niveau analytique qu'expérimental sont probants et sont en accord avec les valeurs théoriques des propriétés électromagnétiques des substrats étudiés validant notre algorithme.

La seconde étape consiste maintenant à insérer un matériau dont les propriétés nous sont totalement inconnues entre les plans de la ligne coplaire et le substrat et d'en extraire les propriétés électromagnétiques. Le matériau en question est un ferroélectrique dont les propriétés seront définies dans le prochain chapitre.

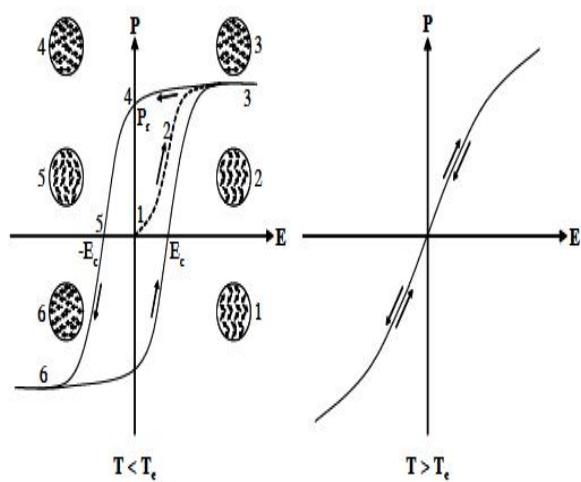
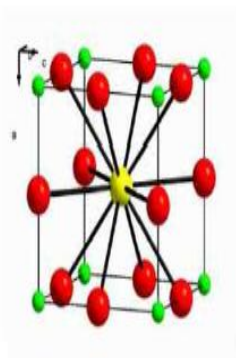
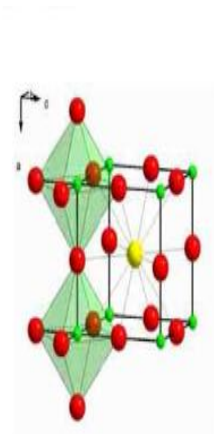
Bibliographie du Chapitre II

- [II.1] R.N. Simons, “Coplanar waveguide circuits, components, and systems” , Wiley Series in Microwave and Optical Engineering, Kai Chang, Serie Editor, 2001.
- [II-2] R. Badoual, Ch. Martin, S. Jacquet, “Les micro-ondes - I. Circuits. Microruban. Fibres”, Collection Technologies, Séries électroniques, 2ème édition, 1993.
- [II-3] R. Doerner, A. Rumianstev, “Verification of the wafer-level LRM+Calibration technique for GaAs applications up to 110 GHz”, 65th ARFTG Conference, Spring 2005.
- [II-4] R.Marks, “A Multiline Method of Network Analyzer Calibration” , IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, Vol. 39, No 7, July 1991.
- [II-5] V. Mille, “Conception et realisation de BioMEMS terahertz dédiés à la spectroscopie de solutions biologiques”, Thèse de l’Université de Lille 1, 2007.
- [II-6] W. Heinrich, “ Quasi-TEM description of MMIC coplanar lines including conductor loss effect”, IEEE transaction on microwave theory and techniques, vol.41.N0.1, January 1993.
- [II-7] J. Hinojosa, “S-parameter broadband Measurements on-coplanar and Fast extraction of the substrate intrinsic properties”, IEEE microwave and wireless letters, vol.11,N0.2, February 2001.
- [II-8] D. Rytting, “Network Analyzer Error Models And Calibration Methods”, (www.home.agilent.com)
- [II-9] O. Ndiaye, “ Mise au point d’un banc pour la caractérisation de la forme d’onde de signaux dynamiques complexes par échantillonnage électro-optique et mesures pour la définition d’appareils étalons destinés à la partie transfert pour les étalonnages d’appareils clients. ”, rapport de stage master II, Septembre 2011.

- [II-10] C. Kasl, M.R. Hoch, “Effects of sample thickness on the Van der Pauw technique for resistivity”, Review of Scientific Instruments, 76, 2005.
- [II-11] H. Ndilimabaka, “Etude de l’oxyde magnétique semi-conducteur $\text{Fe}_{2-x}\text{Ti}_x\text{O}_{3\pm\delta}$: du contrôle de l’interaction d’échange à la polarisation de spin”, Thèse de l’Université de Saint-Quentin en Yvelines, 2008.
- [II-12] T. Matsumura, Y.Sato, “A theoretical on Van der Pauw measurement values of inhomogeneous compound semiconductor thin films”, Journal of modern physics, vol.1 N₀. 5, November 2010.
- [II-13] “Performing Van der Pauw sheet resistance measurement using the Keithley S530 parametric tester”, Keithley application Note Series N₀.3180.
- [II-14] D. Allal, “Raccordement des mesures de DAS”, Rapport d’étude LNE, Février 2012.
- [II-15] “Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement”, JCGM 100:2008(F) GUM 1995.
- [II-16] M. Desenfant et al., “Evaluation de l’incertitude en utilisant les simulations de Monte Carlo”, 13^{ème} congrès international de métrologie, Octobre 2013.
- [II-17] Evaluation of measurement data- Supplement 1 to the « Guide to the expression of uncertainty in measurement » - Propagation of distributions using a Monte Carlo method, JCGM 101 :2008.

CHAPITRE III

GENERALITES SUR LES MATERIAUX FERROELECTRIQUES



Contenu du Chapitre III

Introduction : Un peu d'Histoire.....	98
1 Propriétés physiques et électriques d'un matériau ferroélectrique.....	99
1.1 Définition et Structure cristalline	99
1.2 Polarisation et cycle d'hystérésis	102
2 Les différentes techniques de dépôts d'une couche mince ferroélectrique.....	99
2.1 Les dépôts chimiques	105
2.1.1 Metal Organic Chemical Vapor Deposition (MOCVD)	106
2.1.2 La méthode sol-gel	108
2.2 Les dépôts physiques.....	111
2.2.1 L'ablation laser pulsé (PLD)	111
2.2.2 La pulvérisation cathodique	112
2.3 Avantages et inconvénients des différentes techniques de dépôts en couches minces.....	115
3 Types de matériaux étudiés et intérêt des couches minces ferroélectriques.....	117
3.1 Le Titanate de Baryum et de Strontium (BST)	117
3.2 Le Titanate Zirconate de Plomb (PZT)	119
3.3 Intérêt et applications des couches minces de BST et PZT	120
Conclusion.....	123
Bibliographie du Chapitre III.....	124

Introduction : Un peu d'Histoire...

L'exploitation des propriétés des matériaux dits « exotiques » a toujours suscité l'intérêt des scientifiques au cours de ces derniers siècles. Au XIX^{ème} siècle de nombreuses recherches étaient axées sur le sel de Seignette (sel de la Rochelle), ainsi en 1824 David Brewster observait le phénomène de la pyroélectricité dans de nombreux cristaux y compris le sel de la Rochelle et il a fallu attendre 1880 pour que les frères Pierre et Paul-Jacques Curie mettent en évidence la piézoélectricité dans ce matériaux. A ce stade les études sur le Sel de la Rochelle relevaient d'un aspect purement académique et son utilisation à des fins commerciales (le phonographe) par Thomas Edison en 1899 relevait juste d'une curiosité et demeurait très chère. Cependant pendant la première guerre mondiale les physiciens et ingénieurs en électricité font preuve d'un grand intérêt en ce qui concerne les propriétés physiques du Sel de la Rochelle notamment avec son fort caractère piézoélectrique. Ces derniers ont pour objectif d'utiliser ce matériau comme transducteur afin d'émettre des ondes acoustiques de hautes fréquences « brouillées » sous-marines et de mesurer la profondeur en chronométrant l'écho de retour [III.1]. C'est à partir de 1920 que Joseph Valasek évoque la polarisation permanente présente dans le sel de la Rochelle à l'état naturel [III.2] et démontre ainsi le phénomène de ferroélectricité.

C'est ainsi que les matériaux ferroélectriques ont connu un véritable essor dû à leur multiples propriétés. En effet, dans leur état ferroélectrique, ils sont utilisés dans les mémoires et condensateurs alors que leurs propriétés piézoélectriques et pyroélectrique leur permettent d'être utilisées en tant qu'actionneurs et détecteurs.

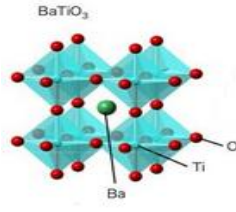
D'un point de vue industriel, l'utilisation de matériaux ferroélectriques dans les mémoires vives dynamiques pourrait remplacer les mémoires à noyau magnétique et ce pour un grand nombre d'applications. De plus, l'utilisation des matériaux ferroélectriques en couches minces, lié au développement de la microélectronique dont la tendance s'oriente vers la miniaturisation des circuits, en fait de bons candidats pour les dispositifs accordables en fréquence, les capacités à fortes valeurs, ainsi que les systèmes embarqués dans les dispositifs de communications.

Les temps forts de l'évolution de la ferroélectricité (FE) sont représentés ci-dessous :

Découverte de la Ferroélectricité
dans le sel de la Rochelle



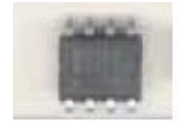
Découverte du BaTiO_3



Intégration des FE
en céramique



Fabrication mémoire
FeRAM



1920

1950

1990

2011

Dans ce chapitre nous allons définir les propriétés physiques et électriques d'un matériau ferroélectrique, ensuite nous allons présenter les différentes techniques de dépôts en couches minces existantes avant d'introduire les caractéristiques des matériaux que nous allons étudier et en terminant par citer leurs principales applications.

1 Propriétés physiques et électriques d'un matériau ferroélectrique

1.1 Définition et Structure cristalline

Comme nous l'avons vu précédemment la ferroélectricité a été mise en évidence en 1920 par J.Valasek dans le sel de la Rochelle. Il a démontré que le sel de la Rochelle présentait une hystérésis électrique en fonction d'une polarisation permanente en analogie à l'hystérésis magnétique qui existe dans le fer [III.2].

Caractérisé par leur forte permittivité, ces types de matériaux n'étaient utilisés à l'époque que sous forme de céramiques massives ou en monocristaux. Du fait de leurs propriétés intrinsèques diélectriques et mécaniques notamment avec des valeurs de permittivité relativement grande, les matériaux ferroélectriques sous forme massive ont été utilisés dans

de nombreuses applications dans le domaine de l'électricité comme les condensateurs, les capteurs et les actionneurs. L'inconvénient majeur observé avec les ferroélectriques en céramique est la valeur des pertes électriques qui sont élevées, mais aussi la nécessité de polariser le matériau avec de fortes tensions.

Face à la montée en puissance des circuits intégrés monolithiques micro-ondes, ainsi qu'à la tendance à la miniaturisation des circuits dans les années 1990, la synthèse de matériaux ferroélectriques sous forme de couches minces devient une nécessité. Leur fabrication en couches minces requiert des coûts relativement faibles, et aussi, contrairement aux céramiques, il suffit d'une faible tension de polarisation pour induire le changement de valeur de la constante diélectrique. Un autre avantage des couches minces ferroélectriques est sa facilité d'intégration dans des applications micro-ondes.

Un matériau ferroélectrique est un matériau qui possède une polarisation électrique spontanée qui peut être renversée par l'action d'un champ électrique extérieur. Cette polarisation électrique spontanée peut être définie par le fait que même en l'absence d'un champ électrique, le centre de gravité des charges positives ne coïncide jamais avec celui des charges négatives, en d'autres termes, le matériau ne possède pas de centre de symétrie électrique.

Il en résulte la présence d'un moment dipolaire (polarisation spontanée) relativement élevé caractéristique des ferroélectriques. L'origine microscopique est à rechercher dans la structure cristalline du matériau lui-même.

Ainsi par l'application d'un champ électrique aux fréquences micro-ondes, on observe une relaxation diélectrique qui résulte de la dépendance temporelle des mécanismes de polarisation actifs dans le matériau. Cette relaxation se traduit par la variation de la constante diélectrique en fonction de la fréquence.

Il existe 32 classes cristallines différentes dans l'espace tridimensionnel dont 11 possèdent un centre de symétrie. Parmi les 21 qui ne possèdent pas de centre de symétrie on retrouve 20 structures piézoélectriques. Le caractère piézoélectrique du matériau implique une déformation du cristal sous une contrainte électrique et réciproquement sous l'effet d'une contrainte mécanique une polarisation électrique se crée. Dans le groupe des piézoélectriques, 10 d'entre eux seulement sont pyroélectriques.

La pyroélectricité dans le matériau correspond à la variation de la polarisation spontanée sous l'action d'une variation de température. La variation de cette polarisation spontanée sous l'action d'un champ électrique fait de ce matériau un ferroélectrique.

La figure ci-dessous illustre la hiérarchisation des classes cristallines (figure III-1)

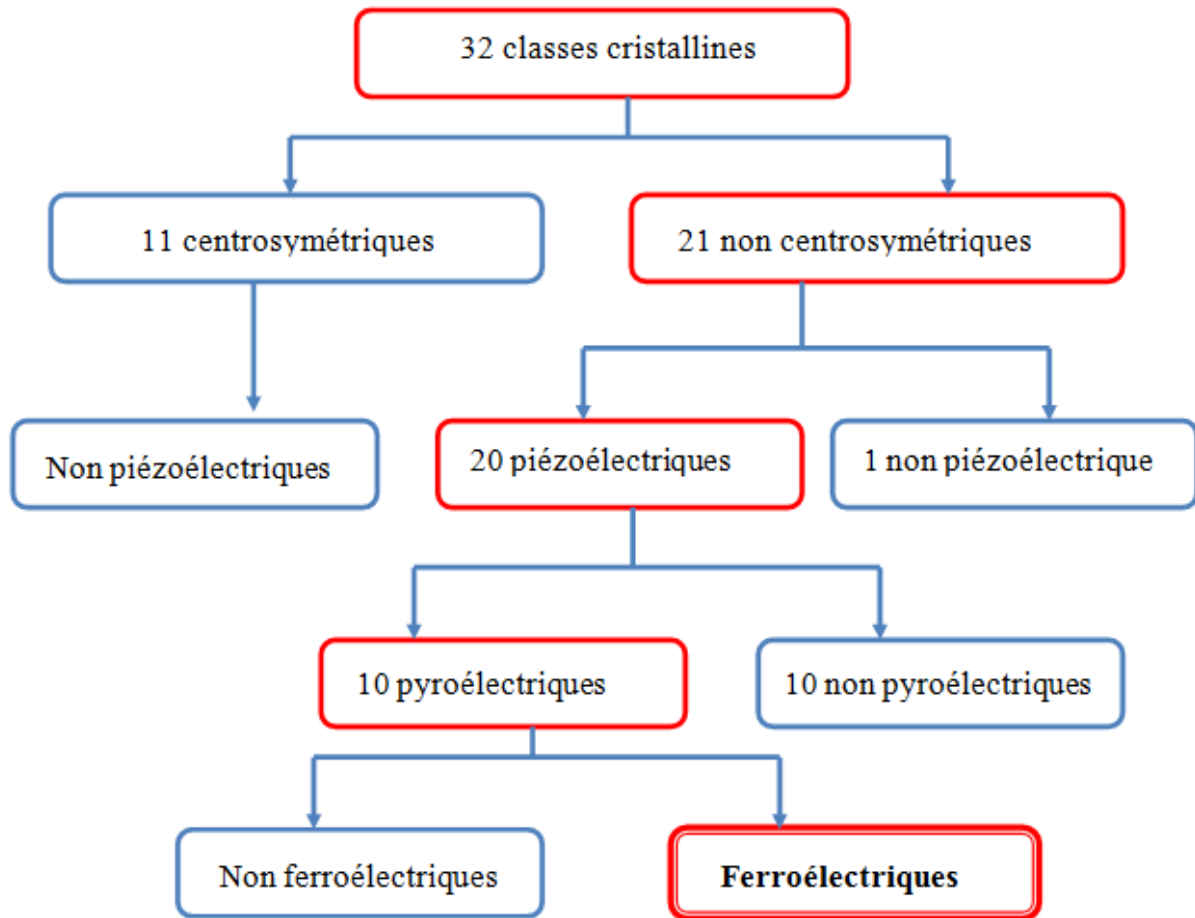


Figure III- 1 : Hiérarchisation des classes cristallines

Ainsi tous les matériaux ferroélectriques sont non centrosymétriques et possèdent un caractère pyroélectrique et piézoélectrique. Cette appartenance à plusieurs catégories de classes implique une variation de la permittivité du matériau en fonction de la température, d'une contrainte mécanique et d'un champ électrique appliqué qui engendre ainsi une complexité dans l'extraction des propriétés électromagnétiques de ce type de matériaux.

La plupart des matériaux ferroélectriques ont une structure cristallographique de type pérovskite de formule ABO_3 (les ions A occupent les sommets de la maille, l'ion B est situé au centre de la maille et les ions O sont disposés au centre de chaque face de la structure).

Ce type de structure permet une stabilisation des distorsions variées de la maille pouvant entraîner l'apparition d'un moment dipolaire. La structure pérovskite est considérée comme étant l'unique structure la plus polyvalente [III.3], car en changeant la composition du matériau les phases diélectriques évoluent différemment.

La figure III-2 illustre la structure d'une maille cubique avec la disposition des ions A, B et O.

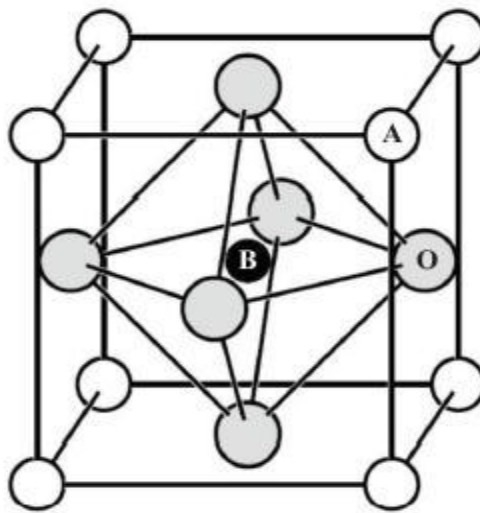


Figure III-2 : Structure pérovskite ABO_3

1.2 Polarisation et cycle d'hystérésis

Le phénomène ferroélectrique est aussi représenté par la température de Curie qui constitue la transition entre la phase ferroélectrique et paraélectrique. En effet au-dessus de la température de Curie le matériau perd sa polarisation spontanée et devient alors paraélectrique. Cette transition de phase est marquée par un maximum de la permittivité. Cependant lorsque la température est à nouveau abaissée de telle sorte qu'elle soit inférieure ou égale à la température de Curie, le matériau retrouve à nouveau son caractère ferroélectrique. Ainsi la température joue un rôle primordial dans les composés ferroélectriques et sa variation implique une modification de la structure cristalline du matériau ferroélectrique.

En effet la variation de température entraîne une vibration des atomes impliquant une déformation de la maille cristalline afin de se positionner dans un état le plus stable possible.

Les travaux de Walter Merz [III.4] en 1949 montrent que dans le cas du titanate de Baryum (BaTiO_3) le matériau passe d'une structure cubique à la température de Curie à une structure rhomboédrique à une température inférieure à la température de Curie.

La figure III-3 illustre l'évolution de la permittivité du titanate de Baryum ainsi que la déformation de la maille cristalline en fonction de la température. On constate qu'à la température de Curie qui se situe aux alentours de 130°C le matériau devient ferroélectrique et sa structure cristalline est de type cubique. En abaissant cette température la structure se modifie en passant par une maille de type quadratique, puis orthorhombique vers 0°C et enfin rhomboédrique vers -90°C . Cette non-symétrie de la structure entraîne une délocalisation du barycentre des charges selon un axe préférentiel d'où l'apparition d'une polarisation spontanée. Ainsi les différentes transitions de phase sont marquées par un pic correspondant à un maximum de la valeur de la permittivité.

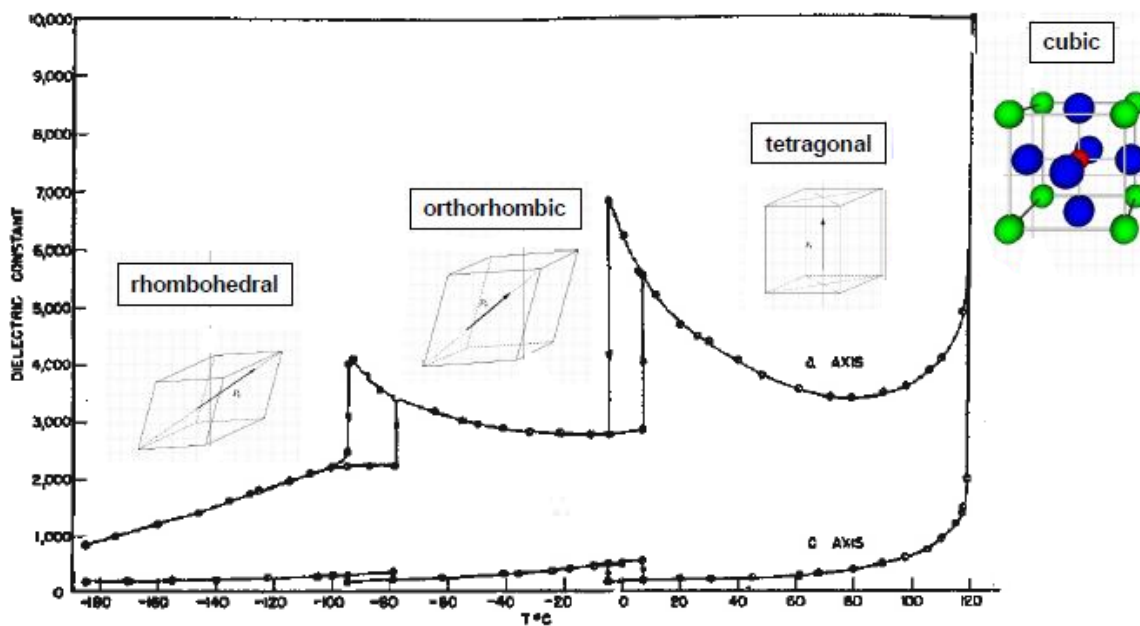


Figure III-3 : Evolution de la permittivité du BaTiO_3 en fonction de la température [III.4]

Lorsqu'un matériau ferroélectrique est soumis à un champ électrique la réponse de ce dernier ne se fait pas linéairement mais obéit plutôt à un cycle d'hystérésis qui constitue la signature du ferroélectrique.

Ce dernier possède une polarisation non nulle lorsqu'il n'est pas soumis à un champ électrique : on parle de polarisation rémanente P_r ou polarisation spontanée.

La valeur du champ électrique qui annule la polarisation correspond au champ électrique coercitif E_c . La polarisation maximale correspondant à l'alignement de tous les moments dipolaires suivant le champ électrique est appelée polarisation à saturation P_s .

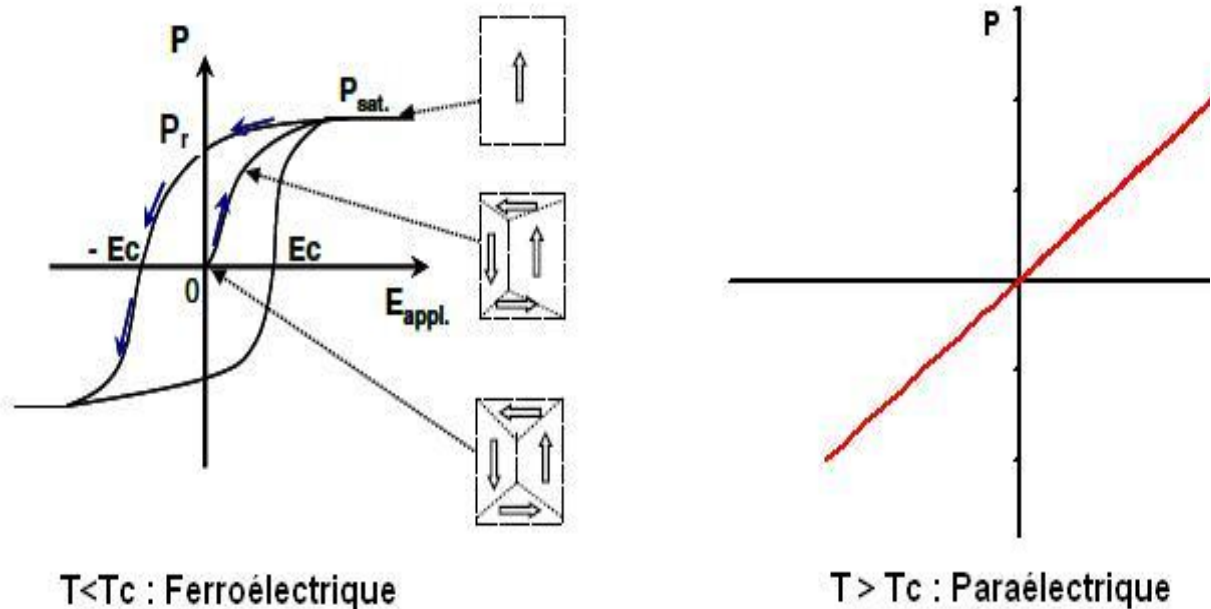


Figure III- 4 : Cycle d'hystérésis d'un matériau ferroélectrique et phase paraélectrique [III-21]

2 Les différentes techniques de dépôts d'une couche mince ferroélectrique

La synthèse d'un composé ferroélectrique constitue une étape essentielle lors de la fabrication d'un composant constitué d'une couche mince ferroélectrique. La technique ainsi que l'état dans lequel le matériau est déposé à l'interface du substrat nous permet de pouvoir différencier les diverses techniques de dépôts existantes.

Il existe deux grandes familles de procédés pour les techniques de dépôts de matériaux en couche mince : les dépôts par voies chimiques où les procédés se font suivants des réactions en phase liquide ou gazeuse ; et les dépôts par voies physiques où les réactions se font en phase vapeur sur le substrat.

La figure ci-dessous illustre les principales techniques de dépôts en couche mince suivant le type de dépôt utilisé.

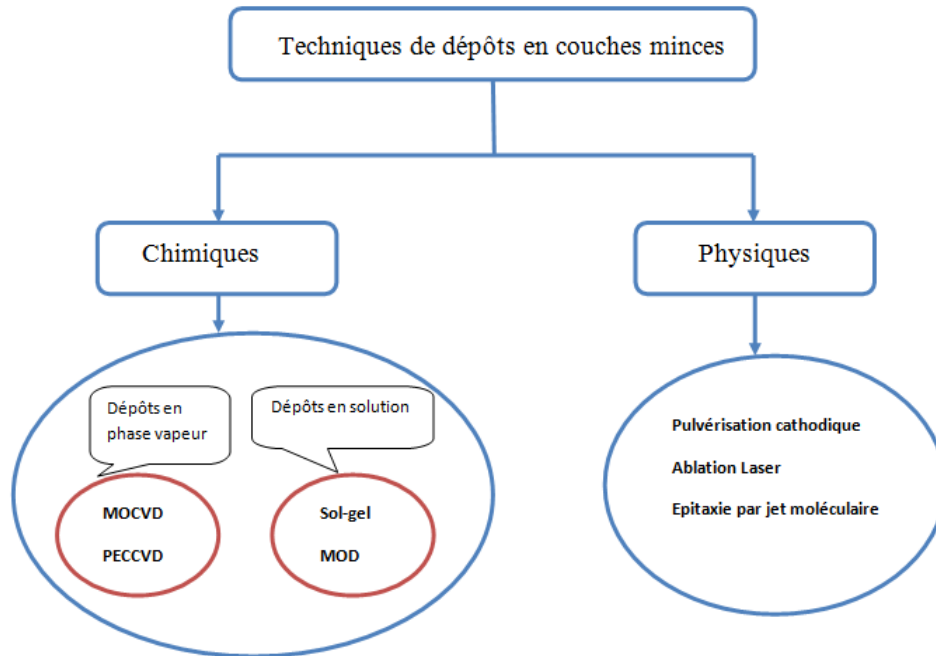


Figure III-5 : Principales techniques de dépôts en couche mince

2.1 Les dépôts chimiques

Les méthodes de dépôts chimiques en couches minces sont subdivisées en deux catégories : les dépôts chimiques en phase vapeur (**CVD**- Chemical Vapor Deposition) et les dépôts chimiques en solution (**CSD**- Chemical Solution Deposition). Dans ces deux types de catégories les précurseurs utilisés sont de type chimique exposés eux-mêmes à des réactions chimiques afin de former la couche mince souhaitée.

Les dépôts en phase vapeur sont constitués de la **MOCVD** (Metal Organic-CVD) qui est la technique la plus courante avec ce type de dépôt où les précurseurs utilisés sont sous forme organométallique³, et de la **PECVD** (Plasma Enhanced-CVD) où l'activation de la pyrolyse du précurseur est assistée par un plasma.

Les dépôts en solution incluent les techniques sol-gel et **MOD** (Metal Organic Deposition). Les précurseurs utilisés sont soit des sels inorganiques, soit des composés moléculaires dilués dans des solvants appropriés qui seront par la suite traités et cristallisés.

³ Composé chimique ayant au moins une liaison covalente entre un atome de carbone et un métal

Compte tenu de la large variété des dépôts chimiques existant nous allons développer celles qui sont les plus utilisées dans l'industrie pour le dépôt de couches minces ferroélectriques.

2.1.1 Metal Organic Chemical Vapor Deposition (MOCVD)

La MOCVD est une technique très répandue pour le dépôt de matériaux en couches minces notamment pour l'intégration de matériaux ferroélectriques en couches minces dans les systèmes micro-ondes. En effet il s'agit d'une technique de croissance sur substrats semi-conducteurs ou diélectriques de composés organométalliques afin de former des couches minces de différentes épaisseurs. Ce procédé consiste à déposer un composé volatil en contact avec un gaz au voisinage de la surface à recouvrir de façon à provoquer une réaction chimique afin de former un produit solide sur le substrat. La température du substrat fournit l'énergie d'activation nécessaire pour déclencher la réaction chimique et favoriser lorsqu'elle est suffisamment élevée (800 °C à 1000 °C), la diffusion dans ce substrat des atomes apportés à la surface. Cette diffusion à l'état solide entraîne une modification des produits de la réaction et assure généralement une bonne adhérence au revêtement [III.5].

Cette technique est ainsi utilisée dans la fabrication des diodes électro luminescentes, de transistors, de cellules solaires et de nombreux composants électroniques et optoélectroniques [III.6]. La technique MOCVD permet l'obtention d'un dépôt uniforme en terme de composition et d'épaisseur sur des substrats de topologies planaires ou complexes. La figure ci-dessous illustre le procédé de formation d'une couche mince par MOCVD.

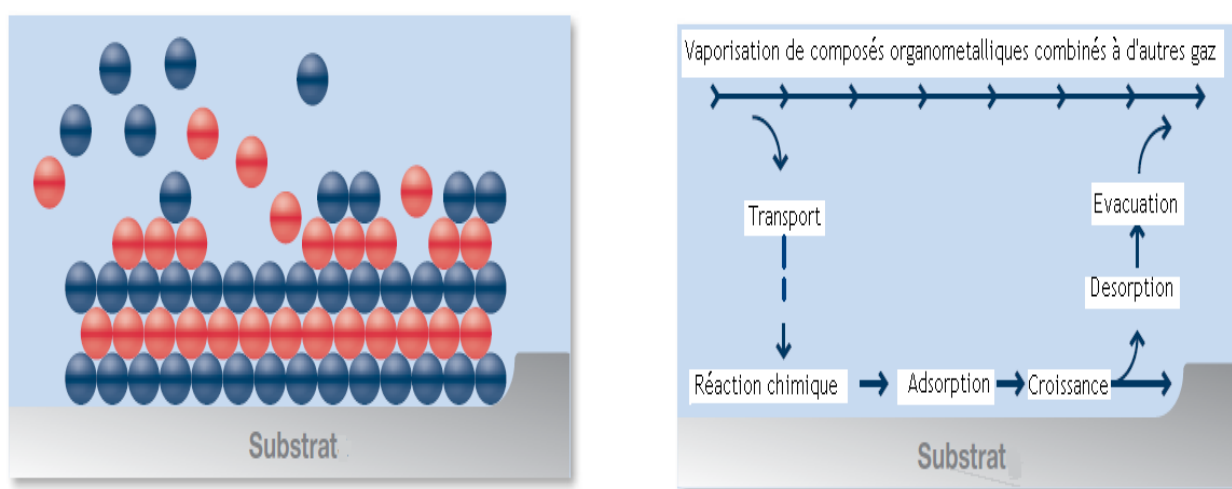


Figure III-6 : Procédé de formation d'une couche mince avec le dépôt MOCVD

La technique MOCVD est une méthode de dépôt qui est généralement choisie pour la réalisation de films minces uniformes en terme de composition et d'épaisseur et conformes aux topologies submicroniques nécessaires pour la mise en œuvre des dispositifs de pointe [III.7].

La MOCVD est ainsi exempt des limitations physiques qui produisent des défauts sur les films associés à des sources liquides ou à des techniques de dépôt physique en phase vapeur. Cette technique présente plusieurs avantages tels qu'un fort degré de contrôle de la composition chimique de la couche mince à déposer ainsi que le taux de croissance des couches [III.8]. Le contrôle de la composition chimique se fait en changeant les quantités des précurseurs transférés dans l'enceinte de réaction. La structure cristalline est aussi contrôlée en changeant les quantités des précurseurs et la température de croissance des couches.

Au final, le composé obtenu présente des propriétés électriques telles que la constante diélectrique, la polarisation rémanente, le champ coercitif et les courants de fuites qui dépendent fortement de la composition du film.

La figure III-7 présente un dispositif expérimental utilisé pour un dépôt avec la méthode MOCVD.

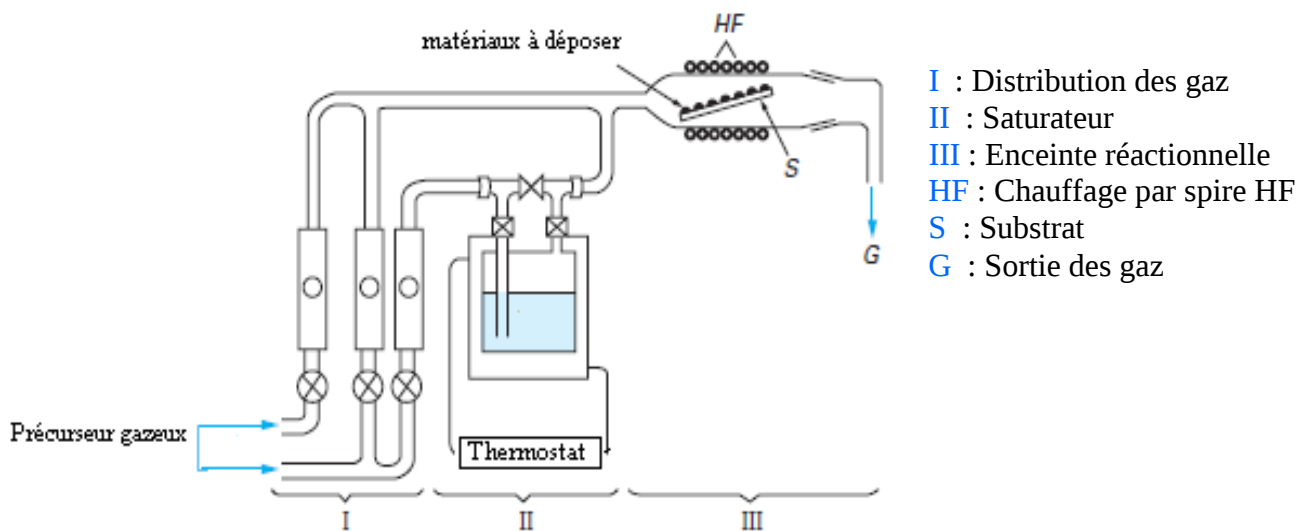


Figure III-7 : Dispositif expérimental de dépôt par MOCVD [III-5]

2.1.2 La méthode sol-gel

Le principe de la méthode sol-gel consiste à transformer par un ensemble de réaction chimique une solution à base de précurseurs en phase liquide en un solide généralement à température ambiante. Le terme sol-gel est une abréviation de « solution-gélification », car en effet une solution « sol » par le biais de réactions chimiques est transformée en un réseau à viscosité infinie appelé « gel ».

La méthode sol-gel permet l'élaboration d'une grande variété d'oxydes sous différentes configurations (monolithes, films minces, fibres, poudres). Cette grande diversité, tant du côté des matériaux que de la mise en forme, a rendu ce procédé très attractif dans des domaines technologiques tels que l'optique, l'électronique, les biomatériaux, les capteurs (détection), les supports de séparation (chromatographie). Elle présente l'avantage d'être faible coût, mais aussi d'utiliser une chimie douce et de pouvoir conduire à des matériaux très purs ou dopés selon l'application visée [III.9] permettant ainsi de former de nouvelles familles de matériaux hybrides possédant des propriétés inédites.

Le procédé sol-gel trouve ses principales applications dans l'élaboration de couches minces sur des supports différents tels que les substrats diélectriques ou semi-conducteurs, les verres, les céramiques, les polymères et les métaux.

Ces principaux avantages sont la simplicité d'exécution, la rapidité, le revêtement simultané des deux faces et la possibilité de former des multicouches. Il permet également de réaliser des revêtements multi-composants. La méthode sol-gel permet aussi un contrôle de la stœchiométrie, l'homogénéité des dépôts, la possibilité de déposer sur des substrats larges et de topologies complexes, la simplicité des traitements et la possibilité d'abaisser les températures de traitement [III.10].

Il existe trois principales techniques concernant l'élaboration de couches minces par la méthode sol-gel :

- Le **spin-coating** : le précurseur est déposé sur un substrat plan par centrifugation et on obtient ainsi une couche mince uniforme.
- Le **dip-coating** : Cette méthode consiste simplement à immerger le substrat dans la solution contenant le « sol » et à le retirer dans des conditions très contrôlées et stables pour obtenir un film d'épaisseur régulière.

- Le **spray-coating** : Il s'agit de générer le précurseur sous forme de brouillard de solution et de le déposer sous forme de projection sur l'échantillon.

La figure ci-dessous illustre les trois différentes méthodes existantes pour le dépôt par le procédé sol-gel : spin-coating, dip-coating et spray-coating.

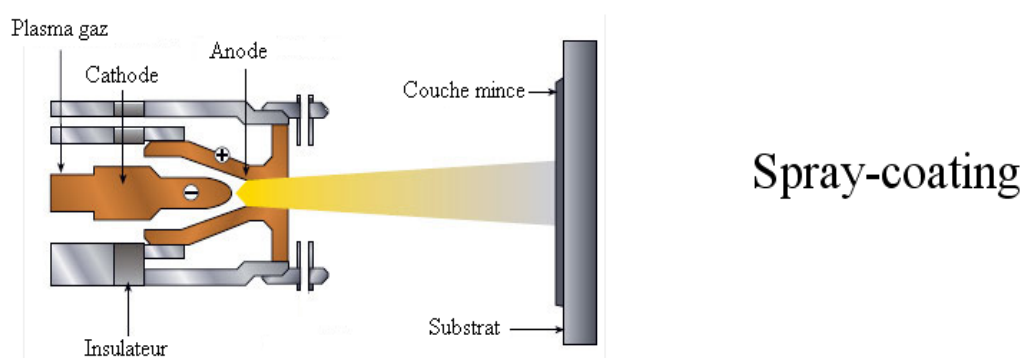
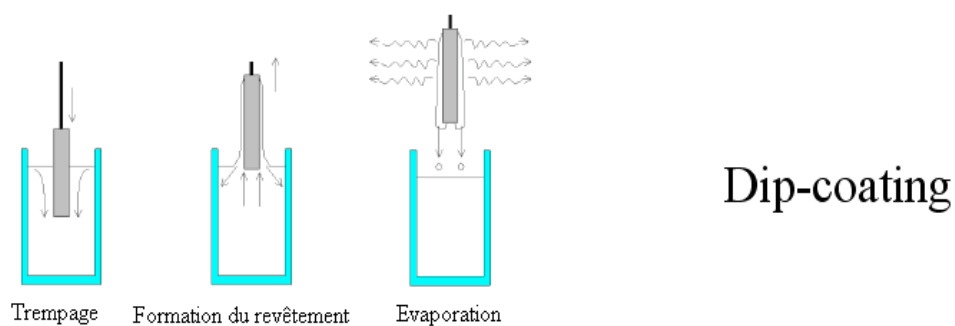


Figure III-8 : Différentes techniques de dépôts de couches minces par la méthode sol-gel

Le processus de dépôt par voie sol-gel est décrit à la figure III-9, une solution de précurseur est préparée selon le type de matériaux à déposer et la voie chimique souhaitée. La solution ainsi obtenue subit un ajout de stabilisateur et est par la suite hydrolysée. Le dépôt par la méthode sol-gel sur le substrat peut se faire soit par dépôt tournette (spin-coating), trempage (dip-coating) ou par projection (spray-coating) ; une fois la solution déposée sur le substrat cette dernière subit les étapes de séchage, hydrolyse et condensation afin de former un film cristallin uniforme.

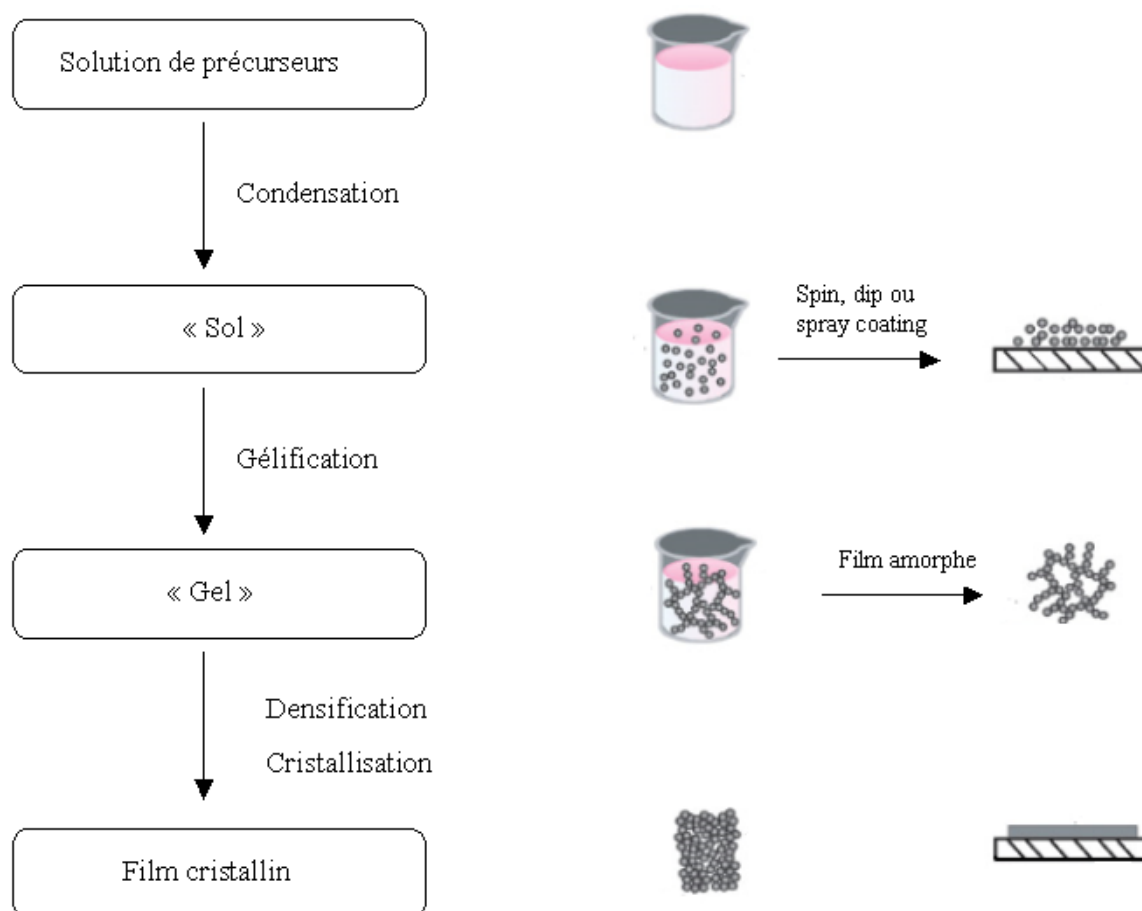


Figure III-9 : Procédé sol-gel

2.2 Les dépôts physiques

Les dépôts physiques en phase vapeur (**PVD**- Physical Vapor Deposition) sont une variété de dépôt sous vide qui permettent un dépôt de couches minces sur différents types de substrats. Le matériau à déposer est vaporisé avant de se solidifier par condensation sur le substrat, formant un film solide mince. Ce procédé implique des processus purement physiques tel que l'évaporation sous vide sous haute température ou la pulvérisation de plasma sans réaction chimique sur la surface, comme dans les dépôts chimiques en phase vapeur [III.11].

Ces types de dépôts regroupent trois grandes familles : la pulvérisation cathodique qui consiste à l'éjection des atomes d'une cible par bombardement ionique et condensation sur un substrat convenablement positionné ; l'ablation laser pulsé (**PLD**- Pulsed Laser Deposition) où les atomes de la cible sont éjectés par un faisceau laser ; l'épitaxie par jet moléculaire (**MBE**- Molecular Beam Epitaxy) qui correspond à une évaporation assistée par faisceau d'électron conférant à cette technique une grande mobilité des atomes.

La majorité des couches minces ferroélectriques utilisées pour des applications micro-ondes sont élaborées avec des méthodes physiques en phase vapeur à cause de la compatibilité avec la technologie des semi-conducteurs et à la grande qualité des films obtenus [III.12]. Nous allons la développer, ainsi que l'ablation laser pulsé dans la suite de ce chapitre car ces méthodes sont les plus utilisées d'un point de vue industriel pour des applications hyperfréquences.

2.2.1 L'ablation laser pulsé (PLD)

L'ablation laser pulsé est une technique simple à mettre en œuvre qui consiste à irradier une cible par un faisceau laser focalisé. Le matériau se forme en couche mince par condensation à la surface du substrat. Il s'agit d'une technique qui utilise des températures de traitement relativement basses [III.13] et qui fournit des films de très haute qualité.

La figure ci-dessous illustre le principe de l'ablation laser pulsé.

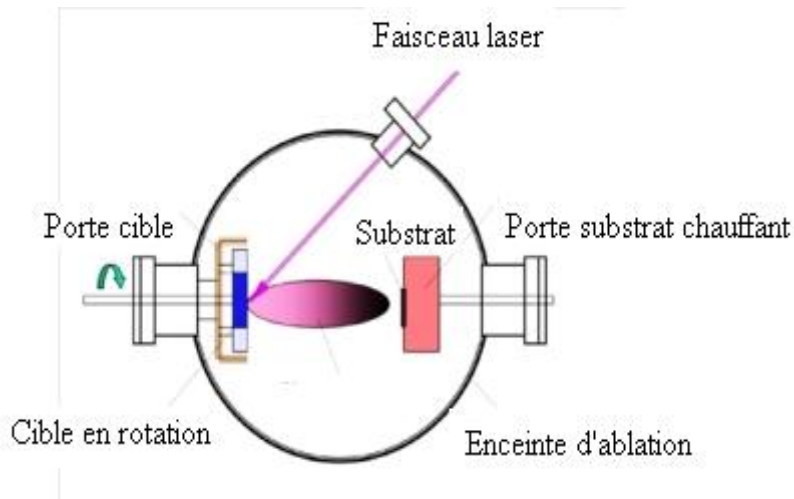


Figure III-10 : Principe de l'ablation laser pulsé

L'ablation laser permet une reproduction de la stœchiométrie de la cible sur le film déposé, mais aussi elle permet de contrôler la stœchiométrie, la morphologie et l'orientation du dépôt. En effet le transfert stœchiométrique de la cible vers le substrat facilite le dépôt de matériaux multi-éléments tels que par exemple les supraconducteurs à haute température critique. Un autre avantage de l'ablation laser est le fait que la pureté des cibles soit le seul paramètre pouvant influencer la pureté des dépôts et que le choix du type de matériaux à déposer est vaste.

Cependant, avec cette méthode on peut constater des agrégats au niveau de la couche mince, ainsi que des problèmes de dérive de la cible durant le procédé et les dépôts sur des grands substrats sont difficilement envisageables.

2.2.2 La pulvérisation cathodique

La pulvérisation cathodique est une technique de dépôt sous vide par laquelle le matériau à déposer est éjecté de la surface de la cible sous l'impact d'ions cationiques d'argon créés au sein du plasma pour ensuite se déposer par condensation sur un substrat. Le choix de l'argon n'est pas aléatoire car il est d'une part un gaz inerte et d'autre part, il est un gaz « lourd », il peut donc extraire les particules de la cible plus facilement. Dans le cas où un champ

magnétique est utilisé pour renforcer la décharge des ions, on parle alors de pulvérisation magnétron radiofréquence (pulvérisation RF magnétron).

Cette méthode est considérée comme étant l'une des méthodes les plus prometteuses méthodes de fabrication de films ferroélectriques en vue de l'intégration de composants accordables en fréquence [III.12]. Elle offre une bonne uniformité des dépôts ainsi qu'une évolution et une compatibilité avec le traitement des circuits intégrés.

Dans un premier temps, le substrat et la cible, constituants les électrodes, sont polarisés sous un champ électrique alternatif. Ils sont par conséquent chacun à leur tour anode (pole négatif) et cathode (pole positif). Cette alternance dépend de la fréquence qui est appliquée aux systèmes : On parle alors de **radiofréquence**. Ce dépôt nécessite une pulvérisation sous un champ électrique alternatif car le matériau déposé est diélectrique, en effet une pulvérisation en continu entrainerait une accumulation de charge d'où un arrêt du dépôt.

Dans un second temps, en plaçant un aimant, il est possible de les polariser magnétiquement : on parle alors de **pulvérisation magnétron**. Cette méthode permet de renforcer la décharge en augmentant la densité du courant ionique. Il est possible de superposer au champ électrique un champ magnétique perpendiculaire. Les trajectoires électroniques s'enroulent autour des lignes de champ magnétique afin de constituer « un piège à électron ».

La pulvérisation cathodique résulte d'un processus essentiellement mécanique : c'est en leur transférant une partie de leur quantité de mouvement (ou moment cinétique) que les ions incidents arrachent des particules à la cible [III.14].

Ainsi la pulvérisation est effectuée sous vide poussé car la diminution de la pression environnante augmente le libre parcours moyen des particules éjectées et donc, d'améliorer le rendement du dépôt.

Le dépôt par pulvérisation cathodique se fait en quatre principales étapes :

- *Génération du plasma* : une décharge luminescente se produit entre les deux électrodes
- *Bombardement et pulvérisation de la cible* : Sous l'effet de la différence de potentiel importante, ces cations acquièrent une importante énergie cinétique et vont pouvoir ioniser la cible. La pulvérisation se fait avec une saturation d'argon cationique et un apport d'oxygène afin de conserver la stœchiométrie lors du dépôt.

- *Transfert des particules de la cible vers le substrat*
- *Condensation des particules* : les variations temporelles du potentiel de haute fréquence ne pouvant être suivie par les particules du fait de leur masse, ces dernières vont se déposer par condensation sur le substrat.

La figure ci-dessous le principe de la pulvérisation magnétron fréquence :

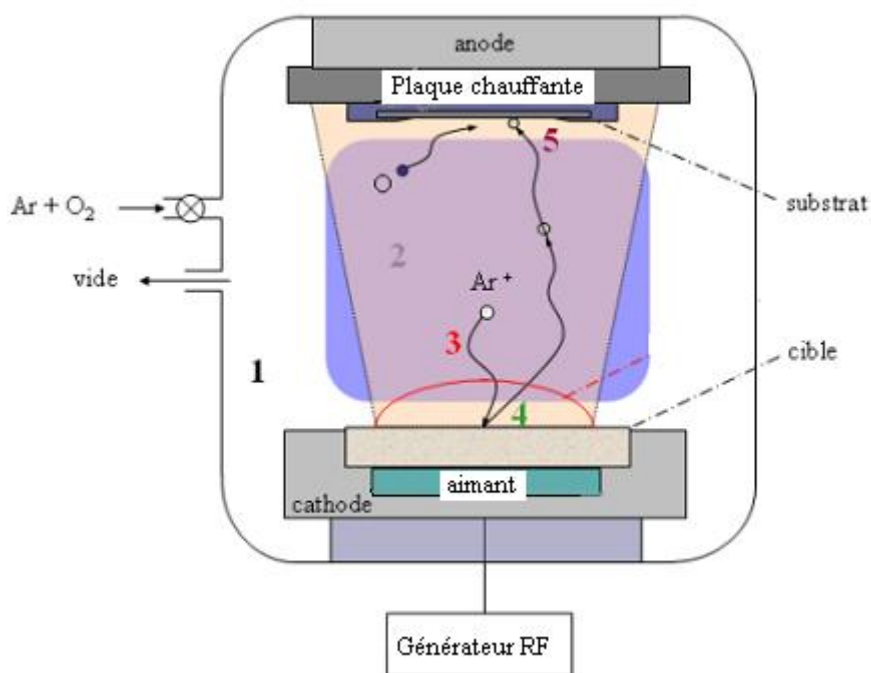


Figure III-11 : Principe de la pulvérisation RF magnétron

2.3 Avantages et inconvénients des différentes techniques de dépôts en couches minces

Nous avons développé les principales techniques de dépôts existantes pour les couches minces et nous avons constaté que la plupart d'entre elles permettait des dépôts d'excellente qualité quelle que soit la nature du dépôt (physique ou chimique). En effet les dépôts chimiques permettent d'une part un dépôt en couches minces sur le substrat à partir d'une réaction chimique avec des précurseurs sous forme gazeuse notamment pour la MOCVD qui demeure un procédé assez complexe car il nécessite un contrôle rigoureux des paramètres de dépôts et une stabilité en température des précurseurs.

Cependant ce dépôt procure des films avec une bonne morphologie. D'autre part les dépôts chimiques peuvent se présenter avec des précurseurs sous forme liquide comme la voie sol-gel. La méthode sol-gel donne des couches minces d'une grande pureté chimiques et homogènes, elle permet un dépôt multicouche sur de grands substrats mais aussi sur des substrats aux morphologies diverses. La principale difficulté avec cette méthode est le contrôle de la réactivité des espèces en phase liquide, il arrive aussi que les dépôts obtenus soient poreux.

Les dépôts physiques les plus utilisés dans le milieu industriel sont l'ablation laser qui consiste à irradier une cible par un faisceau laser et la pulvérisation RF magnétron qui est une technique où le matériau à déposer est éjecté de la surface d'un solide par un bombardement de particules énergétiques à l'intérieur d'un plasma. L'ablation laser permet un excellent transfert stœchiométrique de la cible vers le substrat ; la pulvérisation RF magnétron permet un dépôt uniforme des couches minces, néanmoins les cibles utilisées deviennent de plus en plus coûteuses car ces dernières ne s'usent que localement et les vitesses de dépôts sont relativement lente. : typiquement un dépôt de 400 nm peut prendre 5 heures.

Le tableau suivant est un récapitulatif des avantages et inconvénients des différentes méthodes de dépôts développées dans ce chapitre.

			Avantages	Limitations
Types de dépôts	Chimiques	MOCVD	• Contrôle des précurseurs • Dépôts sur de grandes surfaces	• Chimie complexe des organométalliques
		Sol-gel	• Simplicité de mise en œuvre et faible coût • Dépôts couvrants	• Difficulté de faire un contrôle structural
	Physiques	PLD	• Transfert stœchiométrique	• Problèmes de dérives de la cible durant le procédé • Pas de dépôts sur de grandes surfaces • Agrégats
		Pulvérisation RF magnétron	• Uniformité des dépôts • Technique souple et très répandue dans l'industrie • Permet de déposer tous les matériaux inorganiques	• La cible doit avoir une composition et une microstructure homogène • Faible vitesse de dépôt

Tableau III-1 : Avantages et inconvénients des différents types de dépôts en couches minces

Bien que les différentes techniques de dépôts des couches minces ferroélectriques donnent des films de très grande qualité, les industriels restent un peu réfractaires aux dépôts chimiques et préfèrent les dépôts physiques qui sont adaptés à leur chaîne de fabrication. Dans le prochain chapitre les couches minces que nous allons caractériser seront déposées par pulvérisation RF magnétron.

Cependant il faut noter que la méthode et la qualité du dépôt, ainsi que le substrat utilisé influe fortement sur les caractéristiques électromagnétiques de la couche mince

ferroélectrique. En effet un matériau ferroélectrique en couche mince de même épaisseur déposé sur un substrat isolant et amorphe (exemple BK7, verre, Quartz....) ou sur un substrat monocristallin (Alumine, MgO, Saphir....) peut présenter des propriétés électromagnétiques différentes.

3 Types de matériaux étudiés et intérêt des couches minces ferroélectriques

3.1 Le Titanate de Baryum et de Strontium (BST)

Le titanate de Baryum et de Strontium ($\text{Ba}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3$ – BST) est une solution solide de type pérovskite dérivée du titanate de baryum (BaTiO_3). La température de transition du titanate de baryum étant très élevée pour des applications électroniques, un dopage correspondant à une substitution cationique de strontium (Sr^{2+}) permet d'abaisser cette température de transition et donne le composé BST idéal pour chaque température d'étude souhaitée.

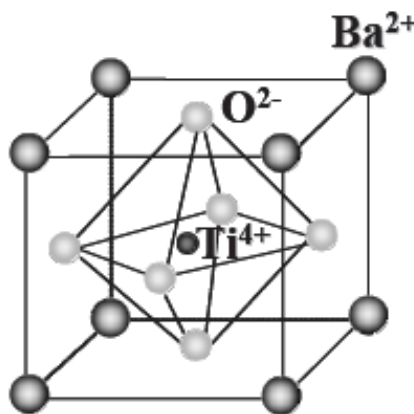


Figure III-12 : Structure du Titanate de Baryum

Le BST est considéré comme un bon candidat ferroélectrique pour la fabrication de dispositifs micro-ondes accordables en fréquence tels que des résonateurs, des déphaseurs, des filtres [III.15]. Le titanate de Baryum et de Strontium a été largement étudié pour des applications électroniques qui tirent profit de l'application d'un champ électrique externe afin de faire varier la constante diélectrique.

En effet le BST correspond à une famille de matériaux dont la composition peut être réglée de telle sorte que sous exploitation ambiante, une accordabilité diélectrique non hystérétique peut être produite par polarisation continue [III.16].

Le BST a aussi fait l'objet d'un vif intérêt pour la fabrication de capacités dû à ses fortes valeurs de permittivité diélectrique. Néanmoins on constate que la permittivité du BST en couche mince est plus faible qu'en céramique. Cette différence est liée à la présence de grains fins, aux contraintes mécaniques, à la formation de couches interfaciales et aux interfaces rugueuses [III.13]. Cependant avec la forte poussée technologique dans les circuits intégrés micro-ondes monolithiques l'utilisation des ferroélectriques en couches minces pour les applications micro-ondes est préférable.

L'accordabilité du BST dépend fortement de la température de Curie qui croît linéairement en fonction de l'augmentation de Baryum [III.17].

En 1954 les travaux de Smolenski [III.18] démontraient qu'en choisissant la stœchiométrie adéquate (*figure 13*), on pouvait déterminer le domaine dans lequel on veut utiliser le titanate de baryum pour une gamme de température donnée. La figure ci-dessous illustre l'évolution de la permittivité en fonction de la température pour différentes fractions molaires de Baryum dans le $\text{Ba}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3$ sous forme céramique.

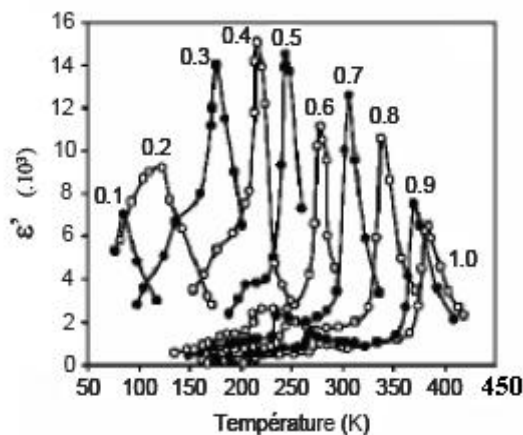


Figure III-13 : Evolution de la permittivité en fonction de la température pour différentes fractions molaires de Ba dans $\text{Ba}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3$ sous forme céramique [III.18].

Les pics de permittivité que l'on observe pour les différentes fractions molaires de Baryum à la figure III-13 correspondent à la température de curie pour chaque composition de titanate de Baryum et de Strontium. Ces différentes températures de Curie correspondent aux températures maximales à partir desquelles le matériau perd ses propriétés ferroélectriques et devient paraélectrique.

Dans le cadre de mon travail de thèse le $\text{Ba}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{TiO}_3$ avec une température de curie situé à 301 K (environ 28 °C) sera étudié, car cette composition de BST est la plus utilisée dans les

applications RF du fait de ses faibles pertes, de sa température de Curie qui est proche de la température ambiante et de la grande variation de capacité qu'elle peut fournir.

3.2 Le Titanate Zirconate de Plomb (PZT)

Le Titanate Zirconate de Plomb ($\text{PbZr}_x\text{Ti}_{1-x}\text{O}_3$) est une solution solide de type pérovskite qui a été le plus souvent utilisé sous sa forme céramique notamment dans le domaine médical (imagerie médicale...), mais aussi pour effectuer des micro-déplacements (par exemple en microscopie à force atomique- AFM) et des micro-positionnements. L'un des points forts du PZT est qu'il développe à la fois de forts coefficients piézoélectriques et diélectriques. En effet ce type de matériaux a grandement participé aux performances des sonars dans les années 1960, l'utilisation industrielle de cette céramique au cours des années 1980 a permis de remarquables réalisations et avancées dans le domaine des techniques ultrasonores (sonars, échographie...) ainsi que pour l'asservissement des pointes à effet tunnel [III.19].

La figure III-14 illustre la structure du Titanate Zirconate de Plomb.

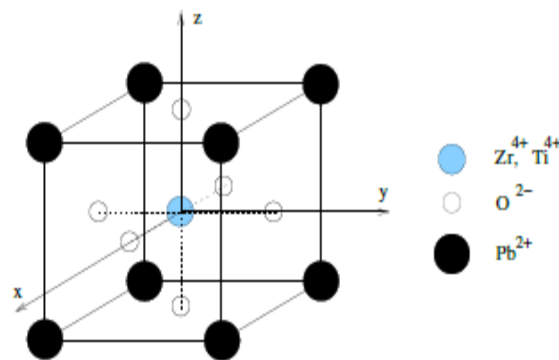


Figure II- 14 : Structure du PZT

La tendance à la miniaturisation a impliqué d'importants efforts de recherches afin de synthétiser ce matériau sous forme de couches minces. Ainsi le PZT en couche mince est le plus populaire des candidats pour des applications électromécaniques. Les principales applications de ces couches minces sont des mémoires non-volatiles semi-conductrices, des détecteurs pyroélectrique, et des capteurs et actionneurs piézoélectriques [III.20].

Les couches minces de PZT possèdent de très grandes valeurs de permittivité, la figure ci-dessous illustre l'évolution de la permittivité en fonction de différentes épaisseurs.

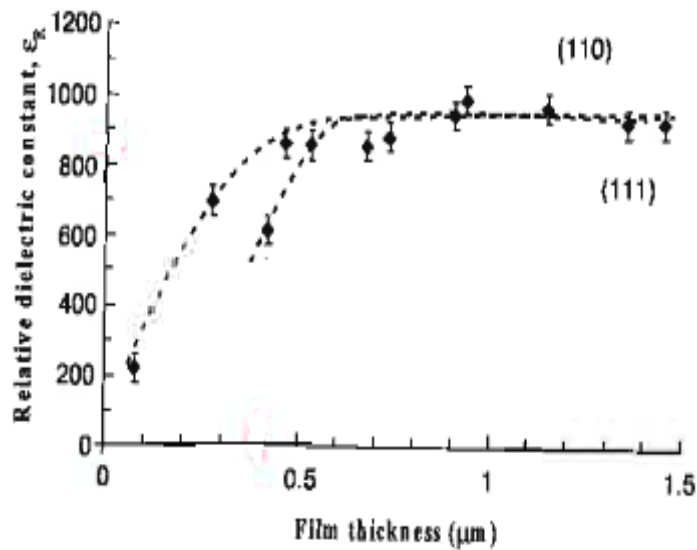


Figure III-15 : Evolution de la permittivité diélectrique en fonction de l'épaisseur de films de PZT orienté suivant les axes (110) et (111) [III.20]

On constate ainsi qu'il existe des écarts sur la permittivité en fonction de l'orientation cristalline et de l'épaisseur. Les différences de permittivité sont observées pour les épaisseurs inférieures à 0,6 μm , ainsi pour une épaisseur de 400 nm on obtient une permittivité proche de 800.

3.3 Intérêt et applications des couches minces de BST et PZT

L'évolution des systèmes de télécommunications impliquent le développement des circuits passif micro-onde qui jouent un rôle essentiel. En effet ces derniers assurent des fonctions de réception, d'élaboration ou de transmission de signaux et ceci allant de la téléphonie mobile aux systèmes embarqués dans les satellites. Les couches minces présentent alors tout un intérêt et un aspect pratique car elles permettent de réduire l'encombrement des circuits.

La miniaturisation des dispositifs de la microélectronique a aussi mené à l'émergence des circuits basés sur des films minces car ces derniers présentent une facilité d'intégration dans des circuits présentant des topologies diverses. Mais aussi les nouvelles technologies pour les systèmes de communications sans fil utilisent de plus en plus des matériaux « intelligents » d'où l'utilisation des matériaux ferroélectriques car ces dernières ont intrinsèquement des propriétés intéressantes pour les dispositifs hyperfréquence. L'avantage des couches minces

ferroélectriques est qu'ils sont moins onéreux que les monocristaux, et qu'il suffit également d'une faible tension pour faire varier la permittivité diélectrique contrairement aux céramiques.

Les couches minces de BST représentent la grande majorité des études sur les dispositifs hyperfréquences accordables utilisant des matériaux ferroélectriques. Ces types de couches minces sont utilisées en général pour la fabrication de condensateurs de forte capacité, les mémoires non volatiles de type FeRAM (Ferroelectric Random Access Memories) et DRAM (Dynamic Random Access Memories) ainsi que les filtres et condensateurs accordables en fréquence.

L'une des plus grandes révolutions créée avec les matériaux ferroélectriques est incontestablement la mémoire FeRAM qui est longtemps restée à un stade de Recherche et Développement. Il s'agit d'une mémoire de type non volatile utilisant une couche mince ferroélectrique comme capacité en guise de stockage d'information. Elle est dotée d'un temps d'écriture rapide (150 nanosecondes⁴, 50 fois plus rapide qu'une mémoire flash !!), d'une faible consommation de puissance et d'une bonne endurance au niveau des cycles de lecture et d'écriture. Certains industriels ont commencé à la commercialiser très récemment, et elles sont présentes dans un large panel d'applications allant des systèmes embarqués RFID (Radio Frequency Identification) aux jeux vidéos.

La principale caractéristique exploitée avec les couches minces de PZT est la piézoélectricité notamment pour la fabrication de capteurs et actionneurs mais aussi le caractère pyroélectrique est utilisé pour les détecteurs infrarouges.

⁴ Temps de réponse d'écriture des FeRAM commercialisé par Fujitsu

Une liste non exhaustive des principales applications des couches minces ferroélectriques de BST et PZT ainsi que les caractéristiques exploitées sont présentés dans le tableau suivant :

Matériaux ferroélectriques	Applications	Caractéristiques
BST	- Mémoires FeRAM et DRAM, Condensateurs de forte capacité - Dispositifs accordables en fréquence	- Grande permittivité, polarisation réversible - Variation de la permittivité sous l'action d'un champ électrique (accordabilité)
PZT	- Capteurs, actionneurs - FET⁵ ferroélectrique - Détecteurs IR, capteurs d'empreinte digitale	- Piézoélectricité - Ferroélectricité - Pyroélectricité

Tableau III-2 : Principales applications des couches minces de BST et PZT

⁵ Transistor à Effet de Champ

Conclusion

Au terme de cette analyse présentant les généralités sur les matériaux ferroélectriques, il apparaît que ces derniers ont suscité un réel intérêt dans la communauté scientifique au cours du siècle dernier et les axes de recherches sur ces matériaux sont en perpétuelle évolution non seulement pour des applications de plus en plus miniaturisées dans le domaine de la microélectronique mais aussi pour tenir compte de nouvelles contraintes liées au développement durable

Les matériaux ferroélectriques sont à la fois piézoélectriques et pyroélectriques. cette particularité leur confère une attractivité d'un point de vue macroscopique mais aussi microscopique au vu de la tendance actuelle de miniaturisation des systèmes de communications.

Il a aussi été montré qu'il existait plusieurs types de procédés (physiques et chimiques) de dépôts des matériaux ferroélectriques en couches minces qui offraient de bonnes qualités de films, mais que la pulvérisation radio fréquence était la mieux adaptée aux procédés industriels.

L'évolution technologique que peut engendrer l'utilisation des matériaux ferroélectriques dans des dispositifs électroniques (par exemple les mémoires FeRAM) implique nécessairement l'intérêt de pouvoir caractériser ces matériaux et par la suite d'assurer une traçabilité métrologique notamment dans les fréquences micro-ondes.

Bibliographie du Chapitre III

[III.1] A. Lüker, « Sol-gel derived ferroelectric thin films for voltage tunable applications », Thesis of university of Cranfield (England) and Holsen (Germany), 2009.

[III.2] J. Valasek, « Piezo-electric and allied phenomena in Rochelle salt », Physical Review, vol.17,N0.4, 1921.

[III.3] A.S. Bhalla, R.Guo, R.Roy, « The perovskite structure- a review of its role in ceramic science and technology », Springer Verlag, 3 July 2000.

[III.4] W. Merz, « The electrical and optical behavior of BaTiO₃ single-domain crystals », Physical Review, vol.76 number 8, 1949.

[III.5] T. Belmonte, « Dépôts chimiques à partir d'une phase gazeuse », Technique de l'Ingénieur, Septembre 2010.

[III.6] « How MOCVD works, deposition technology for beginners », (www.aixtron.com)

[III.7] G. Tompa et al., « MOCVD process model for deposition of complex oxide ferroelectric thin films », Integrated ferroelectrics : An International Journal, vol.36, Issue1-4, 2001.

[III.8] T. Shioasaki, H. Fujisawa, M. Shimizu, « MOCVD growth and characterization of Pb-based ferroelectric thin films », Proceedings of the Tenth IEEE International Symposium, vol.1, August 1996.

[III.9] Cahier technologique Sol-gel, Centre de Ressources Technologiques en Chimie, Belgique, (www.recherche-technologie.wallonie.be)

[III.10] D. Tahan, A. Safari, L. Klein, « Sol-gel preparation of Barium Strontium Titanate thin films », Application of ferroelectrics Proceedings of the Ninth IEEE International Symposium, August 1991 .

[III.11] The necessities in SOC Design (www.wikiversity.org)

[III.12] S. Gevorgian, « Ferroelectrics in Microwave Devices, Circuits and Systems », Engineering Materials and Processes pp. 247-260, Springer, 2009.

[III.13] V. Craciun, R.K. Singh, « Characteristics of the surface layer of barium strontium titanate thin films deposited by laser ablation », Applied physics letters, vol.76, number 14, April 2000.

[III.14] V. Reymond, « Nouvelles couches minces et multicouches dérivées de BaTiO₃ : optimisation des propriétés diélectriques », Thèse de l'Université Bordeaux, Octobre 2004.

[III.15] B. Su, T. W. Button, « Interactions between barium strontium titanate (BST) thick films and alumina substrates », Journal of the European Ceramic Society, 2001.

[III.16] T. Ayguavives, A. Tombak, J-P. Maria, T. Stauf, C. Ragaglia, J. Roeder, A. Mortazawi, I. Kingon, « Physical properties of (Ba,Sr)TiO₃ thin films used for integrated capacitors in microwave applications », Application of ferroelectrics Proceedings of the 12th IEEE International Symposium, vol.1, August 2000.

[III.17] W. Wu, D. Peng, Y. Ding, Z. Meng, « Dielectric tunable properties of (Ba_{1-x}Sr_x)TiO₃ thin films on LaAlO₃ substrate », Materials science in semiconductor processing, vol.4, 2001.

[III.18] G. Smolenski, V.A. Issoupov, « Ferroelctrics properties of solid solutions of barium stanate in the barium titanate », Technical Physic Review, vol.24, ed.8,1954.

[III.19] C. Millon, « Contribution à l'étude de procédés de réalisation de structures métal/PZT/métal sur silicium pour microsystemes piezoélectriques », Thèse Université Lyon, Juillet 2003.

[III.20] T. Haccart, E. Cattan, D. Remiens, « Dielectric, ferroelectric and piezoelectric properties of sputtered PZT thin films on Si substrates : influence of film thickness and orientation », Semiconductor Physics, Quantum Electronics & Optoelectronics, vol.5, N.1, p.78-88, 2002.

[III-21] L.F.Cheng, C.K.Ong, C.P.Neo, V.V.Karadan, V.K.Karadan, “Microwave electronics measurements and materials characterisation”, Wiley & Sons, Ltd, 2004.

CHAPITRE IV

LES COUCHES MINCES FERROELECTRIQUES : DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX D'ELABORATION ET CARACTERISATION

Contenu du Chapitre IV

Introduction.....	129
1 Dépôt et caractérisation physico-chimique des couches minces ferroélectriques.....	130
1.1 Synthèse de cible ferroélectrique et dépôt par la pulvérisation Magnétron Fréquence	130
1.2 Analyse par la diffraction des Rayons X (DRX).....	133
1.3 Microscopie électronique à balayage (MEB), Microsonde de Castaing et Microscopie à force atomique (AFM)	136
1.4 Mesures diélectriques en tension et en fréquence	145
2 Extraction de la permittivité relative d'une couche mince ferroélectrique intégrée dans une ligne coplanaire.....	148
3 Résultats expérimentaux de la caractérisation des couches minces de BST et de PZT.....	151
3.1 Procédé expérimental d'extraction des couches minces ferroélectriques	151
3.2 Caractérisation de couches minces de Titanate de Baryum et de Strontium.....	155
3.3 Caractérisation de couches minces de Titanate Zirconate de Plomb (PZT).....	168
3.4 Optimisation du dispositif sous test avec couche mince de PZT	171
Conclusion.....	175
Bibliographie du Chapitre IV.....	176

Introduction

La caractérisation des matériaux a été largement étudiée pour des applications numériques au sein des composants électroniques tels que les résonateurs diélectriques, les déphaseurs, les capacités, etc... Les matériaux ferroélectriques constituent une classe importante des matériaux diélectriques utilisés en électronique. Par conséquent la connaissance de leurs propriétés électromagnétiques est très importante d'une part parce qu'elle constitue une partie de l'ensemble des propriétés spécifiques au matériau et, d'autre part, ces propriétés doivent être maîtrisées dans la perspective de potentielles applications. Cette étape de caractérisation apparaît donc cruciale avant leur utilisation dans des applications micro-ondes car le dimensionnement des circuits est directement lié à la connaissance de ces propriétés. La particularité des matériaux ferroélectriques réside en leur forte permittivité (de l'ordre de 10^2 à 10^4) et leurs pertes diélectriques qui peuvent aussi être élevées (avec $\tan\delta$ allant de 0,01 à 1). Ces pertes trop élevées impliquent une dissipation importante de l'énergie électromagnétique. La caractérisation même des matériaux ferroélectriques s'en trouve affecter et requiert une nouvelle approche afin de pouvoir mesurer leurs propriétés diélectriques [IV-1].

Plusieurs techniques de caractérisation des matériaux ont été étudiées durant ces dernières années (voir chapitre I). Celle que nous avons retenu est une méthode en ligne de transmission utilisant une ligne coplanaire car cette dernière permet une extraction relativement simple de la constante diélectrique mais aussi elle permet une caractérisation large bande. En effet la ligne coplanaire est considérée comme ayant la meilleure topologie pour les couches minces ferroélectriques car elle assure une direction tangentielle du champ électrique par rapport au plan de la couche mince rendant les conditions de mesure optimale pour cette méthode de caractérisation [IV-2].

Dans ce chapitre nous allons aborder l'élaboration des couches minces ferroélectriques ainsi que les différentes caractérisations physico-chimiques qui sont effectuées sur ces couches. Nous présenterons ensuite les résultats des caractérisations électromagnétiques expérimentales des couches minces ferroélectriques de Titanate de Baryum et de Strontium (BST) et de Titanate Zirconate de Plomb (PZT) en évaluant leurs incertitudes associées.

1 Dépôt et caractérisation physico-chimique des couches minces ferroélectriques

La maîtrise de la fabrication des matériaux passe par la connaissance des propriétés physico-chimiques, notamment à l'aide d'outils d'analyse structurale, afin d'optimiser les procédés de fabrication. De la même manière, ils apparaissent comme étant des pré-requis nécessaires à la compréhension des résultats et à l'interprétation des caractérisations hyperfréquences.

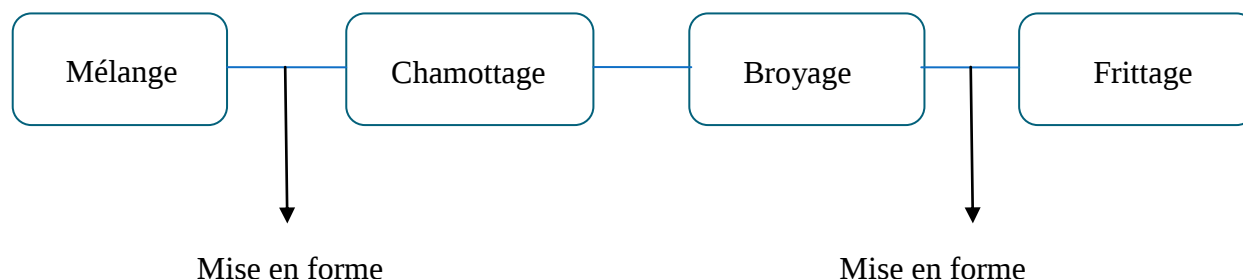
Le procédé de caractérisation des couches minces ferroélectriques nécessite d'effectuer au préalable les différentes étapes de caractérisation physico-chimique des matériaux. Ainsi une fois le ferroélectrique déposé sur le substrat plusieurs mesures sont effectuées afin de pouvoir connaître son épaisseur précise, son indice de réfraction, sa rugosité de surface, sa composition mais aussi sa constante diélectrique. Dans cette partie nous allons nous intéresser à la technique utilisée pour le dépôt des couches minces ferroélectriques ainsi qu'aux différentes caractérisations physico-chimiques qui sont effectuées.

Dans la suite les résultats des caractérisations physico-chimiques que nous montrerons concerneront celles des couches minces ferroélectriques de Titanate de Baryum et de Strontium déposées à l'Institut de Chimie et de la Matière Condensée de Bordeaux (ICMCB).

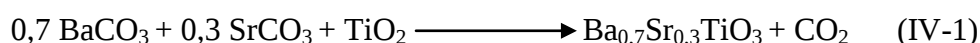
1.1 Synthèse de cible ferroélectrique et dépôt par la pulvérisation Magnétron Fréquence

Comme explicité au chapitre précédent nous avons utilisé un dépôt physique par pulvérisation cathodique pour le dépôt de nos couches minces ferroélectriques. Avant le dépôt du matériau ferroélectrique sur le substrat, des cibles de BST sont synthétisées sous forme céramique. Ces cibles sont ensuite introduites dans l'enceinte du bâti pour la pulvérisation cathodique, le matériau se déposera alors par condensation sur le substrat.

La synthèse du matériau ferroélectrique pour la constitution des cibles nécessite plusieurs étapes présentées ci-dessous :



- **Le mélange** : il se fait à partir de précurseurs constituant le matériau désiré qui dans notre cas, est la synthèse des cibles de Titanate de Baryum et de Strontium. Le mélange se fait à partir de 3 précurseurs : du carbonate de Baryum (BaCO_3 avec une pureté de 99,99%), du carbonate de Strontium (SrCO_3 avec une pureté de 99,99%) et de l'oxyde de Titane (TiO_2 avec une pureté de 99,5%). Afin d'obtenir la composition souhaitée, ces différents précurseurs sont mélangés en respectant une stœchiométrie adéquate. Ainsi le mélange et sa réaction permettent d'obtenir un matériau décrit par l'équation ci-dessous :



- **Le chamottage** : Cette opération a pour but de transformer un mélange de poudres en un matériau de composition et de structure cristalline bien défini, ce matériau étant l'élément constitutif principal ou unique de la future céramique [IV-3]. Ainsi après une mise en forme par pressage du mélange obtenu, le matériau subit un traitement thermique sous un flux d'oxygène contrôlé. Ce traitement thermique se fait par palier de 150 °C par heure jusqu'à atteindre 1250 °C avant que le refroidissement ne soit effectué.
- **Le broyage** : une fois l'opération de chamottage terminée, le matériau est broyé dans un broyeur en agate afin d'homogénéiser la poudre obtenue.

- **Le frittage :** Cette opération consiste en la densification et la consolidation des grains de la poudre obtenue après le broyage par un traitement thermique, cela permet de diminuer la porosité. La poudre synthétisée est broyée puis mélangée avec un liant permettant aux grains de glisser entre eux afin d'homogénéiser la pression et d'améliorer la tenue mécanique. Le traitement thermique qui est appliqué se fait aussi par palier mais beaucoup plus lent avec deux phases, une à 600 °C pendant 2h et une autre à 1275 °C pendant 4h. Le palier intermédiaire à 600 °C permet de brûler le liant afin de laisser aucun résidu dans le matériau obtenu.

Une fois la cible de BST préparée, elle est déposée dans l'enceinte de pulvérisation et le substrat est introduit dans un sas permettant de le maintenir à une pression basse sans pour autant changer le vide de l'enceinte. Ainsi le BST est déposé par pulvérisation sous magnétron radiofréquence suivant la méthode explicitée au chapitre III dans la section 2.2.2 avec une enceinte de type PLASSYS MP 700S. Le dépôt s'effectue à une température de 650 °C, avec une pression de 5 Pa, à une puissance de 100W avec 1% d'oxygène et 99% d'argon la taille de la cible étant de 3 pouces.

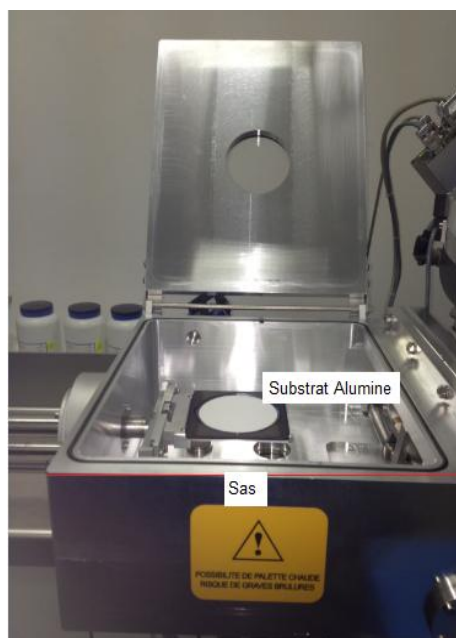


Figure IV-1 : Enceinte de pulvérisation cathodique PLASSYS MP 700S de l'ICMCB.

1.2 Analyse par la diffraction des Rayons X (DRX)

Les rayons X sont des radiations électromagnétiques qui se déplacent dans le vide à la vitesse de la lumière, leur domaine de longueur d'onde se situe entre 0,02 Angström et 100 Angström [IV-4], ce qui correspond aux distances interatomiques dans les cristaux. La figure ci-dessous illustre le spectre des ondes électromagnétiques :

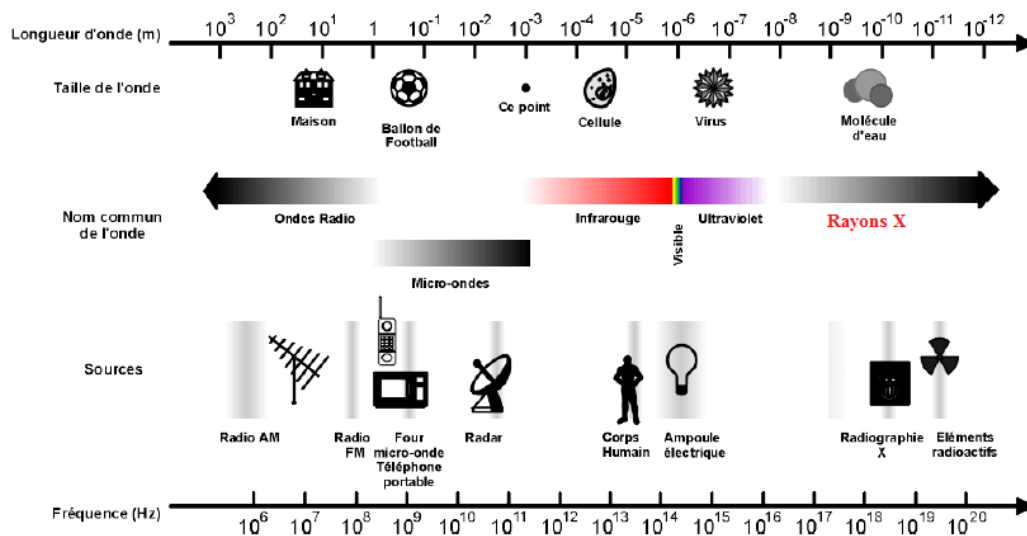


Figure IV-2 : Spectre des ondes électromagnétiques [IV-24]

Le spectre des ondes électromagnétiques montre que les rayons X possèdent des longueurs d'ondes très petites (entre 10^{-17} m et 10^{-20} m) ce qui fait ainsi de la diffraction des rayons X une technique bien adaptée pour la caractérisation des propriétés micro et nanostructurale des couches minces ferroélectriques. Cette méthode permet d'étudier la structure du matériau soit par analyse de phase, de texture, de contrainte ou microstructurale. En effet la diffraction des rayons X est une méthode de caractérisation non destructive qui permet de déterminer l'orientation des phases cristallines présentes dans un matériau. Dans notre cas la DRX a été utilisée en mode $\theta/2\theta$ communément appelée géométrie de Bragg-Brentano qui est la géométrie la plus simple et la plus courante. Lorsque le matériau est irradié par les rayons X, les atomes présents dans les plans cristallins diffractent le rayonnement et modifient ainsi l'orientation des rayons.

Le processus de mesure se déroule comme suit : Une source de rayons X bombarde d'électrons une anticathode de cuivre, ce qui va entraîner la production d'un faisceau de rayons X de trois longueurs d'onde différentes : $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$, K_{β} . Ces rayons irradient l'échantillon à caractériser, et un détecteur couplé à un goniomètre permettant d'obtenir des informations sur la position du détecteur récupère les photons X diffractés par l'échantillon. L'échantillon étant fixe, le goniomètre et le détecteur balayent sur 2θ : on parle ainsi de géométrie Bragg-Brentano.

Le résultat obtenu se présente alors sous la forme d'un spectre avec l'évolution de l'intensité diffracté par le matériau en fonction de la position angulaire.

La figure ci-dessous illustre le principe de fonctionnement en configuration de Bragg-Brentano.

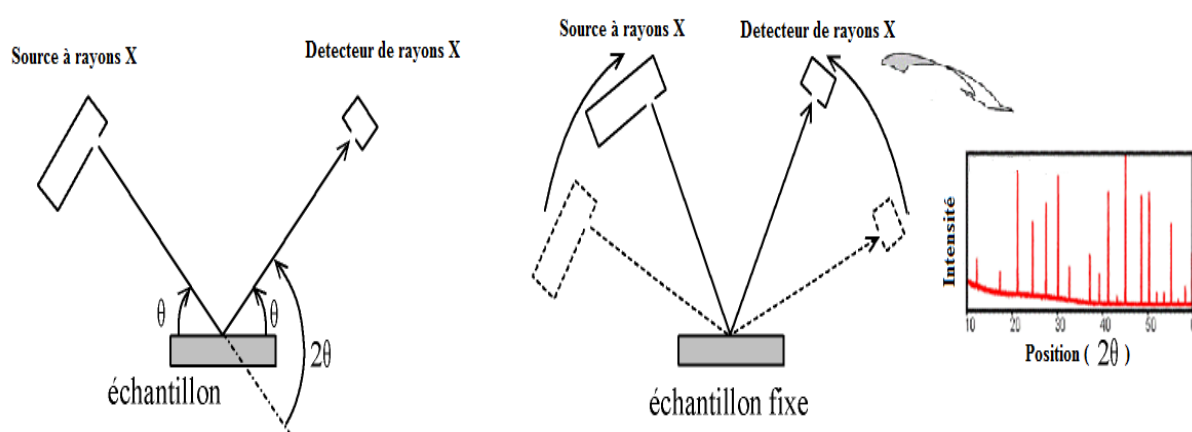


Figure IV-3 : Principe de fonctionnement du diffractomètre des Rayons X en configuration $\theta/2\theta$

Avec cette géométrie la source se déplace d'un angle θ tandis que le détecteur se déplace suivant un angle 2θ ; lorsqu'il y a une valeur de l'angle 2θ satisfaisant la relation de Bragg, alors un pic d'intensité apparaît.

La relation de Bragg est décrite comme suit [IV-5]:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (\text{IV-2})$$

- θ est l'angle de diffraction,
- λ est la longueur d'onde du faisceau de rayons X incident,
- d est la distance inter réticulaire caractérisant la famille de plans repérée par les indices de Miller h,k,l

- n est un entier.

Ce pic d'intensité nous donne une mesure qualitative de l'orientation cristalline de la couche mince et nous permet ainsi de pouvoir caractériser la cristallisation de la structure de type pérovskite.

La figure ci-dessous est un diffractogramme obtenu lors de la DRX du substrat d'Alumine avant le dépôt de la couche mince de BST et après le dépôt.

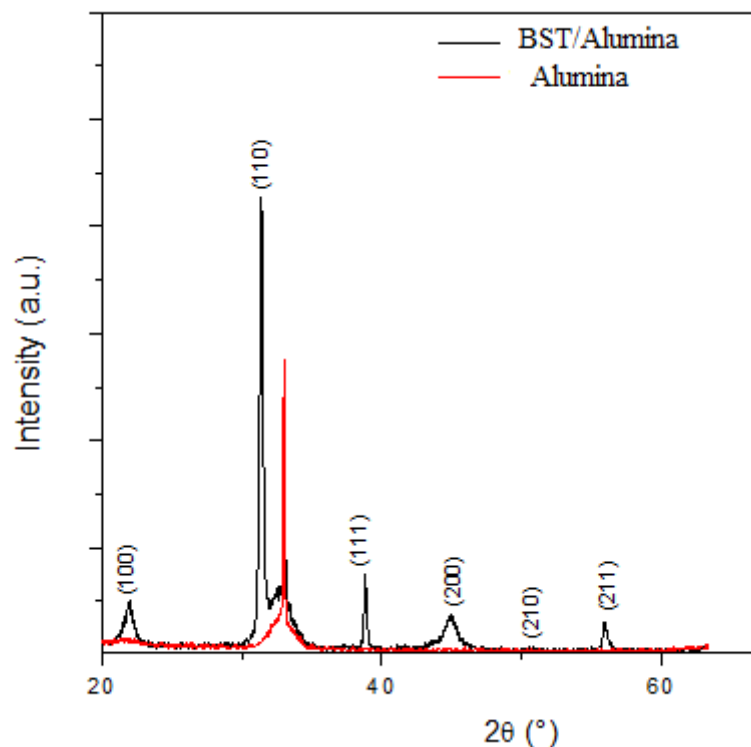


Figure IV-4 : *Diffractogramme des rayons X d'une couche mince de BST sur substrat d'Alumine*

La DRX nous permet de déterminer l'orientation de croissance du matériau à caractériser, le diffractogramme obtenu à la figure IV-4 présente de nombreux pics qui révèlent une microstructure avec des grains orientés aléatoirement dans les directions de l'espace. Cependant le diffractogramme montre aussi que l'orientation préférentielle se situe suivant le plan (110), le décalage des raies de diffraction correspond à un paramètre de maille plus important pour la couche mince que pour le substrat.

1.3 Microscopie électronique à balayage (MEB), Microsonde de Castaing et Microscopie à force atomique (AFM)

❖ MEB et Microsonde de Castaing

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique puissante d'observation de la topographie des surfaces. Elle est fondée principalement sur la détection des électrons secondaires émergents de la surface sous l'impact de très fins pinceaux d'électrons primaires qui balayent la surface observée et permet d'obtenir des images avec un pouvoir séparateur souvent inférieur à 5 nm et une grande profondeur de champ [IV-6]. Le MEB permet aussi d'analyser la morphologie et la composition chimique de matériaux solides. La reconstruction de l'image de l'échantillon se fait à partir d'un pinceau d'électrons très fin presque parallèle qui balaye l'échantillon et permet de former une image point par point à partir des électrons secondaires émis.

Un microscope électronique à balayage (MEB) se compose essentiellement de quatre ensembles d'éléments :

- Une source d'électron appelé canon à électron et d'un dispositif permettant de les accélérer afin d'obtenir une haute tension. L'ensemble est maintenu sous un vide secondaire.
- Une colonne électronique placée elle aussi sous vide secondaire qui contient un ensemble de lentilles électromagnétiques appelées condenseurs et de diaphragmes permettant d'obtenir un faisceau d'électrons fin.
- Une chambre où sont placés l'échantillon et les détecteurs, maintenue également sous vide et où se produit l'interaction électron-matière. Les détecteurs peuvent être positionnés sur le côté de la chambre ou à l'extrémité de la colonne électronique. L'échantillon est quant à lui fixe sur une platine mobile.
- Un système de visualisation de l'image interprétant de manière couplée le balayage du faisceau d'électron et l'information acquise par les détecteurs.

L'image ci-dessous illustre le principe de fonctionnement d'un microscope électronique à balayage.

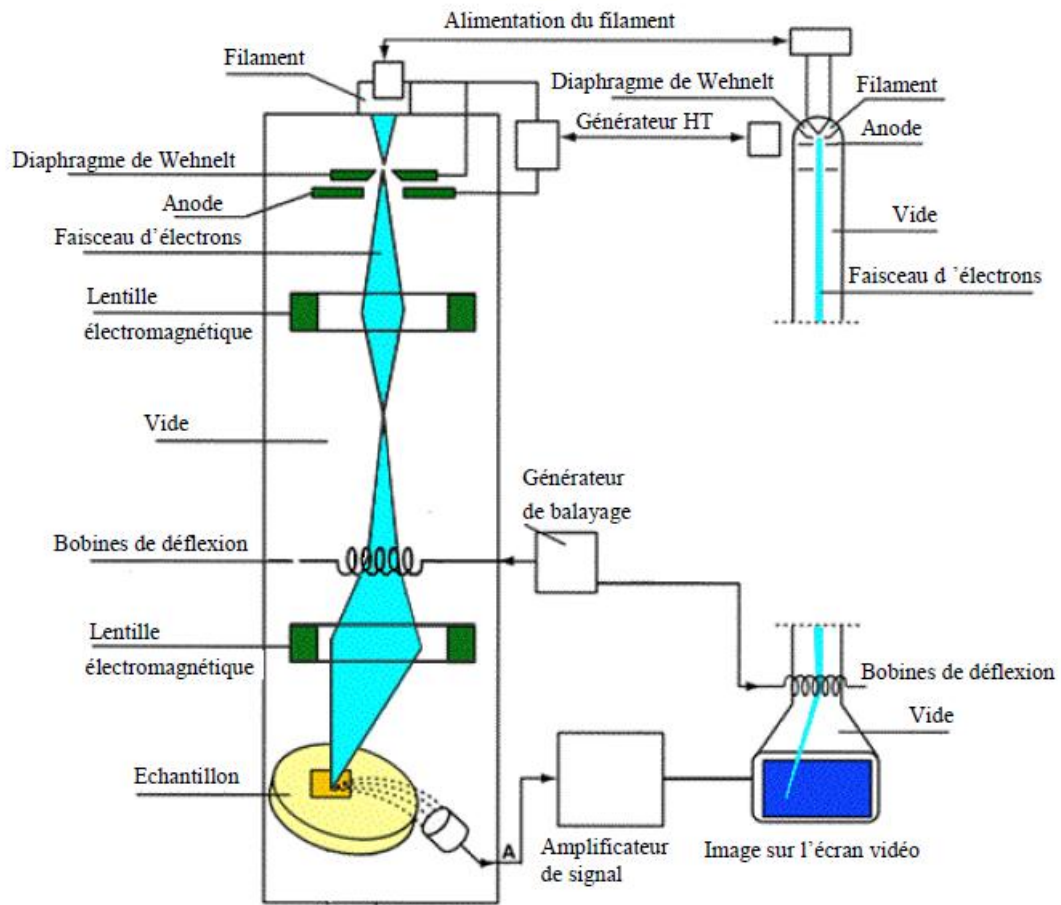


Figure IV-5 : Principe de fonctionnement d'un MEB [IV-6]

Au-delà de l'aspect imagerie, le MEB associé à un spectromètre X peut aussi s'utiliser en **Microsonde de Castaing**. Cette dernière permet la caractérisation microstructurale des matériaux et permet d'obtenir des informations cristallographiques, sur la morphologie, la répartition des grains et sur la composition de l'échantillon. Ainsi l'utilisation de la microsonde de Castaing consiste en l'analyse du spectre des rayons X émis lors du bombardement d'un faisceau d'électrons sur un échantillon.

La figure ci-dessous illustre les principales radiations émises lors de l'interaction « électrons-matière ».

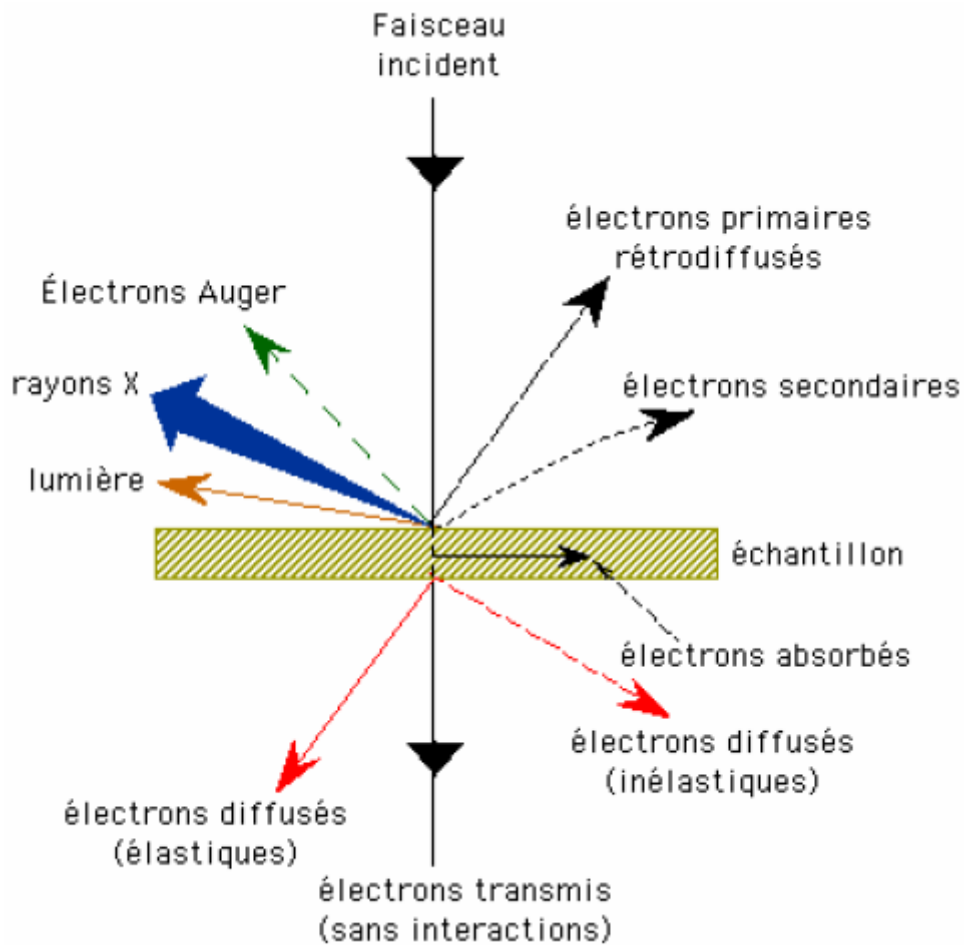


Figure IV-6 : Radiations émises lors de l'interaction entre un faisceau d'électrons et un échantillon [IV-25].

Les principales émissions électroniques et électromagnétiques résultantes de ces interactions, et apparaissant sur la Figure IV-6 sont définies comme suit [IV-7] :

- Les électrons primaires rétrodiffusés sont issus du choc élastique entre le faisceau d'électron primaire et la matière. Cette émission est sensible au numéro atomique de l'élément cible. Cela permet donc d'acquérir des images de contraste chimique, c'est-à-dire avec la possibilité de distinguer des phases de composition chimique différentes. Les électrons primaires rétrodiffusés possèdent des énergies élevées et ils proviennent des couches profondes de l'échantillon, ils sont généralement utilisés pour des images en différenciation chimique.

- Les électrons secondaires sont issus de l'interaction inélastique du faisceau d'électrons primaires avec les électrons orbitaux des éléments constituant localement le matériau. L'ordre de grandeur de l'énergie de ces électrons est de quelques électronvolts (eV). L'émission secondaire est le signal privilégié pour obtenir une image de contraste topographique. Les électrons secondaires proviennent eux des couches superficielles de l'échantillon et sont de faibles énergies, ils sont sensibles à la topographie de surface. Ces électrons sont utilisés pour réaliser des images avec de meilleures résolutions.
- Les électrons Auger : l'interaction inélastique d'un électron primaire avec un électron d'un niveau de cœur du matériau provoque l'émission d'un électron secondaire et une lacune dans les niveaux de cœur. L'élément ainsi excité revient à son état stable avec le transfert d'un électron d'un niveau externe vers la lacune, transfert s'effectuant soit par une transition radiative, soit par l'émission d'un électron appelé électron Auger [IV-6].
- Les photons, X, UV, visibles ou encore IR sont obtenus par transfert de l'énergie des électrons primaires aux électrons des orbitales atomiques qui provoquent l'excitation, l'ionisation et enfin la désexcitation émissive des atomes mis en jeu. Les rayonnements X peuvent également provenir de l'interaction des électrons avec le noyau et sont alors appelés rayonnement de freinage – appelé également Bremsstrahlung.

Lors de la réalisation des images de notre échantillon au MEB, on observe une accumulation d'électrons due à la couche mince ferroélectrique : il s'agit du phénomène de charge. Cela a pour conséquence d'entraîner un décalage de l'image, l'image obtenue ne cesse donc d'être en mouvement. Afin de limiter au maximum cette accumulation de charge, un « filet » d'azote est déposé à la surface de notre échantillon pour permettre la stabilisation de l'image.

Les images ci-dessous sont les clichés réalisés au MEB de nos couches minces de BST sur substrat d'Alumine réalisée à la plateforme de Caractérisation Métrologique de Nanomatériaux (CARMEN) du LNE.

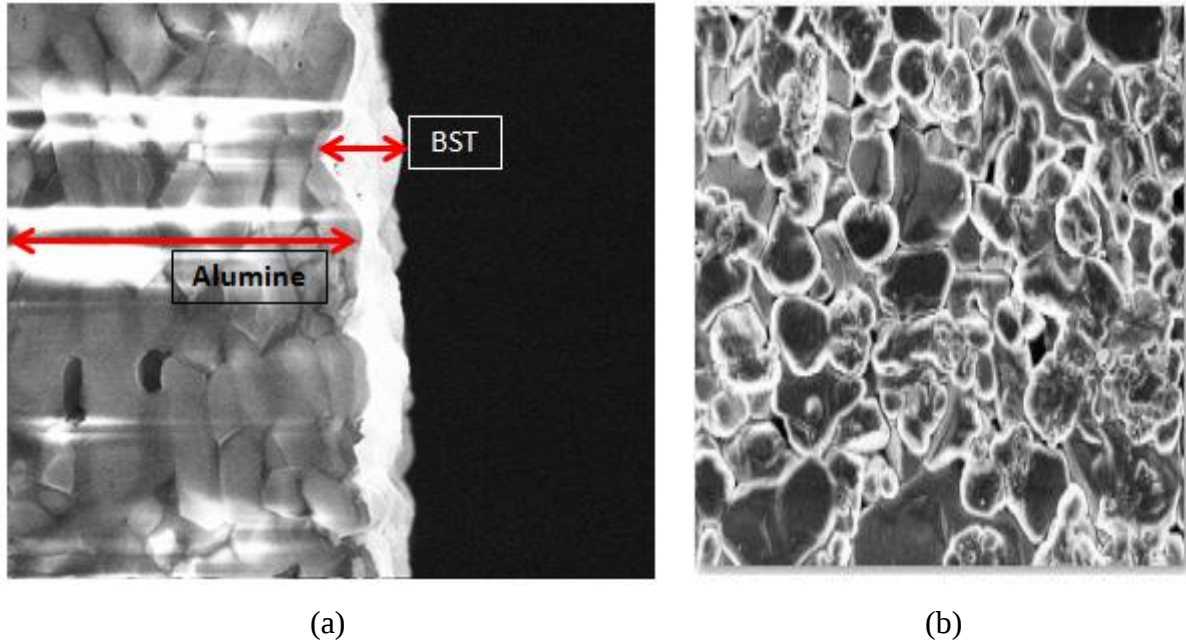


Figure IV-7 : *Contraste topographique au MEB d'une hétérostructure alumine/BST (400nm) en coupe transversale (a) et vue de dessus (b)*

La figure IV-7 (a) montre que notre substrat d'Alumine est très rugueux, ce qui implique une inhomogénéité au niveau de l'épaisseur du dépôt. Cette image a été obtenue par contraste chimique en utilisant les électrons rétrodiffusés.

De par l'aspect rugueux obtenu au MEB, une analyse de surface par ellipsométrie a été effectuée afin d'obtenir l'épaisseur du dépôt ainsi que l'incertitude qui lui est associée. La mesure par ellipsométrie est une technique optique de caractérisation et d'analyse de surface basée sur le changement de polarisation de la réflexion d'une source de lumière à la surface du matériau à analyser.

La mesure de l'épaisseur de la couche mince ferroélectrique de BST est estimée à : $400 \text{ nm} \pm 4 \text{ nm}$.

L'image de la figure IV-7 (b) rejoint les résultats obtenus avec la DRX, à savoir des grains orientés aléatoirement suivant les différentes directions de l'espace.

Une analyse EDS (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy) ou EDX a aussi été réalisée à la plateforme CARMEN du LNE afin de déterminer les principaux constituants de notre échantillon à caractériser. L'échantillon étudié est constitué de lignes coplanaires sur substrat d'Alumine intégrant une couche mince de BST.

Il s'agit d'une technique consistant à coupler le MEB à un spectromètre à sélection d'énergie, les rayons X issus de l'interaction entre les électrons et l'échantillon à caractériser possèdent des longueurs d'ondes qui sont caractéristiques des éléments qui composent l'échantillon. Ainsi un spectre constitué des différents éléments chimique de l'échantillon est obtenu, la figure ci-dessous illustre ce spectre :

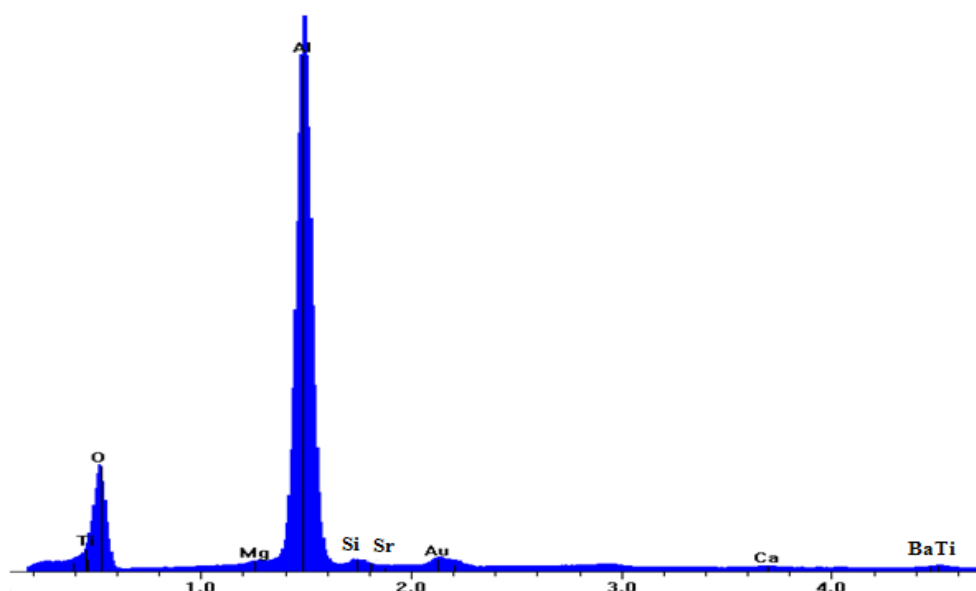


Figure IV-8 : *Composition chimique ligne coplanaire sur substrat d'Alumine intégrant une couche mince de BST*

La figure IV-8 présente les différents éléments chimique constituant notre échantillon. On constate ainsi une présence des différents éléments composant notre échantillon avec une proportion dominante pour l'aluminium. Le fort taux d'aluminium est dû au fait que cet élément est un composant de l'alumine (Al_2O_3) dont l'épaisseur est très grande (635 μm) par rapport au BST (400 nm) et à la métallisation en or (500 nm). Cependant on constate la présence de Magnésium (Mg), de Silicium (Si), de Calcium (Ca) dans notre spectre. Ces matériaux constituent des impuretés présentes dans notre substrat d'Alumine.

Avec l'EDS, il est aussi possible de faire une analyse qualitative de la dispersion des différents éléments qui constituent notre échantillon. L'image donnant le contraste topographique est obtenue avec les électrons secondaires. La figure ci-dessous est une illustration des différentes particules chimiques ainsi que leur dispersion dans l'échantillon.

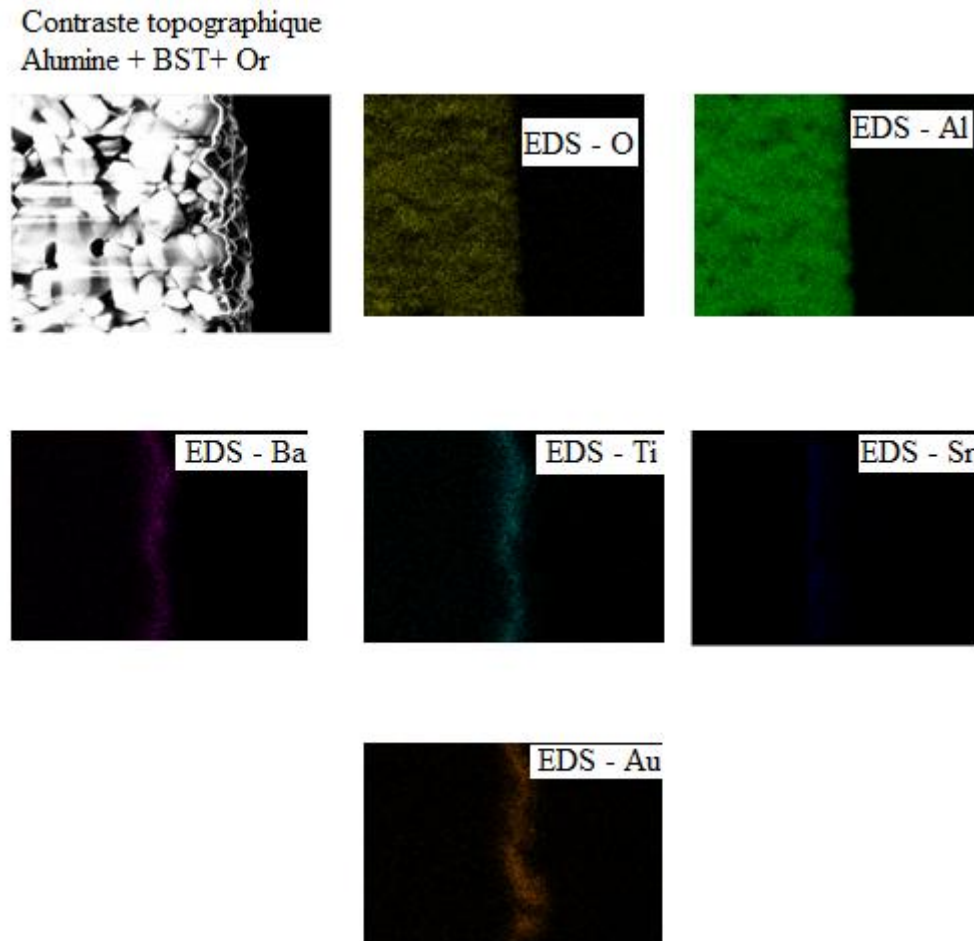


Figure IV-9 : *Contraste topographique et analyse EDS d'une ligne coplanaire sur substrat d'Alumine intégrant une couche mince de BST (400 nm)*

La figure IV-9 montre que l'on retrouve les particules d'Oxygène et d'Aluminium un peu partout dans l'échantillon et que les particules de Baryum, de Titane, de Strontium et d'Or sont plutôt localisées sur les bords de l'échantillon ce qui correspond tout à fait à notre structure. Cependant il faut noter que la cartographie avec l'EDS est purement qualitative et non quantitative, donc elle ne nous donne pas les proportions des éléments dans l'échantillon mais plutôt une image de la distribution de ces derniers.

❖ Microscopie à force atomique (AFM-Atomic Force Microscopy)

Le microscope à force atomique permet de mesurer une grande variété de propriétés de surface (dimensionnelles, mécaniques, électriques, magnétiques...) avec une résolution spatiale nanométrique voir subnanométrique. Son principe de fonctionnement relativement simple permet d'imager dans des milieux aussi diversifiés que l'air, le vide, les liquides, les milieux biologiques [IV-8]. Le principe de la microscopie à force atomique (AFM) consiste à explorer (balayer) une surface d'un échantillon avec une sonde (pointe) supportée par un levier flexible. La topographie de surface est reproduite par variation de la hauteur de la sonde et des interactions qui s'exercent entre les atomes de la pointe et les atomes de la surface de l'échantillon. Ces interactions peuvent être soit attractives (forces de Van Der Waals, forces de capillarité...) ou répulsives (interactions coulombiennes).

Il existe 3 principaux modes de fonctionnement pour l'imagerie dimensionnelle selon la distance de la pointe de l'AFM et la surface de l'échantillon [IV-9], [IV-10]:

- Le **mode contact** : il s'agit du premier mode développé qui correspond à un fonctionnement au voisinage du mur répulsif du potentiel. La pointe est amenée à la surface de l'échantillon avec une consigne d'appui de façon à atteindre le domaine répulsif. Son inconvénient principal est que sur certains échantillons, l'usure et les déformations engendrées par la pointe peuvent perturber la qualité des images mais aussi les échantillons fragiles. Ce mode est cependant facile à utiliser, rapide et il est souvent couplé à des mesures simultanées de frottement, d'adhérence ou de raideur de contact.
- Le **mode résonant** ou mode résonant linéaire : la pointe oscille à sa fréquence de résonance à une certaine distance de la surface de l'échantillon. Inversement, à fréquence d'excitation donnée, l'amplitude des oscillations est modifiée et renseigne sur le gradient de force locale. A l'approche de la surface, les conditions d'interactions changent et modifient la fréquence d'oscillation. L'étude de ces variations de fréquence permet de remonter à la topographie de l'échantillon.

- Le **mode tapping** ou contact intermittent : constitue un mode intermédiaire entre le mode contact et le mode résonant. Il s'agit d'un mode résonant non linéaire, suivant lequel la pointe oscille à sa fréquence de résonance et est placée à une distance correspondant à l'amplitude des oscillations. À chaque cycle, la pointe vient effleurer le mur répulsif de la surface de l'échantillon de façon ponctuelle. Ce mode permet d'obtenir d'excellentes résolutions latérales et de préserver l'échantillon et la pointe.

La figure IV-8 illustre le principe de fonctionnement d'un microscope à force atomique.

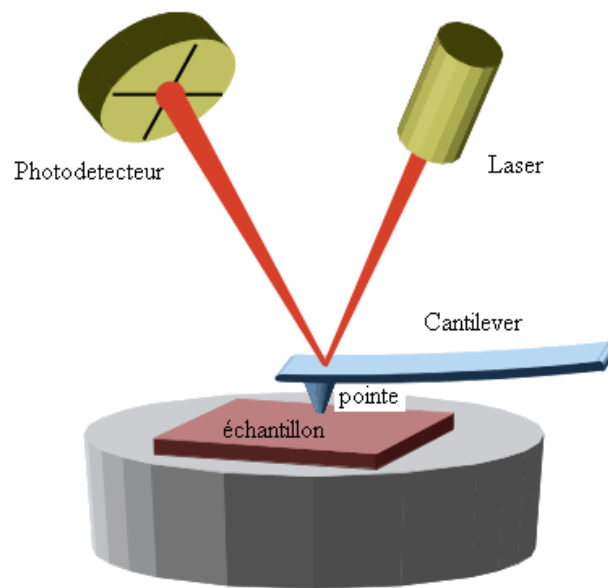


Figure IV-8 : Principe de fonctionnement d'un AFM [IV-26]

Nous avons utilisé l'AFM en mode tapping afin de réaliser une image de la couche mince de BST, mais aussi pour mesurer la taille du grain de notre matériau et conclure qu'elle était de $60 \text{ nm} \pm 10 \text{ nm}$.

La figure ci-dessous est une illustration d'une image réalisée avec un AFM.

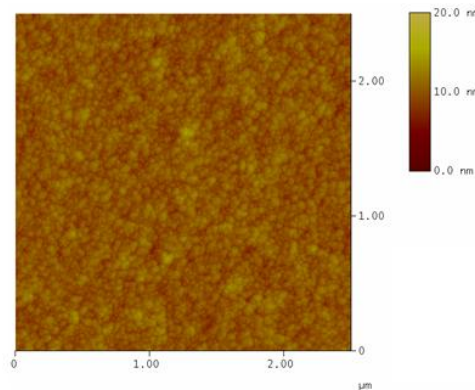


Figure IV-9 : Cliché AFM de notre couche mince de BST (400 nm)

1.4 Mesures diélectriques en tension et en fréquence

Après avoir effectué les différentes caractérisations physico-chimiques permettant d'obtenir des informations sur la microstructure, l'épaisseur du dépôt, la structure cristalline et la composition chimique, des mesures diélectriques en basses fréquences ont été réalisées sur la couche mince ferroélectrique.

Ce type de mesure se fait avec un analyseur d'impédance (pont d'impédance) relié à deux pointes en tungstène (mesures sous pointes), afin d'obtenir la capacité et les pertes diélectriques des condensateurs plans ainsi formés.

Nous allons présenter les caractérisations diélectriques effectuées sur les couches minces de BST.

➤ Mesure en tension

Ce type de caractérisation correspond à des mesures d'accordabilité, elles sont réalisées en appliquant un balayage en tension à l'échantillon et la variation de la permittivité donne accès à l'accordabilité suivant l'équation ci-dessous [IV-11] :

$$\text{Agilité } (\%) = \frac{\varepsilon'(E=0) - \varepsilon'(E)}{\varepsilon'(E=0)} \cdot 100 \quad (\text{IV-3})$$

La figure IV-10 présente la variation de la permittivité et des pertes tangentielles en fonction de la variation d'un champ électrique appliqué :

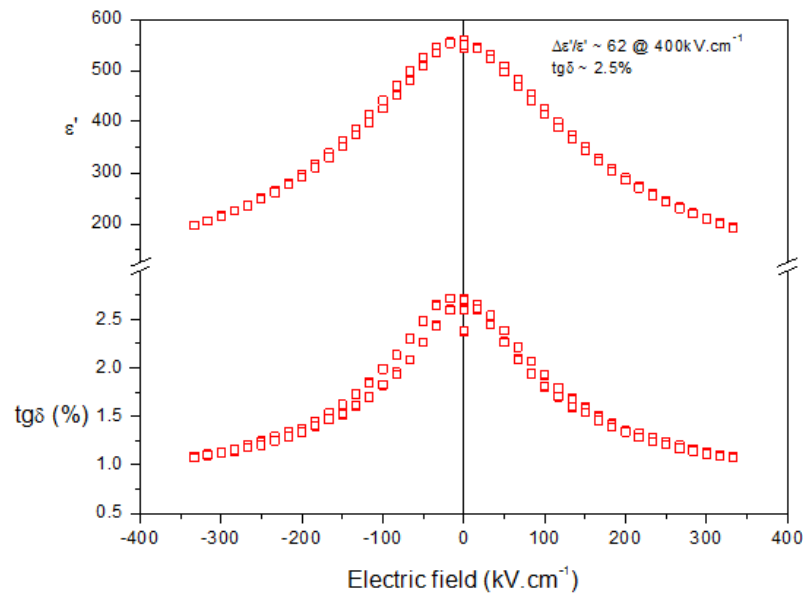


Figure IV-10 : Evolution de la permittivité et des pertes tangentielles d'une couche mince de BST (400 nm) sous variation d'un champ électrique.

Notre couche mince ferroélectrique de $\text{Ba}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{TiO}_3$ (BST) présente une importante variation de permittivité passant de 560 lorsqu'elle n'est soumise à aucun champ électrique à 200 sous un champ de 350 kV/cm , correspondant à une accordabilité de 64 %. Nous observons la même variation au niveau des pertes tangentielles, en effet ces dernières passent de 3 % sous 0 kV/cm à 1 % sous 350 kV/cm .

La diminution observée pour les propriétés électromagnétiques en fonction de l'évolution croissante du champ électrique fait de notre couche mince de BST un bon candidat d'un point de vue application agile en fréquence. En effet on constate que la couche mince présente une excellente résistance au claquage, malgré les forts champs électriques appliqués, cette dernière présente toujours de fortes valeurs de permittivité impliquant un fort taux d'agilité.

Il faut noter que ce type de mesure est extrêmement importante dans la recherche de matériaux pour la fabrication de composants agiles présents dans les dispositifs accordables en fréquence afin d'évaluer leur taux d'agilité.

➤ *Mesure en fréquence*

Pour ce type de mesure, l'échantillon de BST est soumis à différents niveaux de tensions puis la valeur de la capacité à chaque point de fréquence est extraite avec l'analyseur d'impédance. Une fois la capacité connue, la permittivité est extraite avec l'équation ci-dessous [IV-11]. Cependant il faut noter que cette expression n'est valable que pour des mesures en basses fréquences.

$$C = \frac{\epsilon_0 \epsilon_r S}{e} \quad (\text{IV-4})$$

La figure ci-dessous correspond à la variation de la permittivité de la couche mince BST en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de tensions.

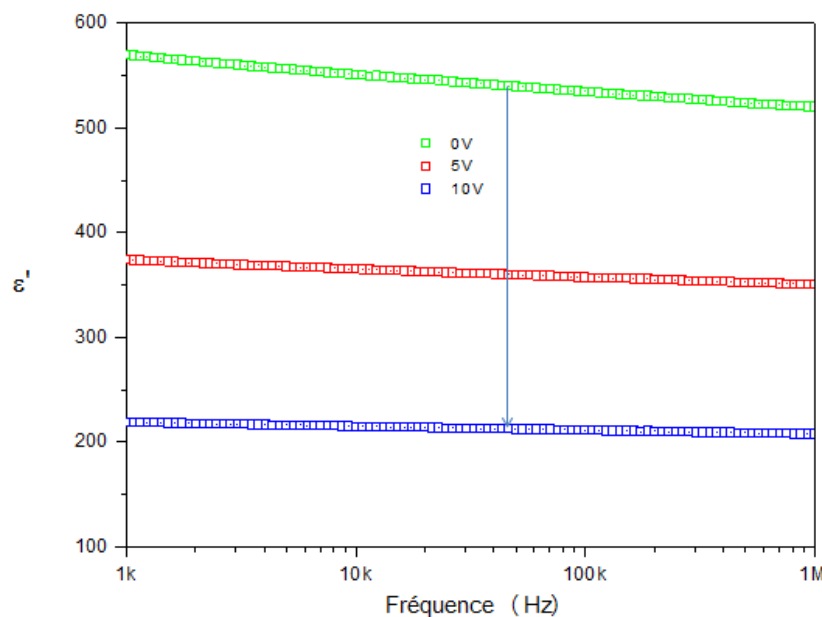


Figure IV-10 : Variation de la permittivité du BST (400 nm) pour différentes tensions appliquées

On constate que la variation de la permittivité est fortement dépendante de la tension appliquée. En effet la valeur de la permittivité décroît lorsque la tension augmente. On observe également qu'entre 1 kHz et 1 MHz la permittivité varie très lentement en passant de 560 à 530 sous une tension nulle (0 V). Ce résultat nous permet d'avoir une approximation des valeurs que l'on doit obtenir lors de la caractérisation de notre BST d'épaisseur 400 nm

car ce cas de figure (0 V) correspond le plus au nôtre lors de la caractérisation hyperfréquence.

2 Extraction de la permittivité relative d'une couche mince ferroélectrique intégrée dans une ligne coplanaire

Il existe plusieurs techniques de caractérisations des matériaux tels que les méthodes en espace libre, en ligne de transmission, les techniques capacitives et les méthodes résonantes. Cependant lors de la caractérisation hyperfréquence de matériaux présentant de fortes permittivités tels que les matériaux ferroélectriques, deux principaux problèmes peuvent apparaître [IV-12] :

- Seule une faible partie du signal injecté peut être transmise au matériau du fait d'une importante désadaptation, de ce fait le signal transmis est trop faible pour permettre une mesure exacte.
- Le fait d'avoir de faibles longueurs d'onde dans le matériau à grande permittivité peut accélérer la génération de modes d'ordre supérieur, impliquant une difficulté dans l'interprétation des données.

Ainsi la caractérisation électromagnétique des couches minces ferroélectriques devient extrêmement délicate. Dans notre cas nous avons utilisé une méthode utilisant une ligne de transmission : la ligne coplanaire.

La ligne coplanaire qui a fait l'objet d'un état de l'art au chapitre I, est de plus en plus appréciée des industriels du fait de sa technologie relativement simple à mettre en œuvre mais aussi du fait que ses plans de métallisation se situent au même niveau et qu'elle permet une polarisation plus aisée des films minces avec des champs électriques élevés.

Etant donné que nous cherchons à caractériser des couches minces ferroélectriques dont la permittivité nous est totalement inconnue, nous utiliserons les mêmes dimensions géométriques (W, S et L) calculées au chapitre II pour le substrat d'Alumine.

En effet, ne connaissant pas la permittivité de la couche mince ferroélectrique, nous ne pouvons pas assurer un dimensionnement des lignes coplanaires permettant une adaptation à 50Ω ; par conséquent nous utilisons les dimensions réalisant une adaptation à 50Ω sur le substrat diélectrique.

Nous allons présenter la méthode d'extraction de propriétés électromagnétiques de couches minces avec une ligne coplanaire.

Dans le cadre de la thèse nous utiliserons la méthode destructive compte tenu des moyens de mesures disponibles : mesures sous pointes. Car avec la topologie non destructive, le dispositif coplanaire doit être obligatoirement monté dans une cellule de mesure et la caractérisation se fait par ligne coaxiale.

❖ La méthode destructive

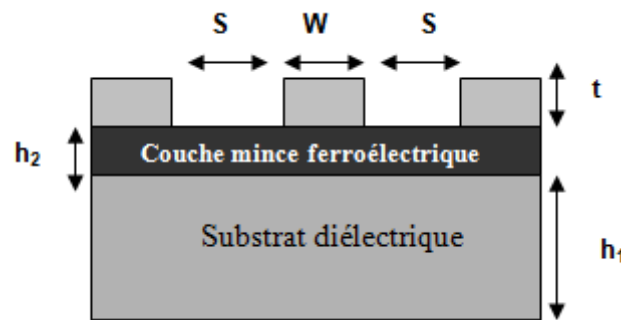


Figure IV-11 : Couche mince ferroélectrique intégrée dans une ligne coplanaire en configuration destructive

Avec cette topologie multicouche (figure IV-11), l'expression de la permittivité effective est décrite comme suit [IV-13] :

$$\varepsilon_e = 1 + q_1(\varepsilon_1 - 1) + q_2(\varepsilon_2 - \varepsilon_1) \quad (\text{IV-5})$$

Avec

$$q_i = \frac{1}{2} \frac{K(k_i)}{K(k'_i)} \frac{K(k'_0)}{K(k_0)}, i = 1, 2$$

ε_1 correspond à la permittivité relative du substrat et ε_2 à celle de la couche mince ; q_1 et q_2 sont les facteurs de remplissage.

Les modules des intégrales elliptiques sont définis par les équations suivantes :

$$k_0 = \frac{w}{w + 2s}$$

$$k'_0 = \sqrt{1 - k_0^2}, i=1, 2$$

$$k_i = \frac{\sinh\left(\frac{\pi w}{2h_i}\right)}{\sinh\left(\frac{\pi(w+s)}{2h_i}\right)}, i=1, 2$$

$$k'_i = \sqrt{1 - k_i^2}, i=1, 2$$

La permittivité effective complexe de notre système multicouche peut être extraite à partir de la constante de propagation qui est déduite par la mesure des paramètres S :

$$\varepsilon_e = -\left(\frac{c\gamma}{2\pi f}\right)^2 \quad (\text{IV-6})$$

Avec c qui correspond à la célérité de lumière.

La permittivité relative complexe de la couche mince ferroélectrique est alors obtenue avec l'équation ci-dessous :

$$\varepsilon_2 = \frac{1}{q_2}(\varepsilon_e - 1 - q_1(\varepsilon_1 - 1)) + \varepsilon_1 = \varepsilon'_2 - j\varepsilon''_2 \quad (\text{IV-7})$$

Avec ε_e correspondant à la permittivité effective du système multicouche, ε_1 correspond à la permittivité relative mesuré du substrat (dans notre cas celle de la permittivité relative de l'Alumine ou du Quartz mesuré dans le chapitre II).

Dans notre cas les dimensions du conducteur central (W) et de la largeur de fente (S) sont très grandes devant l'épaisseur de la couche mince (h_2), impliquant une valeur de k_2 très petite ($<10^{-45}$) induisant des erreurs numériques lors du calcul des fonctions elliptiques.

Afin de s'affranchir de ces erreurs nous utilisons une approximation asymptotique pour le rapport des intégrales elliptiques [IV-14] :

Pour $0 \leq k_i \leq 0.707$

$$\frac{K(k_i)}{K(k'_i)} = \frac{\pi}{\ln \left[\frac{2 \left(1 + \sqrt{\sqrt{1-k_i^2}} \right)}{1 - \sqrt{\sqrt{1-k_i^2}}} \right]}$$

Quand $k_2 \rightarrow 0$, alors:

$$\frac{K(k_i)}{K(k'_i)} = \frac{\pi}{\ln \left[\frac{16}{k_i^2} \right]}$$

Par conséquent, le facteur de remplissage q_2 est simplifié et est décrit selon la relation suivante :

$$q_2 = \frac{1}{2} \frac{\pi}{\ln \left[\frac{16}{k_2^2} \right]} \frac{K(k'_0)}{K(k_0)}$$

Les pertes tangentielles de la couche mince sont alors déduites des composantes réelles et imaginaires de la permittivité relative :

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon_2''}{\varepsilon_2'} \quad (\text{IV-8})$$

3 Résultats expérimentaux de la caractérisation des couches minces de BST et de PZT

3.1 Procédé expérimental d'extraction des couches minces ferroélectriques

L'extraction des propriétés électromagnétiques d'une couche mince ferroélectrique se fait aussi par la mesure des paramètres S d'une ligne coplanaire avec un analyseur de réseau vectoriel. Cependant le processus de mesure que nous allons effectuer est différent de celui

explicité au chapitre II. En effet, dans le chapitre II l'extraction des propriétés électromagnétiques de lignes coplanaires sur substrat diélectrique a été effectuée en appliquant la méthode TL (Thru- Line) qui consiste à faire une analyse de la constante de phase ainsi que de la constante d'atténuation sur les différents couples de lignes. On associe alors chaque couple à une bande de fréquence correspondante qui permet, par comparaison, la caractérisation diélectrique. Cette méthode s'avère être complexe dans le traitement des données, ainsi pour des raisons de commodités une solution alternative pour l'extraction des propriétés électromagnétiques de la couche mince ferroélectrique est de faire un étalonnage de type multiligne TRL (voir annexe 3) sur un substrat ayant les mêmes dimensions géométriques coplanaires et le même type de substrat que la structure coplaire multicouche. En résumé la couche mince ferroélectrique sera intégrée dans une ligne coplaire possédant exactement les mêmes dimensions que les lignes coplanaires caractérisées précédemment (voir chapitre II). Pour la caractérisation un étalonnage de type multiligne TRL sera effectuée sur les substrats caractérisés précédemment (Alumine, Quartz) permettant un étalonnage de l'analyseur de réseau vectoriel et aussi par la même occasion, l'obtention des paramètres S corrigés de notre structure multicouche.

La méthode TRL (Thru Reflect Line) est la technique d'étalonnage la mieux adaptée pour la caractérisation de composants pour les mesures sous pointes. Cette technique est basée sur la mesure de trois éléments :

Le *Thru* qui est la connexion directe entre les deux ports de l'analyseur de réseau, sa matrice S ($S_{11}=S_{22}=0$; $S_{12}=S_{21}=1$) étant connue si l'impédance caractéristique des deux ports est identique. Le *Reflect* est un quadripôle virtuel à fort coefficient de réflexion constitué de deux charges identiques mais inconnues (généralement court-circuit ou circuit ouvert). Quant au *Line* il s'agit d'une ligne de transmission adaptée avec une matrice S partiellement connue ($S_{11}=S_{22}=0$) et un facteur de transmission inconnu déterminé lors de l'étalonnage.

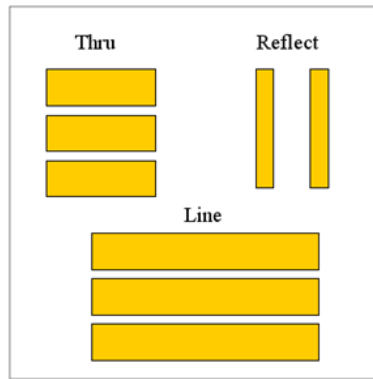


Figure IV-12 : *Etalons TRL*

Le principe de nos mesures sous pointes consiste à effectuer des mesures brutes des étalons et exécuter un programme externe sur **Multical** pour l'étalonnage multiligne TRL (des lignes supplémentaires sont rajoutés au kit TRL classique afin d'étendre la bande de fréquence étudiée).

Multical est un logiciel basé sur un algorithme qui a été développé par le NIST (National Institute of Standards and Technologies) aux USA et qui est capable d'estimer l'incertitude de ses propres résultats due aux erreurs aléatoires.

Il a pour but de corriger les écarts sur les mesures sous pointes et de calculer aussi la constante de propagation.

Le logiciel **Multical** peut être utilisé pour les structures « on wafer », les lignes de transmissions planes, les lignes de transmissions coaxiales et les guides d'ondes métalliques. Il donne les résultats automatiquement avec une grande exactitude, et peut déterminer et régler l'impédance de référence de l'étalonnage en utilisant des méthodes applicables à des substrats qui ont de faibles pertes, ou des substrats avec pertes mais qui sont peu dispersifs.

Pour l'étalonnage de l'analyseur de réseau, Multical impose de rentrer toutes les longueurs des lignes ainsi que leur type (Thru, Ligne, court-circuit ou circuit-ouvert) afin de pouvoir faire le calcul automatique des valeurs corrigées.

Ainsi après avoir rentré toutes les caractéristiques des lignes du kit d'étalonnage dans Multical, ces dernières sont implémentées dans l'analyseur de réseau et les mesures des lignes peuvent être effectuées.

Le schéma ci-dessous synthétise le processus du déroulement de l'étalonnage jusqu'à la mesure du dispositif sous test :

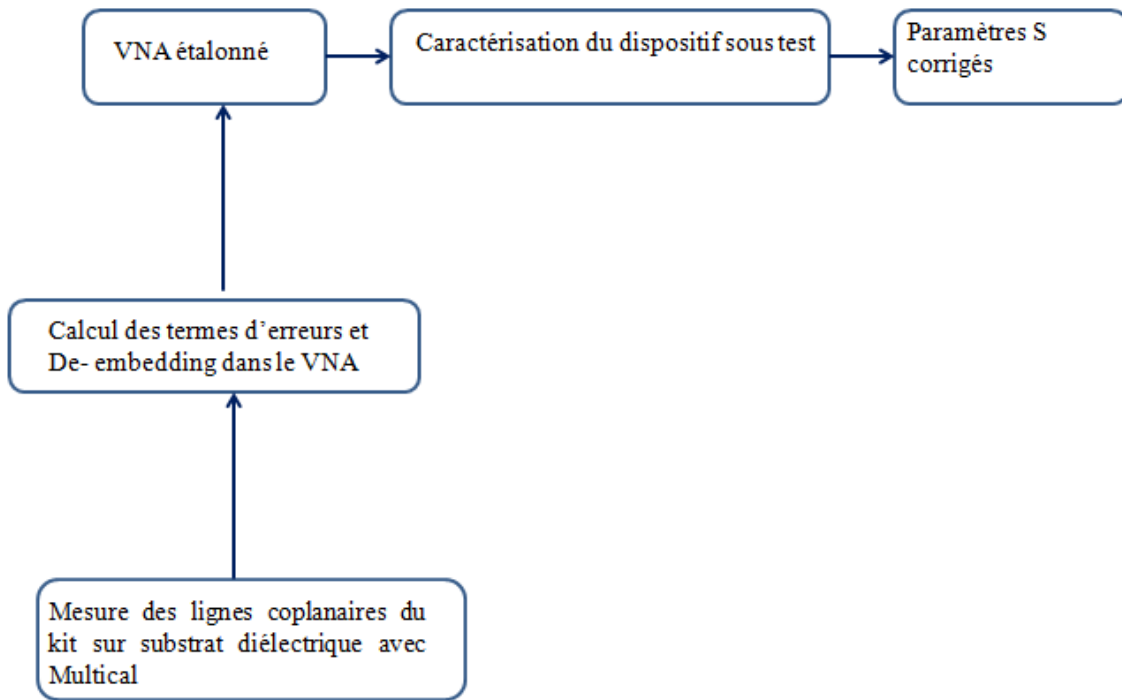


Figure IV-13 : *Processus expérimental de mesure des paramètres S avec Multical*

Après avoir appliqué la méthode multiligne TRL (annexe 3) aux lignes du kit d'étalonnage pour l'étalonnage de l'analyseur de réseau vectoriel, la caractérisation des lignes coplanaires avec couche mince ferroélectriques peut être effectuée. La multiligne TRL consiste à utiliser des lignes supplémentaires aux lignes utilisées avec la méthode TRL classique. Elle permet d'étendre la bande de fréquence, mais aussi la redondance des mesures permet de minimiser les erreurs aléatoires avec un traitement statistique. Ce traitement statistique repose sur une analyse d'erreur de la méthode d'étalonnage. Ainsi une mesure des différents couples de lignes fréquence par fréquence est effectuée, puis le traitement statistique basé sur la méthode de Gauss-Markov permet de déterminer la meilleure estimation de la constante de propagation.

L'impédance de référence de l'étalonnage multiligne TRL est l'impédance caractéristique des lignes de transmission qui est maintenant connue. Donc tous les paramètres mesurés sont référencés par rapport à cette impédance.

Une fois les paramètres S corrigés obtenus, la constante de propagation peut être déduite selon la relation suivante :

$$S_{21} = e^{-\gamma L} \quad (\text{IV-9})$$

Avec S_{21} qui correspond au facteur de transmission corrigé de la ligne coplanaire, L correspond à la longueur de la ligne coplanaire.

Ainsi la constante de propagation nous permet d'obtenir la permittivité effective du système multicouche et la permittivité relative de la couche mince est alors déduite selon l'expression (IV-7).

3.2 Caractérisation de couches minces de Titanate de Baryum et de Strontium

Dans cette section nous allons présenter les résultats de la caractérisation électromagnétique de couches minces de BST. Les mesures sont effectuées avec un analyseur de réseau Agilent 8510 XF couvrant une bande de fréquence allant de 2 GHz à 110 GHz, couplé à une station de mesure sous pointes Suss Microtech équipée de pointes Picoprobe ayant un espacement de 100 μm .

➤ BST sur substrat d'alumine avec une épaisseur de 400 nm

Avant l'obtention des propriétés électromagnétiques, il est nécessaire d'étalonner l'analyseur de réseau vectoriel avec la méthode multiligne TRL et mesurer les paramètres S corrigés de notre dispositif sous test.

La figure ci-dessous présente le résultat des paramètres S corrigés d'une ligne coplanaire intégrant une couche mince de BST.

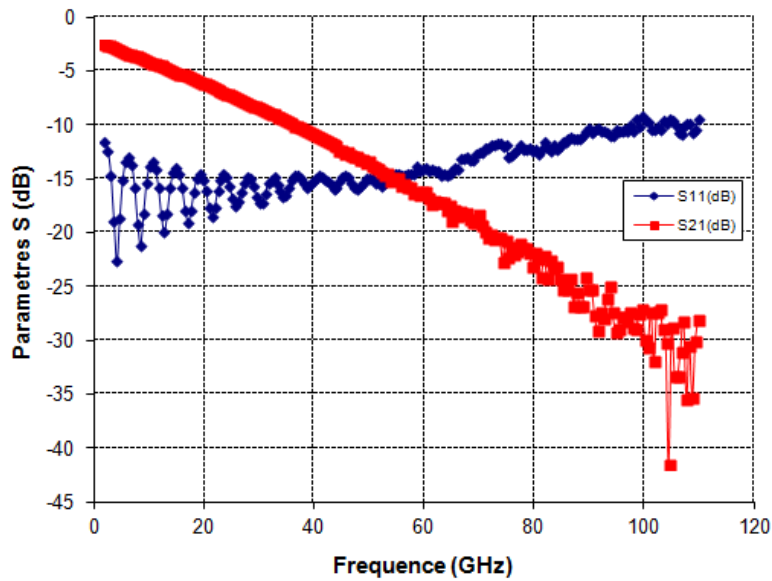


Figure IV-14 : Paramètres S mesurés d'une ligne coplanaire ($W= 60 \mu m$, $S= 28 \mu m$, $L= 11047 \mu m$) avec couche mince de BST (400 nm)

On observe une atténuation du facteur de transmission S_{21} en fonction de la fréquence, au-delà de 100 GHz, ainsi qu'une légère perturbation du signal transmis. La réponse du facteur de réflexion S_{11} présente de nombreuses ondulations qui sont dus à une désadaptation entre l'impédance de la ligne et celle de l'analyseur de réseau. La figure IV-14 illustre aussi un croisement des facteurs de transmission et de réflexion vers 58 GHz, ce croisement implique un phénomène d'onde stationnaire.

La constante de propagation de notre dispositif sous test est obtenue à partir d'une conversion analytique des paramètres S ainsi mesurés. La figure ci-dessous présente la constante d'atténuation et la constante de phase d'une ligne coplanaire intégrant une couche mince de BST.

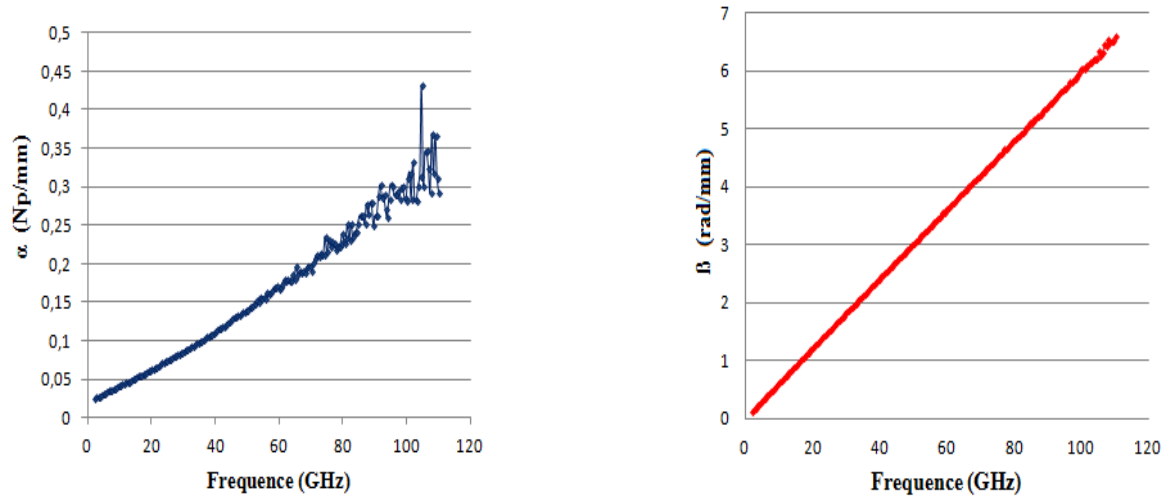


Figure IV-15 : Composantes réelle et imaginaire de la constante de propagation d'une ligne coplanaire ($W=60\ \mu\text{m}$, $S=28\ \mu\text{m}$, $L=11047\ \mu\text{m}$) avec couche mince de BST (400 nm)

On observe des réponses relativement linéaires en ce qui concerne les composantes de la constante de propagation notamment pour la constante de phase β . La constante d'atténuation α est légèrement bruitée au-delà de 80 GHz.

La permittivité effective de notre hétérostructure (alumine/BST) est obtenue à partir de la constante de propagation.

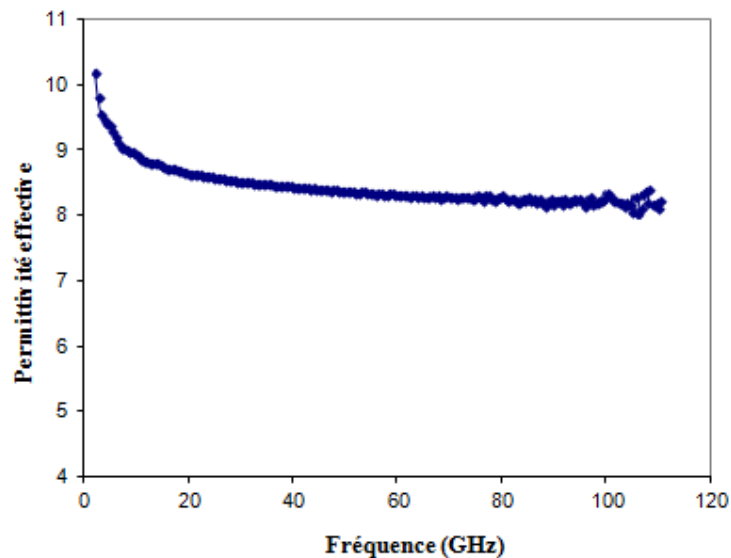


Figure IV-16 : Permittivité effective d'une couche mince de BST (400 nm)

On constate que la permittivité effective de notre dispositif sous test décroît avant de se stabiliser légèrement à partir de 20 GHz sur toute la bande de fréquence. Cependant les valeurs observées pour la permittivité effective sont proches de la permittivité du substrat d'Alumine ($\epsilon_r = 9,9$). En effet on note une permittivité effective de 10,21 à 2 GHz et 8,38 à 50 GHz, ces valeurs proches de la permittivité du substrat montrent que la couche mince ferroélectrique malgré sa petite épaisseur a une influence sur les propriétés électromagnétiques de l'hétérostructure. En effet la caractérisation des couches minces ferroélectriques est très délicate à cause de la faible épaisseur de ces dernières qui interagit avec les ondes électromagnétiques.

Les figures IV-17 et IV-18 représentent le module de la permittivité relative et les pertes tangentielles de la couche mince de BST d'épaisseur 400 nm extraite à partir des relations (IV-7) et (IV-8).

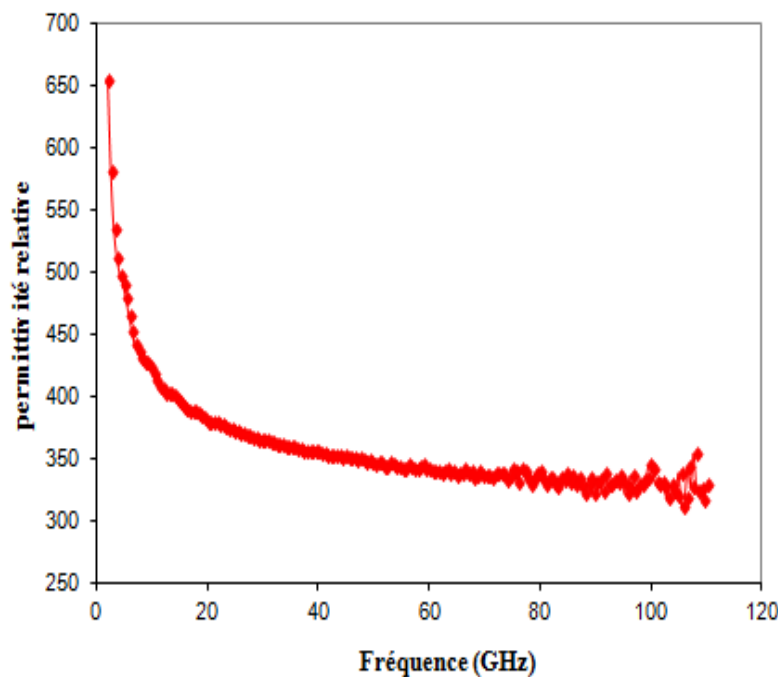


Figure IV-17 : Permittivité relative d'une couche mince de BST (400 nm)

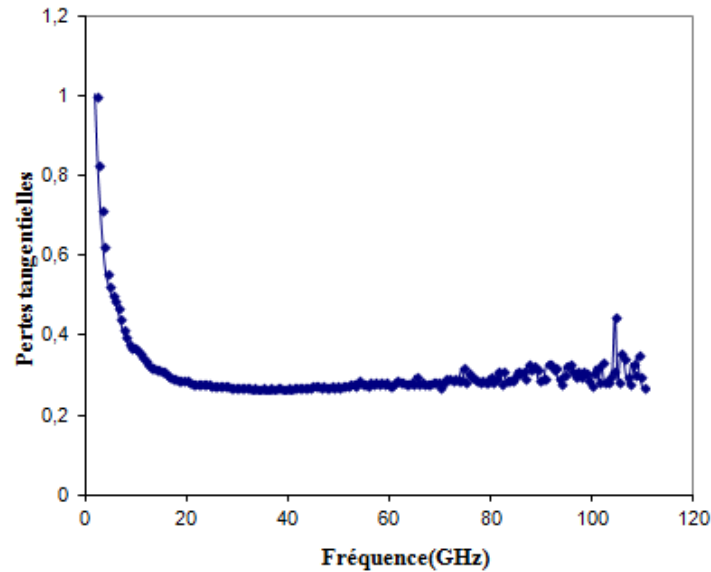


Figure IV-18 : Pertes tangentielles d'une couche mince de BST (400 nm)

La courbe de la permittivité relative décroît assez rapidement dans les basses fréquences en passant de 650 à 380 entre 2 GHz et 20 GHz, cette décroissance est fréquemment observée lors de la caractérisation de matériaux ferroélectriques et deux principales hypothèses peuvent être émises :

- La relaxation [IV-16] observée aux basses fréquences est liée à une limitation de la méthode utilisée ; la multiligne TRL ne serait adaptée dans ce cas-ci qu'en haute fréquence.
 - La décroissance exponentielle serait liée au phénomène d'écrantage de Debye, consistant en une atténuation du champ électrique dû à la présence de charges électriques dans le matériau.
- Les valeurs obtenues en ce qui concerne la permittivité du BST sont également du même ordre de grandeur que les résultats présentés en figure IV-10 lors des caractérisations en fréquence. Ainsi la caractérisation de la couche mince de BST nous donne de très grandes valeurs de permittivité, puisqu'à 50 GHz on obtient une permittivité de 347.

La réponse des pertes tangentielles présente la même allure que celle de la permittivité relative, cependant la couche mince de BST présente des pertes très élevées notamment dans les basses fréquences avant de se stabiliser à 27 % à partir de 20 GHz sur toute la bande de fréquence. L'analyse des pertes intrinsèques est assez complexe. Ces fortes valeurs à certaines fréquences sont dues aux distributions du champ électrique alternatif mais aussi aux interactions des phonons avec des mécanismes quantiques [IV-17].

Afin d'étudier l'influence de l'épaisseur de la couche mince sur ses propriétés électromagnétiques, nous avons caractérisé une couche mince de BST d'épaisseur $1,2\ \mu\text{m}$ déposé selon le même principe que la couche mince précédente.

- BST avec une épaisseur de $1,2\ \mu\text{m}$ sur substrat d'alumine

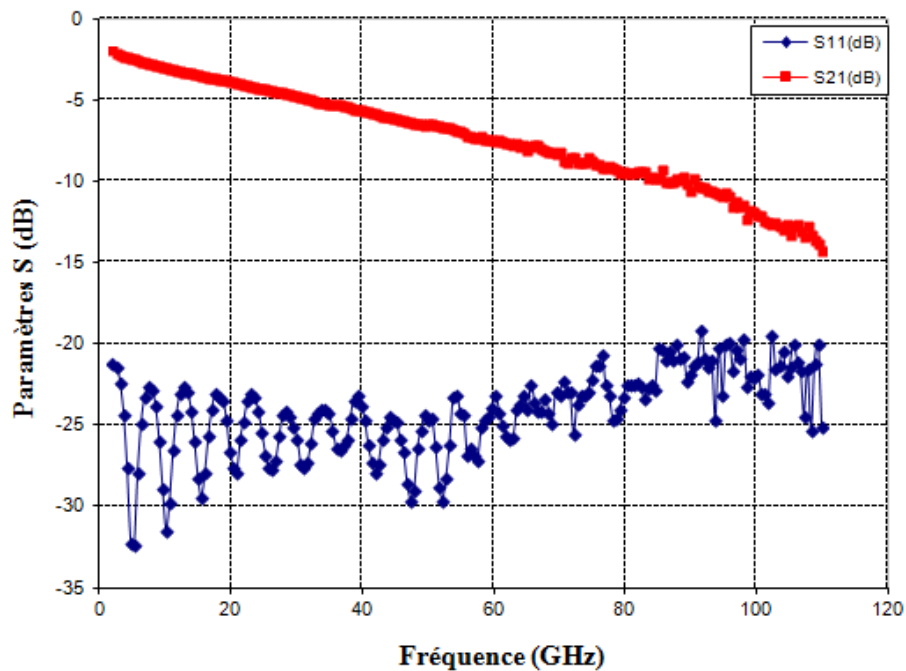


Figure IV-19 : Paramètres S mesurés d'une ligne coplanaire ($W=60\ \mu\text{m}$, $S=28\ \mu\text{m}$, $L=11047\ \mu\text{m}$) avec couche mince de BST ($1,2\ \mu\text{m}$)

On observe une atténuation du facteur de transmission en fonction de la fréquence. En comparant la réponse du facteur de transmission de la couche mince de BST d'épaisseur $1,2\ \mu\text{m}$ à celle d'épaisseur $400\ \text{nm}$ (voir figure IV-15) on constate que l'atténuation du signal est plus accentuée lorsque la couche mince est moins épaisse. En revanche le facteur de réflexion de la couche mince de BST d'épaisseur $1,2\ \mu\text{m}$ est plus faible que celui de la couche mince de BST d'épaisseur $400\ \text{nm}$. Ainsi une épaisseur trop faible de BST aurait tendance à atténuer le signal transmit de notre dispositif sous test.

Les composantes réelle et imaginaire de la constante de propagation présentées à la figure IV-19 sont obtenues à partir des paramètres S mesurés précédemment. Les résultats obtenus sont également linéaires en fonction de la fréquence.

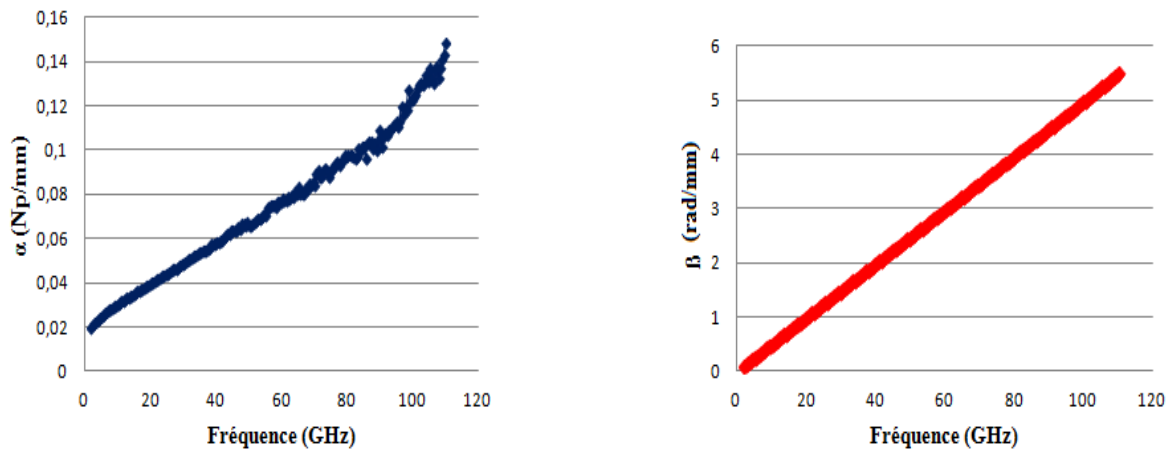


Figure IV-20 : Composantes réelle et imaginaire de la constante de propagation d'une ligne coplanaire ($W=60 \mu\text{m}$, $S= 28 \mu\text{m}$, $L= 11047 \mu\text{m}$) avec couche mince de BST ($1,2 \mu\text{m}$)

La permittivité effective de notre dispositif sous test présentée en figure IV-21 décroît avant de se stabiliser légèrement à partir de 20 GHz sur toute la bande de fréquence. Cependant cette fois ci, on constate que la permittivité effective de notre hétérostructure est plus proche de la valeur théorique de la permittivité effective du substrat d'Alumine seul ($\epsilon_{\text{reff}} = 5,45$).

En effet on note une permittivité effective de 6,77 à 2 GHz et 5,62 à 50 GHz, ces valeurs montrent que la couche mince de BST d'épaisseur $1,2 \mu\text{m}$ apparaît presque comme étant « transparente » lors de l'extraction de la permittivité effective de notre dispositif sous test.

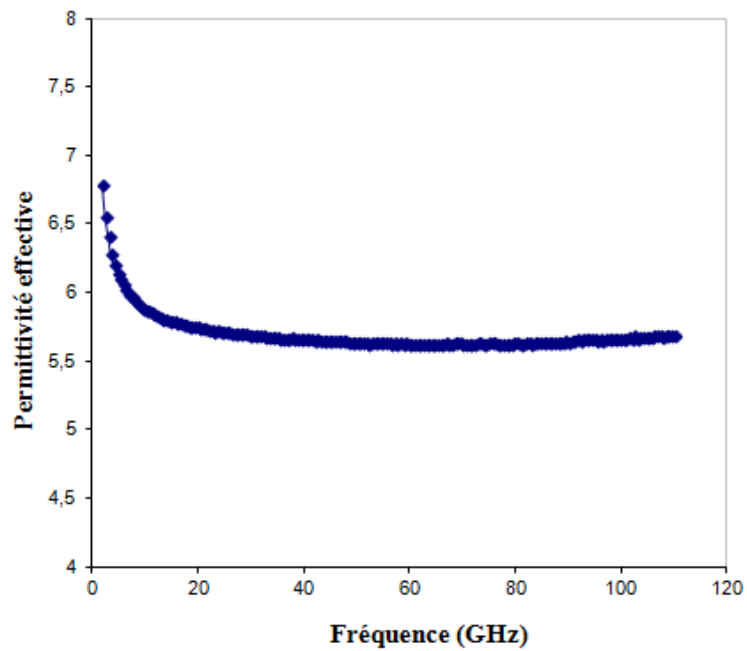


Figure IV-21 : *Permittivité effective d'une couche mince de BST (1,2 μm)*

La permittivité relative de la couche mince de BST est déduite de la permittivité effective et les pertes tangentiellees sont obtenues grâce aux composantes réelle et imaginaire de la permittivité relative. Les figures IV-22 et IV-23 présentent les résultats de la caractérisation électromagnétique de la couche mince de BST d'épaisseur 1,2 μm (module de la permittivité relative et pertes tangentiellees).

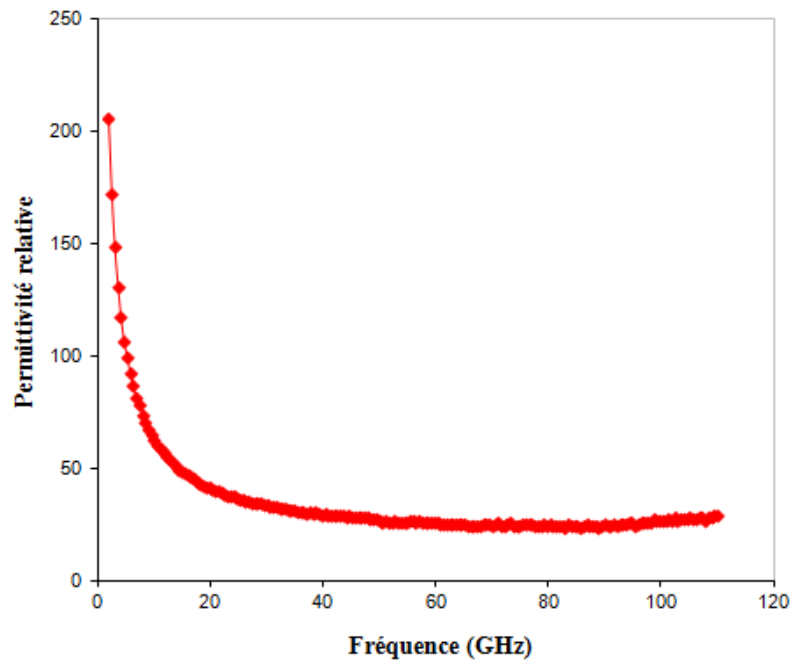


Figure IV-22 : *Permittivité relative d'une couche mince de BST (1,2 μm)*

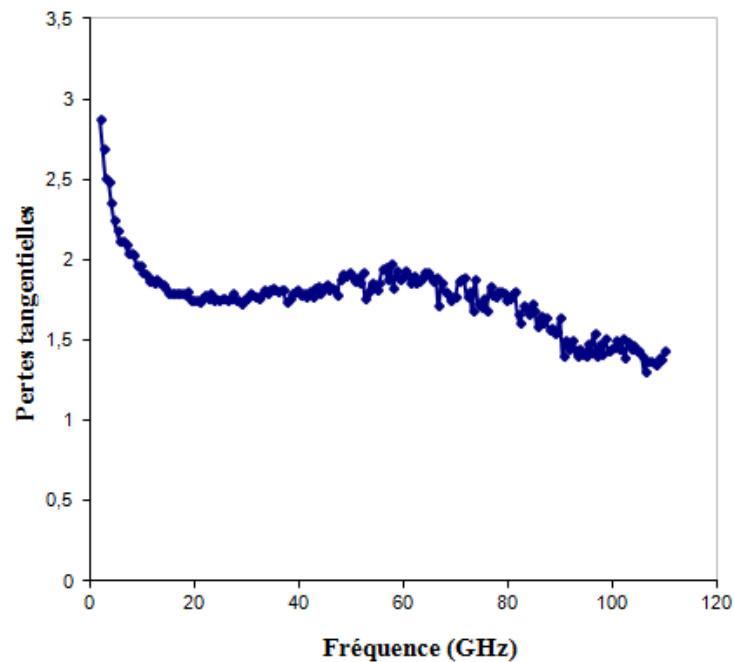


Figure IV-23 : *Pertes tangentielles d'une couche mince de BST (1,2 μm)*

On constate la même décroissance observée à la figure IV-17 pour la permittivité relative entre 2 GHz et 20 GHz passant de 205 à 27. Cependant les valeurs obtenues à la figure IV-23 sont largement inférieures à celles obtenues pour la couche mince de BST d'épaisseur 400

nm. En ce qui concerne les pertes tangentielles, les valeurs obtenues sont extrêmement élevées, et à ce stade, l'épaisseur de 1,2 μm de BST ne peut plus être considérée comme une couche mince dont les propriétés électromagnétiques peuvent être considérées comme de bons candidats pour la fabrication de composants accordables en fréquence. Une solution alternative à l'obtention de couches minces avec de fortes permittivités serait donc des dépôts de faibles épaisseurs.

Notre étude des propriétés électromagnétiques du BST en fonction de l'épaisseur des couches minces montre que la permittivité diélectrique diminue en fonction de l'augmentation de l'épaisseur tandis que les pertes tangentielles augmentent. Cela peut être lié aux caractéristiques microstructurales des couches minces. En effet, comme nous l'avons vu en section 1.3, la DRX donne des informations sur la microstructure de l'échantillon et ces informations influent sur les propriétés électromagnétiques du matériau. Une étude a montré qu'au-delà d'une épaisseur de 1 μm , les films perdent leur texture et deviennent polycristallin [IV-18]. Le fait que le film mince soit polycristallin implique des orientations multiples dans le matériau d'où l'apparition de polarisations diverses au niveau des grains du matériau. Une autre étude menée par V. Laur *et al* a montré que plusieurs paramètres peuvent influencer la variation de la permittivité du KTN (ferroélectrique), dont l'épaisseur [IV-15] :

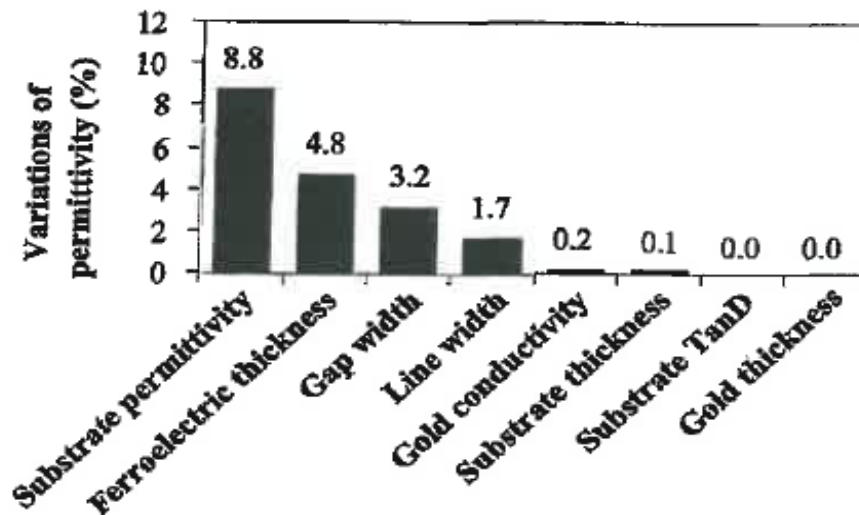


Figure IV-24 : Influence des paramètres géométriques et physiques sur la permittivité du KTN [IV-15]

La figure IV-24 montre que plusieurs paramètres peuvent influencer la variation de la permittivité dont la permittivité du substrat et l'épaisseur du matériau ferroélectrique.

En effet la permittivité du ferroélectrique dépend aussi des propriétés inhérentes du substrat sur lequel il est déposé.

Mais aussi dans cette même étude, les auteurs font référence à la décroissance de la permittivité en fonction de l'augmentation de l'épaisseur de la couche mince. La figure IV-25 ci-dessous illustre cette variation.

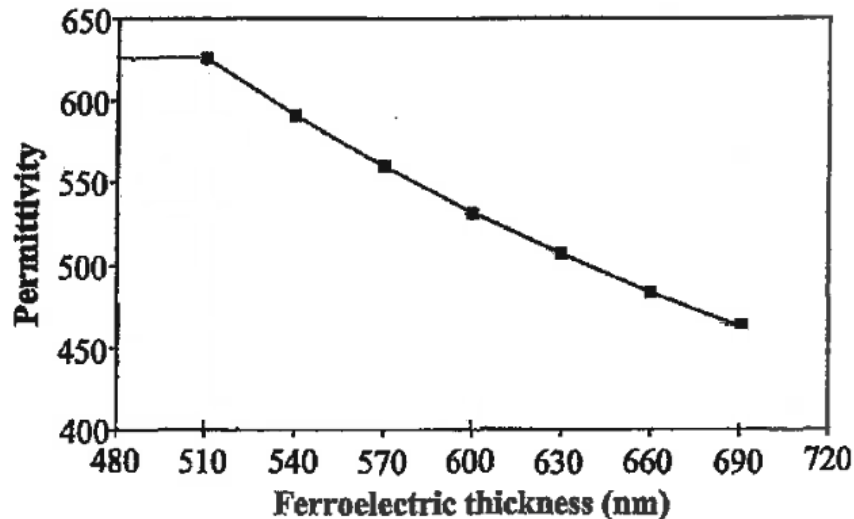


Figure IV-25 : Evolution de la permittivité du KTN déposé sur Saphir pour différentes épaisseurs [IV-15].

Ces résultats (figures IV-24 et IV-25) permettent de valider la cohérence obtenue avec la caractérisation des couches minces de BST de différentes épaisseurs. Ainsi, suivant l'épaisseur déposée, les matériaux ferroélectriques posséderaient une permittivité relative différente. Cette dernière aurait tendance à diminuer lorsque l'épaisseur de ferroélectrique augmente.

Le BST représente le matériau qui à lui seul à fait le plus l'objet de travaux sur les matériaux ferroélectriques, cependant il est très difficile de faire une comparaison entre les différents résultats obtenus dans la littérature. En effet les différentes techniques de dépôts, les conditions, la nature du substrat, les méthodes de caractérisation influence énormément les propriétés électromagnétiques du matériau ferroélectrique.

Le tableau ci-dessous présente les valeurs de permittivité trouvées pour le BST dans la littérature suivant les méthodes de caractérisation les plus utilisées : CPW⁶ (la ligne coplanaire) et IDC⁷ (le condensateur interdigité) :

Matériaux	Méthodes	Permittivité relative	Bande de fréquence	Tension appliquée	Références
Ba_{0,5}Sr_{0,5}TiO₃ (1 μm)	➤ CPW ➤ IDC	600 ➔ 400 530 ➔ 500	50 MHz – 26 GHz 50 MHz – 5 GHz		[IV-16]
Ba_{0,5}Sr_{0,5}TiO₃ (400 nm)	➤ CPW ➤ IDC	700 ➔ 550 500 ➔ 650 450 ➔ 500	2 GHz – 18 GHz 1 GHz – 6 GHz	0 V 35 V	[IV-19]
Ba_{0,6}Sr_{0,4}TiO₃ (350 nm)	➤ IDC	400 ➔ 100		0 – 24 V	[IV-11]
Ba_{0,3}Sr_{0,7}TiO₃ (400 nm)	➤ CPW	300 ➔ 290 (0 KV/cm) 200 ➔ 190 (300 KV/cm)	16 GHz – 60 GHz		[IV-20]
Ba_{0,05}Sr_{0,95}TiO₃ (300 nm)	➤ CPW ➤ IDC	420 ➔ 450 450 ➔ 470	25 GHz (T ∈ 10 K ➔ 80 K)	0 – 30 V	[IV-21]

Tableau IV-1 : Permittivité du BST obtenue selon différentes techniques de caractérisations.

Ce tableau nous montre qu'il devient impossible de donner une incertitude associée à un matériau ferroélectrique type. Car en effet la permittivité du matériau ferroélectrique notamment ici le BST varie selon son épaisseur, sa stœchiométrie, la méthode utilisée pour son extraction, etc...

L'incertitude proposée sera donc fonction de la microstructure propre du matériau et de la méthode de caractérisation utilisée. Ainsi les matériaux ferroélectriques de par leur

⁶ Coplanar Waveguide

⁷ InterDigital Capacitor

complexité possèdent un caractère rendant leur caractérisation métrologique extrêmement délicate.

Dans la suite nous allons présenter le résultat des incertitudes associées à la permittivité d'une couche mince de BST d'épaisseur 400 nm intégrée dans une ligne coplanaire. Les paramètres qui ont été pris en compte pour ce calcul sont les incertitudes liées aux dimensions géométriques de la ligne coplanaire, celle de l'épaisseur de la couche mince ferroélectrique et celle de l'épaisseur de la métallisation en or. Les résultats de la permittivité relative du BST présentent des incertitudes de mesures relativement faibles sur toute la bande de fréquence, la plus grande valeur sur l'incertitude de mesure se situe en basse fréquence aux alentours de 2 GHz où l'on a une incertitude de 8,82. Au-delà des basses fréquences l'incertitude de mesure reste faible sur le résultat de la permittivité relative de la couche mince de BST avec une incertitude de mesure qui varie de 3,49 à 4,59 entre 10 GHz et 110 GHz.

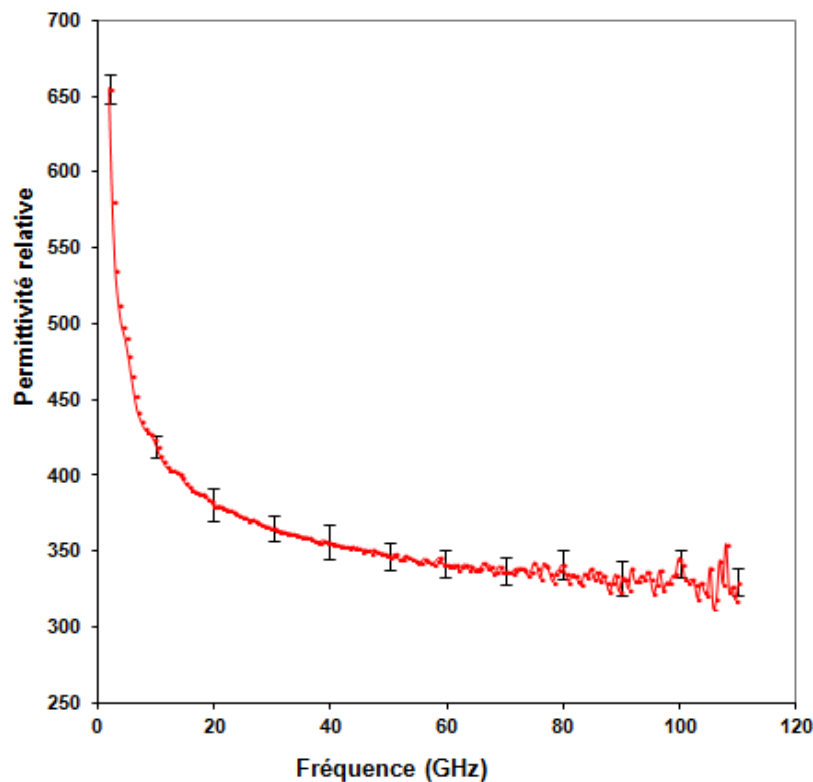


Figure IV-26 : *Permittivité d'une couche mince de BST (400 nm) et son incertitude associée*

3.3 Caractérisation de couches minces de Titanate Zirconate de Plomb (PZT)

Nous allons également caractériser une couche mince de PZT intégrée dans une ligne coplanaire sur substrat d'Alumine possédant les mêmes dimensions géométriques que le substrat d'Alumine caractérisé dans le chapitre II. Les couches minces de PZT ont été déposées par l'Institut d'Electronique de Microélectronique et de Nanotechnologies (IEMN) de Lille.

- PZT sur substrat d'alumine avec une épaisseur de 400 nm

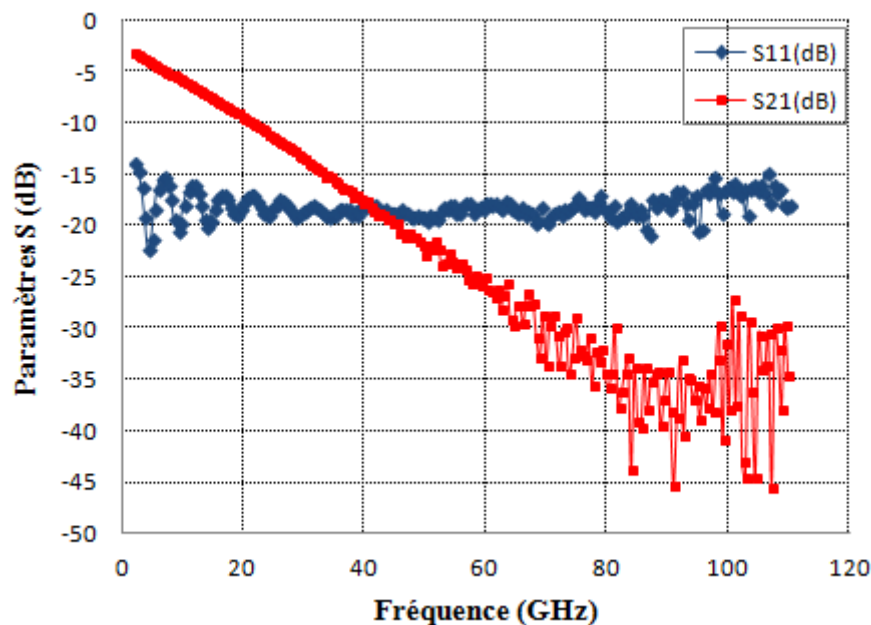


Figure IV-27 : Paramètres S mesurés d'une ligne coplanaire ($W=60\ \mu\text{m}$, $S=28\ \mu\text{m}$, $L=11047\ \mu\text{m}$) avec couche mince de PZT (400 nm)

Les paramètres de transmission et de réflexion mesurés de la ligne coplanaire intégrant la couche mince de PZT d'épaisseur 400 nm présentent aussi un croisement comme pour la ligne coplanaire avec la couche mince de BST (400 nm). On constate également que la réponse du facteur de transmission est bruitée au-delà de 70 GHz.

La figure IV-28 ci-dessous présente les parties réelle et imaginaire de la constante de propagation qui est déduite des paramètres S mesurés de notre dispositif sous test. La constante d'atténuation et la constante de phase présentent des réponses linéaires.

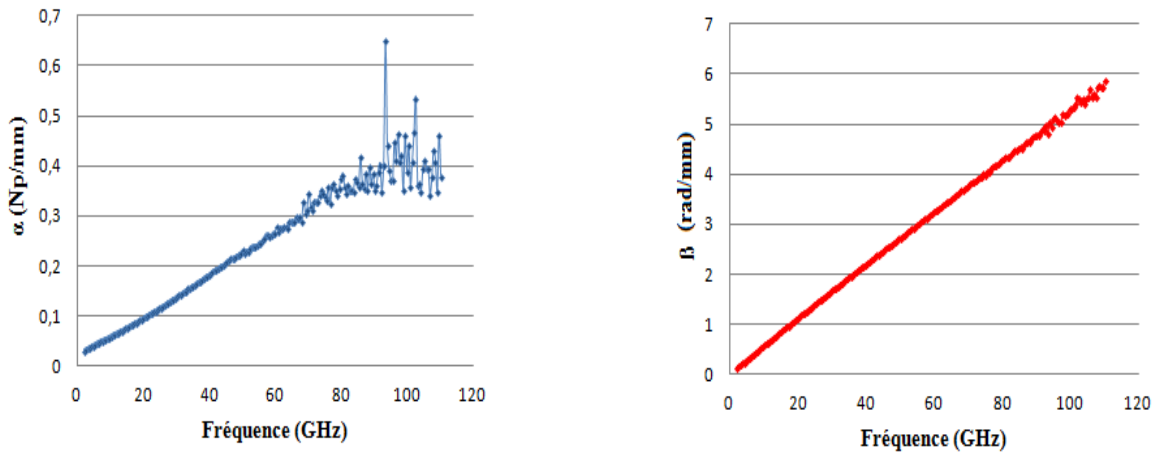


Figure IV-28 : Composantes réelle et imaginaire de la constante de propagation d'une ligne coplanaire ($W=60 \mu\text{m}$, $S=28 \mu\text{m}$, $L=11047 \mu\text{m}$) avec couche mince de PZT (400 nm)

La figure ci-dessous illustre la permittivité effective d'une couche mince de PZT d'épaisseur 400 nm :

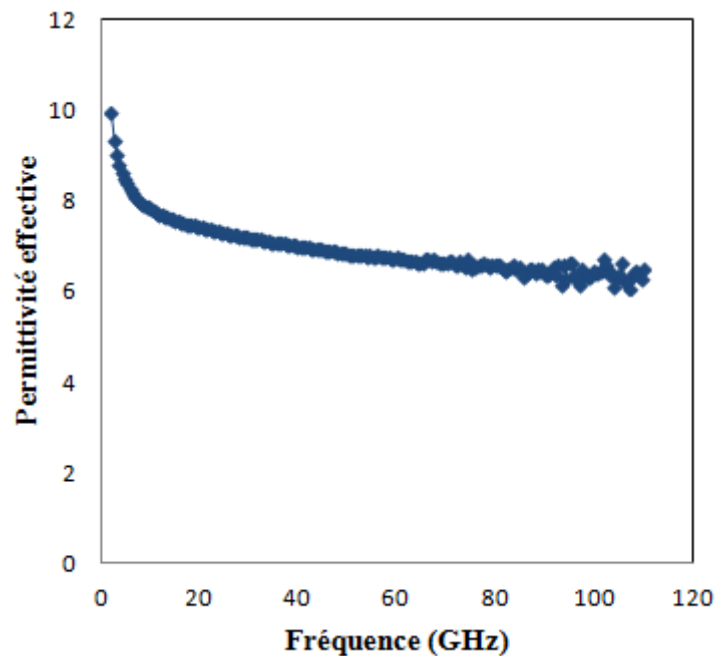


Figure IV-29 : Permittivité effective d'une couche mince de PZT (400 nm)

Comme constaté avec la couche mince de BST d'épaisseur 400 nm, la permittivité effective du PZT d'épaisseur 400 nm semble être plus proche de la permittivité relative du substrat d'Alumine.

A partir de la permittivité effective, la permittivité relative de la couche mince est extraite puis les pertes tangentielles sont déduites de l'expression de cette dernière. Le module de la permittivité relative et les pertes tangentielles de la couche mince de PZT d'épaisseur 400 nm sont présentés aux figures IV-30 et IV-31.

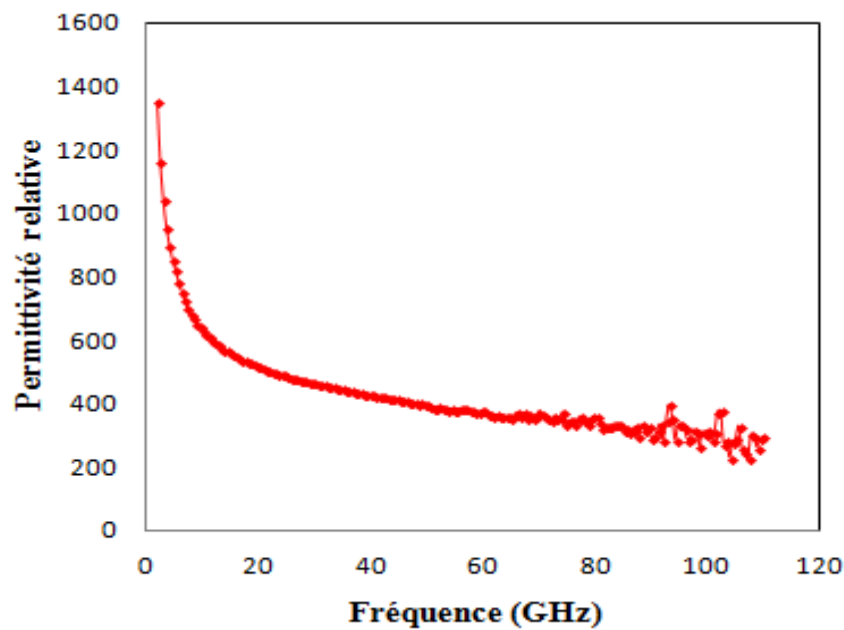


Figure IV-30 : *Permittivité relative d'une couche mince de PZT (400 nm)*

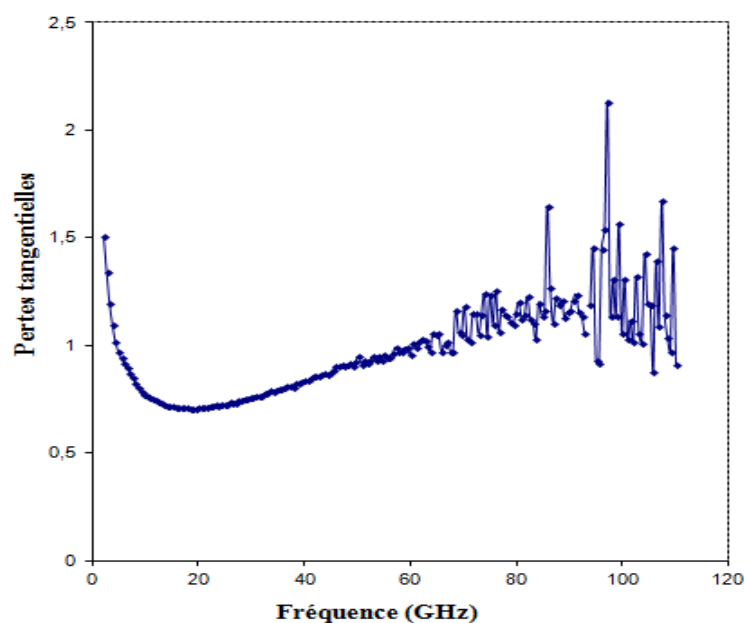


Figure IV-31 : *Pertes tangentielles d'une couche mince de PZT (400 nm)*

En ce qui concerne la permittivité relative du PZT d'épaisseur 400 nm, on observe également la décroissance « rapide » en basses fréquence (entre 2 GHz et 20 GHz) qui démontre les limites de notre méthodes dans les basses fréquences. Ainsi on constate une permittivité présentant de grandes valeurs qui varient de 1350 à 200 entre 2 GHz et 110 GHz.

Certes, la permittivité observée pour la couche mince de PZT reste élevée mais le résultat des pertes tangentielles (figure IV-31) de ce dernier est également élevé avec des pertes qui varient de 1,5 à 1,3 entre 2 GHz et 110 GHz.

3.4 Optimisation du dispositif sous test avec couche mince de PZT

Afin de vérifier si le changement de substrat entre l'étalonnage de l'analyseur de réseau et la mesure de notre dispositif sous test peut engendrer des erreurs lors de la mesure, une optimisation de l'ensemble a été effectuée : il s'agit de regrouper le kit d'étalonnage et le dispositif sous test sur le même substrat.

Selon R.Kaiser et D.Williams [IV-22], les principales sources d'erreurs lors d'une procédure d'étalonnage multiligne TRL sur une ligne coplanaire sont essentiellement liées à l'asymétrie des courts-circuits, la variation de la longueur des lignes et la largeur du conducteur central, l'erreur dans la capacité utilisée pour déterminer l'impédance de référence, la variation de l'épaisseur du métal et/ou de la résistivité. Nous allons comparer les résultats obtenus selon que le dispositif sous test soit sur le même substrat que le kit d'étalonnage multiligne TRL ou pas, afin de voir s'il existe une altération du résultat.

La figure ci-dessous présente la nouvelle structure optimisée pour la caractérisation des couches minces ferroélectriques.

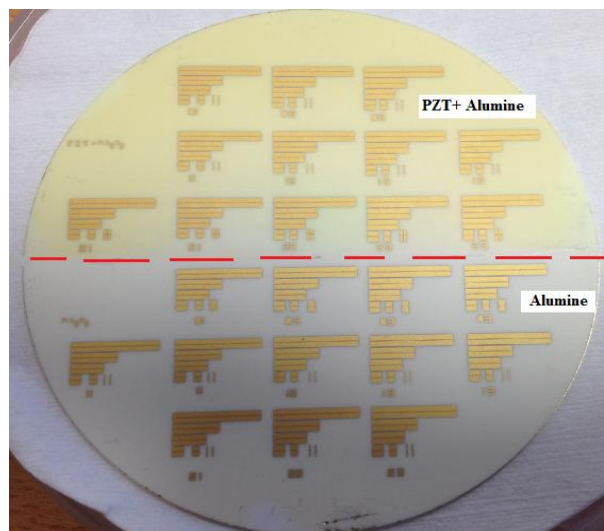


Figure IV-32 : Nouvelle structure optimisée du dispositif de caractérisation

La figure IV-33 ci-dessous présente le résultat des paramètres S corrigés d'une ligne coplanaire intégrant une couche mince de PZT avec la nouvelle structure optimisée. Le facteur de transmission S_{21} décroît en fonction de la fréquence avec une légère perturbation présentant des pics au-delà de 80 GHz, tandis que le facteur de réflexion présente des oscillations de faible amplitude.

On observe quasiment les mêmes résultats pour les facteurs de transmission et de réflexion pour la structure optimisée et pour les résultats de la figure IV-27 avec le même croisement à 40 GHz pour les facteurs de transmission et de réflexion. Les écarts observés sont de l'ordre de 0,002 dB à 2 GHz et 0,49 dB à 50 GHz entre les deux mesures.

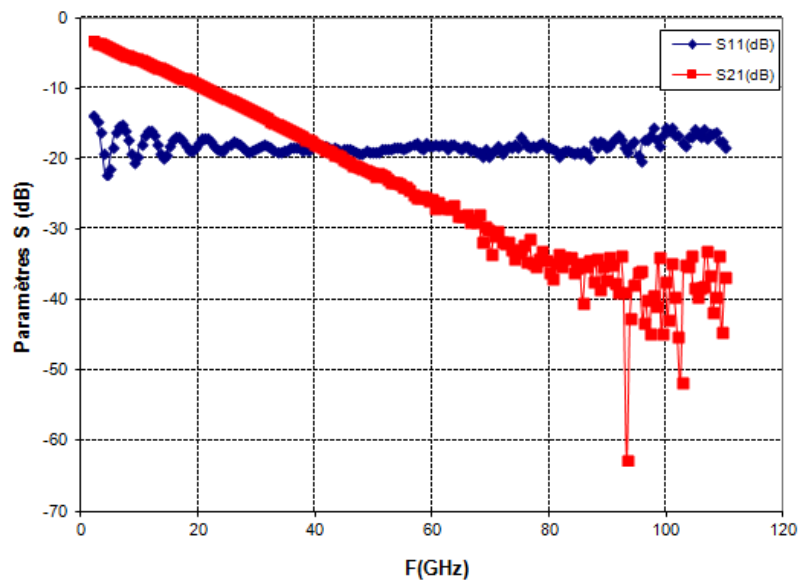


Figure IV-33 : Paramètres S d'une ligne coplanaire ($W= 60 \mu m$, $S= 28 \mu m$, $L= 11047 \mu m$) intégrant une couche mince de PZT (400 nm) avec la nouvelle structure optimisée

Une fois les paramètres S mesurés, la constante de propagation γ est déduite, permettant ainsi d'extraire la permittivité effective du dispositif sous test puis par la suite d'extraire la permittivité relative de la couche mince de PZT ainsi que ses pertes tangentielles.

Les figures ci-dessous illustrent le module de la permittivité relative et les pertes tangentielles de la couche mince de PZT obtenues avec les deux dispositifs.

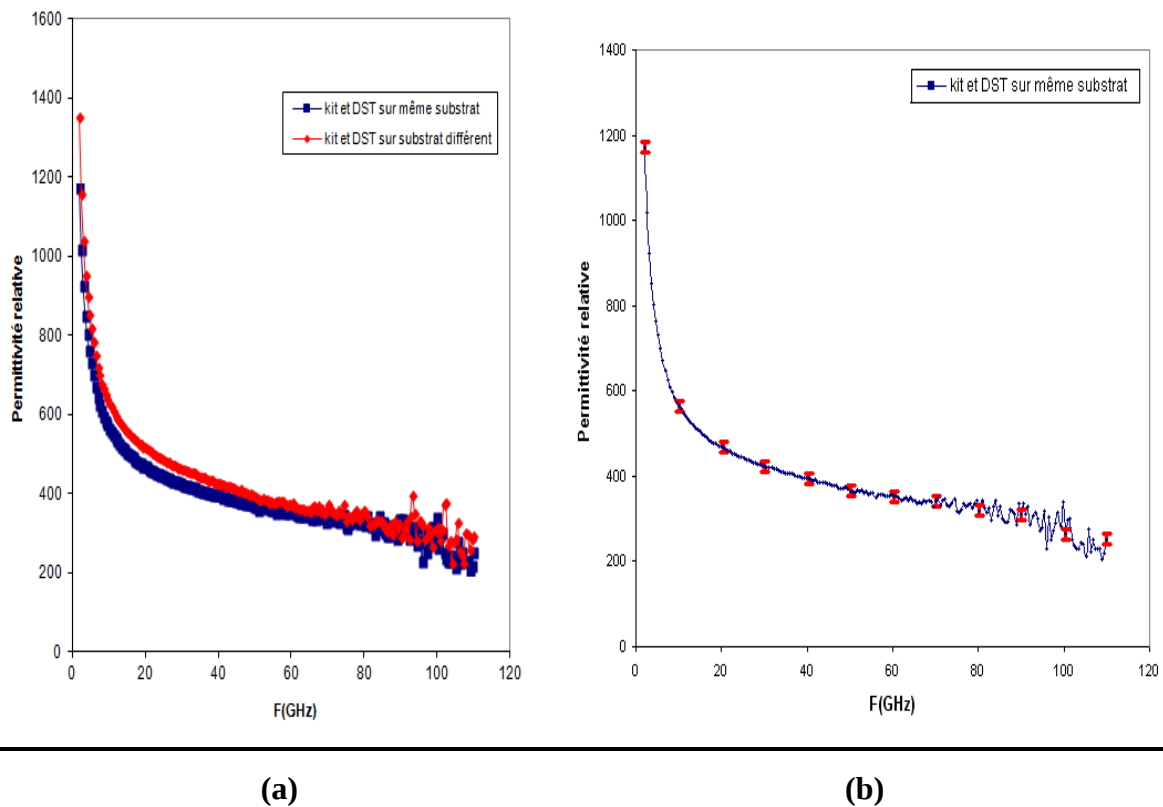


Figure IV-34 : *Permittivité relative d'une couche mince de PZT (400 nm) avec les deux dispositifs étudiés (a) et incertitude associée à la permittivité de la structure optimisée (b).*

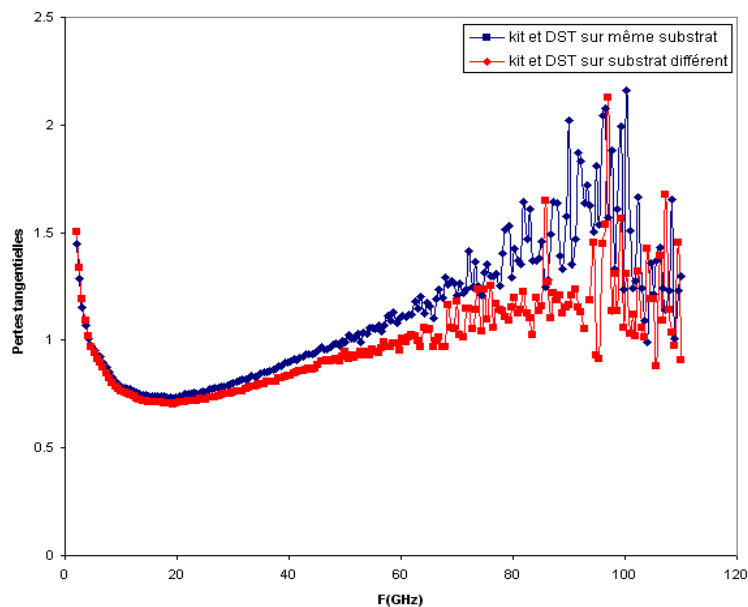


Figure IV-35 : *Pertes tangentielles d'une couche mince de PZT (400 nm) avec les deux dispositifs étudiés*

La caractérisation de la couche mince de PZT avec la nouvelle structure optimisée nous donne des valeurs de permittivité basses par rapport aux mesures effectuées avec l'ancien dispositif,

notamment pour le premier point de fréquence où l'on a une permittivité de 1171 à 2 GHz. Entre 10 GHz et 40 GHz on observe un écart entre les deux courbes. Au-delà les résultats se confondent sur toute la bande de fréquence. L'écart moyen sur les valeurs de permittivité obtenues sur toute la bande de fréquence est de l'ordre de 35,5. Même si l'écart des résultats de caractérisation entre les deux méthodes n'est pas conséquent, l'étalonnage sur le même substrat que le dispositif sous test reste la méthode la plus rigoureuse pour la caractérisation électromagnétique, impliquant ainsi des incertitudes de mesures plus faibles. Les incertitudes de mesure sur la permittivité relative de la couche mince de PZT sont relativement basses et constantes sur toute la bande de fréquence, ces dernières varient entre 6,17 et 6,24 entre 2 GHz et 110 GHz.

L'analyse et l'interprétation des pertes tangentielles présentées à la figure IV-35 sont beaucoup plus complexes. En effet l'un des inconvénients de la méthode destructive est qu'il est impossible d'opérer une mesure différentielle permettant de s'affranchir des pertes métalliques, des pertes par rayonnement et des pertes diélectriques. Les pertes tangentielles obtenues avec la structure optimisée sont supérieures à celles obtenues avec l'ancien dispositif à partir de 30 GHz, alors qu'aux basses fréquences les valeurs se recoupent. Plusieurs phénomènes peuvent affecter le résultat des pertes tangentielles de la couche mince ferroélectrique :

- Les erreurs aléatoires dues au rapport signal sur bruit de l'analyseur de réseau qui ne sont pas complètement supprimées par l'étalonnage multilinéaire TRL mais réduites.
- Les pertes par rayonnement et les pertes d'ondes de surfaces qui sont effectives aux hautes fréquences (> 100 GHz) [IV-23].
- Les pertes par conduction (métalliques) et les pertes diélectriques du substrat.
- L'effet de l'épaisseur de métallisation.

Au final l'optimisation du dispositif sous test abaisse très légèrement la permittivité relative de la couche mince, mais en contre partie les pertes obtenues sont élevées. Une perspective pour la suite serait de conserver la permittivité de la couche mince ferroélectrique et de pouvoir baisser ses pertes tangentielles.

Conclusion

Au terme de cette analyse sur la caractérisation des couches minces ferroélectriques, nous avons démontré le fort potentiel des propriétés électromagnétiques des matériaux ferroélectriques de BST et de PZT. Ainsi nous avons présenté les différentes étapes de synthèses des cibles ferroélectriques, les caractérisations physico-chimiques qui sont effectuées sur les couches telles que la diffraction des Rayons X pour une analyse de la microstructure, le microscope électronique à balayage pour le contraste topographique et le microscope à force atomique pour évaluer la taille du grain du matériau, les mesures diélectriques qui sont aussi effectuées sur la couche mince en DC nous permettant d'avoir des informations sur les propriétés électromagnétiques et enfin nous avons présenté les résultats de l'extraction de la permittivité et des pertes tangentielles des couches minces de BST et de PZT. L'accent a été mis sur deux paramètres afin d'observer leur influence sur les paramètres électromagnétiques de la couche mince ferroélectrique. Dans un premier temps, la caractérisation a été effectuée sur des couches minces de BST d'épaisseurs différentes et il a été démontré que les films de plus faible épaisseur présentaient de meilleures performances. Dans un second temps, des caractérisations ont été effectuées avec un analyseur de réseau étalonné soit avec un kit sur un substrat d'alumine caractérisé précédemment (voir chapitre II) soit sur un kit présent sur le même substrat que notre dispositif sous test ; les écarts constatés entre les deux mesures ne sont pas élevés mais la seconde méthode reste néanmoins la plus rigoureuse. Les résultats obtenus dans ce chapitre présentent des valeurs de permittivités élevées avec de faibles incertitudes, ce qui peut être intéressant d'un point de vue industriel, le seul point bloquant concerne les pertes élevées notamment celles du PZT qui peuvent rendre difficile la réalisation de dispositifs hyperfréquence. Le caractère unique des ferroélectriques qui résulte de leurs valeurs permittivité, de l'interdépendance entre leurs microstructures et les performances de la couche mince, de leurs épaisseurs, font que leur caractérisation aux fréquences micro-ondes soit complexe. Des études sur les voies d'abaissement des pertes des ferroélectriques soit par dopage par des métaux ou des diélectriques, soit par empilement avec du SiO_2 sont en cours de recherche [IV-27].

Bibliographie du Chapitre IV

[IV-1] Y. Poplavko, Y. Prokopenko, V. Molchanov, V. Kazmirenko, « Ferroelectrics Study at Microwaves », www.intechopen.com (Juin 2014).

[IV-2] P. Queffelec, V. Laur, A. Chevalier, J. Le Floch, D. Passerieux, D. Cros, V. Mandrangeas, A. Le Febvrier, S. Deputier, M. Guilloux-Viry, G. Houzet, T. Lacrevez, C. Bemon, B. Fléchet, « Intercomparison of permittivity measurement techniques for ferroelectric thin layers », *Journal of Applied Physics* 115, 024103, DOI : 10.1063/1.4858388, 2014.

[IV-3] A. Aydi, « Elaboration et caractérisation diélectrique de céramiques ferroélectriques et/ou relaxeur de formule $\text{MSnO}_3\text{-NaNbO}_3$ (M=Ba, Ca) », thèse de l'Université de Bordeaux, Mars 2005.

[IV-4] E. Defäy, « Dielectriques ferroélectriques intégrés sur silicium », EGEM électronique et microélectronique, Lavoisier, 2011, p136.

[IV-5] R. Riley, « Bragg's law for X-Ray crystal diffraction », *Physics Education*, Vol.5, N0.6, DOI : 10.1088/0031-9120/5/6/113, November 1970.

[IV-6] H. Paqueton, J. Ruste, « Microscopie électronique à balayage – Principe et équipement », *Techniques de l'Ingénieur*, 2006.

[IV-7] F. Charlot, P. Jonnard, « Les interactions électrons-matière », *Microscopie électronique à balayage et Microanalyses*, pp13-60, EDP Sciences 2008.

[IV-8] S. Ducourtieux, B. Poyet, « Le microscope à force atomique métrologique », *Techniques de l'Ingénieur*, Août 2013.

[IV-9] J.C. Rivoal, « Microscopie à force atomique (AFM) », *Techniques de l'Ingénieur*, Juin 2005.

[IV-10] B. Poyet, « Conception d'un microscope à force atomique métrologique », thèse de l'Université de Versailles Saint-Quentin -en -Yvelines, Juillet 2010.

- [IV-11] H. El-Shaarawy, S. Pacchini, B. Ouagague, S. Payan, A. Rousseau, M. Maglione, R. Plana, « Characterization of ferroelectrics $\text{Ba}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{TiO}_3$ thin films on different substrates for reconfigurable microwave application », Proceedings of the 40th European Microwave Conference, September 2010, Paris, France.
- [IV-12] M.Tsuji, S. Tsuda, T. Nishikawa, K. Wakino, T. Kitazawa, « Evaluation method of high permittivity materials in microwave region using coplanar waveguide », Electronics and Communications in Japan, Part 2, Vol.90, N0.3, pp. 339-346, 2007.
- [IV-13] Spartak Gevorgian , “Ferroelectrics in Microwave Devices,Circuits and Systems”, Springer, 2009.
- [IV-14] K.Gupta,R.Garg, I.Bahl, P.Bhartia, “Microstrip lines and slotlines”, 2nd ed.Boston,MA: Artech House, 1998, ch..7.
- [IV-15] V. Laur, G. Tanné, P. Laurent, A. Rousseau, V. Bouquet, M. Guilloux-Viry, F. Huret, « KTN dielectric Properties at Microwave frequencies : Substrate influence », Ferroelectrics, Vol.353, Issue 1, 2007.
- [IV-16] Z. Wang, J. Liu, L. Liu, « Permittivity measurement of $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{TiO}_3$ ferroelectric thin films on multilayered silicon substrates », IEEE transaction on Instrumentation and Measurement, Vol.55, N0.1, Feb.2006.
- [IV-17] G. Houzet, L. Burgnies, G. Velu, J.C. Carru, D. Lippens, « Dispersion and Loss of ferroelctric $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{TiO}_3$ thin films up to 110 GHz », Applied Physics Letter 93, 053507, DOI : 10.1063/1.2969469, 2008.
- [IV-18] S.Liebus, « Couches minces ferroélectriques appliquées aux dispositifs microondes accordables en fréquence », thèse de l'Université de Limoges, 2003.

- [IV-19] M. Ouaddari, S. Delprat, F. Vidal, M. Chaker, K. Wu, « Microwave characterization of ferroelectric thin film materials », IEEE transactions on Microwave Theory and Techniques, Vol.53, N0.4, April 2005.
- [IV-20] F. Ponchel, J-F. L  gier, C. Soyer, D. R  miens, J. Midy, T. Lasri, G. Gu  g  n, « Rigorous extraction tunability of Si-integrated Ba_{0.3} Sr_{0.7} TiO₃ thin film up to 60 GHz », Applied Physics Letters 96, 252906, DOI : 10.1063/1.3454772,2010.
- [IV-21] P.Suherman, T. Jackson, M. Lancaster, « Comparison of techniques for microwave characterization of BST thin films », IEEE transaction on Instrumentation and Measurement, Vol.55, N0.2, Feb.2007.
- [IV-22] R.Kaiser, D.Willams, « Sources of error in coplanar waveguide TRL calibrations », Publication of the National Institute of Standards and Technology, www.nist.gov.
- [IV-23] Kassem.H, V. Vigneras, G. Lunet , « Non destructive dielectric characterization of thin ferroelectric films materials using coplanar line structure », Integrated Ferroelectrics, Vol.94, pp.82-93, 2007.
- [IV-24] Cours Hyperfr  quences, Chapitre I : Les ondes Hyperfr  quences, Pr.P. Chevalier, Polytech'Lille, 1999.
- [IV-25] www.mssmat.ecp.fr (Mai 2014).
- [IV-26] www3.physik.uni-greifswald.de (Mai 2014).
- [IV-27] V. Reymond, D. Michau, S. Payan, M. Maglione, « Improving the dielectric losses of (Ba,Sr)TiO₃ thin films using a SiO₂ buffer layer », *Ceram. Int.* 30 (7), p. 1085-1087, 2004.
- [IV-28] K. Chong, L. Kong, L. Cheng, L. Yan, C. Tan, T. Yang, C. Ong, T. Osipowik, « Improvement of dielectric loss tangent of Al₂O₃ doped Ba_{0.5}Sr_{0.5}TiO₃ thin films for tunable microwave devices », Journal of Applied Physics, Vol.95, number 3, February 2004.

Conclusions et Perspectives

Conclusions et Perspectives

Le principal objectif de cette thèse était dans un premier temps de caractériser des matériaux ferroélectriques en couches minces afin d'extraire leurs propriétés électromagnétiques, puis de calculer les incertitudes de mesures associées à ces propriétés électromagnétiques.

Dans le premier chapitre un état de l'art sur les différentes techniques de caractérisations des matériaux montrant qu'il existe quatre principales méthodes pour caractériser les matériaux a été mit en exergue. Ainsi nous retrouvons les méthodes résonantes connues pour leur exactitude mais mono-fréquence, les techniques en espace libre, les techniques capacitives et les méthodes en lignes de transmissions. La méthode retenue est celle utilisant une ligne de transmission : la ligne coplanaire (Coplanar Waveguide - CPW). La CPW un est dispositif facilement intégrable dans les dispositifs micro-ondes, de plus elle permet l'exécution d'une méthode simple de caractérisation large bande pour les matériaux en couche mince car elle devient une cellule de mesure intégrant directement le matériau à caractériser.

Le second chapitre a traité la caractérisation électromagnétique de substrats diélectriques faibles pertes : l'Alumine et le Quartz. Ce chapitre a permis la validation de notre algorithme développé sous MatLab basé en partie sur les équations de Heinrich et permettant l'extraction des propriétés électromagnétiques. Nous avons pu constater que l'algorithme de traitement pouvait extraire les propriétés électromagnétiques de matériaux dont les propriétés sont connues comme par exemple le Quartz et l'Alumine.

Le troisième chapitre a abordé les généralités sur les matériaux ferroélectriques en présentant les propriétés physiques et électriques d'un matériau ferroélectrique ainsi que les différentes techniques de dépôts des couches minces. Les matériaux ferroélectriques étudiés dans cette thèse ont aussi été présenté dans ce chapitre : il s'agit du Titanate de Baryum et de Strontium (BST) et du Titanate Zirconate de Plomb (PZT). Ces deux matériaux sont les structures

pérovskite les plus étudiées, leur intégration sous forme de couche mince constitue un véritable challenge pour l'industrie de la microélectronique.

Le dernier chapitre présente les caractérisations physico-chimiques effectuées sur les couches minces ferroélectriques ainsi que les résultats expérimentaux sur la caractérisation électromagnétiques des couches minces de BST et de PZT. Dans ce chapitre nous avons pu constater que l'épaisseur de la couche mince ferroélectrique avait une influence sur les propriétés électromagnétiques du matériau ferroélectrique, mais aussi le fait de faire la procédure d'étalonnage sur un substrat différent de celui où se trouve notre dispositif sous test pouvait altérer légèrement les résultats des propriétés électromagnétiques des couches minces. Nous avons aussi observé que nos couches minces ferroélectriques présentaient de bonnes performances avec de faibles incertitudes en ce qui concerne leurs permittivités relatives mais ces dernières présentent aussi des pertes assez élevées. Nous avons aussi constaté que la microstructure influait sur les propriétés diélectriques d'où l'importance de la caractérisation physico-chimique des couches minces.

Ainsi au terme de l'analyse menée dans ce travail de thèse, nous avons pu effectuer une caractérisation large bande de couches minces ferroélectriques, nous permettant de valider notre algorithme de traitement. Nous avons aussi pu démontrer le caractère le plus intéressant décrit chez les matériaux ferroélectriques à savoir leurs permittivités diélectriques qui peut atteindre des valeurs élevées. Le point le plus essentiel qui a été démontré est que la permittivité relative des couches minces ferroélectriques est fortement dépendante de son épaisseur, du substrat sur lequel il est déposé, de sa stœchiométrie, mais aussi de la technique de caractérisation utilisé, cela rendant sa traçabilité métrologique extrêmement délicate. A ce stade il devient difficile de donner une incertitude sur la permittivité d'un matériau ferroélectrique donné, mais l'incertitude sera donné suivant la technique de dépôt jusqu'à la caractérisation du matériau. Cela impliquera nécessairement l'établissement d'une chaîne de traçabilité allant des appareils utilisés pour les différents types de caractérisations (physico-chimiques, diélectriques...) jusqu'aux éléments utilisés pour la synthèse des matériaux ferroélectriques.

Il a aussi été montré que les couches minces de BST et de PZT possédaient des pertes tangentielles élevées, cette propriété peut s'avérer être un inconvénient majeur.

Des nouvelles voies d'amélioration de ces pertes en les abaissant ont été explorées [IV-27], [IV-28].

Ces voies d'abaissement des pertes diélectriques consistent soit à effectuer un dopage métallique ou un dopage diélectrique, soit à faire une hétérostructure multicouche où à faire une substitution partielle du Titane avec de l'étain notamment dans le cas du BST.

A terme, la traçabilité aux fréquences micro-ondes de ces nouveaux matériaux pourra par la suite accélérer la commercialisation de nouveaux produits tels que :

- Filtres résonant diélectrique accordable en fréquence pour les communications mobiles.
- Capteurs pour des applications de sécurité : les ferroélectriques pour les mémoires.
- Condensateurs multicouche et oscillateurs.
- Circuits électroniques basés sur des technologies coplanaires en couches minces.
- Antennes nanostructurées à petites échelles intégrées dans des émetteurs et des récepteurs.

ANNEXES

Annexe 1 : Passage des matrices S à T

La figure ci-dessous illustre les ondes incidentes et réfléchies d'un quadripôle.



Figure A.1 : Ondes incidentes et réfléchies d'un quadripôle

Dans cette configuration les relations entre les ondes incidentes et réfléchies sont décrites comme suit :

$$\begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} \equiv [b] = [S] \cdot [a] \quad (1)$$

La matrice T est reliée avec les couples tension-courant en entrée et en sortie du quadripôle, les relations entre courants et tensions sont décrites par la relation matricielle suivante:

$$\begin{pmatrix} V_1 \\ I_1 \end{pmatrix} = [T] \begin{pmatrix} V_2 \\ I_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} T_{11} & T_{12} \\ T_{21} & T_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} V_2 \\ I_2 \end{pmatrix} \quad (2)$$

$$\text{Avec } \begin{cases} V_1 = a_1 + b_1 & \text{et} & V_2 = a_2 + b_2 \\ I_1 = a_1 - b_1 & & I_2 = b_2 - a_2 \end{cases} \quad (3)$$

Les paramètres a_1 , b_1 , a_2 , b_2 représentent les ondes incidentes et réfléchies du quadripôle illustré en figure A.1.

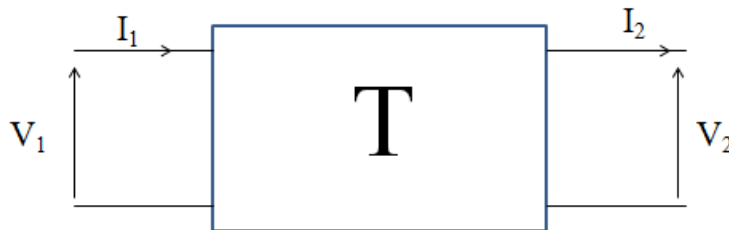


Figure A.2 : Couples Tension/courant en entrée et en sortie d'un quadripôle

Les équations décrites en (3) peuvent être réécrites de la manière suivante :

$$\begin{cases} \begin{pmatrix} V_1 \\ I_1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ -1 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 1 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} & (3) \\ \begin{pmatrix} V_2 \\ I_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 1 \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} 0 & 1 \\ 0 & -1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} & (4) \end{cases}$$

Ainsi l'équation (2) devient :

$$\begin{pmatrix} 1 & 0 \\ -1 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 1 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} T_{11} & T_{12} \\ T_{21} & T_{22} \end{pmatrix} \cdot \left[\begin{pmatrix} 0 & 1 \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} 0 & 1 \\ 0 & -1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} \right]$$

D'une façon plus simplifiée on a :

$$\begin{pmatrix} 1 & -T_{11} - T_{12} \\ -1 & -T_{21} - T_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -1 & T_{11} - T_{12} \\ -1 & T_{21} - T_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} \quad (5)$$

Posons $X = \begin{pmatrix} 1 & -T_{11} - T_{12} \\ -1 & -T_{21} - T_{22} \end{pmatrix}$, le déterminant et la comatrice de X sont donnés par les équations suivantes :

$$\Delta X = -T_{21} - T_{22} - T_{11} - T_{12} \text{ et } \text{comat}(X) = \begin{pmatrix} -T_{21} - T_{22} & T_{11} + T_{12} \\ 1 & 1 \end{pmatrix}$$

Ainsi nous pouvons écrire l'expression suivante :

$$X^{-1} = \begin{pmatrix} \frac{T_{21} + T_{22}}{T_{21} + T_{22} + T_{11} + T_{12}} & \frac{-T_{11} - T_{22}}{T_{21} + T_{22} + T_{11} + T_{12}} \\ \frac{-1}{T_{21} + T_{22} + T_{11} + T_{12}} & \frac{-1}{T_{21} + T_{22} + T_{11} + T_{12}} \end{pmatrix}$$

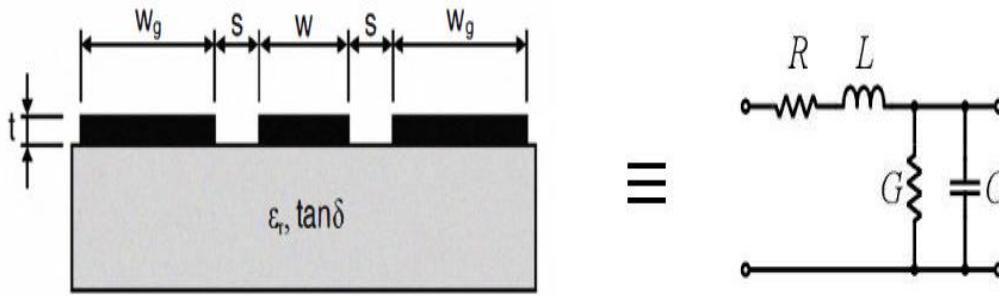
$$\begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} = X^{-1} \begin{pmatrix} -1 & T_{11} - T_{12} \\ -1 & T_{21} - T_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix}$$

Par analogie avec la relation matricielle (1) nous pouvons déduire l'expression de la matrice [S] :

$$[S] = \frac{1}{T_{21} + T_{22} + T_{11} + T_{12}} \begin{pmatrix} -T_{21} - T_{22} + T_{11} + T_{12} & 2(T_{11} - T_{12}T_{21}) \\ 2 & -T_{21} + T_{22} - T_{11} + T_{12} \end{pmatrix}$$

Annexe 2 : Calcul des paramètres R, L, C et G d'une ligne coplanaire

La ligne coplanaire correspond électriquement à un circuit R, L, C, G comme décrit sur la figure ci-dessous :



La connaissance de ces paramètres est essentielle pour l'extraction des propriétés électromagnétiques du substrat. Dans un premier temps nous allons définir les expressions de la capacité et de la conductance :

$$\begin{cases} C = 2\varepsilon_0 \cdot (F_{up} + \varepsilon_r \cdot F_{low}) \\ G = 2\omega\varepsilon_0\varepsilon_r \cdot \tan\delta_e \cdot F_{low} \end{cases}$$

Avec $F_{up} = F(t' = t)$

$$F_{low} = F(t' = 0) = \frac{K(k1)}{K'(k1)}$$

$$F(t') = \begin{cases} \frac{K(k1)}{K'(k1)} + p_{c0} \cdot \left\{ \frac{t'}{s} \cdot \left(p_{c1} - \ln \frac{2t'}{s} \right) + \left(\frac{t'}{s} \right)^2 \cdot \left(1 - \frac{3}{2}p_{c2} + p_{c2} \cdot \ln \frac{2t'}{s} \right) \right\} & \text{pour } t' \leq \frac{s}{2} \\ \frac{K(k1)}{K'(k1)} + \frac{p_{c0}}{8} \cdot (p_{c2} + 2) + \frac{t'}{s} & \text{pour } t' > \frac{s}{2} \end{cases}$$

Description des coefficients p_{ci} (avec $i=1 \dots 6$):

Soit les paramètres géométriques suivants : $a = \frac{w}{2}$, $b = \frac{w}{2} + s$, $t_H = \frac{t}{2}$

$$p_{c0} = \frac{b}{2a} \frac{1}{(K'(k_0))^2}$$

$$p_{c1} = 1 + \ln\left(\frac{8\pi a}{a+b}\right) + \frac{a}{a+b} \ln \frac{b}{a}$$

$$p_{c2} = p_{c1} - 2 \frac{a}{b} \cdot (K'(k_0))^2$$

$$p_{c3} = \frac{2b^2}{a(b+a)} \cdot \frac{E'(k_0)}{K'(k_0)}$$

$$p_{c4} = \frac{b-a}{b+a} \cdot \left[\ln\left(\frac{8\pi a}{a+b}\right) + \frac{a}{b} \right]$$

$$p_{c5} = \frac{b-a}{b+a} \cdot \ln 3$$

$$p_{c6} = \frac{b-a}{b+a} \cdot \ln\left(\frac{24\pi b(a+b)}{(b-a)^2}\right) - \frac{b}{b+a} \ln \frac{b}{a}$$

$K(k)$ est l'intégrale elliptique du 1^{er} ordre, $E(k)$ est l'intégrale elliptique du 2nd ordre.

$$K'(k) = K\left(\sqrt{1-k^2}\right)$$

$$E'(k) = E\left(\sqrt{1-k^2}\right)$$

➤ Calcul de la résistance R

La résistance totale de notre ligne coplanaire est équivalente à la somme de la résistance présente dans le conducteur central (R_c) et celle présente dans les plans de masse (R_g).

$$\mathbf{R} = \mathbf{R}_c + \mathbf{R}_g$$

$$R_c = \begin{cases} R_{c0} \cdot \left[1 + a_1^{(c)} \cdot \left(\frac{\omega}{\omega_{c1}} \right)^2 \right], & \text{pour } \omega \leq \omega_{c1} \\ R_{c1} \cdot \left(\frac{\omega}{\omega_{c2}} \right)^{vc} \cdot \left[1 + a_2^{(c)} \cdot \left(\frac{\omega_{c1}}{\omega} \right)^2 + a_3^{(c)} \cdot \left(\frac{\omega}{\omega_{c2}} \right)^2 \right], & \text{pour } \omega_{c1} \leq \omega \leq \omega_{c2} \\ \sqrt{\frac{\omega \mu_0}{2\sigma}} \cdot \frac{F_L^{(c)}}{4F_0^2} \cdot \left[1 + a_4^{(c)} \cdot \left(\frac{\omega_{c2}}{\omega} \right)^2 \right], & \text{pour } \omega \geq \omega_{c2} \end{cases}$$

$$\text{Avec } R_{c0} = \frac{1}{\sigma \omega t}$$

$$R_{c1} = \sqrt{\frac{\omega_{c2}\mu_0}{2\sigma}} \cdot \frac{F_L^{(c)}}{4F_0^2}$$

$$\omega_{c1} = \sqrt{2} \cdot \frac{4}{\mu_0 \sigma t \omega}$$

$$\omega_{c2} = \frac{8}{\mu_0 \sigma} \cdot \left(\frac{\omega + t}{\omega t}\right)^2$$

$$F_L^{(c)} = \begin{cases} \frac{p_{c0}}{s} \cdot \left\{ + \frac{t_H}{s} \cdot \left[p_{c1} p_{c3} - p_{c2} - \frac{b}{a} p_{c4} + p_{c5} + \left(p_{c2} - p_{c3} + \frac{b}{a} - 1 - p_{c5} \right) \cdot \ln \frac{2t_H}{s} \right] \right. \\ \quad \left. + \left(\frac{t_H}{s} \right)^2 \cdot \left[p_{c3} \left(1 - \frac{3}{2} p_{c1} \right) + \frac{3}{2} p_{c1} - 2p_{c2} + 1 + \frac{3}{2} \frac{b}{a} p_{c4} - \frac{b}{a} \cdot \frac{b-a}{b+a} \right] \right. \\ \quad \left. + \left(2p_{c2} + p_{c1}(p_{c3} - 1) - \frac{b}{a} p_{c4} \right) \cdot \ln \frac{2t_H}{s} \right] \right\}, \text{ si } t_H \leq \frac{s}{2} \\ \left[\frac{1}{2s} + \frac{t_H}{s^2} + \frac{p_{c0}}{s} \cdot \left\{ \frac{\pi b}{a+b} + \frac{1}{2} p_{c6} + \frac{1}{8} \left[-p_{c1} + p_{c3}(p_{c1} + 2) - \frac{b}{a} p_{c4} - 2 \frac{a^2+b^2}{a(a+b)} \right] \right\} \right], \text{ ailleurs} \end{cases}$$

$$R_g = \begin{cases} R_{g0} \cdot \left[1 + a_1^{(g)} \cdot \left(\frac{\omega}{\omega_{g1}} \right)^2 \right], \text{ pour } \omega \leq \omega_{g1} \\ R_{g1} \cdot \left(\frac{\omega}{\omega_{g2}} \right)^{vg} \cdot \left[1 + a_2^{(g)} \cdot \left(\frac{\omega_{g1}}{\omega} \right)^2 + a_3^{(g)} \cdot \left(\frac{\omega}{\omega_{g2}} \right)^2 \right], \text{ pour } \omega_{g1} \leq \omega \leq \omega_{g2} \\ \sqrt{\frac{\omega \mu_0}{2\sigma}} \cdot \frac{F_L^{(g)}}{4F_0^2} \cdot \left[1 + a_4^{(g)} \cdot \left(\frac{\omega_{g2}}{\omega} \right)^2 \right], \text{ pour } \omega \geq \omega_{g2} \end{cases}$$

$$R_{g0} = \frac{1}{2\sigma \omega_g t}$$

$$R_{g1} = \sqrt{\frac{\omega_{g2}\mu_0}{2\sigma}} \cdot \frac{F_L^{(g)}}{4F_0^2}$$

$$\omega_{g1} = \frac{2}{\mu_0 \sigma t \omega_g}$$

$$\omega_{g2} = \frac{2}{\mu_0 \sigma} \cdot \left(\frac{2\omega_g + t}{\omega_g t} \right)^2$$

$$F_L^{(g)} = \begin{cases} \frac{p_{c0}}{s} \cdot \left\{ \begin{aligned} & \frac{1}{a+b} \cdot \left[\pi a + a \cdot \ln \left(\frac{8\pi b}{b-a} \right) + b \cdot \ln \left(\frac{b-a}{b+a} \right) - a \cdot \ln \frac{2t_H}{s} \right] \\ & + \frac{t_H}{s} \cdot \left[\frac{a}{b} p_{c1} p_{c3} + \left(1 - \frac{a}{b} \right) p_{c1} - p_{c2} - p_{c4} - p_{c5} + \left(-\frac{a}{b} p_{c3} + p_{c2} + \frac{a}{b} - 1 + p_{c5} \right) \cdot \ln \frac{2t_H}{s} \right] \\ & + \left(\frac{t_H}{s} \right)^2 \cdot \left[\frac{a}{b} p_{c3} \left(1 - \frac{3}{2} p_{c1} \right) + \frac{3a}{2b} p_{c1} - 2p_{c2} + 2 - \frac{a}{b} + \frac{3}{2} p_{c4} - \frac{b-a}{b+a} \right] \\ & + \left(2p_{c2} + \frac{a}{b} p_{c1} (p_{c3} - 1) - p_{c4} \right) \cdot \ln \frac{2t_H}{s} \end{aligned} \right\}, \text{ si } t_H \leq \frac{s}{2} \\ \frac{1}{2s} + \frac{t_H}{s^2} + \frac{p_{c0}}{s} \cdot \left\{ \frac{\pi b}{a+b} + \frac{1}{2} p_{c6} + \frac{1}{8} \left[-p_{c1} + p_{c3} (p_{c1} + 2) - \frac{b}{a} p_{c4} - 2 \frac{a^2 + b^2}{a(a+b)} \right] \right\}, \text{ ailleurs} \end{cases}$$

➤ Calcul de l'inductance de la ligne coplanaire

$$L = \begin{cases} L_{DC0} \cdot \left[1 + a_0^{(L)} \cdot \left(\frac{\omega}{\omega_{L0}} \right)^2 \right] & \text{pour } \omega \leq \omega_{L0} \\ L_{e\infty} + L_{z1} \cdot \left(\frac{\omega}{\omega_{L1}} \right)^{v_{z1}} \cdot \left[1 + a_1^{(L)} \cdot \left(\frac{\omega_{L0}}{\omega} \right)^2 + a_2^{(L)} \cdot \left(\frac{\omega}{\omega_{L1}} \right)^2 \right] & \text{pour } \omega_{L0} \leq \omega \leq \omega_{L1} \\ L_{e\infty} + L_{z2} \cdot \left(\frac{\omega}{\omega_{L2}} \right)^{v_{z2}} \cdot \left[1 + a_3^{(L)} \cdot \left(\frac{\omega_{L1}}{\omega} \right)^2 + a_4^{(L)} \cdot \left(\frac{\omega}{\omega_{L2}} \right)^2 \right] & \text{pour } \omega_{L1} \leq \omega \leq \omega_{L2} \\ L_{e\infty} + \sqrt{\frac{\mu_0}{2\omega\sigma}} \cdot \frac{F_L^{(c)} + F_L^{(g)}}{4F_0^2} \cdot \left[1 + a_5^{(c)} \cdot \left(\frac{\omega_{L2}}{\omega} \right) \right] & \text{pour } \omega \geq \omega_{L2} \end{cases}$$

$$L_{DC0} = L_{DC}(\omega, \omega_g)$$

$$L_{DC}(\omega_1, \omega_2) = \frac{\mu_0}{8\pi} \cdot \left\{ \frac{4}{\omega_1^2} \cdot g_L(\omega_1) + \frac{1}{\omega_2^2} \cdot [g_L(\omega_1 + 2s) + g_L(\omega_1 + 2\omega_2 + 2s) + 2g_L(\omega_2) - 2g_L(\omega_1 + \omega_2 + 2s)] - \frac{4}{\omega_1 \omega_2} \cdot [g_L(\omega_1 + \omega_2 + s) - g_L(\omega_1 + s) + g_L(s) - g_L(\omega_2 + s)] \right\}$$

Avec la fonction $g_L(x)$ défini ci-dessous :

$$g_L(x) = \left(\frac{1}{12} t^2 - \frac{1}{2} x^2 \right) \cdot \ln \left\{ 1 + \left(\frac{x}{t} \right)^2 \right\} + \frac{1}{12} \frac{x^4}{t^2} \cdot \ln \left\{ 1 + \left(\frac{x}{t} \right)^2 \right\} - \frac{2}{3} x \cdot t \cdot \left\{ \arctan \frac{x}{t} + \left(\frac{x}{t} \right)^2 \cdot \arctan \frac{t}{x} \right\}$$

$$L_{z1} = L_{DC} \left(\omega, \frac{3}{2} \omega \right) - \frac{\mu_0}{4} \cdot \frac{1}{F_1}$$

$$\text{Avec } F_1 = F_0 + \frac{K(k_2)}{K'(k_2)} - \frac{K(k_1)}{K'(k_1)}$$

$$L_{z2} = \sqrt{\frac{\mu_0}{2\omega_{L2}\sigma}} \cdot \frac{F_L^{(c)} + F_L^{(g)}}{4F_0^2}$$

$$\omega_{L0} = \frac{4}{\mu_0\sigma t\omega_g}, \omega_{L1} = \frac{4}{\mu_0\sigma t\omega}, \omega_{L2} = \frac{18}{\mu_0\sigma t^2}$$

$$v_{z1} = \frac{\ln\left(\frac{L_{DC0}-L_{e\infty}}{L_{z1}}\right)}{\ln\left(\frac{\omega_{L0}}{\omega_{L1}}\right)}, v_{z2} = \frac{\ln\left(\frac{L_{z1}}{L_{z2}}\right)}{\ln\left(\frac{\omega_{L1}}{\omega_{L2}}\right)}$$

Description des coefficients $a_i^{(L)}$ (avec $i=0,\dots,5$):

$$a_3^{(L)} = \frac{(v_{z2} - v_{z1})(1 + \eta_1)(1 - \eta_4) + 4\eta_2 + \eta_4(1 - 3\eta_1)}{(v_{z1} - v_{z2})(1 + \eta_1)(1 - \eta_3) + 4 + \eta_3(1 - 3\eta_1)}$$

$$a_2^{(L)} = \frac{1}{1 + \eta_1} \cdot \left[a_3^{(L)}(1 - \eta_3) - \eta_2 - \eta_4 \right]$$

$$a_4^{(L)} = -\frac{9}{2} \frac{\omega}{t} \cdot (\eta_4 + a_3^{(L)} \cdot \eta_3)$$

$$a_5^{(L)} = \left(\frac{2}{9} \frac{t}{\omega}\right)^2 \cdot a_3^{(L)} + a_4^{(L)}$$

$$a_1^{(L)} = \frac{v_{z1}}{4 - v_{z1}} + \eta_2 \cdot a_2^{(L)}$$

$$a_0^{(L)} = \left(1 - \frac{L_{e\infty}}{L_{DC0}}\right) \cdot \left[a_1^{(L)} + \left(\frac{\omega}{\omega_g}\right)^2 \cdot a_2^{(L)} \right]$$

Description des coefficients $a_i^{(c)}$ et $a_i^{(g)}$ (avec $i=1,\dots,4$):

$$a_4^{(c)} = \frac{\gamma_c \cdot v_z + \frac{1}{4} \cdot \left(\frac{1}{2} - v_c\right) \cdot (4 - v_c[1 - \gamma_c^2])}{4 - v_c - \frac{1}{4} \cdot \left(\frac{1}{2} - v_c\right) \cdot (4 - v_c[1 - \gamma_c^2])}$$

$$a_3^{(c)} = \frac{1}{4} \cdot \left(\frac{1}{2} - v_c\right) \cdot (1 + a_4^{(c)})$$

$$a_2^{(c)} = \frac{1}{\gamma_c} \cdot (a_4^{(c)} - a_3^{(c)})$$

$$a_1^{(c)} = a_2^{(c)} + \gamma_c \cdot a_3^{(c)}$$

$$\gamma_c = \left(\frac{\omega_{c1}}{\omega_{c2}}\right)^2 = \left[\frac{\omega t}{(\omega + t)^2 \sqrt{2}}\right]^2$$

$$\gamma_g = \left(\frac{\omega_{g1}}{\omega_{g2}}\right)^2 = \left[\frac{\omega t}{(2\omega_g + t)^2}\right]^2$$

Annexe 3 : La multiline TRL

La modélisation du système de mesure est identique à celui de la TRL, à savoir deux boîtes d'erreur A et B regroupant l'ensemble des erreurs des ports de mesure 1 et 2.

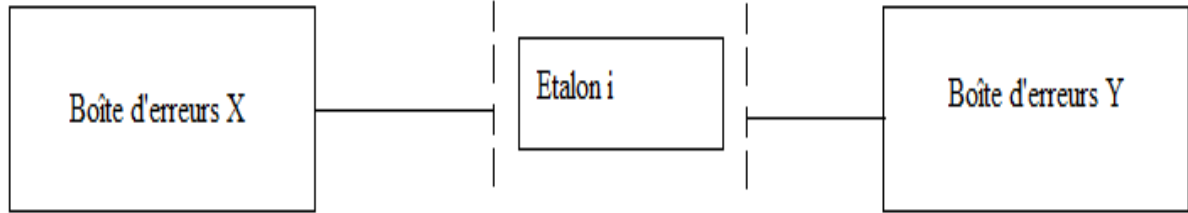


Figure 1 : *Modélisation du système de mesure*

Notons X et Y les matrices transmission des boîtes d'erreur X et Y. Par souci de symétrie du port 1 par rapport au port 2, la matrice chaîne inverse Y est utilisée permettant de transcrire ainsi les résultats de la matrice transmission du port 1 à celle du port 2 :

$$\bar{Y} = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix} Y^{-1} \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (1)$$

Soit la matrice transmission mesurée de l'étalon i :

$$M^i = XT^i\bar{Y} \quad (2)$$

Le développement statistique est établi autour de la théorie des perturbations. Soit T^i la matrice chaîne réelle de la ligne de transmission i. Cette matrice s'exprime en fonction de la matrice dite idéale L^i de constante de propagation γ , de longueur li et des matrices de perturbations δ^{1i} et δ^{2i} associées respectivement au port 1 et au port 2, reflétant l'aspect non idéal des connecteurs.

$$T^i = (I + \delta^{1i})L^i(I + \delta^{2i}) \quad (3)$$

$$L^i = \begin{pmatrix} e^{-\gamma l} & 0 \\ 0 & e^{\gamma l} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} E_1^i & 0 \\ 0 & E_2^i \end{bmatrix} \quad (4)$$

Les mesures d'une ligne i et d'une ligne j forment une paire de lignes dont la matrice transmission M^{ij} s'écrit d'après l'équation (2)

$$M^{ij}X = XT^{ij} \quad (5)$$

$$M^{ij} = M^j (M^i)^{-1} \quad (6)$$

$$T^{ij} = T^j (T^i)^{-1} \quad (7)$$

Dans un cas idéal, les éléments δ^{1i} et δ^{2i} disparaissent et la matrice T^{ij} se réduit à :

$$L^{ij} = L^j (L^i)^{-1} = \begin{bmatrix} \frac{E_1^j}{E_1^i} & 0 \\ 0 & \frac{E_2^j}{E_2^i} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} E_1^{ij} & 0 \\ 0 & E_2^{ij} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} e^{-\gamma(l_i - l_j)} & 0 \\ 0 & e^{\gamma(l_i - l_j)} \end{bmatrix} \quad (8)$$

Dans ce cas, la relation (5) a la forme d'un problème aux valeurs propres dont les éléments de la diagonale de T^{ij} (E_1^{ij} et E_2^{ij}) sont les valeurs propres de M^{ij} et les colonnes de X les vecteurs propres de M^{ij} . Cependant dans le cas réel, T^{ij} n'est pas diagonale et le problème est plus complexe. Les auteurs montrent néanmoins très simplement, en considérant les valeurs propres de T^{ij} , que M^{ij} et T^{ij} ont les mêmes valeurs propres et qu'il existe une relation entre leurs vecteurs propres respectifs.

La détermination des valeurs propres de M^{ij} permet d'estimer l'effet des perturbations sur T^{ij} . En considérant les imperfections des connecteurs représentées par δ^{1i} et δ^{2i} bien plus petites que 1, nous avons T^{ij} qui se décompose comme la matrice L^{ij} perturbée par ε^{ij} :

$$T^{ij} \cong L^{ij} + \varepsilon^{ij} \quad (9)$$

Les éléments de la matrice ε^{ij} sont fonction des valeurs propres E^{ij} et des δ^{1i} et δ^{2i} . Les éléments hors diagonale représentent les erreurs de mesure du coefficient de réflexion de la ligne et les éléments de la diagonale celles du coefficient de transmission de la ligne.

La relation linéaire (9) est le premier point important de la méthode. L'application de la théorie des perturbations sur les valeurs propres de M^{ij} va conduire à l'estimation de γ , et sur les vecteurs propres de M^{ij} à celui des constantes de calibrage.

L'application de la théorie des perturbations permet d'établir une relation entre les valeurs propres de M^{ij} (λ_1^{ij} et λ_2^{ij}), les valeurs propres de L (E_1^{ij} et E_2^{ij}) et les erreurs ε^{ij} :

$$\lambda_1^{ij} \cong E_1^{ij} + \varepsilon_{11}^{ij} \quad (10)$$

$$\lambda_2^{ij} \cong E_2^{ij} + \varepsilon_{22}^{ij} \quad (11)$$

La relation linéaire ci-dessus exprime donc la sensibilité des valeurs propres aux perturbations. Les erreurs sont induites par les erreurs dans les mesures des coefficients de transmission S_{12} et S_{21} des lignes. La connaissance des longueurs des lignes l_i et l_j et des valeurs propres de M^{ij} (issue des mesures brutes des étalons i et j) vont fournir les éléments essentiels à l'estimation de γ :

$$\gamma^{ij} \cong \frac{\ln(\lambda^{ij})}{l_i - l_j} \cong \gamma + \Delta\gamma^{ij} \quad (12)$$

$$\Delta\gamma^{ij} = \frac{1}{2(l_i - l_j)} f(\delta_{11}^{1j}, \delta_{11}^{2j}, \delta_{22}^{1j}, \delta_{22}^{2j}) \quad (13)$$

Dans l'expression de $\Delta\gamma^{ij}$, on remarque la présence au dénominateur de $(l_i - l_j)$. Ceci implique que des grandes différences de longueur minimiseront d'avantage l'erreur commise sur γ que des petites différences. Dans l'estimation de γ , la Multiline donne des poids plus importants aux grandes différences de longueur. De la même manière, un développement d'un point de vue des perturbations des vecteurs propres de M^{ij} va conduire à la détermination des erreurs de $\Delta\alpha^{ij}$ et $\Delta\beta^{ij}$ sur les constantes de calibrage « classiques » b et c/a déterminées au cours de la TRL :

$$\alpha^{ij} \cong b + \Delta\alpha^{ij} \quad (14)$$

$$\beta^{ij} \cong \frac{c}{a} + \Delta\beta^{ij} \quad (15)$$

$$\text{Où } \Delta\alpha^{ij} \cong \varepsilon_{12}^{ij} \frac{a - bc}{E_2^{ij} - E_1^{ij}}$$

$$\Delta\beta^{ij} \cong \varepsilon_{21}^{ij} \frac{a - bc}{a^2(E_2^{ij} - E_1^{ij})}$$

Contrairement à l'estimation de γ où les erreurs sont dues aux coefficients de transmission, les erreurs sur les constantes de calibration sont induites par celles commises sur les coefficients de réflexion S_{11} et S_{22} . Il est important de souligner la présence des termes E_2^{ij} et E_1^{ij} dans l'expression de $\Delta\alpha^{ij}$ et $\Delta\beta^{ij}$, et de s'attarder quelques instants sur leur différence.

$$(E_2^{ij} - E_1^{ij}) = e^{-\gamma(l_i - l_j)} - e^{-\gamma(l_i - l_j)} = 2j\sin[\gamma(l_i - l_j)] = 2j\sin[\varphi - j\rho] \quad (16)$$

où ρ et ϕ sont respectivement les pertes et le déphasage associés à cette différence de longueur.

La norme au carré de l'équation (16) donne :

$$|(E_2^{ij} - E_1^{ij})|^2 + 4j\sin^2\varphi\cosh^2\rho + 4\cos^2\varphi\sinh^2\rho$$

Autrement dit dans le cas sans pertes, $\rho = 0$, on a :

$$|\Delta\alpha^{ij}|, |\Delta\beta^{ij}| \propto \frac{1}{2\sin|\rho|}$$

On retrouve la condition de la méthode TRL sur la différence de déphasage entre deux lignes, excluant 0° et 180° , valeurs pour lesquelles l'erreur est infinie et le problème mal posé.

Un cas intéressant apparaît, celui avec de faibles pertes. En effet dans ce cas :

$$|\Delta\alpha^{ij}|, |\Delta\beta^{ij}| \propto \frac{1}{2\sin|\rho|}$$

Ainsi, la précision peut être accrue avec une augmentation, dans une certaine mesure, des pertes dans les lignes utilisées lors du calibrage. A partir des expressions des constantes de propagation γ et de calibrage α_{ij} et β_{ij} , un traitement statistique robuste est appliqué. Ce dernier est basé sur une distribution quelconque des erreurs et sur la redondance des mesures. Il permet de déterminer le meilleur estimateur de γ , α_{ij} et β_{ij} .

Soit x la quantité cherchée. Si on considère N mesures redondantes b_n de la quantité $a_n x$, où a_n est supposée connue, la valeur vraie de $a_n x$ diffère d'une quantité e_n :

$$b_n = a_n x + e_n$$

Il est alors possible d'estimer le paramètre x par la méthode des moindres carrés pondérés où la matrice de pondération optimale est l'inverse de la matrice de covariance du bruit de mesure V^{-1} comme défini par le théorème de Gauss Markov (Zelen 1961). Le « meilleur » estimateur de x est :

$$x = \sigma_n^2 a. V^{\dagger-1} b$$

Où $\dagger$ indique l'hermitien adjoint, et V est la matrice de covariance définie par :

$$V_{mn} = \langle e_m^\dagger e_n \rangle$$

et σ_x représente la déviation de l'estimateur de x , défini par :

$$\sigma_x = \frac{1}{a. V^{-1} a}$$

L'estimateur x est considéré comme le « meilleur » car il minimise la variance de x .

Nous présentons succinctement les étapes concernant la détermination des coefficients de calibrage, car elle reprend à peu de choses près le même cheminement que celui permettant d'estimer γ . La formulation « boîte d'erreur » conduit à la mise en cascade des matrices chaînes X , T_i , et Y où X et Y sont les boîtes d'erreur. Soit M_i la matrice chaîne mesurée de l'étalon i , on a

$$M^i = XT^i\bar{Y}$$

$$X = R_1 \begin{pmatrix} A1 & B1 \\ C1 & 1 \end{pmatrix}$$

$$\bar{Y} = R_1 \begin{pmatrix} A2 & B2 \\ C2 & 1 \end{pmatrix}$$

On considère uniquement la résolution des éléments de X , ceux de Y étant directement symétriques de ceux de X . On retrouve la formulation classique de la méthode TRL. En général, la formulation TRL est une résolution de problème aux valeurs propres où les colonnes de X sont les vecteurs propres de M_{ij} et les diagonales de L_{ij} les valeurs propres (matrice de la ligne idéale). Comme il est montré dans le développement statistique précédent, les constantes de calibrage sont déterminées à partir de la théorie des perturbations en considérant celles-ci comme entachées des erreurs aléatoires. Il faut donc résoudre l'équation aux valeurs propres suivante :

$$M^{ij}X = XL^{ij}$$

L'équation ci-dessus est résolue pour chaque couple de lignes, constitué lors de l'estimation de γ . A chaque fréquence, la résolution de M_{ij} donne 2 possibilités pour C_1/A_1 et pour B_1 . Le choix s'effectue en utilisant la constante de propagation γ_{est} . A chaque fréquence, on a $N-1$ valeurs de C_1/A_1 et de B_1 . Le théorème de Gauss-Markov est donc appliqué pour trouver le meilleur estimateur de C_1/A_1 et de B_1 à chacune des fréquences. Ensuite A_1 et R_1 sont déterminés classiquement à l'aide de l'étalon à fort coefficient de réflexion. Le problème est entièrement symétrique et les résultats trouvés pour X sont transposables par changement des indices à $\bar{Y}$.

Annexe 4 : Liste des publications

Conférences Internationales

- Conference on Precision Electromagnetic Measurements (**CPEM**), Bresil, Août 2014: *“A Broadband Electromagnetic Characterization of $Ba_{0.7}Sr_{0.3}TiO_3$ thin films on Coplanar Waveguide up to Microwave Frequencies”*.
- Congrès International de Métrologie (**CIM**), Paris, Octobre 2013 : *“Caractérisation électromagnétique de nouveaux matériaux pour des applications industrielles jusqu'à 110 GHz”*.

Conférences Nationales

- Doctoriales Université Lille Nord de France, Lille, Avril 2014: *“Caractérisation électromagnétique de nouveaux matériaux pour des applications industrielles aux fréquences micro-ondes”*.
- Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux (**JCMM**), Nantes, Mars 2014: *“Caractérisation large bande de couches minces de $Ba_{0.7}Sr_{0.3}TiO_3$ sur lignes coplanaires aux fréquences micro-ondes”*.
- Journées Nationales du Réseau Doctoral en Microélectronique (**JNRDM**), Grenoble, Juin 2013: *“Caractérisation électromagnétique de lignes coplanaires aux fréquences micro-ondes”*.
- Journée de l'Association Régionale Microondes Île de France (**AREMIF**), Paris, Mai 2013: *“Technique de caractérisation d'une ligne coplaire aux fréquences micro-ondes”*.
- Journées Nationales du Réseau Doctoral en Microélectronique (**JNRDM**), Marseille, Juin 2012: *“Détermination des propriétés électromagnétiques d'une ligne coplaire jusqu'à 80 GHz”*.