

THESE

présentée à

L'Université des Sciences et Technologies de Lille
– Université Lille-Nord de France –
UFR d'Electronique
Ecole Doctorale Sciences Pour l'Ingénieur

En vue de l'obtention du grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE

Spécialité : Micro et nano technologies, acoustique et télécommunications

Hétérostructures ultra minces de type AlGa_N/Ga_N sur substrat Si et applications aux résonateurs NEMS à haute fréquence

par

Paul LECLAIRE
Ingénieur ISEN

Soutenue le 10 Novembre 2015 – N° d'ordre : 41856

Rapporteurs	E. Calleja Pardo	Professeur, Universidad politécnica de Madrid
	S. Basrour	Professeur, Université Joseph Fourier de Grenoble
Examineurs	D. Alquier	Professeur, Université de François Rabelais de Tours
	M. Gendry	Directeur de recherche, INL-CNRS
	Y. Cordier	Directeur de recherche, CRHEA-CNRS
	M. Faucher	Chargé de recherche, IEMN-CNRS
	L. Buchailot	Directeur de recherche, IEMN-CNRS
Directeur de thèse	D. Théron	Directeur de recherche, IEMN-CNRS

A Marcel;

Ce travail a été réalisé au sein de deux laboratoires: le Centre de Recherche sur l'Hétéro-Epitaxie et ses Applications dirigé par Jean-Yves Duboz et l'Institut d'Electronique, de Micro-électronique et de Nanotechnologie dirigé par Lionel Buchaillot. Je les remercie de m'avoir accueilli ainsi que d'avoir répondu présent lorsque je les ai sollicités.

Je remercie tous les membres du jury pour avoir accepté d'examiner mon travail de thèse, à savoir les rapporteurs : Enrique Calleja Pardo professeur de l'université polytechnique de Madrid et Skandar Basrour professeur de l'université Joseph Fourier de Grenoble ; et les examinateurs : Daniel Alquier professeur de l'université de Tours, Michel Gendry directeur de recherche à l'INL et Lionel Buchaillot directeur de recherche à l'IEMN.

Un grand merci à Didier Théron, mon directeur de thèse, qui malgré son emploi du temps de ministre a toujours pris le temps de répondre à mes questions. Ta patience et ta rigueur scientifique m'ont été d'une aide précieuse notamment pendant la période de rédaction.

Je remercie également Marc Faucher, encadrant et référant de cette thèse pour la confiance et le soutien qu'il m'a témoignés. Tes conseils et ton aide m'auront été très précieux.

Merci à Yvon Cordier, mon encadrant au CRHEA pour m'avoir initié au monde de la croissance. J'ai grandement apprécié l'autonomie que tu m'as laissée ainsi que les discussions que nous avons pu avoir. Ta pédagogie et ta constante envie d'apprendre, de comprendre et de transmettre sur ce sujet de thèse ont été une grande source de motivation pour moi.

Je voudrais remercier très chaleureusement les équipes des centrales de technologie et de caractérisation de l'IEMN et du CRHEA pour m'avoir formé aux nombreuses techniques que j'ai utilisées au cours de ma thèse ainsi que pour le temps passé à répondre à mes questions. Les échanges que j'ai pu avoir avec chacun d'entre vous que ce soit dans les salles de "manip" ou autour de la cafetière ont toujours été très agréables et enrichissants.

Un grand merci à Alain Burr du CEMEF des Mines Paris Tech de Sophia Antipolis pour son aide sur les mesures optiques des déflexions de leviers.

Je remercie mes collègues et amis: Claire, Estelle, Virginie, Raphaëlle, Benjamin, Phif, Damdam, Mric, Christophe, Rémi, les footeux (gaélique ou pas), les musiciens de la CASA'R et tous ceux que j'aurais pu oublier dans un élan de sénilité précoce. J'aurai une pensée particulière pour le Glourou et la Crapule du CRHEA Band Structure (accrochez-vous c'est du 5/8) ainsi que pour Steph (Brace Brace !!).

Enfin, ce travail n'aurait pas pu exister sans le soutien infaillible de ma famille.

Table des matières

Table des matières	v
Liste des notations	1
Introduction générale	3
I Introduction : Motivations et enjeux	5
1 Les microsystemes (MEMS)	6
1.1 Généralités	6
1.2 Comparaisons des différents modes de transduction	11
1.2.1 Les transducteurs thermiques :	12
1.2.2 Les transducteurs piézorésistifs :	13
1.2.3 Les transducteurs capacitifs :	14
1.2.4 Les transducteurs piézoélectriques :	16
1.2.5 Conclusion	17
1.3 Les matériaux pour les MEMS en environnement sévère	20
1.3.1 Les matériaux piézoélectriques	20
1.3.1.1 Quartz :	21
1.3.1.2 Les langasites	22
1.3.1.3 Les matériaux piézoélectriques polycristallins	24
1.3.1.4 Conclusion	24
1.3.2 Les semi conducteurs à large bande interdite	25
1.3.2.1 Le carbure de silicium (SiC)	25
1.3.2.1.1 Les composants en SiC polycristallin	25
1.3.2.1.2 Les composants en SiC monocristallin	27
1.3.2.1.3 Conclusion	29
1.3.2.2 Le diamant	29
1.3.2.3 Les nitrures d'éléments III (III-N)	30
1.3.2.3.1 Conclusion	34
1.3.3 Conclusion : Comparaison des différentes technologies relatives aux MEMS résonants	34
2 Le nitrure de Gallium	38

2.1	Propriétés structurales	38
2.1.1	Propriétés cristallines	38
2.1.2	Propriétés élastiques	39
2.1.3	Polarités et polarisation	40
2.1.3.1	Polarisation spontanée	40
2.1.3.2	Polarisation piézoélectrique	41
2.2	L'hétérojonction AlGa _N /Ga _N	42
2.2.1	Formation du gaz bidimensionnel d'électron (2DEG)	42
2.2.2	Densité électronique dans le 2DEG	45
2.2.3	Mobilité électronique	45
2.2.4	Résistance de feuille	47
2.2.5	Conclusion : Le Ga _N pour les MEMS	47
3	L'hétéroépitaxie	48
3.1	Les substrats pour l'hétéroépitaxie	48
3.2	Techniques de croissance	50
3.2.1	Croissance par épitaxie sous jets moléculaires (EJM/MBE)	51
3.2.1.1	Principe	51
3.2.1.2	Mécanismes de croissance de Ga _N	52
3.2.2	Croissance par épitaxie en phase vapeur aux organométalliques (EP-VOM/MOCVD)	54
3.3	Contraintes, déformations et défauts dans les hétérostructures	55
3.3.1	Origines des contraintes dans les hétérostructures	55
3.3.1.1	La contrainte biaxiale	55
3.3.1.2	La contrainte thermo élastique	56
3.3.2	Relaxation et défauts cristallins	57
3.3.2.1	Relaxation élastique	57
3.3.2.1.1	Déformation :	57
3.3.2.1.2	Rugosité de surface :	57
3.3.2.2	Relaxation plastique	57
3.3.2.2.1	Les dislocations :	57
3.3.2.2.2	La fissuration :	60
3.4	Description de la structure HEMT de référence du CRHEA pour les applications de RF et puissance	61
3.4.1	Structure des couches tampons : de la couche de nucléation à la couche tampon de Ga _N	62
3.4.2	Les couches actives :	63
3.5	Les enjeux de l'épitaxie de Ga _N pour les applications capteurs MEMS résonants	65
II	Croissance et études de structures HEMTs AlGa_N/Ga_N sur couches tampons minces	67
4	Développement des couches tampons	68
4.1	Évolution des propriétés structurales en fonction de l'épaisseur	70
4.1.1	Relaxation de la contrainte et propriétés structurales des matériaux III-nitrides	70

4.1.2	Propriétés structurales des couches tampons optimisées pour les applications MEMS	73
4.1.3	conclusion	77
4.2	Propriétés électriques des HEMTs sur couches tampons minces	77
4.2.1	Propriétés du gaz bi-dimensionnel	78
4.2.2	Etude des courants de fuite	81
4.2.3	Caractéristiques des transistors	85
4.2.4	Conclusion	90
4.3	Propriétés mécaniques des structures minces	90
4.3.1	Contrainte résiduelle	91
4.3.2	Module d'Young	94
4.3.3	Conclusion	96
4.4	Conclusion	96
5	Développement des structures de type III	98
5.1	Croissance par EPVOM des couches tampons minces	99
5.1.1	Propriétés structurales et élastiques	99
5.1.1.1	Conclusion	101
5.1.2	Propriétés de l'échantillon T2566	101
5.1.3	Conclusion	104
5.2	Optimisations des structures de type III par EJM	105
5.2.1	Croissance 3D-2D de la couche tampon GaN et structures minces	105
5.2.1.1	Propriétés structurales et élastiques	105
5.2.1.2	Propriétés électroniques	108
5.2.1.3	Conclusion	112
5.2.2	Structures de moins de 500 nm	112
5.2.2.1	Conclusion	115
6	Etude de la distribution de contrainte	116
6.1	La mesure de courbure in-situ	117
6.1.1	Les limites extrinsèques : Le substrat	118
6.1.1.1	Courbure initiale d'un substrat 2 pouces de silicium (111).	118
6.1.1.2	Effet de la température sur la courbure du substrat Si lors d'une croissance	118
6.1.2	Les limites intrinsèques du système	119
6.2	Modélisation de la déflexion d'une poutre à partir de la mesure de courbure in situ	120
6.2.1	Calcul de la contrainte à partir de la mesure de courbure in-situ	120
6.2.2	Gradient de contrainte et déflexion de poutres mono-encastées	123
6.2.3	Modélisation des effets thermiques	124
6.2.4	Synthèse	125
6.3	Modélisation d'une poutre GaN/AlN	126
6.3.1	Modélisation d'une poutre d'AlN	126
6.3.1.1	Analyse de la courbure in-situ	126
6.3.1.2	Détermination de la contrainte	127
6.3.1.3	Résultats	129
6.3.1.4	Conclusion	130

6.3.2	Modélisation d'une poutre GaN/AlN	131
6.3.2.1	Analyse de la courbure in-situ	131
6.3.2.2	Détermination de la contrainte	131
6.4	Calcul de la déflexion de poutres encastées-libres réalisées à partir de structures complexes	135
6.5	Conclusion	138

III Fabrication et caractérisations des résonateurs 139

7	Procédé technologique	140
7.1	Conception des résonateurs	140
7.1.1	Architectures des actionneurs	141
7.1.2	Architectures des détecteurs	141
7.2	Présentation générale du procédé	142
7.2.1	La lithographie électronique	145
7.3	Développement du procédé de fabrication	148
7.3.1	Optimisation des enchainements des étapes	149
7.3.1.1	Gravure des marques d'alignement	149
7.3.1.2	Délaquage des échantillons après les étapes de gravure chlorée	152
7.3.2	Isolation des zones actives par gravure de MESA	155
7.4	Conclusion	157
8	Caractérisation MEMS	158
8.1	Modèle de la résonance d'une poutre bi-encastée pré-contrainte	158
8.1.1	Equation des fréquences de résonance d'une poutre bi-encastée en tension	158
8.1.2	Facteur de qualité	160
8.2	Caractérisation optique de la résonance de résonateurs AlGaIn/GaN sur couches tampons de 700 nm actionnées piézoélectriquement	162
8.2.1	Mesure des fréquences de résonance	162
8.2.2	Comparaison avec des structures sur couches tampons de 2µm	163
8.2.3	Conclusion	166
8.3	Etude des architectures des détecteurs : vers la miniaturisation des résonateurs	166
8.3.1	Schéma du montage de mesure	167
8.3.2	Les détecteurs actifs	167
8.3.3	Les détecteurs sans grille	169
8.3.3.1	Rôle de la polarisation du détecteur	170
8.3.3.2	Comparaison des dessins des résonateurs	172
8.3.3.3	Résultat d'un résonateur sur une structure épitaxiée par EPVOM	177
8.3.4	Conclusion	179
8.4	Actionnement thermique	180
8.4.1	Modèle analytique simplifié de l'actionnement thermique	180
8.4.2	Caractérisation des transducteurs thermiques	182
8.4.2.1	Mesure de la température en fonction de la polarisation de l'actionneur	182
8.4.2.2	Comparaison entre l'actionnement thermique et l'actionnement piézoélectrique	184

8.4.3	Influence de la puissance d'actionnement sur les réponses modales . . .	186
8.4.3.1	Démodulation à la fréquence du signal d'excitation	186
8.4.3.2	Démodulation à fréquence double ($f / 2f$)	190
8.4.3.3	Conclusion	192
8.5	Conclusion	193
Conclusion générale et perspectives		195
Bibliographie		197
Annexes		213

Paramètre	Symbole	Unité
Raideur mécanique	k	N.m^{-1}
Modulde d'Young	E	Pa
Coefficient de Poisson	ν	
Masse volumique	ρ	Kg.m^{-3}
Coefficient de dilatation thermique	α	K^{-1}
température	ϑ	K
Force	F	N
Contrainte	T	Pa
Déformation	S	
Longueur du résonateur	L	m
Largeur du résonateur	W	m
Epaisseur de la structure	h	m
Masse	m	kg
Fréquence de résonance du $n^{\text{ième}}$ mode	f_n	Hz
Facteur de qualité du $n^{\text{ième}}$ mode	Q_n	
Efficacité de transduction	η	N/V ou C/m
Résistance électrique	R	Ω
Résistance de feuille	R_{sh}	Ω/sq
Mobilité électronique du 2DEG	μ	m^2/Vs
Densité électronique du 2DEG	N_s	m^{-2}
Charge électrique	$Q_{\text{élec}}$	C
Charge élémentaire	q	C
Conductivité électrique	$\sigma_{\text{élec}}$	S/m
Permittivité diélectrique	$\epsilon_{\text{élec}}$	F.m^{-1}

Introduction générale

Depuis la fin des années 1980 et l'émergence des capteurs de pression et des accéléromètres, le marché des systèmes électromécaniques (MEMS) n'a pas cessé de s'étendre. De plus en plus d'applications et de domaines ont ainsi été gagnés par cette branche de la microélectronique. Aujourd'hui les MEMS sont aussi bien présents dans les produits de grande distribution tels que l'automobile, la téléphonie ou encore les consoles de jeux que dans des marchés de niche tel que l'aérospatial. La grande diversité des applications adressées par les MEMS ainsi que la forte demande en nouvelles technologies requièrent le développement et l'optimisation permanents des composants. Parmi les besoins les plus importants on notera celui des capteurs compatibles avec les environnements hostiles. Pour cela, les recherches tendent à explorer de nouvelles filières technologiques pouvant répondre aux besoins spécifiques de ces domaines. Les travaux exposés dans ce manuscrit s'inscrivent dans la lignée des études réalisées par l'équipe NAM6 qui visent à investiguer la filière des matériaux nitrures d'éléments III cristallins.

L'intérêt pour cette filière a émergé vers 2005 alors que les composants optoélectroniques et des transistors sur GaN étaient déjà bien développés. Outre les propriétés électriques et mécaniques intrinsèques du GaN, les intérêts de cette filière pour les MEMS sont surtout dus à la possibilité de co-intégrer, à partir d'une même hétéro épitaxie, des résonateurs électromécaniques avec des composants électroniques tels que des transistors ou des diodes. De plus, le GaN est un semi-conducteur à large bande interdite et piézoélectrique. Grâce à ces spécificités, l'usage de composants, fabriqués à partir de ce matériau, dans des environnements hostiles est possible et permet d'envisager une nouvelle alternative aux technologies quartz et silicium.

Ce manuscrit de thèse est consacré à l'étude et au développement des capteurs MEMS résonants à base d'hétérostructures AlGa_N/Ga_N avec comme objectif d'en améliorer les performances. Afin d'améliorer la sensibilité de capteurs électromécaniques en GaN il est nécessaire de miniaturiser les résonateurs. Pour cela, le développement du matériau et des procédés de fabrication est nécessaire. L'objectif de cette thèse est donc double. Dans un premier temps, il est de définir une structure épitaxiale optimale pour les applications de capteurs via la croissance et la caractérisation de structures AlGa_N/Ga_N sur différentes couches tampons. Pour cette partie, les travaux ont été réalisés au Centre de Recherche sur l'HétéroEpitaxie et ses Applications (CRHEA) à Sophia Antipolis.

Dans un second temps, il est de concevoir et fabriquer les MEMS à partir des structures réalisées au CRHEA. Cette partie a quant à elle été réalisée au sein de l'équipe NAM6 de l'Institut d'Electronique de Microelectronique et de Nanotechnologie (IEMN) à Villeneuve d'Ascq.

Afin de répondre aux différentes problématiques, ce manuscrit se décompose en trois parties.

La première partie de ce manuscrit est dédiée à la présentation des différentes technologies utilisées dans la réalisation de capteurs électromécaniques et plus spécifiquement celles dédiées aux environnements hostiles. Les propriétés ainsi que les techniques de croissance des matériaux nitrures d'éléments III (Ga_N, Al_N et AlGa_N) ainsi que celles des hétérostructures AlGa_N/Ga_N seront présentées.

La deuxième partie est consacrée à l'étude de la croissance et à la caractérisation des hétérostructures dédiées aux applications de capteurs résonants. Dans cette partie l'évolution des propriétés structurales, électriques et mécaniques des hétérostructures AlGa_N/Ga_N sur différentes structures de couches tampons sont présentées. Nous présentons aussi bien les résultats obtenus sur des structures réalisées par épitaxie sous jet moléculaire (EJM) que ceux obtenus

par épitaxie en phase vapeur aux organométalliques (EPVOM). Enfin, un modèle analytique du calcul de la déflexion de leviers à partir de la mesure de courbure in-situ durant la croissance est présenté.

La troisième et dernière partie expose les différentes architectures de composants étudiés et le procédé technologique utilisées pour les réaliser. La caractérisation des composants électromécaniques est présentée. Les résultats des caractérisations sont comparés à ceux de résonateurs faits sur des hétérostructures commerciales afin de mettre en avant la plus-value de l'emploi de structures dédiées aux applications de capteurs résonants. Enfin, les premiers résultats d'actionnement thermique de MEMS résonants en GaN obtenus à l'IEMN sont exposés.

Première partie

Introduction : Motivations et enjeux

Chapitre 1

Les microsystemes (MEMS)

1.1 Généralités

Les micro systèmes électromécaniques (micro electromechanical systems ou MEMS) sont des composants complexes qui se distinguent des composants électroniques de par la présence d'une partie mécanique mobile. Cette structure est couplée à un système électronique via des transducteurs servant à convertir une énergie électrique en énergie mécanique (ou inversement) (fig. 1.1). De plus, les MEMS se définissent comme des systèmes. Les notions de packaging et d'intégration avec d'autres fonctions sont inhérentes à leur conception.

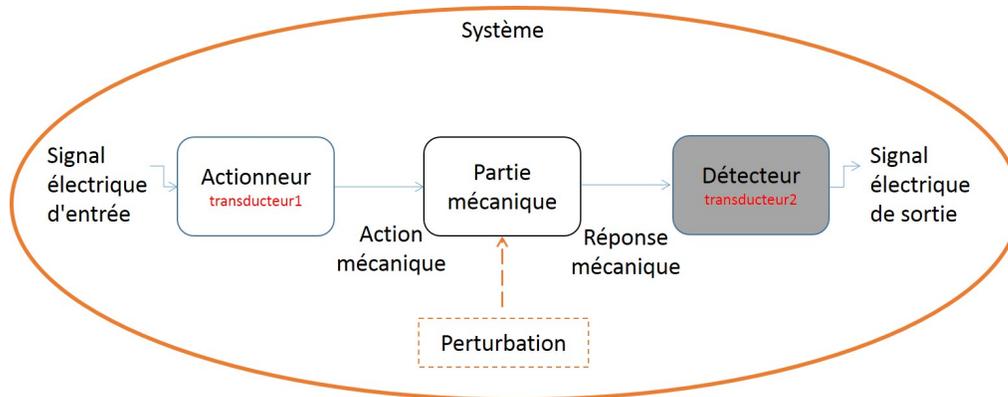


FIGURE 1.1: Schéma de principe d'un MEMS résonant

Les premiers capteurs avec transducteurs intégrés sont apparus dans les années 1950 et ont été développés pour des applications de capteurs de pression. C'est dans ces années que la compagnie Kulite a développé les premiers capteurs de pression en silicium. Ces derniers rompaient avec les technologies préexistantes (technologie quartz et filaments de métaux) de par l'emploi d'un matériau semi-conducteur qui a permis :

- D'améliorer la sensibilité des capteurs. Les facteurs de jauge ($G = \frac{\Delta R}{R} * \frac{L}{\Delta L}$ avec L la longueur du capteur et R sa résistance électrique) des semiconducteurs étant près de 10 fois supérieurs à ceux des métaux.
- L'utilisation de procédés de fabrication qui permettent de miniaturiser les composants. En effet, le capteur est basé sur la réponse piézorésistive d'une membrane fabriquée par

usinage de volume¹, qui se déforme sous l'effet de la pression (fig 1.2). En fonction de la raideur de la membrane, celle-ci est plus ou moins déformée sous l'effet de la variation de pression. Cette déformation donne lieu à une variation de résistance électrique du capteur via l'effet piézoresistif.

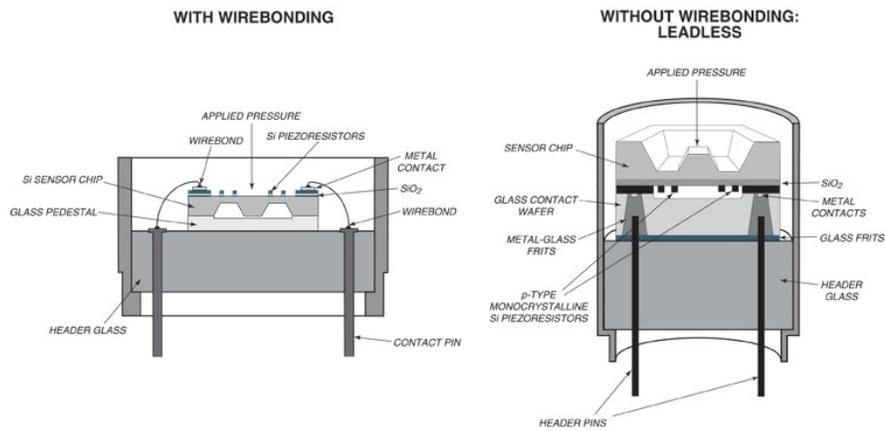


FIGURE 1.2: Schéma d'un capteur de pression commercialisé par Kulite (<http://www.kulite.com/>)

La fabrication du premier résonateur est quant à elle attribuée à Nathanson qui a réalisé le premier transistor à grille mobile en 1967. Le but était de proposer une nouvelle approche pour réaliser des fonctions de réglage analogiques (tunning) intégrées. Le résonateur, avant gardiste, est composé d'une poutre vibrante, actionnée par effet électrostatique et utilisée comme grille d'un MOS. Le principe de ce résonateur réside dans la modulation du courant de drain du MOS sous l'effet de la variation de la capacité formée par la grille mobile et le canal (fig. 1.3) [1]. Ce premier résonateur d'une longueur de 500 μm utilise donc des transducteurs capacitifs et présente une fréquence propre de quelques kHz pour des facteurs de qualité (Q) de 500.²

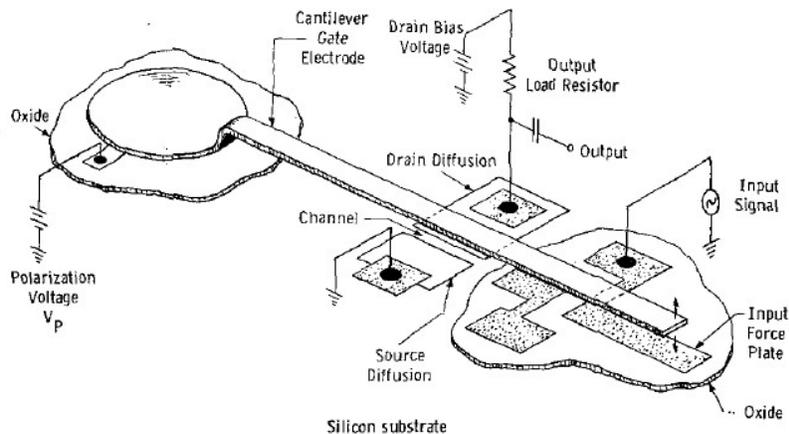


FIGURE 1.3: Schéma du transistor résonant développé par Nathanson et al. [1]

1. Procédé de fabrication qui vise à définir une partie mobile par gravure, généralement profonde, d'un substrat massif
 2. Cf. figure 1.6

Malgré ces premiers composants, l'essor des MEMS n'a eu lieu que dans les années 1980 grâce au développement des procédés d'usinage de surface rendus possibles par l'emploi de matériaux poly-cristallins³. En effet, les techniques de micro fabrication par usinage de surface ont facilité la miniaturisation et l'intégration des MEMS ouvrant ainsi la porte à la commercialisation de capteurs intégrés, compacts et à bas coût. En particulier les travaux de R.T. Howe et R. S. Muller (Berkeley university) sur l'utilisation du polysilicium ont fortement contribué au développement des MEMS et notamment des structures à peignes inter-digités (comb drive) [2, 3, 4]. L'ensemble des innovations de l'époque, a permis la fabrication de capteurs inertiels et d'accéléromètres [5] et ont abouti aux premiers produits commerciaux (accéléromètre ADXL50 en 1996, fig. 1.4a) basés sur la technologie comb drive (fig. 1.4b).

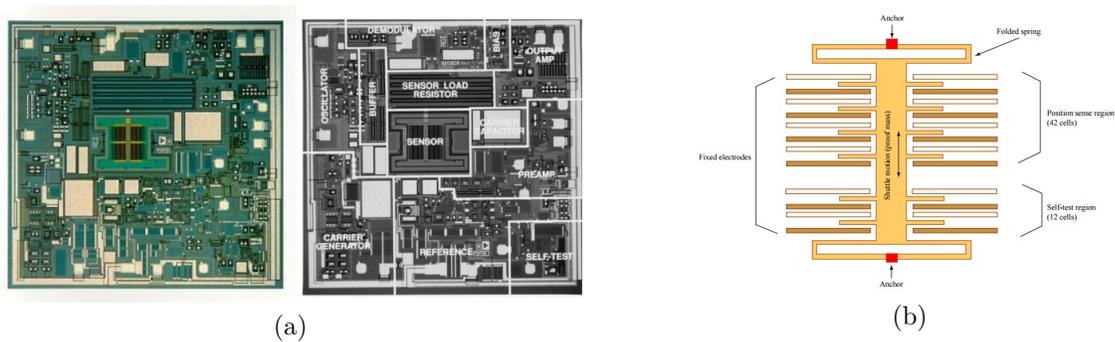


FIGURE 1.4: (a) Photographie de l'accéléromètre XL50 commercialisé par la compagnie Analog Devices (b) Schéma du design d'un accéléromètre ADXL150 (<http://ocw.mit.edu/courses/electrical-engineering-and-computer-science/6-777j-design-and-fabrication-of-microelectromechanical-devices-spring-2007/lecture-notes/07lecture24.pdf>)

Aujourd'hui, l'ensemble des applications des MEMS représente un marché de 13.5 milliards de dollars et une croissance de 13% est prévue durant les prochaines années (fig. 1.5). Comme on peut le voir sur la figure 1.5 les MEMS sont aussi bien utilisés pour réaliser des fonctions de capteurs que de traitement du signal, d'actionnement ou encore d'affichage. Cette grande variété de composants et d'applications fait du domaine des MEMS un domaine extrêmement riche et vaste. La classification des composants MEMS en familles est donc difficile.

3. Cette méthode de fabrication consiste à déposer puis graver différentes couches minces de matériaux sur un substrat

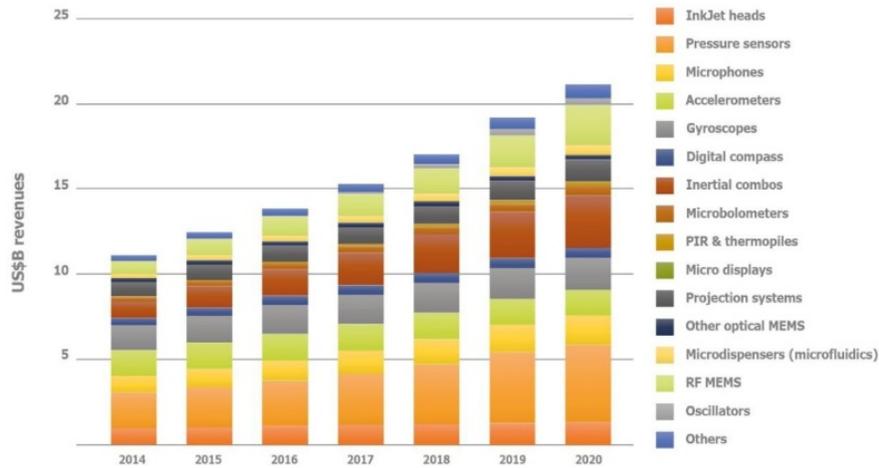


FIGURE 1.5: Estimation de l'évolution du marché des MEMS de 2011 à 2017 réalisée par Yole (<http://www.eetimes.com>)

Dans ce manuscrit nous nous intéresserons aux MEMS dédiés aux applications de capteurs et plus spécifiquement aux capteurs de forces ou de masses. Un des moyens pour améliorer la sensibilité et le seuil de détection des capteurs est de concevoir des résonateurs mécaniques.

Un résonateur se définit par des réponses spécifiques à certaines fréquences d'excitation appelées fréquences de résonance ou fréquences propres. Les fréquences de résonance correspondent aux fréquences pour lesquelles l'excitation est réalisée avec le minimum de perte d'énergie. Lorsque la fréquence d'excitation est voisine de l'une de ses fréquences de résonance, un résonateur présente donc un pic de transmission ou d'absorption (fig. 1.6) dont l'amplitude peut s'écrire (eq. 1.1) :

$$x = \frac{A}{\sqrt{\left(1 - \left(\frac{\omega}{\omega_0}\right)^2\right)^2 + \left(\frac{1}{Q}\right)^2 \left(\frac{\omega}{\omega_0}\right)^2}} \quad (1.1)$$

avec

$$A = \frac{F_m}{k}$$

et la phase (décalage angulaire entre le signal du détecteur et le signal d'actionnement) :

$$\tan\phi = \frac{\omega\omega_0}{Q(\omega_0^2 - \omega^2)}$$

Avec ω_0 la pulsation propre du système ($\omega_0 = 2\pi f_0$, où f_0 est la fréquence propre), Q le facteur de qualité, F_m l'amplitude de la force d'excitation et k la raideur du résonateur.

La fréquence de résonance et la largeur à -3dB du pic de transmission ou d'absorption, définissent le facteur de qualité Q qui donne une information sur les pertes mécaniques du système (fig 1.6). La sensibilité des capteurs⁴ est donc fortement dépendante de cette grandeur. Plus

4. La sensibilité se définit comme la variation d'amplitude en fonction de la variation de la grandeur à mesurer. Une autre façon de définir la sensibilité est de la définir comme la variation de fréquence en fonction de la variation de la grandeur à mesurée. Dans le cas d'un capteur de masse $S = \frac{\Delta f}{\Delta m}$

les facteurs de qualité sont importants plus les variations d'amplitude ou de phase engendrées par une perturbation sont importantes.

Cette forme de réponse fréquentielle permet aussi de réaliser la détection à une fréquence fixe ce qui réduit les bruits électriques, le bruit à basse fréquence (bruit DC) étant éliminé, et de phase.

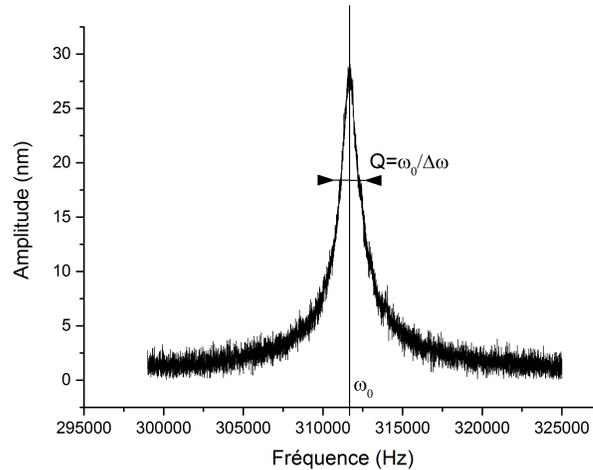


FIGURE 1.6: Courbe de résonance type d'un résonateur MEMS

Les résonateurs commerciaux actuels sont pour la plupart issus de la filière quartz. Cependant, au niveau académique, les résonateurs en silicium sont largement étudiés pour leur coût de fabrication attractif. Les différentes recherches ont permis d'obtenir des facteurs de mérite ($f \times Q$) pouvant dépasser 5×10^{12} [6] et la fabrication de :

- Microbalances pouvant sonder jusqu'à l'attogramme [7, 8]
- Leviers ultra-sensibles [9, 10, 11]

L'amélioration conjuguée de la sensibilité et de la bande passante des capteurs concorde avec leur miniaturisation qui permet d'augmenter le produit $f \times Q$ tout en conservant une faible raideur. La faible raideur permettant d'augmenter la sensibilité du capteur en augmentant la valeur de la déformation engendrée par une pression donnée. La réduction des dimensions du résonateur permet quant à elle d'augmenter leur fréquence de résonance ($f = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}}$ avec k la raideur et m la masse du résonateur). Cette évolution nous amène donc à passer progressivement des microsystèmes aux nanosystèmes (NEMS) [12]. En parallèle des résonateurs, l'emploi du silicium comme matériau de base des technologies MEMS a facilité l'intégration de ces derniers avec l'électronique CMOS. En utilisant les différentes étapes du procédé CMOS [13] ou en co-intégrant les MEMS avec l'électronique [14] il est désormais possible d'intégrer un circuit électronique complet au plus proche du résonateur. Cette intégration monolithique a permis d'améliorer le rapport signal/bruit et le niveau des signaux de sortie. De plus, l'ajout de composants électriques permet aussi d'interfacer le MEMS avec d'autres dispositifs comme des antennes, des circuits logiques via des circuits d'adaptation d'impédance.

1.2 Comparaisons des différents modes de transduction

Comme le montre la figure 1.1, les capteurs MEMS résonants se décomposent en trois parties : un actionneur, une partie mécanique mobile et un détecteur. D'un point de vue électrique, on peut représenter la transductance $Y_{21} = \frac{dI_{out}}{dV_{in}}$ (eq. 1.2) par le circuit de la figure 1.7 contenant la partie mobile à un circuit RLC (fig 1.7), dont les valeurs R L et C sont appelées résistance, inductance et capacité motionelles, et sont équivalentes à :

$$Y_{21} = \frac{dI_{out}}{dV_{in}} \quad (1.2)$$

$$R = \frac{\omega_0}{Q \cdot \eta^2} \quad (1.3)$$

$$\frac{1}{C} = \frac{k}{\eta^2} \quad (1.4)$$

$$L = \frac{m}{\eta^2} \quad (1.5)$$

Avec Q le facteur de qualité, m la masse, k la raideur, η les coefficients de transduction (en N/V ou C/m) et ω la pulsation de résonance.

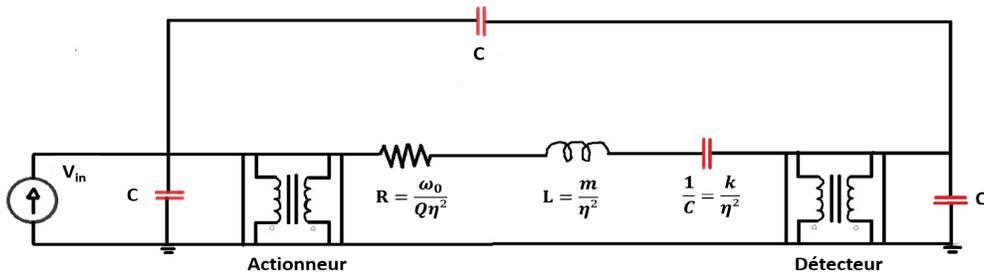


FIGURE 1.7: Schéma équivalent d'un résonateur MEMS.

A la résonance, le coefficient de transmission Y_{21} du résonateur (eq 1.2) doit être maximal ce qui nécessite :

- Au niveau circuit : la réduction des couplages parasites ainsi que l'adaptation d'impédance entre le système électronique et le MEMS.
- Au niveau composant : la fabrication de transducteurs électromécaniques et de structures mécaniques présentant le minimum de pertes

Le panel de composants présentant des géométries et mécanismes de transductions différents rend la comparaison difficile. De ce fait, il n'existe pas vraiment de facteur de mérite "universel" pour classer les différents capteurs MEMS résonants entre eux. Afin de pouvoir comparer les différents modes de transduction que nous présenterons dans la suite de ce chapitre, nous avons choisi d'exprimer leurs coefficients de transduction (η) dans le cas où ils sont utilisés pour actionner un cantilever en mode de flexion.

1.2.1 Les transducteurs thermiques :

L'actionnement thermique se base sur la dilatation d'un matériau lorsqu'il est soumis à une augmentation de température. Cette déformation est fonction du coefficient de dilatation thermique qui s'exprime en $\%.K^{-1}$. Sous l'effet d'un changement de température, la dilatation/contraction thermique génère une élongation ou un rétrécissement de la structure. Dans le cas de microsystemes, la chaleur est souvent générée par l'effet Joule induit par le passage du courant électrique dans une couche résistive.

Considérons une poutre mono-encastree que l'on vient chauffer sur une épaisseur e via l'effet joule (eq. 1.6) (fig.1.8).

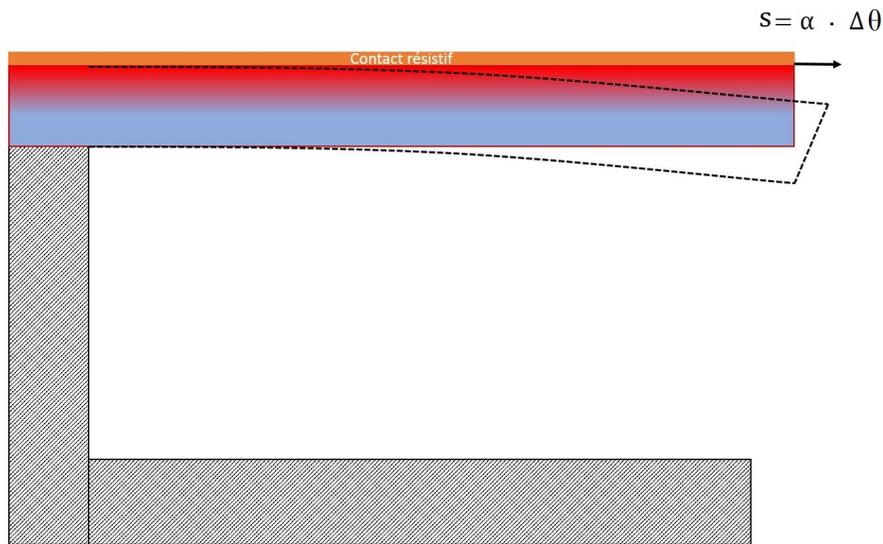


FIGURE 1.8: Schéma de principe d'un actionneur thermique, les pointillés représentent la forme du cantilever déformé par l'effet thermique.

La contrainte T générée par l'actionnement thermique peut s'écrire :

$$\frac{F}{S} = T = \alpha \cdot E_{eff} \cdot \Delta\theta \quad (1.6)$$

Avec S la surface de la zone chauffée, α le coefficient de dilatation thermique linéique, E_{eff} le module d'Young effectif et $\Delta\theta$ la variation de température.

L'équation de la chaleur (eq 1.7) nous donne la relation :

$$\rho C_p \frac{\partial \theta}{\partial t} + \nabla J = P_v \quad (1.7)$$

Avec C_p la capacité calorifique, ρ la masse volumique, J le flux de chaleur et P_v la puissance thermique volumique. En supposant un système sans convection⁵, on obtient :

5. Il s'agit d'un cas idéal qui permet d'obtenir une relation simplifiée donnant l'effet maximum de la variation de tension sur la température. En réalité, la convection est nécessaire à l'évacuation de la chaleur et à limitation de l'échauffement du matériau.

$$\Delta\theta = \frac{1}{\rho C_p V} \int_0^u P(u) du = \frac{1}{\rho C_p V} \int_0^t \frac{v(u)^2}{R} du \quad (1.8)$$

En considérant une tension d'actionnement du type $V(t) = V_{dc} + v_{ac} \cos(\omega t)$, on obtient la relation entre la contrainte générée à la pulsation ω et la tension appliquée :

$$\frac{T}{v_{ac}} = \alpha \cdot E_{eff} \frac{1}{\rho C_p A \cdot L} \cdot \frac{2V_{dc}}{R} \quad (1.9)$$

Avec A la section de la poutre et L sa longueur, C_p la capacité calorifique (J/kg/K), ρ la masse volumique, V_{dc} la tension continue appliquée et R la résistance (Ω).

L'amélioration du rendement de l'actionneur thermique passe donc par l'usage d'un matériau très peu conducteur thermique voire même l'usage d'une structure composée de deux matériaux présentant une différence de coefficients de dilatation thermique importante (actionneur bilame). L'actionnement par effet joule demande cependant un apport en courant important.

1.2.2 Les transducteurs piézorésistifs :

La piézorésistivité se manifeste par un changement de la conductivité électrique d'un matériau lorsque celui-ci est soumis à des contraintes mécaniques et, par conséquent, à des déformations. En général, on quantifie la piézorésistance d'un matériau via son facteur de jauge ($G = \frac{\Delta R \cdot L}{R \cdot \Delta L}$, avec R la résistance du matériau non déformé, ΔR la valeur de la résistance sous l'effet d'une déformation, L la longueur de la piézorésistance et ΔL la variation de longueur due à la déformation) [15].

La variation relative de conductivité électrique peut s'écrire :

$$\frac{\Delta\sigma_{elec}}{\sigma_{elec}} = \pi \cdot T \quad (1.10)$$

Avec π le tenseur piézorésistif et T la contrainte exercée.

Dans le cas d'une structure mobile ancrée, la densité de courant qui est générée par le déplacement de la structure mobile s'écrit :

$$j_m = E_{elec} \sigma_{elec} (\pi \cdot T) \quad (1.11)$$

Avec T la contrainte, E_{elec} le champ électrique, σ_{elec} la conductivité électrique et $u(x)$ le déplacement.

En général, un détecteur piézoresistif est composé d'une structure mobile sur laquelle est définie, par gravure ou dépôt, une piézorésistance. Afin de maximiser la densité de courant générée par le déplacement de la structure mobile, la piézorésistance doit être placée au plus proche au niveau des ancrages là où les contraintes sont les plus fortes (eq. 1.11, fig. 1.9)

matériau	Facteur de jauge G
Au	2.6
Ni	40
Si (dopé p)	125 - 200
Si (dopé n)	-145
poly Si	30

Tableau 1.1: Facteurs de jauge de métaux et semi conducteur [16]

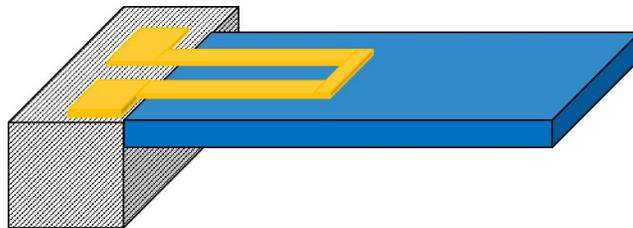


FIGURE 1.9: Schéma du design typique d'une piézorésistance sur un cantilever

La mise en évidence des effets piézoresistifs dans les semi-conducteurs comme le Si et SiGe en 1954 qui peuvent être jusqu'à 10 fois supérieure à ceux des métaux a suscité beaucoup d'intérêt (tab. 1.1). Historiquement, ce mode de transduction fut le premier utilisé dans la conception de capteur (Kulite company) et d'accéléromètres [17]. Les faibles tailles et masses, la sensibilité, la bande passante, la facilité de mise en boîtier et la linéarité de ce mode de transduction sont les raisons évoquées pour le choix de ce mode de transduction.

1.2.3 Les transducteurs capacitifs :

Les transducteurs électrostatiques, appelés également capacitifs, utilisent le champ électrique pour la conversion de l'énergie électrique en mécanique et vice versa. Ce type de transducteurs est principalement composé de deux électrodes, l'une mobile, l'autre fixe, séparées par une couche d'air (fig. 1.10) [18].

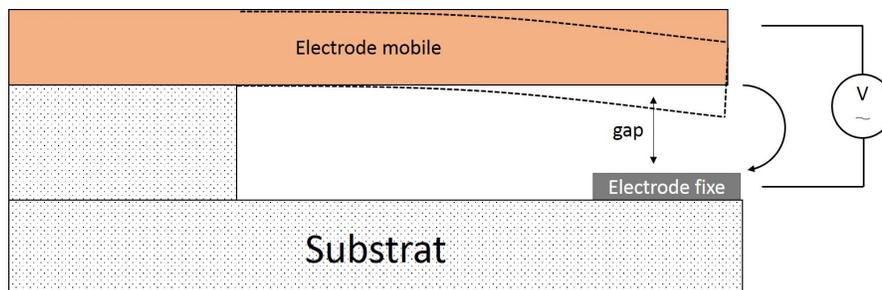


FIGURE 1.10: Schéma de principe d'un transducteur capacitif

L'actionnement électrostatique se fait via la variation de la tension électrique entre les électrodes. Ainsi, un déplacement de la structure mobile résultant de la force de Coulomb s'exerçant entre les deux électrodes est possible (eq.1.12).

$$T = \frac{1}{2} \frac{dC_s}{dz} V_{in}^2 \quad (1.12)$$

Avec V_{in} la tension d'excitation aux bornes des électrodes et C_s la capacité surfacique ($C_s = \frac{\epsilon}{e}$) formée par les électrodes d'actionnement.

Dans le cas où $V_{in}(t) = V_{dc} + v_{ac} \cos(\omega t)$ on obtient :

$$T = \frac{1}{2} \frac{dC_s}{dz} \left(V_{dc}^2 + \frac{v_{ac}^2}{2} + 2V_{dc} \cdot v_{ac} \cos(\omega t) + \frac{v_{ac}^2}{2} \cos(2\omega t) \right)$$

En ne considérant que le comportement harmonique à ω , la contrainte responsable de la résonance est :

$$T = V_{dc} \cdot v_{ac} \frac{dC_s}{dz} \quad (1.13)$$

Le coefficient de transduction est donc :

$$\eta = \frac{T}{v_{ac}} = V_{dc} \frac{dC_s}{dz} \quad (1.14)$$

Le temps d'apparition de cette force correspond au temps de relaxation diélectrique (temps de déplacement des charges) et est donc extrêmement faible. De plus, cette force attractive est proportionnelle à l'inverse du carré de la distance séparant les électrodes (gap). Lorsque le gap devient très faible, il est possible d'élaborer des transducteurs présentant d'importantes forces d'actionnement avec des fréquences de résonance élevées. En contrepartie, la seule force en réponse à la force électrostatique est la force de rappel mécanique des ancrages. La réduction de la distance inter électrode peut donc provoquer de fortes non linéarités et dans le pire des cas une instabilité dite de pull-in. Cette instabilité correspond au collage soudain et irréversible des deux électrodes ($F_{elec} > F_{rappel}$). Tout comme les transducteurs piézorésistifs, ces transducteurs sont faciles à intégrer et leur fabrication n'impose pas de contrainte particulière.

La détection capacitive de l'amplitude de résonance se fait via une électrode fixe placée en face d'un ventre de vibration d'un mode. La variation de la capacité surfacique (C_s) entre le résonateur et l'électrode de sortie génère une densité de courant produite par le mouvement (ou dit courant motionnel) proportionnelle au déplacement $u(x)$ de la partie mobile (eq1.15) [19] :

$$j_m = V_{dc} \frac{dC_s}{dt} \frac{du(x, t)}{dt} \quad (1.15)$$

Pour maximiser les coefficients de transduction électrostatique, il faut donc augmenter la valeur de la capacité ou ajuster la tension continue V_{dc} dans la limite de la tension de claquage de la capacité. La miniaturisation des résonateurs permet une diminution de l'espace inter-électrodes. Les forces d'actionnement mises en jeu se rapprochent donc des forces de pull-in. Pour éviter ce phénomène, la miniaturisation des dispositifs est souvent accompagnée de l'augmentation de la raideur du MEMS ce qui en retour entraîne une diminution de la sensibilité des capteurs (eq 1.2).

1.2.4 Les transducteurs piézoélectriques :

La piézoélectricité est un phénomène de couplage entre l'énergie élastique et l'énergie électrique dans certains cristaux ou solides anisotropes. Dans de tels matériaux, l'effet piézoélectrique dit direct se manifeste par une variation de la polarisation électrique sous l'action d'une contrainte mécanique. Le pendant de cet effet, ou effet piézoélectrique inverse se traduit par une déformation élastique du matériau lorsque l'on applique un champ électrique. Mathématiquement, ces deux effets se traduisent par un jeu d'équations qui relient un tenseur électrique (champ électrique E , induction D) et un tenseur mécanique (contrainte T , déformation S).

$$S = s^E \cdot T + d^t \cdot E \quad , \quad D = \varepsilon^t E + d \cdot T$$

ou :

$$D = \varepsilon^s \cdot E + e \cdot S \quad , \quad T = c^E S - e^t E \quad (1.16)$$

Avec ε la permittivité diélectrique définie à contrainte constante ou à déformation constante (ε^T , ε^S), c la rigidité et s la flexibilité élastique définies à champ électrique constant ou à induction constante (c^E , c^D , s^E , s^D), enfin d et e représentent les constantes piézoélectriques. L'exposant t est utilisé pour les matrices transposées.

En général, l'actionneur piézoélectrique est constitué d'un matériau piézoélectrique placé entre deux électrodes métalliques [20] (fig 1.11). En fonction des propriétés piézoélectriques du matériau et de la géométrie du résonateur, différentes déformations peuvent être générées et seront égales à $T_{kl} = -e_{ij} \frac{V}{h}$ avec la tension entre les électrodes métalliques et e l'épaisseur du matériau piézoélectrique. Dans le cas que nous étudierons dans la suite de ce mémoire, la contrainte mécanique qui domine le déplacement est celle générée par le coefficient d_{31} .

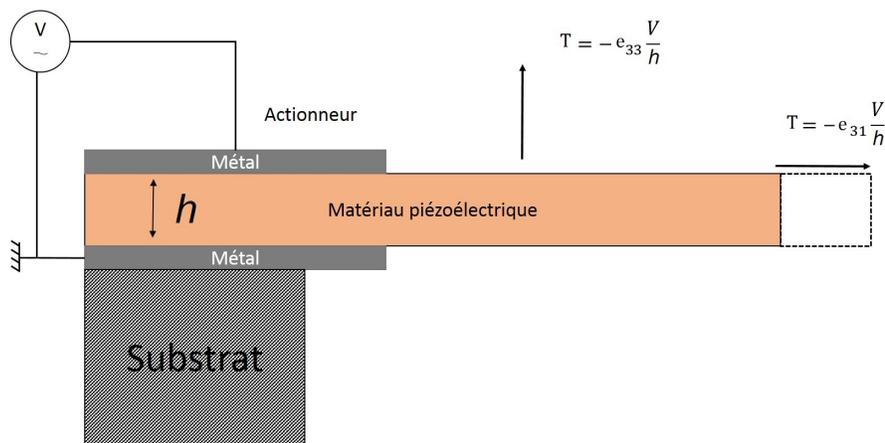


FIGURE 1.11: Schéma de principe d'un transducteur piézoélectrique

La contrainte induite dans le plan par l'effet piézoélectrique s'écrit alors :

$$T_{piezo} = -e_{31} \cdot E_{elec} = -e_{31} \cdot \frac{V_P}{h} \quad (1.17)$$

On en déduit le coefficient de transduction linéique d'actionnement [21] :

$$\eta_{actionneur} = -e_{31} \cdot \frac{h}{2} \cdot W \cdot \frac{U'_n(L)}{U_n(x_{n,r})} \quad (1.18)$$

ou $\frac{U'_n(L)}{U_n(x_{n,r})}$ correspond à la déformation du mode de la poutre au point L normalisée par l'amplitude équivalente du mode.

Au niveau du transducteur de sortie, on détecte une variation de charge. Le coefficient de transduction linéique qui relie le total de charges piézoélectriques générées Q en fonction du déplacement réduit $z_{n,r}$ (déplacement équivalent lorsque l'on assimile la poutre vibrante à un point ponctué au point $x_{n,r}$ et ayant une masse effective $M_{n,r} = \rho h w \int_{x=0}^L \frac{U_n^2(x) dx}{U_n^2(x_{n,r})}$) de la poutre s'écrit :

$$\eta_{détecteur} = \frac{Q}{z_{n,r}} = -e_{13} \cdot \frac{e}{2} \cdot W \cdot \frac{U'_n(L)}{U_n(x_{n,r})} \quad (1.19)$$

Lorsque l'on considère la variation de densité de courant introduite par cette variation de charge, on peut écrire :

$$j_m(t) = \frac{dQ}{dt} \cdot \frac{1}{A} \quad (1.20)$$

avec e_{31} les coefficients piézoélectriques, A la section de la poutre, μ la mobilité, e l'épaisseur du film piézoélectrique, W la largeur des électrodes et V_p la tension de polarisation.

Contrairement aux transducteurs capacitifs, les coefficients de transduction des actionneurs et détecteurs piézoélectriques ne risquent pas de devenir instables lors de la miniaturisation (pas d'effet de pull-in). En effet, seules les géométries et les propriétés piézoélectriques jouent sur les rendements de conversion. Cependant, les matériaux piézoélectriques généralement utilisés pour les MEMS (PZT, poly-ZnO, poly-AlN...) sont relativement désordonnés ce qui fait que lorsque l'épaisseur de la couche devient très faible, le matériau perd ses propriétés piézoélectriques macroscopiques. C'est cette limite en épaisseur qui freine la miniaturisation de ces composants.

1.2.5 Conclusion

Un récapitulatif des différents modes de transduction est présenté tableau 1.2.

Les transducteurs piézorésistifs sont très souvent utilisés car ils présentent une forte linéarité et sont facilement intégrables dans un procédé de fabrication. Cependant, les coefficients piézorésistifs dépendent de la température. Dans l'optique de fabriquer un capteur pour les applications en environnements sévères qui demandent une stabilité sur une large plage de températures, les variations de réponses en fonction de la température sont donc un handicap.

Les actionneurs thermiques présentent eux aussi l'avantage d'être facilement intégrables dans un procédé de microfabrication. Leur consommation reste cependant un frein à leur développement.

Les transducteurs électrostatiques sont une des solutions préférées pour la conception de MEMS en technologie silicium. Leur intégration, aussi bien en tant que détecteur qu'actionneur, dans un procédé de fabrication et leur miniaturisation permettent de réaliser des

composants très compacts et sensibles. Leur miniaturisation permet également d'augmenter les rendements de transductions. Cependant, la miniaturisation s'accompagne souvent d'une augmentation de la raideur des composants afin d'éviter les effets de traction (pull-in) tout en conservant des rendements d'actionnement importants.

Les transducteurs piézoélectriques présentent l'avantage d'être facilement intégrables dans un procédé de microfabrication. La stabilité des propriétés piézoélectriques sur de larges plages de températures permet leur emploi en tant que détecteurs et actionneurs dans des environnements sévères. Cependant la conception et l'intégration de ce type de transducteur avec des composants électroniques ne peut s'effectuer que si les matériaux et procédés de fabrication sont compatibles entre eux. Dans certains cas les températures de dépôt des films piézoélectriques ainsi que les contaminations qu'ils entraînent peuvent s'avérer être un problème. Les rendements de transduction piézoélectriques ne dépendent que de la tension de polarisation et des coefficients piézoélectriques des matériaux employés. Contrairement aux transducteurs capacitifs, la miniaturisation des transducteurs piézoélectriques s'accompagne d'une diminution des rendements de transduction.

L'étude des différents modes d'actionnement montre que le choix d'un mode par rapport à un autre n'est pas trivial et est très dépendant des applications visées. Le tableau 1.3 reprend différents résultats que l'on peut trouver dans la littérature. A la lecture de ce tableau, on constate que les facteurs de qualité obtenus avec des résonateurs constitués d'un actionneur thermique et d'un détecteur piézorésistif sont supérieurs aux résonateurs constitués de transducteurs capacitifs ou piézoélectriques. A l'inverse, les fréquences de résonance obtenues avec les transducteurs piézoélectriques et capacitifs sont bien supérieures à celles obtenues par actionnement thermique. Ces résultats confirment la difficulté du choix du mode de transduction.

Tableau 1.2: Comparaison des différents modes de transduction. Les valeurs des résistances motionnelles correspondent à des résonateurs mesurés à pression atmosphérique et température ambiantes

Type de transduction	Emploi	Limites	Résistance motionnelle $R_m = \frac{V_{in}}{I_{out}}$ [Ω]
Piézorésistif	Détection	Dépendance à la température	
Thermique	Actionnement	Consommation, Interférence avec l'électronique	
Piézoélectrique	Détection et actionnement	Intégration avec l'électronique (matériaux amorphes) Miniaturisation (perte des propriétés piézoélectriques)	20 - 100
Electrostatique	Détection et actionnement	limite technologique de la distance inter-électrodes, Instabilité liée à l'effet de traction	>1k

Tableau 1.3: Propriétés de résonateurs en fonction de leur mode d'actionnement et de détection

Mode de transduction	fréquence de résonance	Q	Résistance motionnelle R_m [Ω]	ref
Capacitif	121 MHz	2100	9×10^3	[22] (2005)
Capacitif	3.27 GHz	2057	1.23×10^3	[6] (2013)
Piézoélectrique	2.12 GHz	105	147	[23] (2012)
Piézoélectrique	223 MHz	2400	56	[24] (2006)
Thermique/piézorésistif	31.19 MHz	13900	1.09×10^6	[25] (2010)
Thermique/piézorésistif	30.9 MHz	12000	49×10^3	[25] (2010)

1.3 Les matériaux pour les MEMS en environnement sévère

Comme nous l'avons présenté en introduction, les domaines d'applications des MEMS sont de plus en plus nombreux. L'automobile et l'aéronautique sont des exemples de secteurs où la demande en capteurs MEMS est en forte hausse. Cependant, ces applications requièrent des capteurs supportant des environnements hostiles. La définition de conditions hostiles reste assez difficile à établir car elle varie en fonction des applications et englobe des notions comme le degré d'acidité, la température ou encore les radiations du milieu. Afin de faire un panorama des différents matériaux compatibles avec les environnements hostiles nous nous sommes intéressés au comportement des capteurs MEMS lorsqu'ils sont soumis à des températures supérieures à 500 °C.

Malgré tous les avantages de la filière silicium, les limites intrinsèques du Si, liées à sa petite bande interdite (petit gap), excluent son emploi dans des environnements dit sévères. En particulier, la limite en température de ces composants est de 200°C. Au-delà, la valeur de l'énergie thermique ($k_b T$, k_b la constante de Boltzmann et T la température) favorise l'ionisation des porteurs ce qui dégrade le comportement semi-conducteur du Si et le fonctionnement des composants électroniques [26]. Une conséquence est l'augmentation des courants de fuites et la dégradation des différentes jonctions p-n que l'on peut retrouver dans certains transducteurs [27]. De plus, dans le cas d'une co-intégration, la technologie CMOS est souvent la partie limitante. En effet, ces composants ont une plage de température de fonctionnement qui atteint difficilement 150°C [28]. Outre ces considérations électriques, les propriétés mécaniques du Si sont aussi dégradées à ces températures. Les performances en fréquence et les facteurs de qualités des composants chutent. La technologie silicium ainsi que l'emploi d'une électronique CMOS semblent donc assez peu viables pour accéder à certains domaines d'applications.

La connaissance du comportement en température des différentes propriétés des matériaux de la filière CMOS ainsi que l'encapsulation des composants électroniques par des couches de nitrures ou oxydes amorphes ont néanmoins permis de repousser quelque peu les limites des composants. A notre connaissance, les capteurs MEMS statiques à base de silicium restent limités à des températures de fonctionnement inférieures à 500 °C [29]. Les capteurs résonants se limitent à des températures allant jusqu'à 340°C [27]. De plus, l'intégration de fonctions MOS aboutit aux mêmes problèmes que ceux rencontrés par la filière silicium massif. Pour l'heure, cette piste reste donc inappropriée pour les applications en environnements sévères. Le besoin en composants MEMS pour des applications en environnements sévères nécessite donc le recours à une autre filière technologique.

1.3.1 Les matériaux piézoélectriques

Les matériaux piézoélectriques ont l'avantage de présenter un mode de transduction intrinsèque et réversible. Cette caractéristique permet aussi bien la fabrication d'actionneurs que de détecteurs présentant une linéarité importante. De ce fait, leur usage dans des composants MEMS est courant.

1.3.1.1 Quartz :

Parmi tous ces matériaux, le quartz tient une place particulière. Sa grande stabilité thermique ainsi que ses hauts coefficients piézoélectriques sont des atouts pour la réalisation de MEMS. Il est d'ailleurs utilisé depuis longtemps dans la réalisation d'oscillateurs pour bases de temps. Lorsqu'il est usiné sous la coupe AT (AT-cut), le coefficient de dérive de fréquence en température est quasi nul ce qui conduit à la réalisation de dispositifs résonants très stables. Ces propriétés ont permis la commercialisation de capteurs à haute performance tels que des capteurs de masse (<http://openqcm.com/>).

Les résonateurs en quartz présentant des structures vibrantes libérées restent encore mineurs. Cependant certains composants comme les VIA (vibrating inertial accelerometer) développés par l'ONERA [30] sont aujourd'hui commercialisés. Cette technologie consiste à usiner un substrat de quartz de façon à obtenir un système composé de deux résonateurs à lame vibrante, utilisés en mode différentiel, reliés par une structure externe qui permet d'isoler efficacement les résonateurs des vibrations parasites. Chacun des résonateurs est constitué d'une poutre bi-encastrée excitée par deux électrodes en alliage chrome-or servant aussi de masque de gravure. Les dimensions totales des accéléromètres (ancrages, masse d'épreuve et résonateur) sont d'environ 12 mm x 10 mm x 0.5 mm. Chaque résonateur expose une fréquence de résonance d'environ 60000 Hz pour un facteur de qualité Q de 17000. L'ensemble du capteur est ensuite collé sur un boîtier et reporté sur un circuit électronique. La fonction de contrôle de l'accéléromètre est donc déportée.

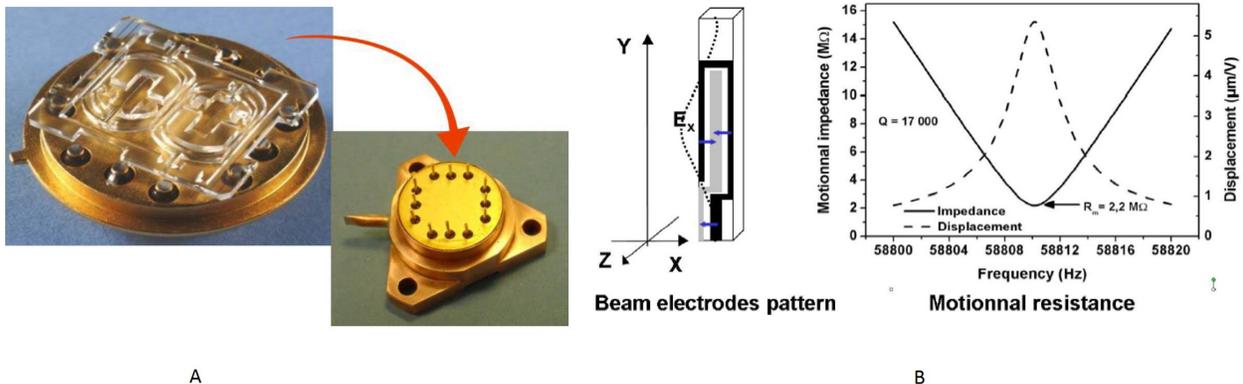


FIGURE 1.12: (A) Photographie d'un résonateur en Quartz monté dans un boîtier TO8 (B) Déplacement et résistance motionale du résonateur en fonction de la fréquence d'excitation [30]

Le groupe de R. L. Kubena (Hughes Research Laboratories de Malibu) propose une approche flip-chip qui vise à favoriser l'intégration d'un résonateur à quartz avec une électronique en silicium ou en matériaux III-V [31]. Pour cela, le résonateur en quartz est dans un premier temps collé sur un substrat de silicium servant de support de procédé. Une fois le procédé fini, le composant en quartz est reporté sur un substrat hôte (Si ou III-V) où des composants électroniques peuvent être fabriqués.

Via ce procédé technologique relativement complexe, l'équipe du HRL laboratory a fabriqué des composants en quartz de 1.8 μ m d'épaisseur et dont les fréquences fondamentales de

résonance et facteur de qualité à l'air sont de 909.1 MHz et 11 000 respectivement. De plus, ces résonateurs montrent une dérive linéaire de la fréquence de résonance sur la plage de température allant de 0 à 150 °C (fig. 1.13). Encore une fois, cette faible dérive de -5 ppm/°C confirme la stabilité en température du quartz. Cependant, la méthode de report utilisée provoque des inhomogénéités de réponse en température du résonateur qui s'expliquent par la contrainte thermique introduite lors du collage sur le substrat hôte. La variation de fréquence en fonction de la température peut alors s'élever à 23 ppm/°C.

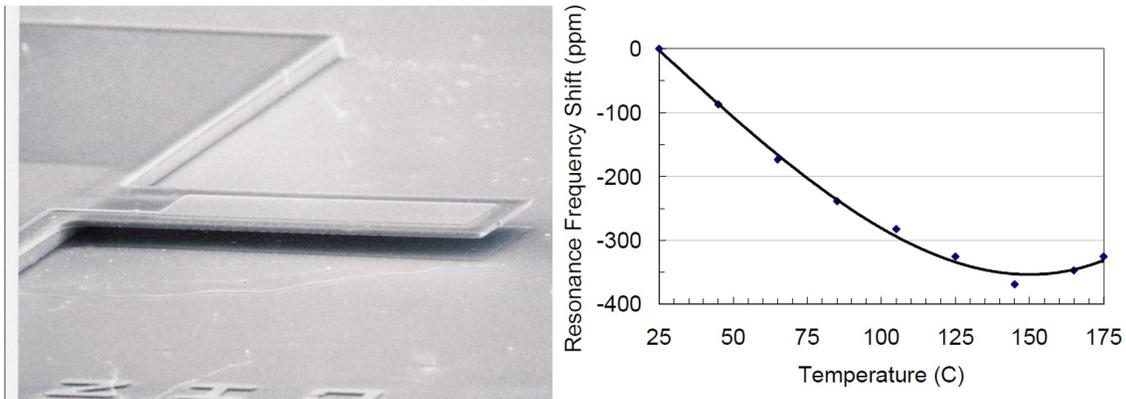


FIGURE 1.13: (Gauche) Image MEB d'un résonateur à Quartz de 1.8 µm d'épaisseur reporté sur un substrat de Si. (Droite) Variation de la fréquence de résonance en fonction de la température du résonateur [31]

Les composants en quartz tirent profit de la grande stabilité du matériau qui présente une faible dérive linéaire sur une large plage de températures. En revanche, il est difficile et souvent peu intéressant de réduire la taille des dispositifs en quartz. La première raison est la dégradation des propriétés piézoélectriques lorsque l'on atteint des très faibles dimensions, la deuxième est la difficulté du procédé technologique de miniaturisation du cristal [32]. En effet, les étapes de découpe et polissage nécessitent un savoir-faire spécifique afin d'obtenir un cristal présentant les performances souhaitées. Pour cela, le rendement de production (Yield) des composants en quartz de petites dimensions reste problématique. Malgré quelques tentatives, la croissance de Quartz par CVD ne semble pas être une solution viable pour obtenir des cristaux de plus petites dimensions [33, 34]. Les MEMS à base de quartz restent donc des composants à dimensions macroscopiques dont les raideurs restent importantes. De plus, une fois le cristal usiné, il doit être encapsulé et relié à une carte électronique. Son intégration dans un système complet reste délicate et est souvent la source d'instabilités.

1.3.1.2 Les langasites

L'émergence récente des substrats massifs de langasites ($\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$) (fig 1.14) suscite un intérêt pour réaliser des composants qui surpassent les dispositifs en quartz.

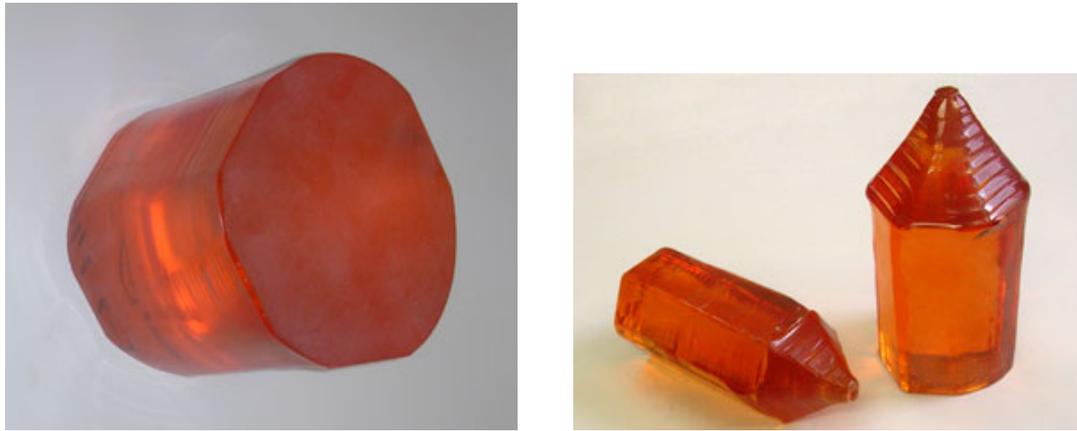


FIGURE 1.14: Images d'un cristal de Langasite commercialisé par la société FOMOS-material (<http://newpiezo.com>). Les cristaux ont un diamètre compris entre 90 et 102 mm

Les premiers dispositifs de test comme les résonateurs à ondes de volume ou de surface réalisés montrent des propriétés élastiques et piézoélectriques [35, 36], mesurées jusque 1000 °C [37], qui témoignent de l'excellente stabilité de ces matériaux aux très hautes températures. En parallèle, Fritz et al. (IMTEK) ont reporté la fabrication de capteurs de masse (nanobalances) dont les propriétés ont été évaluées jusqu'à 800 °C (fig. 1.15)[38, 39].

A partir de ces composants, il a été démontré que les dérives en température des langasites sont aussi bonnes que celles du quartz et que les coefficients piézoélectriques sont 3 fois plus importants. De plus, la chaîne de fabrication mise en œuvre est relativement proche de celle utilisée dans l'industrie du quartz ce qui permet d'entrevoir un transfert de la filière quartz vers les langasites ce qui repousserait les limites des composants actuels vers des températures encore plus élevées.

Tout comme pour le quartz leur miniaturisation reste délicate. Le faible savoir-faire technologique sur ces matériaux ne permet pas encore de fabriquer des structures libérées micrométriques ou encore d'intégrer des résonateurs avec des composants électroniques. Dans l'optique qui est la notre, les langasites ne semblent pas être la solution la plus adéquate.

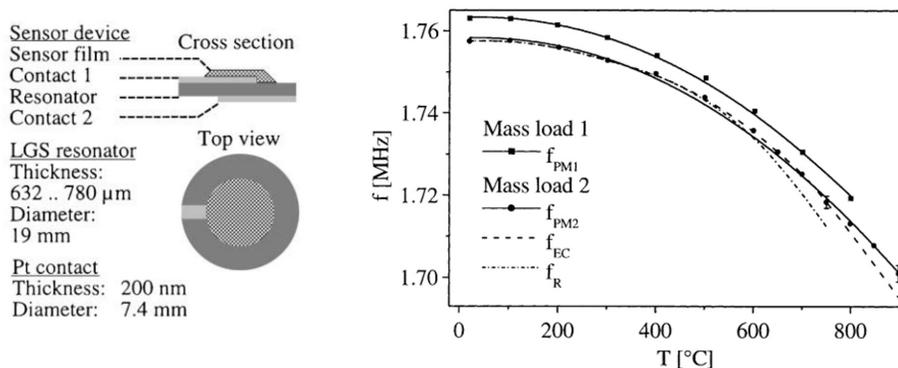


FIGURE 1.15: (Gauche) Schéma d'une nanobalance en langasite (Droite) Evolution de la fréquence de résonance en fonction de la température pour différentes masses appliquées [38, 39]

1.3.1.3 Les matériaux piézoélectriques polycristallins

Pour réaliser ces capteurs de tailles micrométriques, l'approche la plus commune consiste à utiliser un procédé de fabrication par usinage de surface de matériaux piézoélectriques polycristallins. Parmi ces matériaux, les PZT et le ZnO polycristallins sont sortis du lot de par leur compatibilité avec les méthodes de fabrication standard de la microélectronique [40].

Je voudrais porter une attention particulière à l'AlN polycristallin qui est à la base de nombreux composants à ondes de surface (SAW) ou de volume (BAW) [41, 42, 20, 43]. De nombreuses études ont visé à développer ce matériau et ont permis l'intégration de ces dispositifs dans des systèmes complets [44, 45]. A la suite de quoi le passage de la recherche à la production industrielle a pu se faire. Actuellement, une partie des fonctions de filtrage utilisées dans les produits de télécommunication commerciaux est réalisée à partir de SAW et BAW en AlN polycristallin. D'autres composants utilisant des modes de transmission mécanique ont aussi été étudiés au niveau académique [46]. Cependant, au même titre que le quartz et les autres matériaux polycristallins, l'AlN polycristallin ne se suffit pas à lui-même et requiert l'intégration d'une électronique de contrôle issue d'une autre technologie qui est souvent en silicium.

1.3.1.4 Conclusion

La fabrication de transducteurs électromécaniques piézoélectriques performants et compatibles avec des environnements sévères est aujourd'hui maîtrisée. Dans le cas des composants fabriqués à partir de substrats massifs (quartz et langasites), leurs propriétés mécaniques combinées à leur faibles dérive thermique en font la solution industrielle préférée pour aborder les applications en environnement hostile. Comme expliqué au début de ce chapitre, l'un des critères pour améliorer la sensibilité des capteurs MEMS est de réduire leur raideur tout en augmentant leur facteur de qualité. Pour cela, la miniaturisation des résonateurs est nécessaire. Dans cette optique, les matériaux piézoélectriques massifs comme le quartz ou les langasites ne sont pas adaptés à cause des difficultés technologiques que pose leur usinage. De plus, l'intégration avec de l'électronique est difficile et limite la tenue des systèmes aux hautes températures. La fabrication de capteurs très peu raides et peu encombrants reste donc difficile. Une façon d'aborder la fabrication de capteurs miniatures et peu raides est de recourir à une autre filière de matériaux piézoélectriques [47].

Dans le cas des matériaux déposés en film minces, leurs propriétés piézoélectriques dépendent fortement de leur microstructure. Pour assurer le comportement piézoélectrique des films minces, ces derniers doivent présenter une structure colonnaire avec une orientation préférentielle. L'obtention d'un tel arrangement est difficile lorsque l'on réduit l'épaisseur du film. Les propriétés piézoélectriques des films se dégradent avec l'amincissement du film ce qui limite l'intérêt de la réduction de la raideur du MEMS. De plus, pour obtenir des matériaux avec de bonnes propriétés piézoélectriques, les matériaux doivent être déposés à des températures de 200°C-800°C ce qui rend l'intégration difficile. Enfin, les matériaux piézoélectriques présentés sont électriquement isolants et nécessitent d'être déposés sur un substrat hôte pour pouvoir être intégrés avec une électronique de commande. La plupart du temps celle-ci est issue de la filière CMOS. Cette intégration va limiter les températures de fonctionnement du système.

1.3.2 Les semi conducteurs à large bande interdite

Un problème récurrent dans les technologies présentées précédemment est l'usage d'une électronique en silicium. La tenue en température des systèmes est limitée par le comportement des composants CMOS. Le développement des MEMS à base de semi-conducteurs à large bande interdite (grand gap) est issu de la volonté de co-intégrer sur un même substrat le MEMS et des dispositifs électroniques tels que des diodes ou des transistors capables de supporter des températures supérieures à 200°C. Dans cette optique, les matériaux avec une bande interdite d'au moins 3eV permettent la fabrication de composants dont les propriétés électriques ne sont, en théorie, pas altérées pour des températures supérieures à 500°C [48]. Les composants électroniques et les MEMS en SiC semblent être compatibles avec les environnements sévères [49]. Par conséquent, ce type de matériau offre l'avantage de pallier les faiblesses thermiques du silicium tout en tirant profit des architectures déjà établies sur substrat Si.

1.3.2.1 Le carbure de silicium (SiC)

Parmi les matériaux à large bande interdite, le SiC figure parmi les plus attractif et étudié. Initialement, la forte conductivité thermique et la grande inertie chimique du SiC polycristallin en faisaient un matériau de choix pour la passivation et la gestion de la thermique dans la technologie silicium. Par la suite, le développement de monocristal de SiC (dépôt à plus hautes températures et pressions), a rendu possible la fabrication de composants électroniques tels que des diodes ou des transistors. Le fonctionnement de ces composants électroniques à des températures de l'ordre de 500°C pendant plus de 1000 heures a été démontré ce qui confirme le potentiel de ce matériau pour adresser les environnements hostiles [50, 48]. D'un point de vue mécanique, les propriétés élastiques du SiC se trouvent être bien meilleures que celles du silicium [27]. En particulier, le ratio $\sqrt{\frac{E}{\rho}}$, avec E le module d'Young et ρ la masse volumique, du SiC s'élève à $1.3 \times 10^4 \text{ m}^2 \text{ s}^{-2}$ contre $7.5 \times 10^3 \text{ m}^2 \text{ s}^{-2}$ pour le silicium. En première approximation, les fréquences de résonance des résonateurs MEMS sont proportionnelles à ce ratio. Pour une même géométrie de résonateur, le SiC permet d'atteindre des fréquences de résonance plus élevées que le Si.

A la vue des performances électriques et des propriétés mécaniques, la filière des MEMS à base de SiC s'avère très intéressante ce qui explique pourquoi elle est la première filière à base de matériaux semi-conducteurs grand gap monocristallin à s'être développée. De plus, le développement de la croissance de SiC sur Si ou SOI a également permis de réduire le coût de production des technologies en SiC [51, 52]. D'autre part, la croissance de cristaux de SiC sur Si a favorisé la conception de MEMS en simplifiant les procédés de libération via des procédés de gravure sélectives entre le Si et le SiC [53].

1.3.2.1.1 Les composants en SiC polycristallin Dès la fin des années 1990, le groupe de Gerhard Krotz (université technique de Berlin) [54] a développé les premiers capteurs de pression capables de fonctionner à haute température. Parmi leur résultats, on notera la fabrication de capteurs de pression formés d'une piézorésistance en SiC sur un substrat SOI. Ces capteurs piézorésistifs montrent des sensibilités allant d'une dizaine à une vingtaine de $\mu\text{V}/\text{V}/\text{kPa}$ sur une plage de températures allant de 200 °C à 600 °C (fig. 1.16).

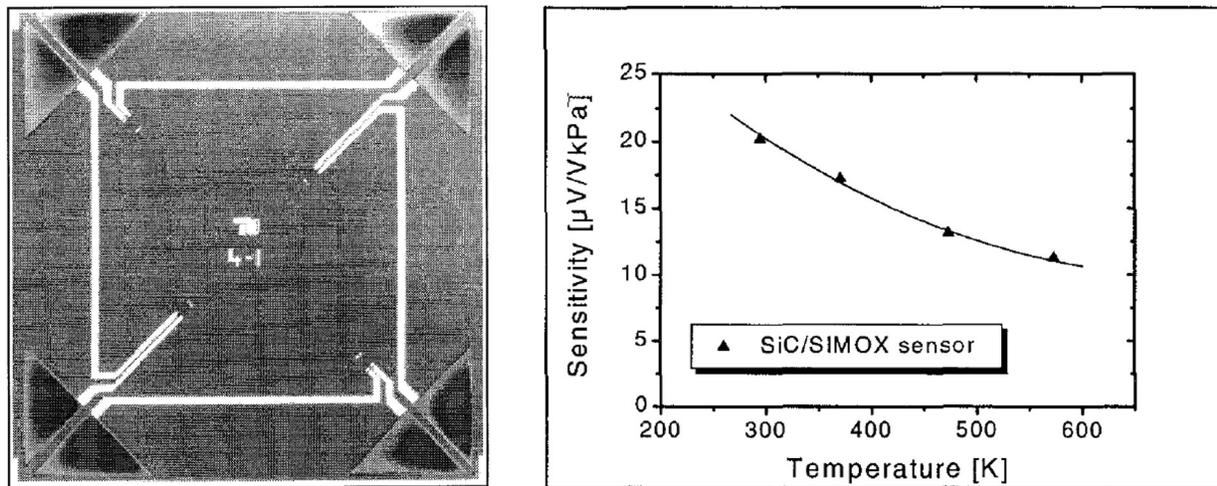


FIGURE 1.16: (Gauche) Photographie du capteur de pression (Droite) Sensibilité du capteur en fonction de la température[54]

C'est au début des années 2000 que les premiers résultats sur des résonateurs en SiC ont été publiés. Par exemple, A. Bhawe et R. T. Howe [55] ont proposé un résonateur avec une détection et un actionnement capacitifs. Une membrane carrée en poly-SiC est excitée suivant les modes de Lamé via des électrodes espacées de 195 nm et définies via une coupe FIB (focused ion beam). Grâce à une détection et un actionnement dit "différentiels", ce composant montre une fréquence de résonance de 173 MHz et un facteur de qualité de 9300 à l'air (fig. 1.17).

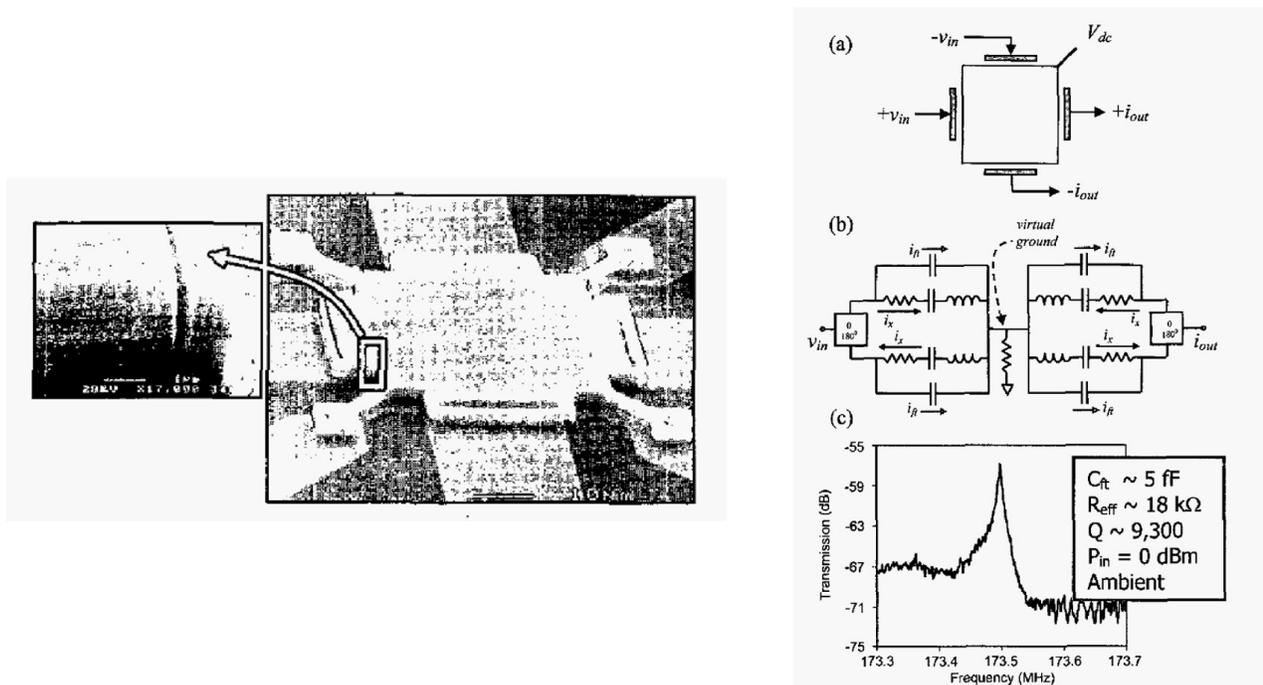


FIGURE 1.17: (Gauche) Photographie du résonateur avec un gap électrostatique de 195 nm défini par une coupe FIB (Droite) (a et b) Schéma équivalent de l'actionnement et détection différentiels ainsi que la réponse en transmission du capteur [55]

Dans le même ordre d'idée l'équipe de M. Mehregany et C. Zorman a elle aussi étudié l'actionnement capacitif de MEMS en poly-SiC [56, 57]. Parmi leur résultats les plus marquants, on notera la réalisation d'un résonateur capacitif à doigts interdigités (comb drive) [58]. La fabrication de ce composant repose sur des techniques bien connues en technologies silicium mais dont le transfert à un autre matériau s'avère être difficile. Le procédé consiste en un usinage de surface du poly-SiC que l'on vient polir puis libérer par gravure d'une couche sacrificielle de poly-silicium. Outre le procédé de fabrication, cette publication présente ce qui est à notre connaissance un des premiers dispositifs mis en boîtier. Outre ces aspects technologiques, les composants montrent une excellente stabilité et ce sur une plage de températures et de pressions allant de 25 °C à 950 °C et de 0.1 à 760 Torrs (fig. 1.18).

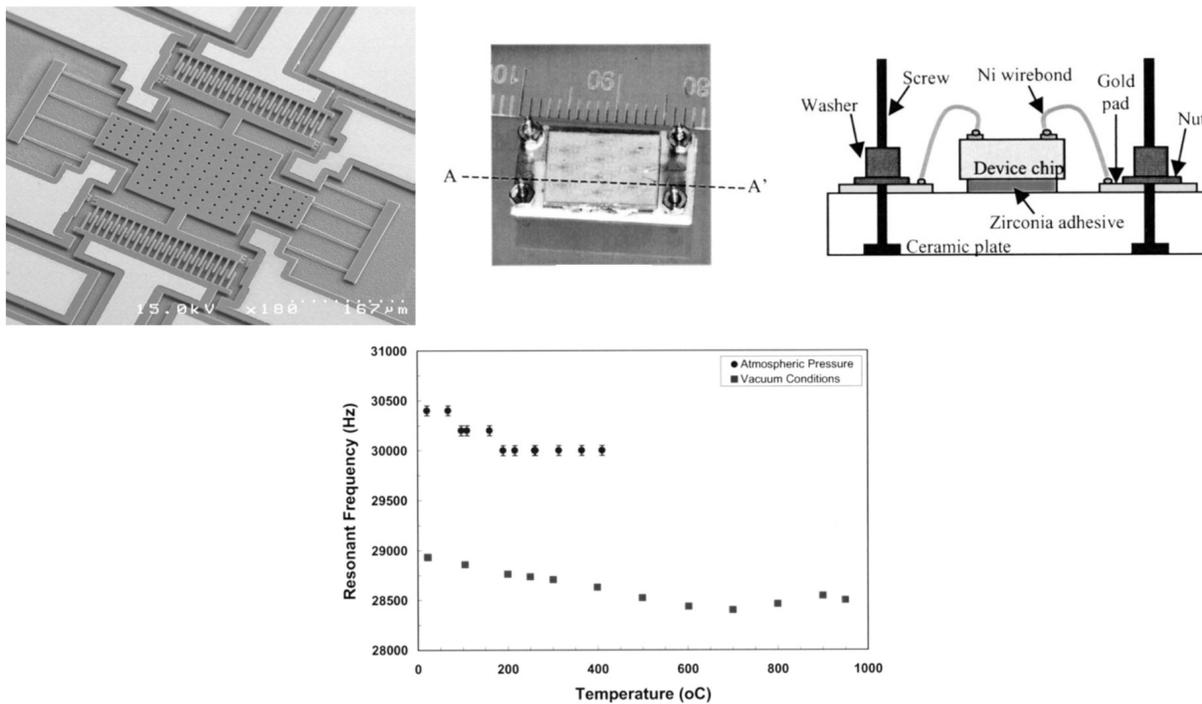


FIGURE 1.18: (haut gauche) Image MEB du résonateur comb drive (haut droit). Photographie et schéma du boîtier de test. (bas) Fréquence de résonance sous vide et à pression atmosphérique de 2 résonateurs pour différentes températures [58]

1.3.2.1.2 Les composants en SiC monocristallin Précédemment, nous avons montré l'intérêt du SiC pour concevoir des MEMS fonctionnant jusqu'à des températures supérieures à 500 °C. Grâce à l'utilisation de poly-SiC les différentes technologies MEMS exposées ont pu bénéficier du savoir-faire de fabrication par usinage de surface développé dans l'industrie silicium. Néanmoins, la fabrication de transistors ou diodes en SiC n'est possible qu'à partir d'un matériau monocristallin. L'intégration monolithique de MEMS et de transistors en SiC nécessite donc l'usage de SiC monocristallin déposé sur un substrat de silicium.

Un des premiers résultats notables allant dans cette direction, a été publié par l'équipe de M. L. Roukes qui présente des capteurs de masse NEMS à base de SiC monocristallin. Ces composants tirent parti des propriétés mécaniques du SiC pour atteindre des fréquences de résonance de 127 MHz et des résolutions d'environ 100 zg (Fig. 1.19)[59]. Dans l'optique de fabriquer des composants miniaturisés pour les environnements sévères, cette approche

présente toutefois quelques limitations. La plus importante vient des transducteurs utilisés. En effet, l'actionnement se fait via un actionneur piézoélectrique en céramique collé à l'échantillon et la détection via l'effet piézorésistif dans un film d'or. A haute température, la sensibilité du capteur est détériorée à cause des dégradations du collage de l'actionneur et des propriétés piézorésistives de l'or. Une seconde limitation réside dans l'utilisation d'un actionneur en quartz qui n'est pas intégré au système et ne permet pas la miniaturisation.

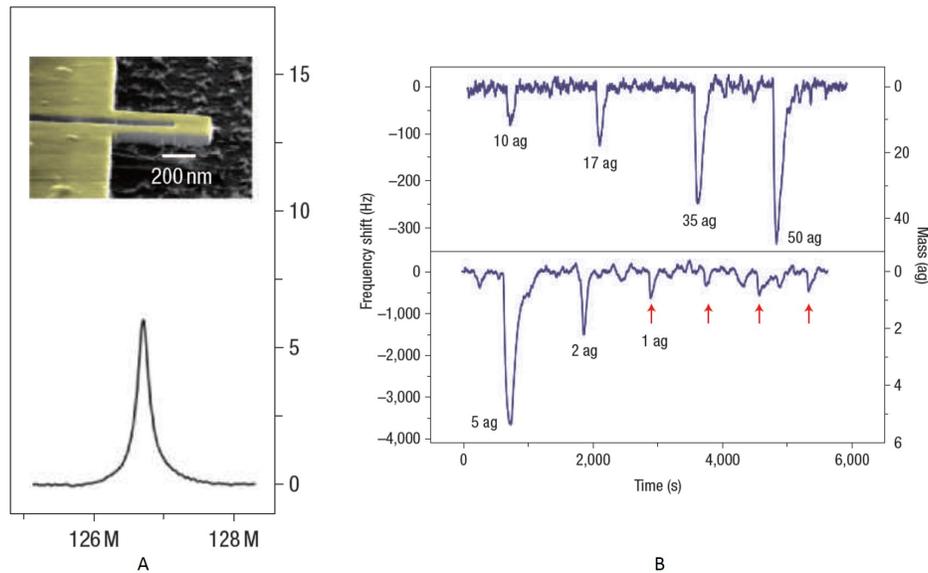


FIGURE 1.19: (A) Réponse piézoélectrique d'un cantilever en SiC de 600 nm de long et 400 nm de large recouvert d'un film de 30 nm d'or, l'insert montre une image MEB du composant (B) Mesure en temps réel et à l'air de la chemisorption de difluoroethane pour des leviers ayant des fréquences de résonance de 8 MHz et 127 MHz [59]

Le groupe de G. A. Berini (université de Barcelone) [60] a étudié le 3C-SiC monocristallin pour les applications MEMS en environnement sévère. Un cantilever de 40 μm de long et 1 μm de large est actionné et suivi à l'aide de deux transducteurs capacitifs. Le choix d'un substrat de SOI, plutôt qu'un substrat Si, permet de réduire les capacités parasites en limitant les courants de fuite par le substrat. Les composants ainsi obtenus montrent une fréquence propre de résonance de 1.93 MHz à 20 °C. Les caractérisations en température montrent une dérive de $-30\text{Hz}/^\circ\text{C}$ de la fréquence de résonance sur la plage 20°C - 200°C (fig. 1.20).

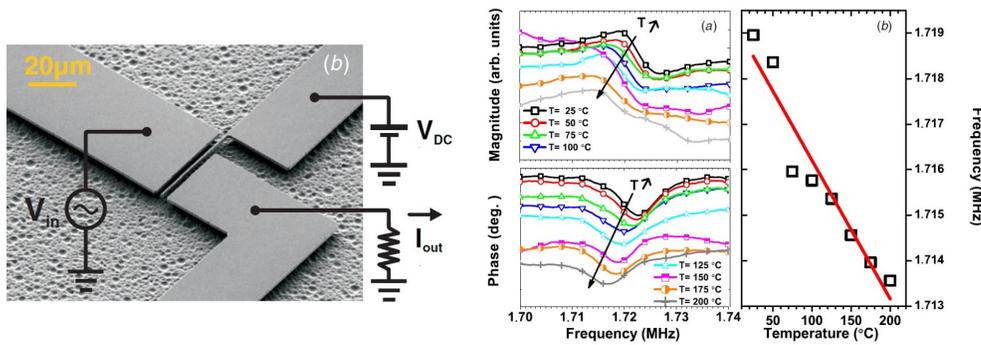


FIGURE 1.20: (Gauche) Image MEB du résonateur en SiC de 40 µm de long (Droite) Réponse en amplitude et phase du résonateur soumis à une tension d'actionnement de 90V. La mesure est effectuée sous pression atmosphérique [60]

En contrepartie, les tensions d'actionnement restent encore de l'ordre de la cinquantaine voire de la centaine de Volts. De plus la croissance de SiC sur SOI requiert le développement d'une ingénierie de contrainte afin d'éviter tout phénomène de déflexion ou de flambage (fig 1.21).

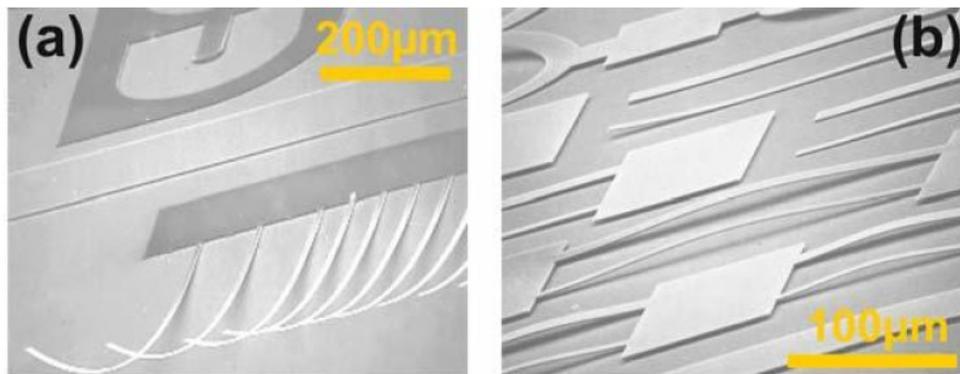


FIGURE 1.21: Image MEB de l'impact des contraintes et gradients de contraintes dans le SiC déposé sur Si lors de la libération de poutres (a) mono encastrées (b) bi-encastrées [61]

1.3.2.1.3 Conclusion Le carbure de silicium présente des caractéristiques mécaniques et électroniques très intéressantes pour adresser les applications en environnement sévère. Le développement de la filière 3C-SiC/SOI, rendant la fabrication de MEMS plus facile et moins chère, a ouvert la voie à de nombreux composants pouvant fonctionner jusqu' à 950°C. Cependant, à cause de l'absence de mécanisme de transduction intrinsèque, l'actionnement des résonateurs reste difficile et peu efficace. Enfin, la conception d'un résonateur à base de SiC monocristallin et intégré avec de l'électronique reste à démontrer.

1.3.2.2 Le diamant

Le diamant est souvent décrit comme le semi-conducteur idéal pour les applications en électronique de puissance. Ses propriétés thermiques, son inertie chimique ainsi que ses propriétés de transport électronique en font un candidat intéressant pour les applications en environnements sévères. Cependant, le diamant reste difficile à usiner et sa croissance sur un substrat

hôte est limitée à cause des fortes contraintes générées. Les micro-systèmes à base de diamant sont donc encore très peu explorés. Seuls quelques composants fabriqués à partir de diamant polycristallin ont été présentés dans la littérature et présentent des facteurs de mérite $f_x Q$ supérieurs à $1.74 \times 10^{13} \text{ Hz}$ pour des structures circulaires ayant des rayons allant de $16 \mu\text{m}$ à $24 \mu\text{m}$ [62, 63]. De plus, la fabrication de composants électroniques à base de diamant étant encore immature, l'intégration monolithique de composants électroniques avec les résonateurs MEMS n'a pas encore été démontrée.

1.3.2.3 Les nitrures d'éléments III (III-N)

Les composants à base de matériaux nitrures d'éléments III (III-N) constituent le deuxième plus important marché après celui du silicium. Depuis les années 1980 et le développement des diodes électroluminescentes bleu, la recherche sur les composants à base de matériaux III-N s'est fortement développée. Outre son intérêt pour les applications optiques, les propriétés électriques du GaN ont permis de concevoir des transistors à haute mobilité électronique (HEMTs) dont le développement a débuté dans les années 1990 avec les recherches de Asif Kahn [64, 65, 66].

Au cours des dix dernières années, la croissance de GaN sur substrat silicium et les composants électroniques se sont fortement développés. Les efforts fournis pour améliorer les performances des transistors III-N ont conduit à la fabrication de composants HEMTs dont le fonctionnement a été démontré, de façon réversible, pour des températures allant jusque 1000°C [67, 68].

L'emploi du GaN monocristallin pour des applications MEMS n'a été envisagé qu'au début des années 2000.

Les premières recherches académiques visant à réaliser des MEMS en GaN monocristallin tirent parti des développements de la croissance de GaN sur substrat silicium ainsi que de la disponibilité de structures AlGaN/GaN commerciales.

Une première approche proposée par les équipes de l'Université de Floride est d'utiliser les propriétés singulières des transistors AlGaN/GaN pour fabriquer des capteurs de pression [69]. Une étude visant à quantifier la variation de la conductivité d'un transistor AlGaN/GaN soumis à une contrainte extérieure a été réalisée. Pour cela, un transistor AlGaN/GaN épitaxié sur saphir a été fabriqué sur un cantilever (fig. 1.22a). Lorsque la poutre est déformée, la contrainte exercée sur le transistor induit une variation du nombre de porteurs dans le canal (fig. 1.22b) confirmant ainsi l'intérêt de ces structures pour des applications de capteurs.

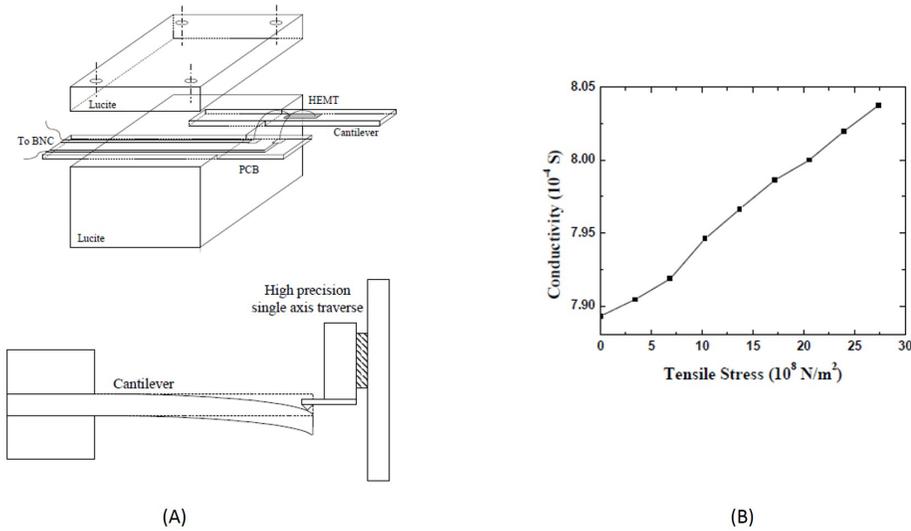


FIGURE 1.22: (A) Schéma du dispositif de test (B) Variation de la conductivité dans le canal du HEMT en fonction de la contrainte appliquée [69]

Par la suite, ces mêmes groupes démontrèrent un premier capteur de pression basé sur la déformation d'une membrane AlGaIn/GaN (initialement épitaxié su Si) et libérée par gravure en face arrière du substrat (fig. 1.23) [70]. Les avantages de cette structure mis en avant par les auteurs sont :

- La grande sensibilité du capteur due à l'effet piézoélectrique qui diminue ou augmente la densité de porteurs dans le canal
- La possibilité d'intégrer des transistors à côté du capteur pour traiter les données.

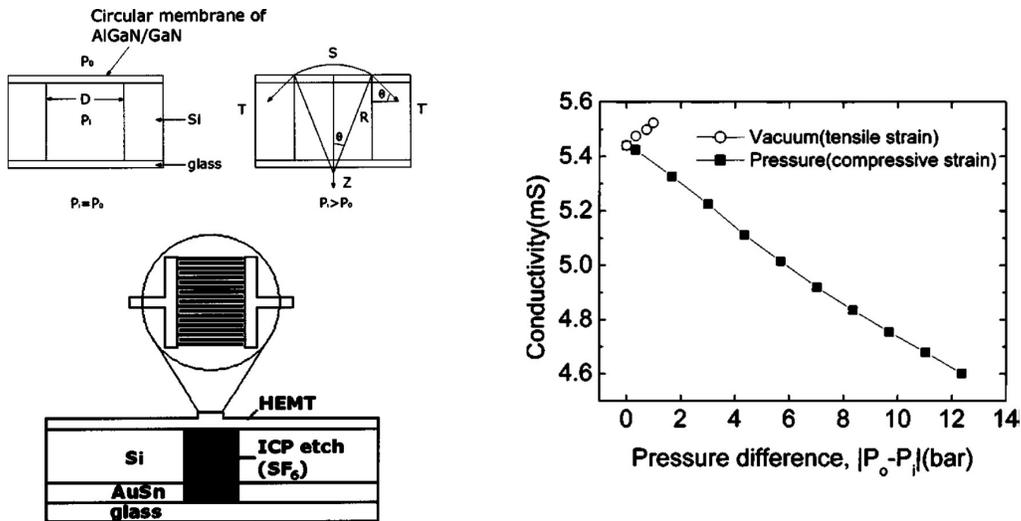


FIGURE 1.23: (gauche) Schéma du capteur de pression constitué de deux contacts ohmiques configurés en peignes interdigités. (droite) Variation de la conductivité en fonction de la pression [70]

L'arrivée des résonateurs à base de GaN monocristallin s'est faite un peu plus tard avec en 2008 les premières publications décrivant le concept du résonateur à base d'hétérostructures

AlGa_N/Ga_N[71, 72]. Par la suite les premiers composants Ga_N sur Si combinant MEMS et transport électronique ont vu le jour avec en 2009 le premier démonstrateur réalisé par Faucher et al. [73]. Comparés aux structures de résonateurs classiques, les résonateurs MEMS en Ga_N monocristallin offrent la possibilité d'intégrer un détecteur actif aussi appelé Resonant HEMT (R-HEMT) jouant à la fois le rôle de détecteur et de premier étage amplificateur (fig 1.24). Le gaz bi-dimensionnel d'électrons (2DEG) peut également être utilisé comme électrode inférieure, facilitant ainsi la fabrication des actionneurs piézoélectriques. Ces derniers se distinguent aussi par la faible épaisseur du film piézoélectrique servant à actionner la structure. Dans cette filière, l'effet piézoélectrique est généré dans un film de 20 nm d'AlGa_N et les rendements piézoélectriques mesurés sont similaires à ceux des actionneurs piézoélectriques polycristallins faisant quelques centaines de nanomètres d'épaisseur[74].

Ce premier résonateur de 110 μm de long, 5 μm de large et 1.7μm d'épaisseur montre une fréquence propre de résonance de 1.5 MHz et une raideur de 15N/m.

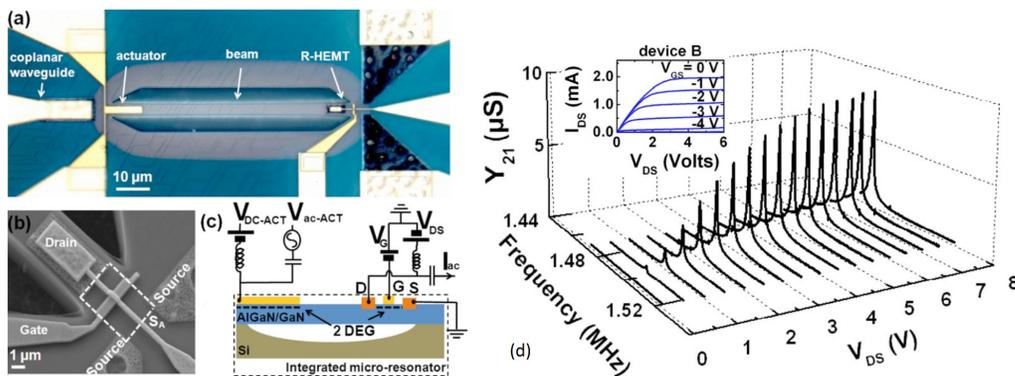


FIGURE 1.24: (a) Image par microscopie optique d'un résonateur MEMS en Ga_N (b) Image MEB du R-HEMT (c) Schéma du montage de test du résonateur (d) variation de la transconductance Y_{21} en fonction de la fréquence d'excitation et de la polarisation du R-HEMT sous vide [73]

L'utilisation du transistor comme amplificateur s'avère être un avantage considérable qui a mené à l'utilisation des structures AlGa_N/Ga_N dans d'autres domaines que celui des capteurs. Les groupes s'intéressant aux applications RF-MEMS ont repris cette idée. Dans le but de monter en fréquence L. C. Popa, et D. Weinstein (Massachusetts Institut of Technology) proposent d'utiliser cette structure afin de réaliser un résonateur à ondes de surface excité uniquement par le gaz bi-dimensionnel d'électrons (fig 1.25 A) [75]. En dehors des performances en fréquences qui passent de quelques MHz dans le cas de [73] à 500 MHz, l'usage de 2DEG comme actionneur acoustique permet de s'affranchir de métal sur le résonateur ce qui réduit les pertes mécaniques et conduit à un facteur de qualité de 1587 ce qui est trois fois plus important qu'un résonateur SAW avec métallisation (fig. 1.25 B).

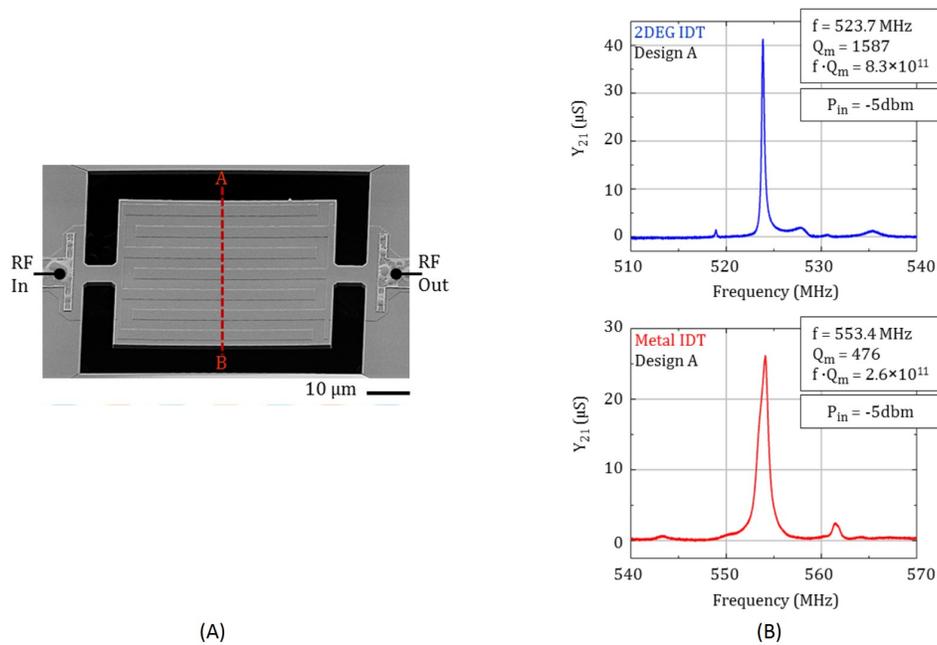


FIGURE 1.25: (A) Image MEB d'un résonateur à onde de surface avec des doigts interdigités formés par le 2DEG (B) Réponse en transmission du résonateur avec et sans métallisation en fonction de la fréquence d'excitation [75]

Mina Rais-Zadeh et son équipe de l'université du Michigan vont plus loin en proposant un composant qui combine MEMS et HEMT [23]. Ce dernier est constitué de deux transducteurs piézoélectriques composés d'un film de GaN monocristallin en sandwich entre deux électrodes d'or. Ce résonateur à ondes de volume est par la suite relié à la grille d'un transistor HEMT afin d'amplifier le signal de sortie. Malgré un procédé de fabrication complexe, notamment dû au dépôt de la couche d'or sur la face arrière, la fabrication du résonateur BAW est rendue possible par l'emploi d'un substrat Si. Il est ainsi possible de graver le substrat jusqu'au matériau III-N puis de déposer de l'or sur la face arrière afin de concevoir l'électrode inférieure du résonateur.

L'utilisation d'un résonateur à ondes de volume permet d'atteindre une fréquence de résonance de 119 MHz et un facteur de qualité de 7413 à l'air. L'ajout du HEMT en sortie du résonateur (fig. 1.26B) amplifie le signal de sortie de près de 30dB mais au détriment des performances fréquentielles du résonateur. Ce résultat constitue la première démonstration d'une co-intégration de MEMS et de HEMT.

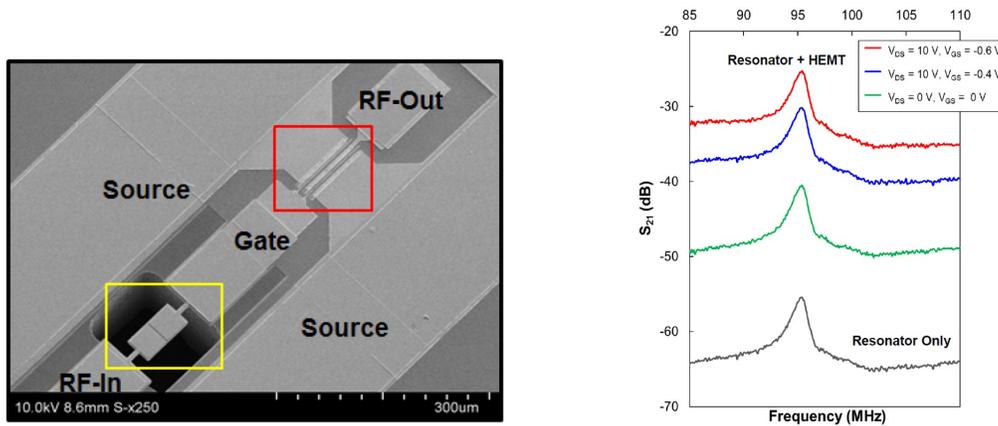


FIGURE 1.26: (Gauche) Image MEB du résonateur à onde de volume intégré avec un transistor HEMT AlGa_N/Ga_N. (Droite) Réponse en transmission du résonateur + MEMS en fonction de la polarisation du transistor [23]

1.3.2.3.1 Conclusion Malgré un développement assez tardif, les résonateurs MEMS à base de nitrures d'éléments III ouvrent une nouvelle porte vers la conception de capteurs capables de travailler à des températures supérieures à 500 °C. La fabrication de résonateurs intégrés avec des HEMTs a été démontrée ce qui constitue une première étape vers la conception d'un système complet. De plus la démonstration de transistors capables de fonctionner à des températures supérieures à 600 °C et ce de façon réversible conforte le choix de ces matériaux pour les applications en environnements hostiles. Le GaN semble donc être le candidat idéal pour la conception de micro capteurs GaN résonants co-intégrés avec une électronique de contrôle et capables de supporter des températures deux fois supérieures à celles des composants silicium actuels.

1.3.3 Conclusion : Comparaison des différentes technologies relatives aux MEMS résonants

Le tableau 1.4 reprend les différents matériaux et technologies associées que l'on retrouve dans la conception de MEMS résonants. Parmi ces matériaux, les matériaux III-N cristallins ainsi que le SiC semblent être les plus adaptés à la réalisation de capteurs résonants compatibles avec les environnements sévères. Dans le cas des III-N, les propriétés piézoélectriques intrinsèques aux matériaux et les performances démontrées des transistors HEMTs en font un candidat idéal.

Tableau 1.4: Tableaux récapitulatif des différentes technologies relatives aux MEMS résonants

Technologie	Procédé de fabrication du MEMS	Procédé technologique d'intégration	Co-intégration	Compatibilité aux environnements sévères	Avantages	Difficultés
Matériaux piézoélectriques polycristallins + CMOS	Usinage de surface	Intégration par procédés successifs	Possible mais nécessite des températures et techniques de dépôt compatibles CMOS	T < 200°C Limite de la technologie CMOS	Faible impédance motionnelle Grande vitesse de propagation des ondes acoustique (SAW et BAW)	Contamination et compatibilité avec procédé CMOS Réduction de l'épaisseur et conservation des propriétés piézoélectriques
Quartz	Gravure chimique ou physique du substrat	Report sur un substrat hôte	Difficile car nécessite le report du MEMS sur un substrat hôte et une isolation thermique entre le MEMS et l'électronique	T > 600 °C Mais limité par la tenue en température de l'électronique	Stabilité thermique Facteur de qualité	Miniaturisation Intégration monolithique
Langasites	Dispositifs macroscopiques	Report	Report mais pas encore démontré	T > 900 °C	Stabilité thermique Facteur de qualité Coefficients piézoélectriques Même ligne de fabrication que le Quartz	Miniaturisation Intégration monolithique Besoin d'optimiser les procédés technologiques

Technologie	Procédé de fabrication du MEMS	Procédé technologique d'intégration	Co-intégration	Compatibilité aux environnements sévères	Avantages	Difficultés
SiC sur substrats SI ou SOI	Gravure sélective du substrat Si	Intégration monolithique de FET-SiC et de MEMS	Co-intégration avec une électronique SiC à démontrer	T > 500 °C JFET fonctionnant de façon réversible jusque 500 °C	Matériaux à large bande interdite semiconducteur Dispositif mis en boîtier et testé en température	Mode de transduction non intrinsèque et difficile à réaliser Dispositif en grande partie fabriqué à partir de poly-SiC Développement de MEMS sur SiC monocristallin
GaN	Gravure sélective du substrat Si	Intégration monolithique de HEMT et MEMS	Co-intégration avec HEMT	T > 500 °C HEMT fonctionnant de façon réversible jusque 1000 °C	Matériau semi-conducteur à grand gap et piézoélectrique	Croissance de couche spécifique au MEMS sur substrat Si

Chapitre 2

Le nitrure de Gallium

2.1 Propriétés structurales

2.1.1 Propriétés cristallines

Les matériaux III-V et plus particulièrement les nitrures d'éléments III, ou III-N (composés stœchiométriques d'azote et d'un élément de la colonne 3 du tableau de Mendeleïev), peuvent s'organiser selon trois principaux arrangements cristallographiques différents qui sont illustrés par la figure 2.1 :

- La structure hexagonale de type wurtzite
- La structure cubique de type blende de zinc (zinc blende)
- La structure cubique de type sel gemme (rock salt).

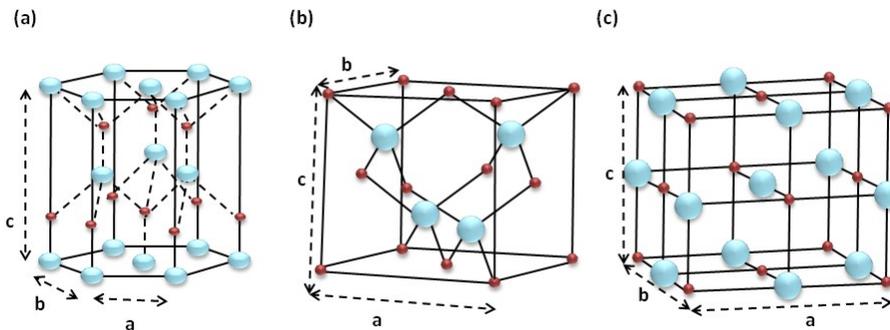


FIGURE 2.1: : Principales structures cristallines des éléments III-V (a) wurtzite, (b) zinc blende et (c) rock salt. Par définition la face normale parallèle à c est notée (001) ou (0001).

L'obtention d'un arrangement est liée aux conditions de croissance ainsi qu'à la nature du substrat. La structure zinc blende sera obtenue par croissance loin de l'équilibre thermodynamique (basse température entre autre) sur les faces (001) des substrats à maille cubique tels que le SiC [76], Si [77], MgO [78] ou GaAs [79]. La phase wurtzite est la plus stable thermodynamiquement et donc plus facile à obtenir. De ce fait, la phase hexagonale reste la plus répandue. Elle sera préférentiellement obtenue à partir des plans (0001) de substrats à maille

hexagonale ou à partir des plans (111) de substrats à maille cubique. Dans ce manuscrit, il ne sera question que de la structure cristallographique hexagonale (dite wurtzite).

La maille d'un cristal wurzite se caractérise par trois paramètres : le paramètre de maille de la base hexagonale a , la hauteur de la maille c et la longueur de liaison entre les atomes III et N notée u . Dans un cristal wurzite qui correspondrait à un empilement hexagonal compact, la relation entre ces paramètres devrait être $u = \frac{3}{8}c$ et $c = a * \sqrt{\frac{8}{3}}$ [80].

Remarque :

Il est de coutume de décrire les plans cristallographiques dans un système de coordonnées de Miller avec 3 indices (hkl). La symétrie hexagonale n'étant pas mise en évidence dans cette notation, il est d'usage d'utiliser un système à 4 indices (hkil) tel que $i=-(h+k)$, par exemple la notation du plan (302) est également (30-32).

2.1.2 Propriétés élastiques

Un matériau est dit élastique lorsque la déformation subie (ϵ) en réponse aux forces externes est réversible. Lorsqu'un matériau se trouve dans un régime de déformation élastique, le lien entre le tenseur de déformation ϵ_{kl} , où k représente le plan considéré et l la direction de la déformation, et le tenseur de contraintes σ_{kl} appliquées, la contrainte σ est définie comme la force appliquée par unité de surface $T = \frac{F}{S}$, est régie par la loi de Hooke [81] :

$$T_{kl} = \sum_{kl} C_{ijkl} \cdot S_{kl} \quad (2.1)$$

En général, on utilise la notation de Voigt dans laquelle les couples d'indice i et j sont équivalents à un chiffre. Suivant cette notation : $xx \rightarrow 1$, $yy \rightarrow 2$, $zz \rightarrow 3$, $yz \rightarrow 4$, $zx \rightarrow 5$ et $xy \rightarrow 6$, d'où :

$$\begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \end{bmatrix} = [C_{m,n}] \cdot \begin{bmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \end{bmatrix}$$

Avec C le tenseur des modules élastiques. Les matériaux III-N sont des cas particuliers de la symétrie orthotropique (propriétés différentes suivant deux axes perpendiculaires. On distinguera donc les propriétés dans le plan de croissance, et celles suivant l'axe de croissance). Le tenseur des modules élastiques s'écrit alors[82] :

$$\begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{13} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{pmatrix}$$

Avec $C_{66} = \frac{C_{11}-C_{12}}{2}$. De plus nous ne considérerons que les contraintes normales du cristal. La loi de Hooke se simplifie donc en 2.2 :

$$\begin{bmatrix} T_1 \\ T_1 \\ T_3 \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} \\ C_{12} & C_{11} & C_{13} \\ C_{13} & C_{13} & C_{33} \end{pmatrix} \begin{bmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \end{bmatrix} \quad (2.2)$$

On définit alors le module d'Young biaxial (E_b), où i et j représentent respectivement la direction de la contrainte et de la déformation, et le coefficient de Poisson biaxial (ν_b) des matériaux III-N comme[83] :

$$E_b = \frac{E_{11}}{1 - \nu_{12}}$$

$$E_b = C_{11} + C_{12} - 2\frac{C_{13}^2}{C_{33}}$$

$$\nu_b = -\frac{\varepsilon_{zz}}{\varepsilon_{xx}} = \frac{2\nu}{1 - \nu} = 2\frac{C_{13}}{C_{33}}$$

Remarque : Le GaN est un cas particulier des matériaux orthotropiques et possède alors deux modules d'Young E_1 et E_3 et trois coefficients de Poisson ν_{12} , ν_{31} et ν_{13} . Dans la littérature les paramètres E et ν que l'on rencontre valent E_1 et ν_{12} .

2.1.3 Polarités et polarisation

2.1.3.1 Polarisation spontanée

Dans un cristal wurtzite III-N, la différence d'électronégativité entre les atomes d'azote et ceux d'Éléments III entraîne la formation de dipôles créant ainsi une polarisation dite spontanée. Dans un cristal wurzite, les directions $[0001]$ et $[000\bar{1}]$ ne sont donc pas équivalentes. La structure possède alors deux polarités : la polarité métallique (Ga ou Al) et la polarité azote (N) (fig2.2). Par convention, la direction de la polarité est orientée de la charge la moins électro-négative (élément III) à la plus électro-négative (élément N). L'orientation $[0001]$ correspond ainsi à la polarité Ga et la $[000\bar{1}]$ la polarité N. Dans un matériau homogène, ces dipôles se neutralisent. Par contre, une charge apparait aux discontinuités constituées par la surface où les interfaces avec d'autres matériaux.

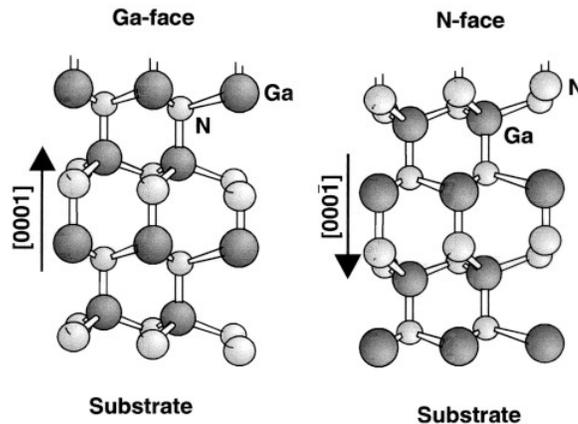


FIGURE 2.2: Différentes polarités Ga et N du GaN en phase wurtzite

Les valeurs des polarisations spontanées pour les matériaux III-N sont reportées tableau 2.1[84]. La valeur de la polarisation spontanée pour l'AlGa α N se calcule à partir de la loi de Végard (eq 2.3)

$$P_{sp}^{Al_xGa_{1-x}N} = x \cdot P_{sp}(AlN) + (1 - x) \cdot P_{sp}(GaN) \quad (2.3)$$

Tableau 2.1: Valeur de la polarisation spontanée pour le GaN et l'AlN

	GaN	AlN
P _{sp} (C/m ²)	-0.029	-0.081

Pour la grande majorité des applications, la polarité métal (Ga, Al) est la plus fréquemment utilisée. Jusqu'à aujourd'hui, les III-N obtenus par épitaxie avec la polarité métal ont toujours présenté une rugosité plus faible et une meilleure qualité structurale [85]. Bien que des composants aient été développés sur des structures à polarité azote [86], les composants étudiés dans ce manuscrit ont tous été réalisés à partir de structures à polarité métal.

2.1.3.2 Polarisation piézoélectrique

En plus de la polarisation spontanée, une autre polarisation dite piézoélectrique P_{pz} vient s'ajouter. Cette polarisation est la conséquence de la déformation élastique de la maille qui vient modifier le dipôle formé par les atomes III et N (fig2.3). Cette polarisation peut être présente dans le cas d'une hétéroépitaxie [87]. Lors de la croissance d'une hétérostructure (un film de nature différente épitaxié sur un autre film), la polarisation piézoélectrique vient s'ajouter à la polarisation spontanée (dans le cas où l'un des matériaux subit une déformation en extension) ou se soustraire (dans le cas où l'un des matériaux subit une déformation en compression). Évidemment, les effets sont inversés pour la croissance d'un matériau à polarité azote.

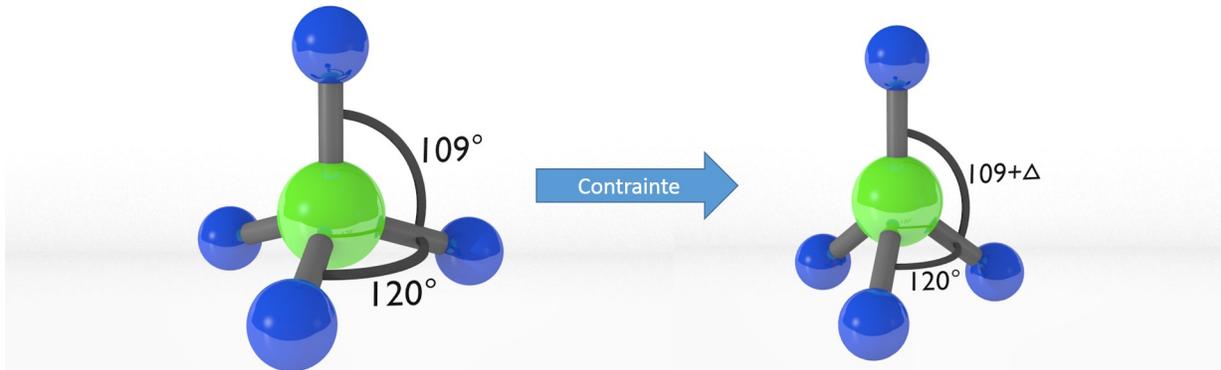


FIGURE 2.3: Schéma du tétraèdre formé par les liaisons covalentes entre un atome III et 4 atomes N dans la structure wurtzite relaxée (gauche) et déformée par la contrainte en compression dans le plan (droite)

Dans le cas d'un matériau de symétrie 6mm, dont font partie les matériaux wurtzites, la polarisation piézoélectrique s'exprime en fonction des coefficients piézoélectriques e_{ij} du matériau et du tenseur de déformation S_j (eq.2.4).

$$P_{pz} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & e_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & e_{15} & 0 & 0 \\ e_{31} & e_{31} & e_{33} & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \end{pmatrix} \quad (2.4)$$

Les valeurs des coefficients piézoélectriques des matériaux III-N sont données dans le tableau 2.2 :

Tableau 2.2: Valeurs des constantes piézoélectriques du GaN et de l'AlN [84]

	GaN	AlN
$e_{31}(\text{C/m}^2)$	-0.49	-0.60
$e_{33}(\text{C/m}^2)$	0.73	1.46

2.2 L'hétérojonction AlGa_N/Ga_N

2.2.1 Formation du gaz bidimensionnel d'électron (2DEG)

Les transistors à haute mobilité électronique (HEMTs) traditionnels à base de matériaux III-V utilisent une couche dopée, l'AlGaAs par exemple dans la filière HEMT AlGaAs/GaAs, pour fournir les électrons au canal. Cependant, dans le cas des composants HEMTs AlGa_N/Ga_N, la couche barrière AlGa_N est non-intentionnellement dopée. La présence du gaz bidimensionnel d'électrons (2DEG) dans une hétérostructure AlGa_N/Ga_N résulte en partie du dopage résiduel n dans les couches mais aussi des états donneurs de la surface. De plus, la charge de polarisation positive à l'interface AlGa_N/Ga_N se combine à la discontinuité de bande de conduction pour confiner les électrons dans un puits de potentiel (fig 2.4). Le champ électrique interne E satisfait les relations (eq 2.5) :

$$\text{div} \vec{E} = \frac{\rho_{charge}}{\epsilon_{diélec}} - \frac{\text{div} \vec{P}}{\epsilon_{diélec}}$$

$$\frac{\partial E}{\partial z} = \frac{\rho_{charge}(z)}{\epsilon_{diélec}} - \frac{\partial P}{\epsilon_{diélec} \partial z}$$

$$E(z) = \frac{1}{\epsilon_{diélec}} \left(\int \rho_{charge}(z) dz - P(z) \right)$$

Avec ρ_{charge} la densité de charges, $\epsilon_{diélec}$ la permittivité diélectrique et P la polarisation. Dans le cas où $\rho = 0$:

$$\Delta P = P_{AlGaN} - P_{GaN}$$

d'où :

$$\Delta E = E_{AlGaN} - E_{GaN} \simeq \frac{\Delta P}{\epsilon_{diélec}} = 6 - 12 MV/cm \quad (2.5)$$

Dans le cas d'une hétérostructure AlGaN/GaN, la couche de GaN étant généralement beaucoup plus épaisse que la barrière d'AlGaN, elle peut être considérée comme relaxée donc sans polarisation piézoélectrique. La densité de charges à l'interface s'écrit alors [87] :

$$|\sigma_{élec}| = P_{sp}^{AlGaN} + P_{pz}^{AlGaN} - P_{sp}^{GaN} \quad (2.6)$$

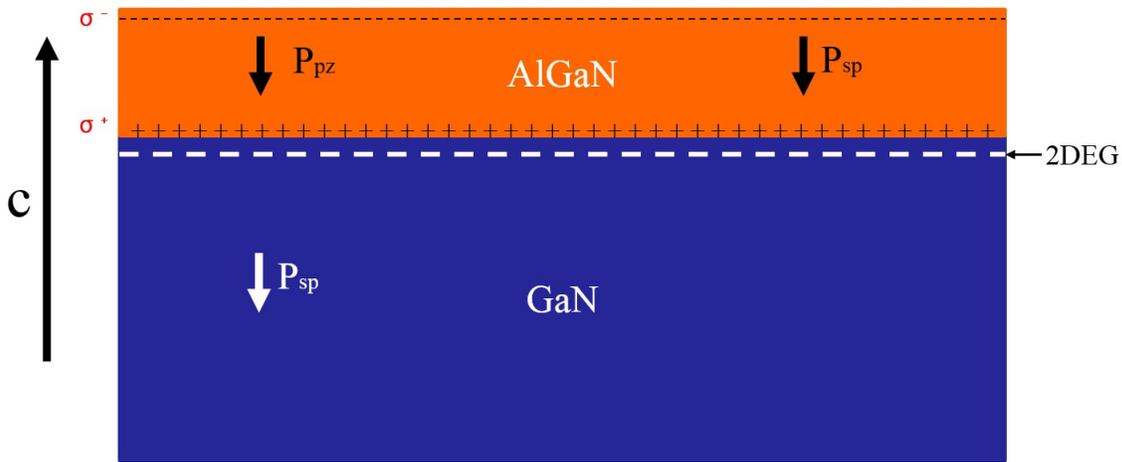


FIGURE 2.4: Schéma montrant les charges présentes dans une hétérostructure AlGaN/GaN

La polarisation de l'AlN étant supérieure à celle de GaN, il est possible de faire varier la densité de charges de polarisation en modifiant la composition en Al dans la barrière (fig 2.5).

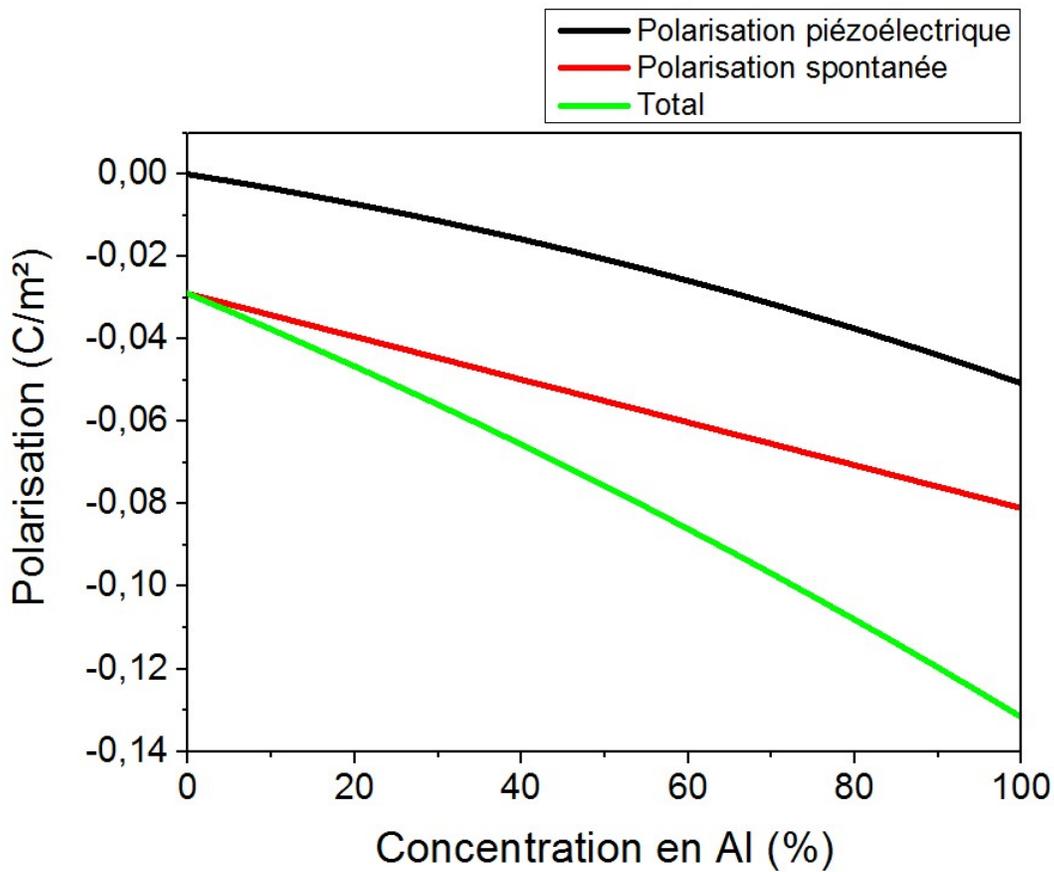


FIGURE 2.5: Polarisation dans une barrière AlGaN en fonction du taux d'aluminium

A l'équilibre thermodynamique, l'alignement des niveaux de Fermi ainsi que la continuité des propriétés physiques de part et d'autre de l'interface entraînent la courbure des bandes de conduction et de valence. La bande de conduction E_c du matériau à plus faible largeur de bande interdite (ici le GaN) se trouvant proche du niveau de Fermi, un puits de potentiel triangulaire va se former à l'interface et permettre le confinement des électrons (fig2.6).

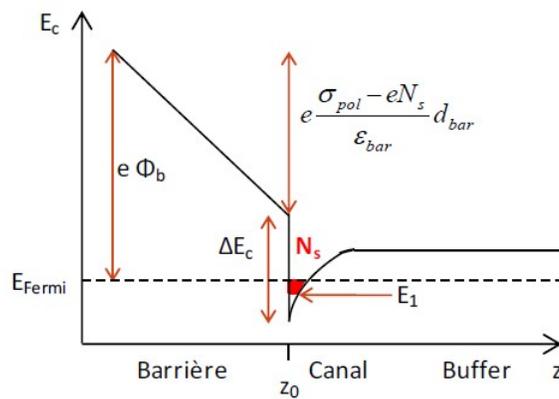


FIGURE 2.6: Diagramme de bande de conduction d'une hétérojonction AlGaN/GaN [88]

2.2.2 Densité électronique dans le 2DEG

Malgré l'absence de dopage intentionnel, une densité d'électrons (N_s) très élevée est présente dans le canal. Cette densité d'électrons est dépendante de la composition et de l'épaisseur de la barrière (eq 2.7) [87]. Les densités de porteurs obtenues dans des hétérostructures varient de quelques 1×10^{12} à $2-3 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ [89].

$$N_s(x) = \frac{\sigma_{elec}}{q} - \frac{\varepsilon_{diélec}}{q^2 d} * (q\varphi(x) + E_F(x) - \Delta E_c(x)) \quad (2.7)$$

Avec σ_{elec} la densité de charge de polarisation, $\varepsilon_{diélec}$ la permittivité diélectrique, φ la hauteur de barrière à la surface, q la charge d'un électron, d l'épaisseur de barrière E_F le niveau de fermi et ΔE_c la discontinuité de la bande de conduction.

Des études semblent s'accorder sur l'origine des électrons présents dans le gaz 2D. Ceux-ci seraient issus de donneurs profonds présents à la surface de l'AlGaIn [90, 91]. Lorsque la position en énergie du niveau donneur est supérieure ou égale à celle du niveau de Fermi, les électrons issus de ces états donneurs viennent peupler le gaz 2D.

2.2.3 Mobilité électronique

La mobilité électronique μ est une grandeur caractérisant le comportement des électrons soumis à un champ électrique E . La vitesse des électrons s'écrit :

$$\vec{v} = \mu \vec{E} \quad (2.8)$$

Sous faible champ électrique, une première expression de la mobilité est donnée par le modèle de Drude, ou encore approximation du temps de relaxation, qui permet de modéliser la vitesse des porteurs et de donner une expression de cette mobilité (fig 2.7). On peut montrer, dans cette approche, que la mobilité vaut :

$$\mu = \frac{q\tau}{m^*} \quad (2.9)$$

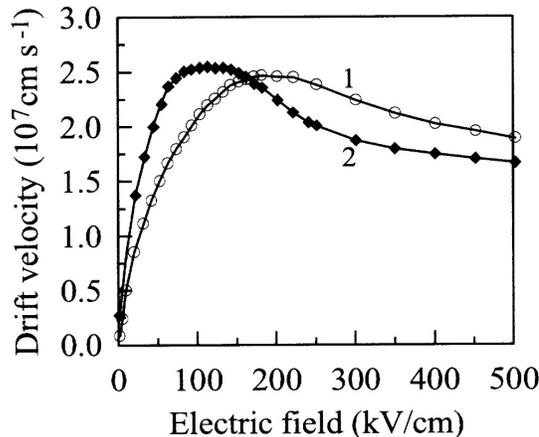


FIGURE 2.7: Vitesse de dérive en fonction du champ électrique dans (1) le GaN de structure Wurtzite et (2) le GaN de structure zinc-blende [92].

Avec q la charge, m^* la masse effective et τ le temps moyen entre deux collisions (ou temps de relaxation). Une première approche de l'étude de la mobilité consiste à supposer tous les processus de relaxation indépendants. Le calcul du temps de relaxation suit alors la loi de Mathiessen (eq 2.10) :

$$\frac{1}{\tau} = \sum_i \frac{1}{\tau_i} \quad (2.10)$$

Nous distinguons deux types de diffusion. Les diffusions élastiques : diffusions par impuretés, par rugosité d'interface, le désordre d'alliage, dislocations..., et inélastiques : phonons acoustiques et optiques. P. Lorenzini [93] a réalisé une étude visant à rendre compte de l'évolution de la mobilité dans un gaz 2D à l'interface AlGa_N/Ga_N en fonction des différents mécanismes de diffusion (fig 2.8). On constate que pour de faibles densités de porteurs, la mobilité dépend en grande partie de la qualité du cristal et notamment de la densité de dislocations. En revanche, lorsque la densité augmente, un phénomène d'écrantage apparaît à température ambiante [94, 95]. Les interactions avec les phonons et à l'interface avec la barrière prennent alors le pas sur le reste. Un point remarquable est que grâce à ces effets d'écrantage, des mobilités 2 fois supérieures à celles observées en volume (tableau 2.3) peuvent être obtenues dans les gaz 2D.

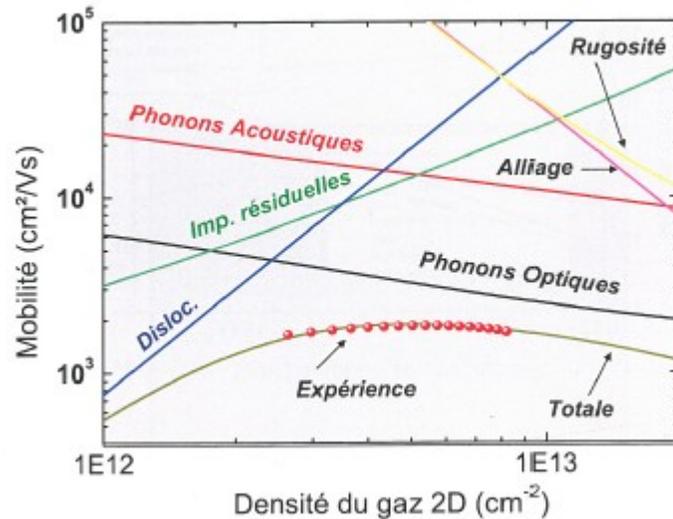


FIGURE 2.8: Lorenzini HDR fig 2-24 : Variation expérimentale et calculée de la mobilité des électrons dans une hétérostructure AlGa_N/Ga_N en fonction du N_s . [93]

Pour les applications à hautes fréquences, la mobilité peut jouer un rôle prépondérant car elle conditionne la résistance d'accès et par voie de conséquence la vitesse de saturation (vitesse maximale des porteurs dans le canal). Plus celle-ci est importante plus les fréquences de travail pourront être élevées. Dans les matériaux nitrures d'éléments III, la mobilité dans le gaz 2D permet de tirer profit de la vitesse de saturation 2.5 fois supérieure à celle du Si (tab2.3, fig 2.7) [96].

Tableau 2.3: Valeur de la mobilité électronique μ_n et de la vitesse de saturation V_s à 300K pour le GaN, AlN, SiC, GaAs et Si

	μ_n [cm ² /Vs]	V_s [10 ⁷ cm/s]
GaN	1000	2.5
3C-SiC	800	2
GaAs	8000	2
Si	1350	1

2.2.4 Résistance de feuille

Comme nous pouvons le voir sur la figure 2.8, une forte corrélation existe entre la densité de porteurs et leur mobilité. Afin de rendre compte des propriétés de transport du gaz 2D, on définit la résistance de feuille (R_{sh} , ou sheet resistance en anglais), dont la valeur dépend uniquement de la mobilité μ et de la densité de charge N_s , qui s'écrit (eq2.11) :

$$R_{sh} = \frac{1}{q \cdot N_s \cdot \mu} \quad (2.11)$$

La résistance de feuille est un paramètre important pour les transistors car elle conditionne la valeur des résistances d'accès et donc le courant qui peut traverser le canal.

2.2.5 Conclusion : Le GaN pour les MEMS

Le GaN se trouve être un matériau intéressant dans l'optique de fabriquer des MEMS résonants. Ses propriétés piézoélectriques, élastiques et électroniques permettent d'imaginer fabriquer des transducteurs électromécaniques co-intégrés avec des fonctions électroniques. La présence d'un gaz 2D à une interface AlGaIn/GaN est l'élément clé des transducteurs en GaN. Elle évite le recours à une structure métal/semiconducteur/métal qui reste délicate à fabriquer et qui détériore les propriétés piézoélectriques sur des couches minces en fournissant une électrode inférieure. Le coefficient de transduction des transducteurs peut être modulé en jouant sur la concentration en aluminium dans la barrière.

Chapitre 3

L'hétéroépitaxie

3.1 Les substrats pour l'hétéroépitaxie

Aujourd'hui, il n'existe pas de substrats de GaN natifs commercialisés en quantité suffisante comme c'est le cas pour le GaAs, Si, InP... Les seuls substrats de taille utilisable disponibles sont des substrats de GaN autosupportés (commercialisés par Lumilog-Saint Gobain ou PAM-XIAMEN par exemple) présentant une densité de dislocations de 10^7 cm⁻² environ. Cependant ces substrats restent trop onéreux avec des diamètres qui peinent à dépasser 100 mm. Des sociétés comme Ammono (Pologne) produisent en petite quantité des substrats avec des densités de défauts entre 10^2 et 10^4 cm⁻², mais peinent à dépasser 1" de diamètre à cause de la faible vitesse de croissance de leur méthode de synthèse, dite Ammonothermale. Dans ce même ordre d'idée, la commercialisation de couches tremplins de GaN ou AlN sur substrats saphir ou SiC (TDD $\approx 10^8$ cm⁻²) sont de nature à simplifier la réalisation des hétérostructures mais restent une solution couteuse. En conséquence, l'hétéroépitaxie est la solution la plus répandue pour la croissance de dispositifs à base de GaN. Enfin, il n'existe aucun substrat en accord de paramètre de maille avec GaN et/ou présentant des coefficients de dilatation thermique identiques.

Le substrat le plus courant est le substrat saphir (Al₂O₃) notamment à cause de son rôle historique joué dans l'élaboration des diodes électro luminescentes [97]. Malgré ses bonnes propriétés optiques et son faible coût, le saphir reste une solution très peu viable pour la majorité des applications électroniques. Sa faible conductivité thermique et la difficulté à l'usiner limitent son utilisation pour des applications en électronique ou pour les microsystèmes. De plus, le désaccord de coefficient de dilatation thermique entre le GaN et Al₂O₃ qui introduit une forte compression lors du refroidissement complexifie la croissance de couches épitaxiales dédiées aux MEMS (flambage des structures libérées).

Les substrats 4H ou 6H-SiC présentent quant à eux une très bonne conductivité thermique et électrique tout en ayant un désaccord de paramètre de maille avec le GaN relativement faible. De plus leurs coefficients de dilatation thermique étant plus faibles que celui du GaN, une déformation en tension est introduite dans la couche de GaN lors du refroidissement. Cependant, l'épaisseur des couches ne peut excéder une certaine épaisseur si l'on veut éviter la formation de fissures. Dans l'optique de réaliser des composants MEMS, ce type de substrat reste donc très attractif d'autant plus qu'il présente des propriétés mécaniques bien plus intéressantes que les autres substrats usuels. Néanmoins, la réalisation technologique de membranes sur

SiC reste complexe par rapport à celle sur Si. Enfin, malgré certains produits commercialisés par la société CREE [98], le prix élevé du SiC demeure un point noir pour le développement de composants GaN. Une possibilité reste le développement de couches 3C-SiC tremplins sur substrat Si. Quelques dispositifs MEMS ont été réalisés dans le cadre de la collaboration entre l'IEMN et le CRHEA. Même si cette approche nécessite encore des développements au niveau de la croissance et des procédés technologiques, des résultats encourageants (haut facteur de qualité) ont été obtenus.

Le silicium présente un attrait important de par son prix et les tailles de substrats disponibles. Sa conductivité thermique acceptable ainsi que la possibilité d'intégrer des composants III-N avec des dispositifs de la filière CMOS reste un atout important dans l'optique de réaliser des circuits électroniques [99]. Le fort potentiel économique du substrat silicium peut entraîner la commercialisation de nombreux produits GaN sur substrat Si (Epigan, Toshiba...). Enfin, la gravure du silicium est maîtrisée et il est relativement facile de libérer des structures. Dans le cas des MEMS, cet avantage est fondamental. En revanche, le fort désaccord de paramètre de maille entre le Si et le GaN entraîne la formation de nombreux défauts lors de l'épitaxie ce qui limite les performances des composants et/ou nécessite de nombreuses étapes de croissance avant d'atteindre des densités de défauts équivalentes à celles obtenues sur saphir ou SiC.

Tableau 3.1: Propriétés des différents substrats utilisés pour l'épitaxie de nitrures

	GaN [100]	AlN[100]	Saphir	6H-SiC	3C-SiC	Si(111)
Paramètre de maille à 300 K (Å)	3.1878	3.112	2.747	3.080	3.082	3.84
Désaccord paramétrique par rapport au GaN (%)	0	-2.4	-16	-3.5	-3.5	+17
Coefficient d'expansion thermique ($\times 10^{-6}$ K ⁻¹)	5.59	4.2	7.5	4.7	4.7	2.59
Conductivité thermique (W. K ⁻¹ .cm ⁻¹)	1.3	2	0.42	3.3	3.3	1.5
Résistivité (Ω .cm)	$>10^4$	$>10^{13}$	isolant	$>10^4$	$>10^4$	$>10^4$
Module d'Young (GPa)	286.5	324	470	440	440	130
Coefficient de poisson	0.22	0.24	0.25	0.22	0.22	0.26
Prix du substrat 2" (€)	3000-5000 (auto-supporté)	1000 (tremplin)	50	3000	3000	30

3.2 Techniques de croissance

La croissance de nitrures d'éléments III est principalement réalisée via trois techniques : L'épitaxie sous jets moléculaires (EJM ou MBE en anglais), l'épitaxie en phase vapeur aux organométalliques (EPVOM ou MOVPE en anglais) ou encore l'épitaxie en phase vapeur aux hydrures (HVPE). Une synthèse des caractéristiques de ces différentes techniques est présentée dans le tableau 3.2.

La technique de croissance par HVPE permet d'atteindre des vitesses de croissance de 100 $\mu\text{m}/\text{h}$ et des épaisseurs allant de 100 μm à quelques millimètres tout en conservant d'excellentes qualités électroniques et structurales. Ces spécificités en font donc la technique préférée pour la croissance de substrats autosupportés de GaN ou d'AlN. Cette technique n'ayant pas été utilisée lors de cette thèse, elle ne sera pas détaillée.

Les croissances des différentes hétérostructures étudiées dans le cadre de cette thèse ont été en grande majorité réalisées par EJM. Par la suite quelques croissances EPVOM ont été réalisées dans l'optique d'un transfert de la croissance de couches pour applications MEMS vers

des techniques industrielles. Les réacteurs utilisés ont principalement été un Riber Compact 21T (source ammoniacque) pour la partie EJM et un Tomas Swann CCS 3x2" pour la partie EPVOM.

Tableau 3.2: Principales caractéristiques des techniques de croissances utilisées pour l'épitaxie de matériaux III-N

	EJM	EPVOM	EPVH
Pression dans le réacteur (Torr)	10^{-5} - 10^{-11}	20 - 500	350-750
Température du substrat (°C)	500 - 950	500 - 1200	900 - 1100
Vitesse de croissance ($\mu\text{m}/\text{h}$)	0.1 - 1	0.2 - 5	10 - 100
Précurseurs	NH ₃ , plasma N ₂ , sources solides métalliques	NH ₃ , Triméthyl- (Ga,Al,In)	HCl, NH ₃ , bain métallique
Remarques	Contrôle précis des épaisseurs, compositions et maîtrise des interfaces Contrôle in situ de la croissance (RHEED)	Croissance rapide Plateau multisubstrat production industrielle	Couches épaisses / substrats production industrielle

3.2.1 Croissance par épitaxie sous jets moléculaires (EJM/MBE)

3.2.1.1 Principe

L'épitaxie sous jets moléculaires (EJM ou MBE, Molecular Beam Epitaxy) permet la croissance de couches monocristallines sur un substrat tout en contrôlant très précisément les épaisseurs. Dans le cas de la croissance de couches minces pour les applications MEMS, elle semble donc particulièrement adaptée.

Cette technique de croissance est basée sur l'interaction des flux atomiques avec la surface d'un substrat. La croissance sous jets moléculaires n'est possible que lorsque le libre parcours moyen des atomes sublimés est supérieur à la distance entre la cellule source et le substrat. Les pressions de travail ne doivent donc pas excéder 10^{-5} Torr environ (pression mesurée pendant la croissance). Dans la pratique, cette condition va limiter la température de croissance à des valeurs relativement faibles comparées aux températures utilisées dans l'épitaxie en phase vapeur aux organométalliques ou aux hydrures.

Introduite vers la fin des années 70, L'EJM fût grandement aidée par Gunther [101] qui a été le premier proposer en 1958 la méthode des trois températures pour la croissance des matériaux III-V. Cette technique, toujours utilisée, permet de maîtriser chaque élément séparément. En effet, chaque élément III est évaporé à partir de cellules d'effusion séparées et chauffées de manière indépendante. La température des éléments III (Al, In, Ga,...) ainsi que celle

du substrat peut donc être modifiées sans altérer le flux d'un autre élément. Chacune de ces cellules est chauffée de façon à ce que les éléments soient évaporés sous forme de flux d'atomes dirigés vers l'échantillon. La croissance a lieu à la surface du substrat maintenu à une température donnée. La température des éléments III étant supérieure à celle du substrat, les éléments arrivant à la surface sont adsorbés et diffusent jusqu'au site d'incorporation à une vitesse qui dépend de la température et de l'élément. La troisième et dernière température est la température d'évaporation des éléments V qui est bien inférieure aux deux autres. La vitesse de croissance n'est pas dépendante de cette grandeur ce qui permet d'avoir une vitesse de croissance contrôlée par le flux d'éléments III. Dès 1975, des chercheurs des laboratoires Bell [102, 103] ont développé la technique. Ces derniers ont montré que la bonne qualité de la croissance est liée au vide très poussé régnant dans l'enceinte ($P=10^{-10}$ Torr), permettant ainsi de limiter l'incorporation d'impuretés résiduelles dans les couches. L'épitaxie sous jets moléculaires à sources solides présente les avantages suivants :

- Les vitesses de croissance sont faibles devant les vitesses de diffusion en surface. La croissance bidimensionnelle est favorisée et les épaisseurs sont parfaitement contrôlées. Cela permet la fabrication très précise de structures.
- L'utilisation de températures de croissance modérées limite les diffusions en volume et permet la réalisation de profils de dopage abrupts et d'interfaces de bonne qualité. Cette spécificité rend l'EJM particulièrement intéressante pour la croissance de couches ultra fines.
- D'un point de vue pratique, l'Épitaxie par Jets Moléculaires présente également l'avantage de disposer d'un moyen d'analyse in-situ de la surface, le RHEED (Reflection High Energy Electron Diffraction), qui permet de suivre la reconstruction de surface et l'évolution de la rugosité à l'échelle nanométrique en cours de croissance.

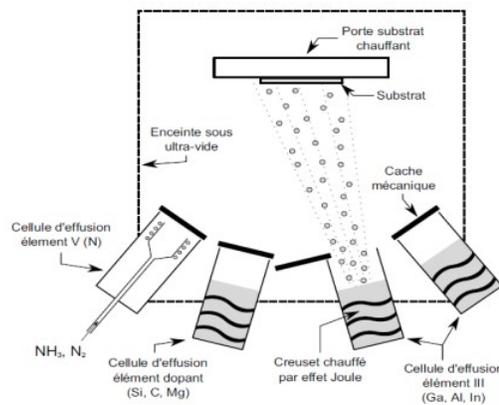


FIGURE 3.1: Schéma d'un réacteur de croissance EJM

3.2.1.2 Mécanismes de croissance de GaN

La croissance de GaN par épitaxie sous jets moléculaires est régie par une série de processus physico-chimiques dont les mécanismes sont très dépendants de l'environnement dans l'enceinte du réacteur (température, pollution, pression...). Tout d'abord, l'élément N est apporté soit par une source produisant des radicaux à partir du diazote N_2 (source plasma) soit par une source moléculaire (injecteur d'ammoniac). Dans le deuxième cas, la dissociation des espèces se fait par craquage thermique des molécules NH_3 à la surface de l'échantillon. Mesrine

et al. [104] ont montré que l'efficacité de ce craquage dépend fortement de la température de croissance. La limite basse des températures lors d'une croissance par EJM ammoniac va donc être fixée par ce phénomène de craquage.

L'incorporation des atomes arrivant à la surface de l'échantillon se produit en plusieurs étapes. Ces différents processus sont :

1. la condensation ou l'adsorption de l'atome incident (physisorption). Pendant cette phase, l'énergie de liaison de ces atomes avec la surface est faible, une fraction sera ré-évaporée.
2. La deuxième étape est la migration des atomes sur la surface.
3. Les atomes vont former des liaisons chimiques avec la surface (chimisorption). A cette étape, les énergies de liaison sont plus fortes et la mobilité réduite. Ceci va conduire à l'incorporation de l'atome à la surface. Les conditions de croissance (température, flux,...) vont influencer fortement les distances parcourues par les atomes d'éléments III. Une capacité à diffuser plus ou moins grande va influencer fortement la qualité de la surface épitaxiée puisque la diffusion est nécessaire pour atteindre des sites d'incorporation de moindre énergie (bords de marche, îlots, lacunes).

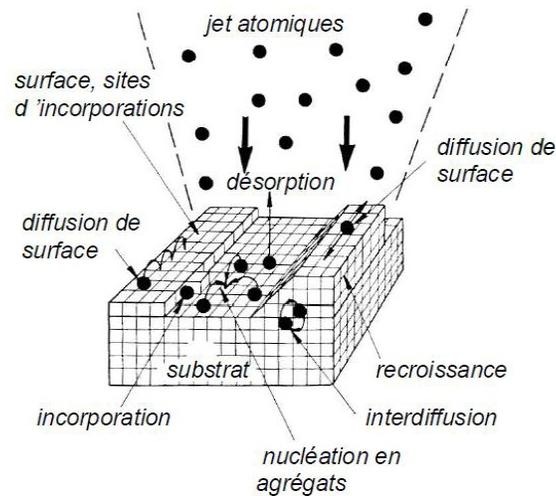


FIGURE 3.2: Schéma des phénomènes physico-chimiques se produisant lors d'une épitaxie sous jets moléculaires[105]

La croissance des couches n'est pas forcément bidimensionnelle même si ce mode de croissance est celui qui est le plus souvent recherché. La croissance peut, en effet, être tridimensionnelle selon certaines conditions d'épitaxie. Les modes de croissance observés peuvent être décrits à partir de considérations énergétiques macroscopiques [106]. La forme d'un cristal à l'état d'équilibre est celle présentant un minimum des énergies de surface de ses facettes. Considérons un substrat de surface S et les énergies d'interface entre la couche et le substrat (γ_{sc}), le vide et substrat (γ_{vs}), et le vide et la couche (γ_{vc}).

- Si $\gamma_{sc} < \gamma_{vs} + \gamma_{vc}$ le système minimise son énergie par recouvrement total de la surface du substrat avant dépôt d'une nouvelle couche. C'est le mode de croissance bidimensionnelle de type Frank-Van der Merwe.

- Si $\gamma_{sc} > \gamma_{vs} + \gamma_{vc}$ l'énergie d'interface entre les atomes de la couche est la plus forte. Les atomes auront tendance à se regrouper pour former des lots tridimensionnels de façon à minimiser la surface du substrat recouverte et minimiser l'énergie totale. C'est le mode de croissance tridimensionnelle de type Volmer-Weber.
- Le dernier mode de croissance, nommé Stranski-Krastanov n'apparaît que dans le cas de matériaux fortement contraint. Dans ce cas, c'est l'énergie élastique qui est minimisée. Le substrat est entièrement recouvert par le matériau épitaxié, mais, à partir d'une épaisseur critique, la forte contrainte entraîne l'apparition d'une forte rugosité lors de la croissance. Malgré un supplément de surface, l'énergie totale est diminuée grâce à la relaxation élastique de la contrainte.

La frontière entre ces trois modes peut être déplacée avec les paramètres de croissance. Une simple variation de la température peut faire passer d'un mode de croissance à un autre. En modifiant légèrement les conditions de croissance, il est alors possible de réaliser et contrôler des transitions 3D-2D ou inversement qui peuvent s'avérer intéressantes selon les propriétés recherchées.

3.2.2 Croissance par épitaxie en phase vapeur aux organométalliques (EPVOM/MOCVD)

Historiquement, la croissance de GaN a d'abord été effectuée par des techniques en phase vapeur [107]. Aujourd'hui, l'EPVOM règne en maître dans l'industrie car elle permet la croissance rapide de structures sur des substrats de grande taille ou simultanément sur plusieurs substrats plus petits. L'utilisation d'organométalliques, dans notre cas des triméthyl-X (TMGa, TMAI...) ou des triéthyl-X (TEGa par exemple) ainsi que l'augmentation de la vitesse de croissance permettent de réduire les coûts de production. Cette technique est basée sur la pyrolyse de ces composés en surface de l'échantillon. Ces composés sont acheminés via un gaz porteur (N_2 ou H_2) et se recombinent avec des atomes d'azote issus de l'ammoniac (NH_3) également pyrolysés à la surface de l'échantillon. Généralement, les entrées des organométalliques sont distinctes de façon à ce qu'ils ne se mélangent qu'à l'intérieur du réacteur dans une partie de la phase gazeuse à la surface de l'échantillon qu'on appelle la couche limite. Ces espèces s'y décomposent et les éléments III adsorbés à la surface de l'échantillon diffusent jusqu'à ce qu'ils soient incorporés ou désorbés. Les résidus et produits de réaction (CH_x , H_2 , N_2 ...) sont évacués par les gaz porteurs.

Tout comme pour l'EJM, différents régimes de croissance peuvent être identifiés en fonction du processus limitant la vitesse de croissance :

- A basse et haute températures, la vitesse de croissance dépend fortement de la température du substrat. La croissance est limitée par la faible diffusion des atomes et par la cinétique de réactions chimiques, des réactions de pyrolyse ou encore par la cinétique d'absorption/désorption des espèces sur la surface du substrat.
- Aux températures intermédiaires, la vitesse de croissance est gouvernée par le transport de masse et de matière, c'est à dire par l'hydrodynamique du réacteur

Les structures épitaxiées par EPVOM présentent des morphologies tout à fait différentes de celles observées après une croissance EJM. Les collines ne sont plus visible mais une surface très lisse à l'échelle micronique est observable. Cependant, une rugosité se développe à plus grande échelle. Dans le cas où les conditions de croissance ne sont pas optimales, on peut alors voir la formation de pyramides tronquées par exemple. Néanmoins, comme montré sur

la fig 2.8, la mobilité électronique du gaz 2D, dont la longueur caractéristique d'interaction est de l'ordre de 1-10 nm, n'est pas extrêmement sensible à la rugosité des couches à cette échelle. L'augmentation de la rugosité à l'échelle micrométrique ne présente pas un désavantage important dans l'élaboration de structures HEMTs.

3.3 Contraintes, déformations et défauts dans les hétérostructures

3.3.1 Origines des contraintes dans les hétérostructures

La croissance épitaxiale de nitrures d'éléments III sur un substrat en désaccord de maille a pour conséquence la génération de forts champs de contraintes dans le matériau déposé. Quelle que soit la technique de croissance utilisée on peut observer l'existence de contraintes dans le plan de l'échantillon (le plan c , d'indices (0001) dans notre cas). Cette contrainte est soit d'origine intrinsèque (liée à la croissance du matériau et au réarrangement des défauts cristallins) soit extrinsèque (d'origine thermoélastique lié à la différence de coefficients de dilatation thermique entre les matériaux III-N et le substrat) [108]. Par convention, on utilisera une valeur positive pour les contraintes en tension causant une courbure concave de l'échantillon et négative pour les contraintes en compression provoquant une courbure convexe de l'échantillon (fig 3.3).

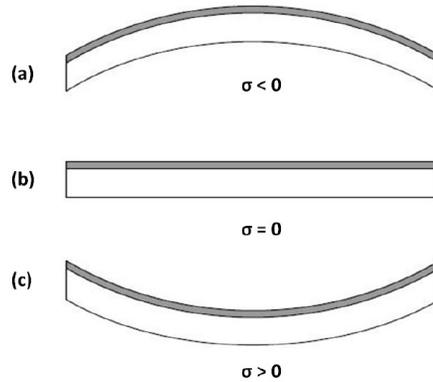


FIGURE 3.3: Etat de courbure d'un échantillon après dépôt d'un film (a) en compression, (b) non contraint et (c) en tension

3.3.1.1 La contrainte biaxiale

Lors d'une hétéroépitaxie, le désaccord de paramètre de maille entre le substrat et le matériau déposé entraîne une déformation de la maille de ce dernier. Cette déformation, initialement nécessaire à la croissance épitaxiale, génère une contrainte (T) de type biaxial dans la couche et est dite contrainte intrinsèque. La maille subit une déformation (s) dans le plan mais aucune déformation résultante d'une contrainte de cisaillement n'est visible. A partir de l'équation 2.1 la contrainte résiduelle s'écrit donc (eq 3.1) :

$$\begin{cases} T_x = T_y = (C_{11} + C_{12}) \cdot S_{xx} + C_{13}S_{zz} \\ T_z = 2 \cdot C_{13}S_{xx} + C_{33} \cdot S_{zz} = 0 \end{cases} \quad (3.1)$$

Avec

$$\begin{cases} S_{xx} = \frac{a-a_0}{a_0} \\ S_{zz} = \frac{c-c_0}{c_0} \end{cases} \quad (3.2)$$

où a et c sont les paramètres de la maille du cristal déformé et a_0 et c_0 ceux du cristal relaxé. On définit alors le coefficient de Poisson biaxial ν_b ainsi que le module d'Young biaxial E_b (cf 2.1.2) comme :

$$\nu_b = -\frac{S_{zz}}{S_{xx}} = 2\frac{C_{13}}{C_{33}} = 2\frac{\nu}{\nu-1} \quad (3.3)$$

$$E_b = C_{11} + C_{12} - 2\frac{C_{13}^2}{C_{33}} = \frac{E}{1-\nu} \quad (3.4)$$

avec ν le coefficient de poisson isotrope (rapport entre les déformations transversales et longitudinales dans le cas d'une contrainte uniaxiale sur un matériau isotrope). L'énergie élastique associée est donc :

$$E_{elastique} = \frac{1}{2} \cdot E_b \cdot S_{xx}^2 \cdot h \cdot S \quad (3.5)$$

Avec h l'épaisseur du film et S sa surface.

Dans ce manuscrit nous avons choisi comme paramètres de référence les paramètres élastiques suivants (tab 3.3) :

Tableau 3.3: Constantes élastiques du GaN et de l'AlN

paramètre à 300 K	GaN	AlN
Module d'Young biaxial (GPa)	478.5	470.5
Coefficient de poisson biaxial	0.53	0.58

Lors de l'épaississement du film, le réarrangement des défauts comme les dislocations provoque l'évolution de cette contrainte et induit des gradients dont l'intégrale sur l'épaisseur détermine la courbure de l'échantillon.

3.3.1.2 La contrainte thermo élastique

La différence de coefficients thermo-élastiques (coefficients d'expansion thermique = coefficients de dilatation) entre le matériau épitaxié et le substrat induit une contrainte lors du refroidissement après croissance. Cet effet est indépendant de la notion d'épitaxie et est aussi observable dans le cas du dépôt de matériaux non cristallins par exemple. La contrainte s'applique alors à l'ensemble du matériau de façon homogène quel que soit son état (relaxé ou contraint). La contrainte introduite se définit comme (eq. 3.6) :

$$T_{th} = E_b \cdot (\alpha_f - \alpha_s) \cdot \Delta\theta \quad (3.6)$$

avec α_f et α_s les coefficients de dilatation respectifs du film et du substrat (considérés comme constants sur la plage de températures considérée ou en considérant leur valeur moyenne sur la plage de température considérée) et $\Delta\theta$ la différence de température. Les valeurs des coefficients de dilatation thermique sont reportées tableau 3.1.

3.3.2 Relaxation et défauts cristallins

Les différences de nature chimique, de symétrie et de paramètres de maille induisent la présence de nombreux défauts cristallins : domaines d'inversion de polarité, fautes d'empilement, dislocations, fissures... Parmi ces défauts, les dislocations sont les plus connues pour dégrader les propriétés électriques et optiques des composants à base de matériaux semi-conducteurs. Cependant, au contraire des structures cubiques, la structure wurtzite épitaxiée selon l'axe c (0001) ne présente pas de systèmes de glissement apte à relaxer facilement des contraintes biaxiales. De ce fait, le comportement hors croissance est plutôt de type fragile, avec une relaxation élastique par génération de défauts de type fissure ou délamination, notamment durant la phase de refroidissement après la croissance. Dans ce contexte l'épaisseur critique se définit comme l'épaisseur pour laquelle l'énergie élastique emmagasinée par le système est trop importante et se relaxe par génération de défauts.

3.3.2.1 Relaxation élastique

3.3.2.1.1 Déformation : Dans le cas où la contrainte appliquée dans une couche est suffisamment faible, le matériau se trouve déformé dans son régime élastique sans générer de nouveaux défauts. Le matériau se déforme et adopte un paramètre de maille moyen correspondant à un équilibre des forces appliquées. La déformation associée à cette variation de paramètre de maille s'écrit :

$$S_f = \frac{a_{film} - a_{bulk}}{a_{bulk}} \quad (3.7)$$

Avec a_{film} le paramètre de maille du film déposé et a_{bulk} le paramètre de maille du matériau relaxé.

Dans une hétérostructure, lorsque le matériau i de paramètre de maille relaxé a_i prend le paramètre de maille du matériau inférieur ($i-1$), la déformation du matériau s'écrit donc :

$$S_i = \frac{a_{i-1} - a_i}{a_i} \quad (3.8)$$

3.3.2.1.2 Rugosité de surface : La rugosité de surface constitue un second mécanisme de relaxation élastique. Lorsque l'énergie élastique augmente, la relaxation peut se faire via une rugosité de surface. Ce mécanisme qui dépend à la fois de l'énergie élastique et de l'énergie de surface peut dans certains cas expliquer le passage d'un régime de croissance 2D à un régime 3D (cf 3.2.1.2).

3.3.2.2 Relaxation plastique

3.3.2.2.1 Les dislocations : Tout cristal comporte des défauts qui peuvent être ponctuels ou étendus (linéaires, de surface ou de volume). Ces derniers rompent localement l'arrangement atomique du cristal et impactent les propriétés du matériau. Dans le cas de la croissance de nitrures d'éléments III, les principaux défauts sont les dislocations.

Une dislocation est un défaut linéaire défini par un vecteur unitaire \vec{u} , parallèle à la ligne de dislocation et un vecteur de Burgers \vec{b} (fig. 3.4a), correspondant au vecteur devant être ajouté pour fermer le circuit de Burgers (fig. 3.4b). Le vecteur de Burgers correspond donc au

déplacement local induit par la dislocation. Généralement, un grand nombre de dislocations verticales se propagent dans les hétéroépitaxies wurtzites. Grâce à ces deux vecteurs nous pouvons donc différencier trois types de dislocations verticales dans les wurtzites :

- Les dislocations vis (type c) dont les vecteurs unitaires et de Burgers sont parallèles entre eux et selon l'axe c de la maille. A l'image d'une vis, le parcours autour de la dislocation induit un déplacement d'une maille, dans ce cas $b = c = \langle 0001 \rangle$
- Les dislocations coin (type a) dont le vecteur de Burgers est perpendiculaire au vecteur unitaire. Cette dislocation correspond à l'ajout ou la suppression d'un demi plan atomique dans le cristal, dans ce cas $b = a = \frac{1}{3} \langle 11-20 \rangle$
- Les dislocations mixtes (a+c) dont le vecteur de Burgers est $b = a+c = \frac{1}{3} \langle 11-23 \rangle$

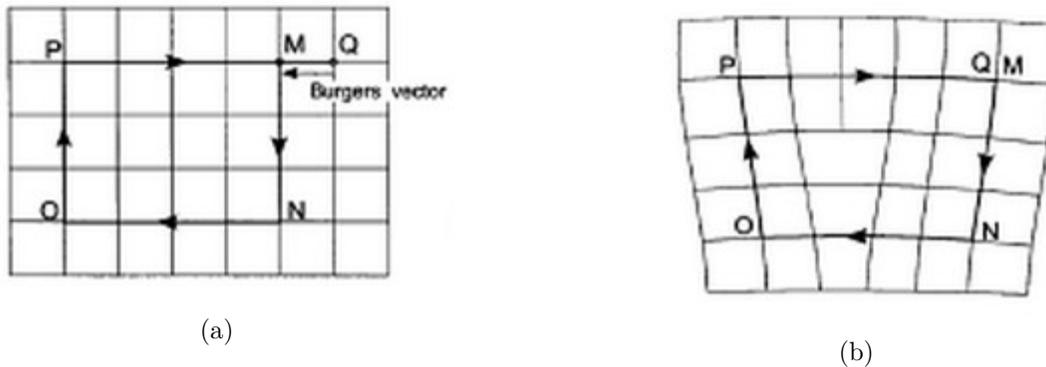


FIGURE 3.4: (a) Circuit de Burgers correspondant dans un cristal parfait. Le circuit de Burgers correspond à une dislocation coin et (b) vecteur de Burgers associé [109]

Lors de l'hétéroépitaxie d'un matériau III-N sur un substrat fortement désaccordé, la croissance débute par la formation d'ilots de quelques dizaines de nanomètres de diamètre. Au tout début de la croissance, des dislocations de misfit (rattrapage de réseau) sont générées pour rattraper les écarts de paramètre de maille dans les premiers ilots. Par la suite, ces ilots grossissent et coalescent pour former une couche 2D. Ce type de croissance est dite colonnaire en raison de la grande longueur de cohérence suivant l'axe de croissance $[0001]$. Cependant, lorsque ces grains grossissent et coalescent, une contrainte extensive est générée pour accommoder les désorientations entre ces grains. Cette phase s'accompagne de la réaction entre les dislocations qui génère un grand nombre de dislocations dites traversantes qui se propagent verticalement avec la croissance. Les désorientations relatives (fig. 3.5a) des axes c de la maille dans les grains (tilt) et leurs désorientations dans le plan (twist) sont à mettre en relation avec la formation de dislocations traversantes aux joints de grains (fig. 3.5b). Ainsi, la génération de dislocations vis et coin permet d'accommoder respectivement le tilt et le twist entre les grains, puis entre les colonnes. Cependant, contrairement aux dislocations inclinées, les traversantes ne relaxent pas la contrainte biaxiale car la projection de leur ligne dans le plan de croissance est nulle [110, 111].

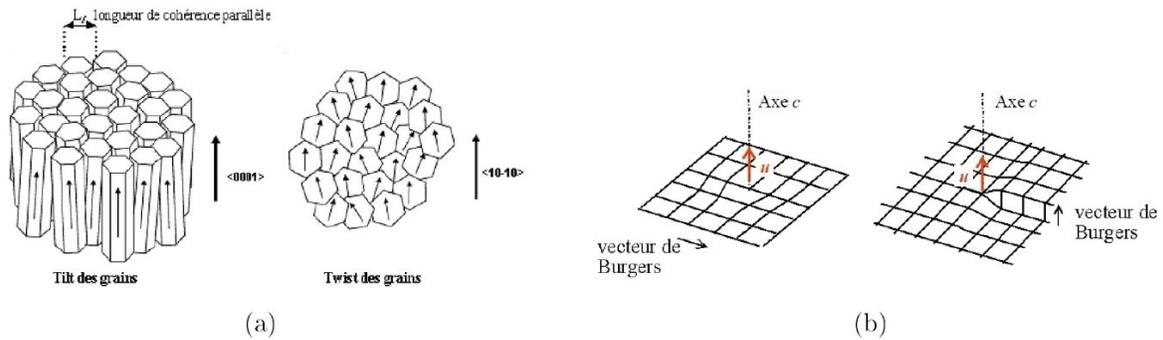


FIGURE 3.5: (a) Schéma de la désorientation des grains lors d'une croissance coloniale, (b) Schématisation des dislocations traversantes coin (gauche) et vis (droite) [88]

Durant la croissance, la relaxation de la contrainte biaxiale se fait généralement via des dislocations d'interfaces (les misfit dislocations) de type coin [112, 113] ou mixte. En effet, ces dislocations sont les seules à posséder un vecteur de Burgers avec une composante dans le plan ainsi qu'un plan de glissement (0001). Cependant, l'absence de contrainte résolue sur une dislocation traversante dans un plan de glissement vertical et les forces de frottement (Peierls) dans les plans de glissement inclinés dans la symétrie hexagonale empêchent, en théorie, la formation de ces dislocations d'interface par glissement (la formation de dislocations de misfit n'apparaît que pour de très grands désaccords de maille, par exemple AlN sur Silicium). La relaxation s'effectue plutôt via la courbure des dislocations traversantes (fig 3.6) sous l'effet du champ de contraintes. La courbure des dislocations qui permet cette relaxation de contraintes est en fait un décalage de segment de dislocation (montée apparente) qui s'opère depuis la surface durant la croissance, le reste de la dislocation restant immobile [110]. Des dislocations fortement courbées peuvent alors réagir 2 à 2 et former des demi-boucles de dislocation, mécanisme qui par la même occasion filtre les dislocations.

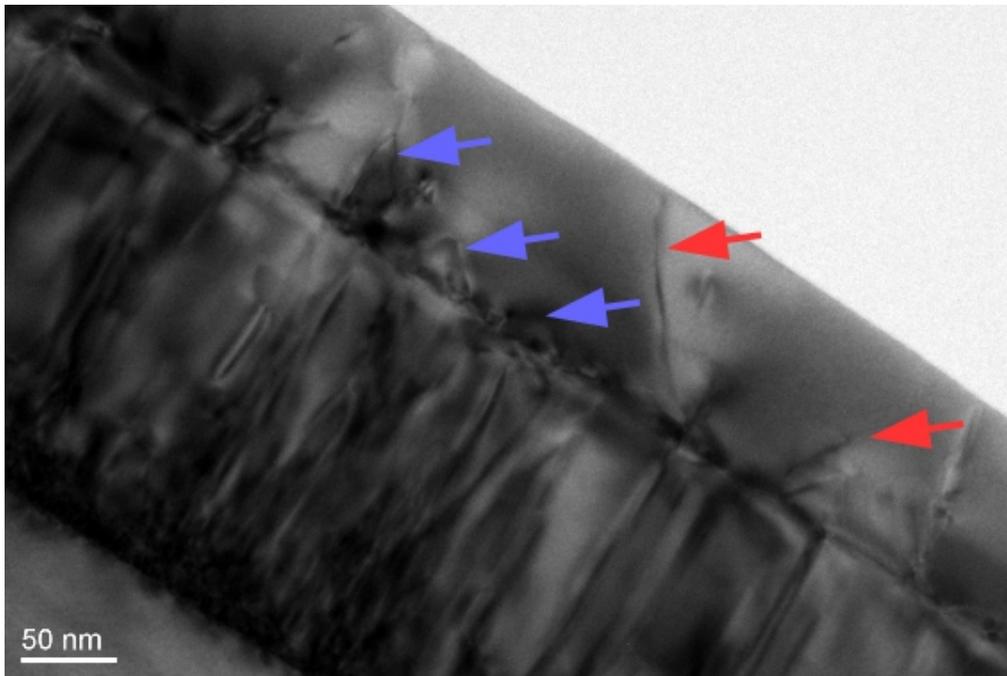


FIGURE 3.6: Image TEM en champ sombre suivant l'axe $[11-20]$ d'un empilement GaN(300nm)/AlN(200nm)/Si(111). Les flèches rouge indiquent les dislocations courbées et les bleu les boucles de dislocations

3.3.2.2.2 La fissuration : Le phénomène de fissuration dans les matériaux III-N apparaît lorsqu'une contrainte en tension trop importante est appliquée. Dans les hétérostructures III-N sur Si ou SiC, cette forte contrainte est généralement d'origine thermo-élastique. Du fait de la difficulté de glissement de dislocations dans les matériaux wurtzites ainsi que de l'impossibilité de nucléer de nouvelles dislocations durant une croissance selon un mode 2D, le matériau se relaxe en formant des fissures (cracks ou microcracks en Anglais) (fig 3.7a) qui se propagent dans la couche, voire même dans le substrat [114, 115]. Les plans de clivage étant plus favorables à la formation de fissures, ces dernières sont générées selon les directions $\langle 11-20 \rangle$ et $\langle 10-10 \rangle$. Contrairement aux dislocations, la présence de fissures dans un matériau est rédhitoire pour la fabrication de tout type de composant (fig. 3.7b et 3.7c).

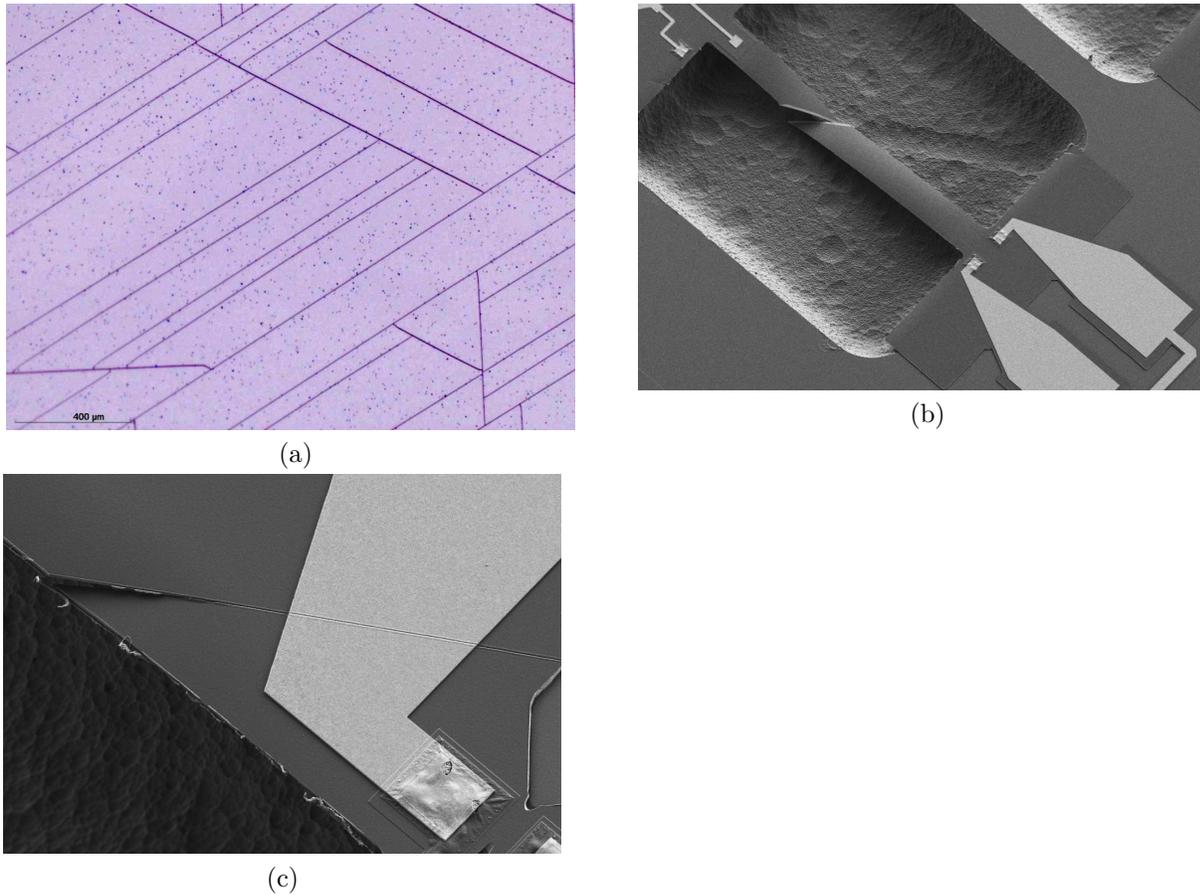


FIGURE 3.7: (a) Image par microscopie optique de la surface d'un échantillon de GaN(2 μm)/AlN(100 nm)/Si(111) présentant des fissures (b) et (c) images MEB de l'impact d'une fissure sur une poutre libérée

3.4 Description de la structure HEMT de référence du CRHEA pour les applications de RF et puissance

La fabrication de résonateurs MEMS à base de GaN monocristallin repose sur les structures de transistors à haute mobilité électronique (HEMTs) [23, 73]. A l'origine les structures HEMT à base de matériaux nitrures ont été développées pour des applications RF et de puissance. Le but était d'utiliser la tenue aux forts champs électriques ainsi que la forte mobilité électronique dans le gaz bi dimensionnel (2DEG) afin de réaliser des composants présentant de faible valeur de courant de fuite en régime pincé sous fort champ et capables de fournir de la puissance à haute fréquence. Depuis la réalisation des premiers HEMTs AlGa_N/Ga_N dans les années 1990 [116], des efforts importants ont été réalisés par les épitaxieurs afin d'augmenter la tenue sous de forts champs électriques ainsi que de réduire les capacités parasites qui limitent la montée en fréquence de ces composants. Ces deux applications ayant un fort potentiel industriel et commercial, ont permis le développement du matériau et des structures de couche tampon (buffer). Aujourd'hui, la croissance de matériaux nitrures polaires sur substrat silicium est relativement bien maîtrisée en laboratoire et les composants réalisés montrent des

performances assez exceptionnelles [117, 118]. Les premiers résonateurs MEMS en GaN ont donc été élaborés à partir de ces structures qui ont constitué le point de départ de ce travail.

3.4.1 Structure des couches tampons : de la couche de nucléation à la couche tampon de GaN

La qualité d'une structure HEMT AlGaN/GaN dépend à la fois de la qualité de sa surface, de son gaz 2D et de l'isolation des couches tampons. Les nombreux défauts introduits lors de la croissance de GaN sur Si rendent difficile l'élaboration de structures satisfaisant tous ces critères. Cependant, le développement de l'ingénierie de contrainte dans les couches tampons a permis de réduire la densité de défauts et d'obtenir des courants de fuite des couches tampons de quelques nA et des résistances de feuille de l'ordre de 250 Ω /sq mais au prix de l'utilisation de couches tampons complexes.

Le premier rôle des couches composant les couches tampons est de gérer les contraintes intrinsèques et thermiques générées lors de la croissance des III-N sur Si. En général, les couches tampons consistent en un empilement de couches successives de AlN, AlGaN et GaN d'une épaisseur de quelques centaines de nanomètres. Ainsi, les nombreux défauts présents dans les premières couches de nucléation sont peu à peu éliminés. De même, l'alternance de couches de GaN (ou AlGaN) en compression sur les couches d'AlN permet de compenser la contrainte en tension générée lors du refroidissement pour éviter la fissuration. Désormais, le bon contrôle de ces empilements rend possible la croissance de couches non fissurées de GaN avec des épaisseurs pouvant aller jusque quelques microns présentant, comme sur saphire, des densités de dislocation de quelques 10^8 cm^{-2} . Pour les applications électroniques, ces couches tampons épaisses sont aussi utilisées afin de limiter les courants de fuite ainsi que les capacités parasites qui limitent les performances des transistors HEMTs pour les applications de RF et de puissance. Pour ces raisons, les couches tampons III-N sur Si(111) commercialisées ou réalisées en vue de fabriquer une structure HEMT ont généralement une épaisseur totale comprise entre 2 μm et 3 μm . La figure 3.8 présente la structure classique des couches tampons utilisées au CRHEA. Dans le cas d'une croissance NH_3 -EJM, celle-ci se compose de :

- Une couche de nucléation d'AlN nécessaire à toute croissance de GaN sur Si par cette méthode de croissance. En effet, l'énergie nécessaire à la formation d'une interface GaN/Si est trop importante et empêche la croissance cristalline de GaN. De plus, cette couche de nucléation permet d'éviter l'attaque chimique de la surface du substrat par le Gallium (meltback etching).
- Un empilement de couches AlN/AlGaN (appelé intercalaire) d'une épaisseur de 400 nm environ.
- Finalement, grâce aux intercalaires, une couche tampon de GaN relativement épaisse, présentant une densité de dislocations de l'ordre de 5×10^9 cm^{-2} et sans fissures après refroidissement peut être épitaxiée.



FIGURE 3.8: Structure des couches tampons élaborées par EJM et utilisées au CRHEA dans l'optique de réaliser un composant pour la RF ou la puissance

D'un point de vue électrique, le rôle de ces couches intercalaires est double. Tout d'abord, la forte densité de dislocations présentes dans les couches proches de l'interface AlN/Si permet de piéger les charges introduites par les impuretés incorporées au début de la croissance. La présence de défauts dans les couches profondes contribue aux bonnes propriétés isolantes des couches tampons. Le deuxième rôle de ces couches est de permettre la croissance d'une couche tampon de GaN présentant une faible densité de dislocation afin d'obtenir les meilleures propriétés de transport du gaz 2D possibles. L'empilement des couches tampons doit donc permettre de concentrer les défauts et les impuretés résiduelles dans les couches proches du substrat tout en permettant la croissance d'une couche tampon de GaN de bonne qualité. Ce raisonnement s'applique pour tout type de substrat. Rappelons tout de même que les dislocations peuvent dégrader fortement les propriétés de transports et plus particulièrement la mobilité dans le gaz 2D ainsi que les propriétés mécaniques (pertes thermoélastiques). Un compromis entre les propriétés isolantes des couches tampons et la qualité cristalline de la couche de tampon de GaN doit donc être trouvé. Un point clé dans la conception des couches tampon est la distance entre cette zone fortement disloquée et le gaz 2D. En effet, plus cette distance sera importante, plus les effets parasites, sur le gaz 2D, introduits par les défauts seront réduits.

Dans le cas d'une croissance EPVOM, la structure de référence utilisée au CRHEA est légèrement différente. Les épaisseurs des couches ainsi que la composition des intercalaires diffèrent légèrement à cause des différences des mécanismes de croissance. Le rôle des différentes couches reste néanmoins identique.

3.4.2 Les couches actives :

L'obtention du gaz 2D résulte de la différence de polarisation entre le GaN et une barrière présentant une polarisation plus importante. Comme présenté dans la partie 2.2.1, la composition de cette barrière peut varier. Ainsi, il est possible de trouver des barrières d'AlGa_{0.1}N avec différentes concentrations d'Al, voire même des barrières ultra fines d'AlN. Cependant, la formation d'un gaz 2D avec de bonnes propriétés de transport à l'interface AlGa_{0.1}N/GaN

nécessite que la barrière soit pseudo morphique sur la couche de GaN. Son épaisseur doit donc être inférieure à l'épaisseur critique de relaxation (h_{crit}) qui dépend de sa composition en Al (eq. 3.9)[119].

$$h_{crit} = \frac{b \cdot \cos(\lambda)}{2\varepsilon_{xx}} \left(1 + \frac{1 - \frac{\nu}{4}}{4\pi \cos^2(\lambda) \cdot (1 + \nu)} \ln\left(\frac{h_{crit}}{b}\right) \right) \quad (3.9)$$

Avec ε_{xx} la déformation de la barrière, λ l'angle entre la direction de Burgers et la direction normale à la ligne de dislocation, ν le coefficient de poisson de la barrière, b la norme du vecteur de Burgers. Dans le cas des matériaux wurtzites, $\lambda = 60^\circ$. A partir de cette équation, l'épaisseur critique de relaxation d'une barrière avec une composition de 30% d'Al est de 23 nm (fig. 3.9) [87]. Pour les applications RF (10 GHz et plus), le rapport d'aspect entre la longueur de grille et la distance grille canal devant être largement supérieur à 7, les structures des zones actives tendent vers des barrières très fines et présentant une forte concentration en Al. Cependant, les plages de fréquences visées pour les applications MEMS étant beaucoup plus faible (100MHz), nous pouvons nous permettre de travailler avec des rapports d'aspect beaucoup plus faibles et donc d'augmenter l'épaisseur de barrière tout en gardant des teneurs en Al inférieures à 30%.

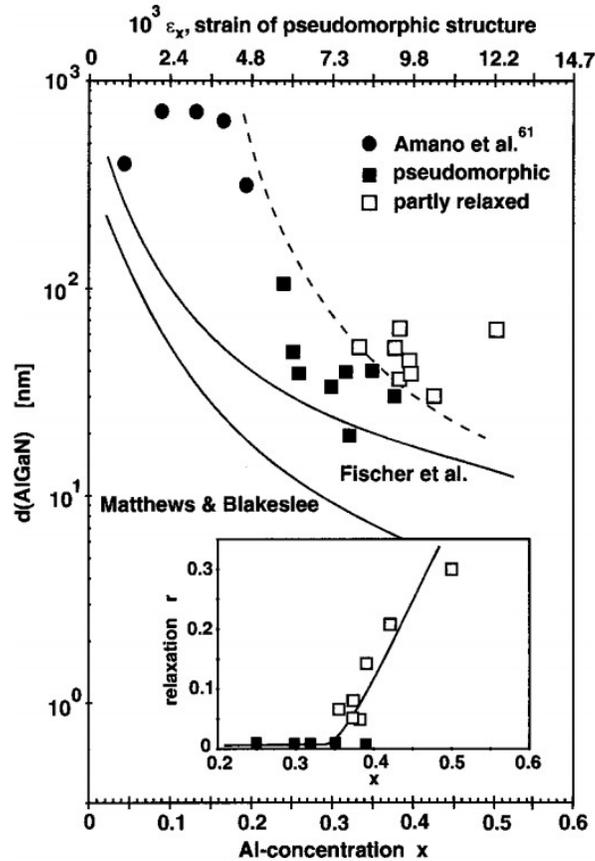


Figure 3.9: Epaisseur critique de relaxation des barrières $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ calculée à partir du modèle de Matthews et Blakeslee ou Fischer en fonction de la concentration x en aluminium [87]

Afin d'optimiser le confinement des électrons dans le canal et de limiter la diffusion due au désordre d'alliage, une fine couche d'AlN appelée couche d'exclusion (spacer) et faisant environ 1 nm d'épaisseur est utilisée [120]. Enfin, il est d'usage de terminer la croissance par un cap servant à la fois de couche de protection lors des procédés technologiques et qui permet aussi de mieux fixer l'état de surface de la barrière en évitant l'oxydation directe de celle-ci. Dans notre cas nous avons utilisé un cap de GaN. Une autre solution qui a déjà démontré son intérêt est l'utilisation d'un cap de SiN déposé in-situ en fin de croissance. Cependant, le procédé de croissance par EJM de ce cap n'était pas encore très bien maîtrisé, d'où l'usage du GaN. Cet empilement de 3 couches est appelé la zone active (fig. 3.10). Dans le cadre de cette thèse, nous nous sommes basés sur les résultats de S. Rennesson [88] qui a obtenu les meilleures performances pour des barrières d' $\text{Al}_{0.29}\text{Ga}_{0.71}\text{N}$ de 20 nm. La combinaison des couches tampons présentées précédemment et de cette barrière d'AlGaN permet d'obtenir des structures HEMTs présentant des densités de porteurs de l'ordre de $1 \times 10^{13} \text{cm}^{-2}$ et des mobilités autour de $2000 \text{cm}^2 \text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ [118].



FIGURE 3.10: Schéma de la zone active d'un HEMT AlGaN/GaN

3.5 Les enjeux de l'épitaxie de GaN pour les applications capteurs MEMS résonants

Au début de cette étude, les résonateurs en GaN à poutre vibrante produisaient des fréquences de résonance de quelques MHz pour des composants de dimensions $(L \times W \times e) = 100 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$. L'objectif de cette thèse est d'améliorer la sensibilité des capteurs résonants ce qui demande le développement de composants miniaturisés. Nous nous sommes donc fixé comme objectif de fabriquer et caractériser des résonateurs MEMS de $5 \mu\text{m}$ de long et $1 \mu\text{m}$ de large sur des couches tampons de 500 nm qui nous permettrait d'atteindre des fréquences de résonance de 100 MHz sans modifier la raideur des MEMS.

Dans cette étude visant à développer la croissance des structures AlGaN/GaN spécifiques aux applications capteurs MEMS, les propriétés du matériau visées sont très différentes de celles requises par les applications RF et de puissance. En effet, les tensions électriques ainsi que les gammes de fréquences sont bien plus faibles que celles visées par les applications en électronique RF et/ou de puissance et ne sont pas les premiers verrous pour la montée en fréquence. L'emploi de couches tampons épaisses n'est donc pas nécessaire. Au contraire, afin d'améliorer la sensibilité ainsi que la bande passante des capteurs tout en conservant une faible raideur, les dimensions du résonateur et donc son épaisseur doivent être faible. Les structures HEMTs actuelles ne sont pas optimisées pour ces applications. De plus, tous les procédés mis en place pour améliorer la qualité structurale des couches tampons sont essentiellement basés sur l'introduction de couches intercalaires et l'utilisation de couches

tampons relativement épaisses ($1,7 - 2 \mu\text{m}$). La réduction de l'épaisseur de la structure a donc pour conséquence l'augmentation de la densité de dislocations traversantes. Les propriétés du composant s'en trouvent donc dégradées. L'enjeu pour les épitaxieurs est alors de trouver le meilleur compromis entre l'épaisseur et les propriétés électroniques et mécaniques du matériau (fig. 3.11).

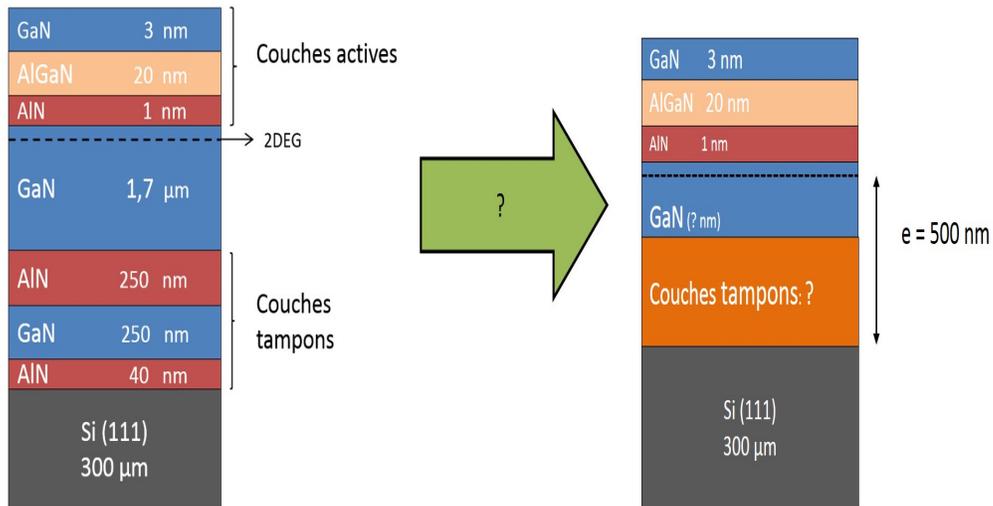


Figure 3.11: Schéma de la structure initiale utilisée pour la conception de MEMS en GaN (gauche), et schéma de la structure à développer (droite)

L'autre aspect du développement des résonateurs MEMS à base de GaN est la co-intégration de ces dispositifs avec des transistors HEMTs. L'objectif premier étant d'intégrer des amplificateurs au plus proche des MEMS afin d'améliorer le rapport signal/bruit et le niveau du signal de sortie. Bien que cette co-intégration soit un avantage certain, elle requiert le développement d'une hétérostructure satisfaisant les contraintes des deux composants. De ce fait, l'enjeu lors de la croissance n'est pas seulement de produire un matériau pour les MEMS, mais il est aussi de trouver les meilleurs compromis possibles entre les besoins des applications MEMS et ceux des applications électroniques.

Deuxième partie

Croissance et études de structures
HEMTs AlGaN/GaN sur couches
tampons minces

Chapitre 4

Développement des couches tampons pour les applications MEMS résonants

La première étape du développement des résonateurs MEMS en GaN est la croissance de structure HEMT sur des couches tampons (buffers) minces. Comme expliqué précédemment, cette approche va à l'encontre des approches plus classiques qui visent à améliorer la qualité cristalline du GaN et les performances des HEMTs pour les applications RF ou de puissance par la croissance de couches tampons épaisses. Comme nous l'avons dit dans la partie I, les structures dédiées aux applications MEMS résonants doivent présenter un meilleur compromis entre l'épaisseur de la structure, ses propriétés électriques et ses propriétés mécaniques. Ces propriétés sont directement dépendantes de la qualité structurale du GaN et donc de l'empilement et de l'épaisseur de l'hétérostructure. La miniaturisation des couches tampons réduit ou empêche l'utilisation des méthodes usuelles utilisées pour réduire la densité de défauts cristallins[121, 122].

Des premiers résultats sur la croissance de structures HEMTs III-N pour des applications de capteur chimique ont été publiés par l'équipe de N. Grandjean (école polytechnique de Lausanne) [123, 124]. Le principe de ces capteurs chimiques réside dans la variation du courant de drain de HEMTs InAlN/GaN sous l'effet de la variation du potentiel de grille en présence d'espèces chimiques dans l'environnement. Les capteurs étudiés dans cette publication ont des épaisseurs qui varient de 50 nm à 1 μ m et présentent des valeurs de résistance de feuille allant de 300 Ω /sq à 400 Ω /sq. Dans l'optique de développer des structures ultra minces pour des capteurs résonants ces premiers résultats sont donc très encourageants. Cependant, l'usage d'une barrière InAlN qui permet d'améliorer la densité de porteurs du 2DEG réduit les propriétés piézoélectriques de celle-ci et est, par conséquent, moins intéressante pour réaliser des actionneurs piézoélectriques. De plus, les structures présentées sont épitaxiées sur saphir et ne sont pas libérées ce qui permet de :

- S'affranchir des problèmes de contraintes résiduelles.
- Employer un substrat de saphir ce qui permet de réduire plus aisément la densité de défauts dans les couches tampons.

Ces structures ne peuvent donc pas être utilisées pour concevoir facilement des résonateurs MEMS.

L'objectif de cette partie est de définir une structure de couches tampons type sur substrat Si pour ces résonateurs. Nous ne présenterons dans ce chapitre que les différentes caractéristiques

des couches épitaxiées par EJM qui constituent la grande majorité des échantillons ayant été réalisés au cours de cette thèse.

Afin d'estimer et de comparer les différentes structures nous avons décidé d'utiliser une nouvelle figure de mérite (FDM) : $R_{sh}h$. Rsh étant la résistance de feuille et h l'épaisseur des couches tampons. L'intérêt de cette FDM est de donner une idée des propriétés de transduction. D'un côté, la dynamique du signal électrique de sortie est dépendante, en première approximation, de la valeur du courant de drain et donc de Rsh. De l'autre, les fréquences de vibration mécanique dépendent de la géométrie du dispositif et donc de son épaisseur. Au premier ordre, nous pouvons dire que plus la figure de mérite est petite plus la structure est adaptée pour la montée en fréquence. Par ailleurs, l'optique d'une intégration de fonctions électroniques nous oblige à considérer le comportement électrique de la couche épitaxiale pour des applications transistor avec pour couche active une hétérostructure HEMT.

A partir des structures épitaxiales "standards" (température < 850°C et excès de NH_3) et selon un procédé de référence du CRHEA, les couches tampons ont été modifiées afin de réduire leur épaisseurs. Finalement trois types de couches tampons ont été sélectionnés pour cette étude (fig 4.1) :

1. Type (I) inspiré des structures développées pour les applications RF et puissance, composé de deux intercalaires : AlN et AlGaIn ainsi que d'une couche d'AlN de nucléation [118].
2. Type (II) : empilement GaN/AlGAN/AlN/Si
3. Type (III) : empilement GaN/AlN/Si

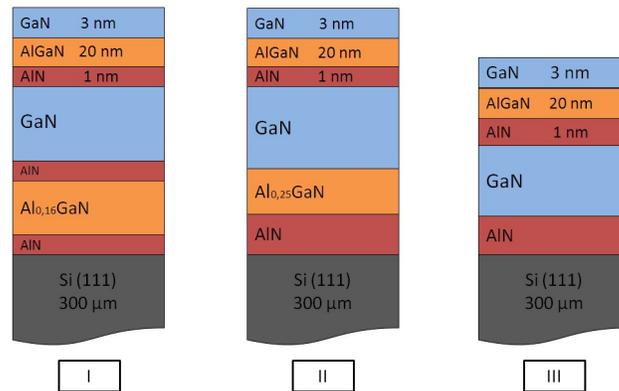


FIGURE 4.1: Schéma des trois types de structures étudiées. Les couches tampons GaN/AlN/AlGaIn/AlN (I) , les couches tampons GaN/Al_{0,25}GaN/AlN (II) et les couches tampons GaN/AlN (III)

Les hétérostructures HEMTs sont composées d'une couche d'exclusion de 1 nm d'AlN, d'une barrière d'Al_{0,26}Ga_{0,74}N de 20 nm et d'un cap de 3 nm de GaN. Dans un premier temps, des paramètres de croissance « standards » ont été utilisés (température, flux d'ammoniac, flux de Ga et Al...) [105]. Dans ces conditions, nous avons peu à peu réduit l'épaisseur des couches tampons jusqu'à atteindre la limite h_0 pour laquelle le matériau n'est plus totalement relaxé. En travaillant avec des épaisseurs $h > h_0$, le gaz 2D est localisé dans une zone sans boucle de dislocations ni dislocations inclinées. Ainsi, il se situe dans une zone où la qualité cristalline est quasiment optimale et les effets parasites sont quelque peu réduits.

4.1 Évolution des propriétés structurales en fonction de l'épaisseur

4.1.1 Relaxation de la contrainte et propriétés structurales des matériaux III-nitrides

La qualité structurale des couches tampons GaN a été estimée par la mesure des largeurs à mi-hauteur (LMH) des oméga-scans obtenus par diffraction aux rayons X (DRX), pour les réflexions (002) et (302) du GaN (nous les noterons LMH GaN (hkl)). La variation de largeur à mi-hauteur étant dépendante de la densité de dislocations traversantes, elle est donc un indicateur de la qualité cristalline du matériau [125].

Il est important de noter que dans les structures classiques l'incidence rasante du faisceau de photons X rend la mesure plus sensible à la qualité des couches proches de la surface. Cependant, la faible épaisseur de nos couches tampons ainsi que la profondeur de pénétration des rayons X dans le matériau nous permettent d'affirmer que la mesure par DRX nous donne une estimation moyenne de la qualité structurale de la couche tampon de GaN dans son ensemble. La mesure par DRX nous permet aussi de remonter au type de dislocations présentes dans le matériau. Dans le cas présent, la LMH(002) est essentiellement sensible aux dislocations traversantes de type vis (nommées dislocations de type pures c) ainsi qu'aux dislocations mixtes (a+c) pourvu qu'elles soient inclinées ou sous forme de demi-boucles, alors que la LMH(302) englobe les effets de l'ensemble des dislocations vis et coin. Une première approximation de l'équation liant la LMH des oméga-scans à la densité de dislocations traversantes (threading dislocation density en anglais ou TDD) a été introduite par Gay et al. (eq.4.1)[126] :

$$D_{dislocation} \approx \frac{\beta}{3.b.t} \quad (4.1)$$

avec b la longueur du vecteur de Burgers, β la LMH des ω scans et t la taille moyenne des grains. Par la suite, des études ont reporté l'évolution de la LMH en fonction de l'épaisseur [127, 128] qui suit l'équation 4.2 :

$$D = D_{ini} \exp\left(-\frac{h}{h_0}\right) \quad (4.2)$$

Avec D_{ini} et h_0 la densité de dislocation initiale et l'épaisseur caractéristique de relaxation de la contrainte du matériau. Nous reviendrons sur cette évolution exponentielle de la TDD lors de la présentation du modèle de relaxation des contraintes.

D'après eq. 4.1 et 4.2 on peut donc estimer que la LMH suivra une courbe du type (eq. 4.3) :

$$\beta = \beta_{ini} \exp\left(-\frac{h}{h_0}\right) \quad (4.3)$$

Dans le cas des nitrides, la diminution de la densité de dislocations est liée à la relaxation des contraintes (Chapitre III). La courbure des dislocations¹ favorise la relaxation des contraintes

1. NB : généralement une dislocation peut être courbée grâce au champ de contrainte lorsqu'elle présente un vecteur de Burger avec une composante dans le plan de croissance

mais n'est pas responsable de l'effet de filtrage des dislocations lors d'une épitaxie à 800°C ou plus. L'angle formé par la ligne de ces dislocations avec l'axe c diminue avec la réduction de la contrainte jusqu'à devenir nul lorsque le matériau est relaxé [105, 110]. Pour obtenir un filtrage des dislocations, il faut faire interagir des dislocations inclinées entre elles (formation de demi-boucles) ou alors les courber suffisamment pour que leur vecteur directeur bascule et reste dans le plan de croissance (fig. 4.2).

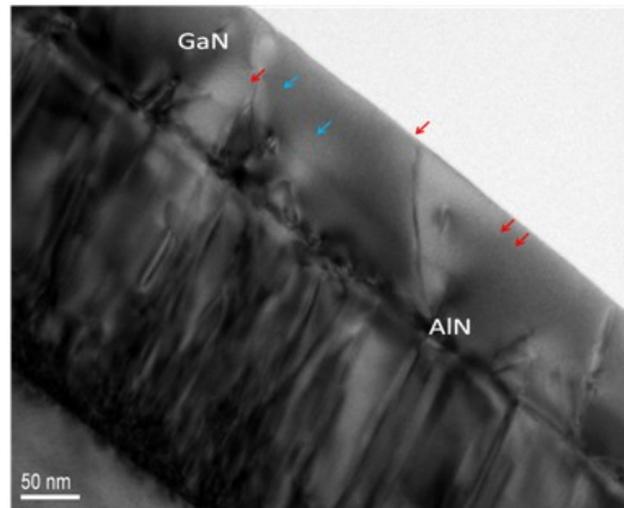


FIGURE 4.2: Image MET en champ sombre d'une hétérostructure GaN/AlN. Les demi-boucles de dislocations ainsi que les dislocations inclinées sont respectivement pointées par les flèches bleu et rouge.

La figure 4.3 montre l'évolution de la LMH GaN(302) des structures GaN/AlN/Si(111) en fonction de leurs épaisseurs totales. On constate que cette courbe suit la même tendance que celle obtenue par Feuillet et al. [128].

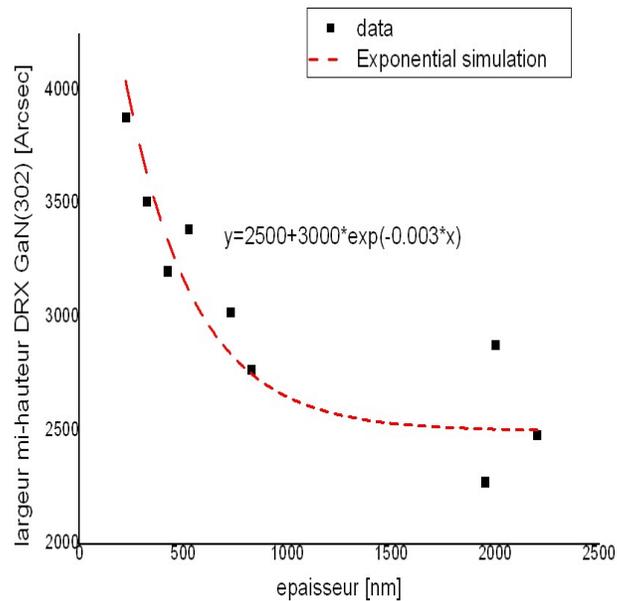


FIGURE 4.3: Largeur à mi-hauteur des ω -scan GaN (302) mesuré par DRX de la couche tampon de GaN en fonction de l'épaisseur totale de la structure. La courbe de tendance exponentielle est tracée en pointillé

En corrélant ces mesures DRX avec des images par microscope électronique en transmission (fig 4.4), on s'aperçoit que l'on peut diviser le matériau en 2 parties :

1. La première, que nous appellerons zone de transition, correspond à la zone proche de l'interface où $h < h_0$. Dans cette zone, la forte contrainte biaxiale ainsi que la forte densité de dislocations favorisent une relaxation rapide du matériau. L'observation de cette zone montre la présence d'une forte densité de dislocations inclinées ainsi que de demi-boucles de dislocations expliquant la forte variation de LMH des oméga-scans.
2. La deuxième zone présente quant à elle une cinétique de relaxation plus lente qui s'explique par la forte baisse voire l'absence de formation de boucles de dislocations. La relaxation n'est alors due qu'aux dislocations inclinées. La contrainte se relaxe peu à peu et l'angle d'inclinaison des dislocations diminue jusqu'à ce qu'elles deviennent strictement verticales. Le filtrage des dislocations est alors quasiment inexistant. Le léger amincissement des LMH des oméga-scans peut alors s'expliquer de par le lent élargissement des grains.

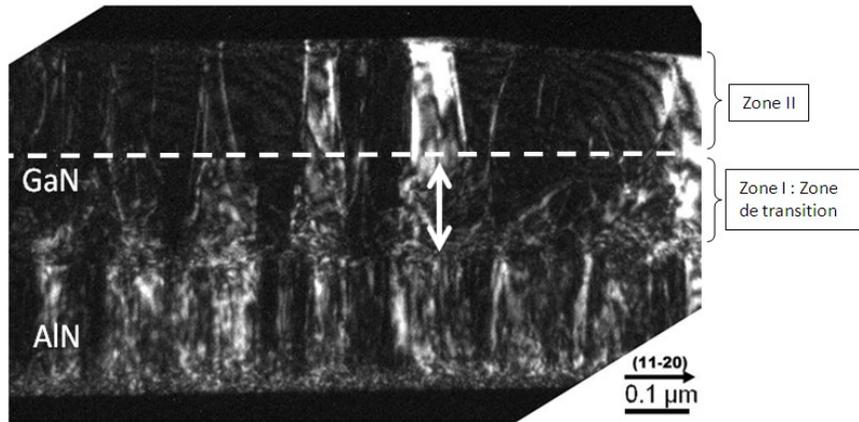


FIGURE 4.4: Image en champ sombre d'une couche tampon de GaN de 300 nm d'épaisseur sur une couche de nucléation d'AlN de 200nm. L'image a été prise suivant la direction [11-20] et montre les dislocations a et $a+c$

L'interaction entre dislocations est dépendante de la distance entre ces dernières (proportionnelle à $1/r$ avec r la distance entre dislocations [109]). De ce fait, plus la densité de défauts inclinés est importante plus la relaxation est rapide. Cependant, malgré une importante vitesse de relaxation, les matériaux ayant une forte densité de dislocations initiale continuent à présenter des fortes densités une fois relaxés. On constate une variation rapide de l'angle d'inclinaison des dislocations ayant un vecteur de Burger avec une composante dans le plan. La relaxation rapide des contraintes biaxiales se fait au détriment de l'efficacité des mécanismes de filtrage des dislocations traversantes. C'est à cause de cette relation entre la densité initiale de défauts (D_{ini}) et la cinétique de relaxation qu'il est nécessaire de prendre en compte l'épaisseur globale de la structure. En effet, la génération de nouveaux défauts aux interfaces étant négligeable devant la TDD totale, la densité initiale D_{ini} est donc uniquement dépendante de la densité de défauts dans la couche précédente. Cet effet mémoire joue donc un rôle primordial dans la cinétique de relaxation et dans la qualité finale de la couche tampon de GaN.

Remarque :

- Pour des épaisseurs $h > h_0$ (zone II) le matériau est considéré comme relaxé. Sa densité de défauts n'évolue plus que très peu. En épaississant le matériau, on éloigne le gaz 2D de la zone de transition et on améliore de ce fait les performances des composants HEMTs. Cependant, lorsque l'épaisseur devient trop importante, la contrainte thermique engendre des fissures.

4.1.2 Propriétés structurales des couches tampons optimisées pour les applications MEMS

Le tableau 4.1 présente les principales caractéristiques structurales des couches en fonction du type de structure. Dans ce tableau, la TDD a été estimée par microscope à force atomique (MFA) après un recuit sous NH_3 [129]. Les valeurs de RMS mesurées par MFA avant ces recuits sont en adéquation avec les observations faites par F. Natali et S. Vézian [130]. Ces derniers ont montré l'existence de deux régimes de rugosité. Dans le premier, observé pour

de faibles épaisseurs de GaN, la rugosité ne varie que très peu et correspond à un régime « d'étalement » initié autour des dislocations vis. Puis, pour des épaisseurs plus importantes ($h > 0.7 \mu\text{m}$), un régime de rugosité cinétique est observé et explique l'augmentation de la RMS pour les couches épaisses (fig 4.5). On peut aussi noter l'évolution de la taille des collines avec l'épaisseur totale des structures.

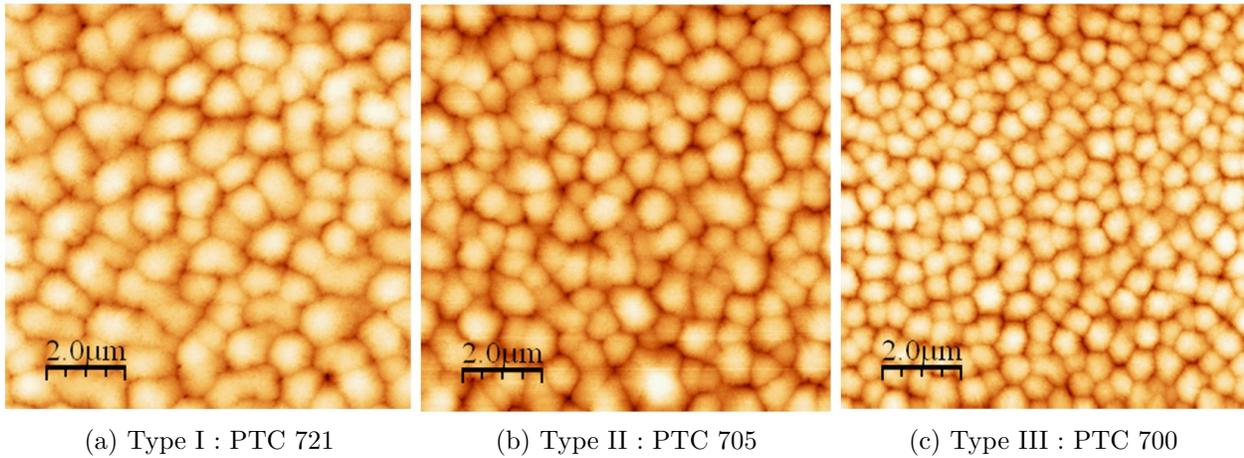


FIGURE 4.5: Image MFA des HEMTs sur les 3 types de couches tampons et avec une couche tampon de GaN de 500nm

Tableau 4.1: Caractéristiques structurales des trois types de couches tampons étudiées : (I) couche tampon GaN avec intercalaires AlGaN et AlN, (II) couche tampon GaN avec intercalaire AlGaN et (III) couche tampon GaN sur 200 nm d'AlN

Structure	Échantillon	Épaisseur totale [μm]	Épaisseur du buffer de GaN [nm]	RMS [nm]	DRX LMH GaN (002) [arcsec]	DRX LMH GaN (302) [arcsec]	TDD [cm ⁻²]
Type I	PTC561	2,422	1730	4,2	756,5	1728	
	PTC611	1,4	1000		1080	1836	
	PTC721	1,05	500	1,9	1252,8	2311	9x10 ⁹
	PTC652	0,815	600	1,7	972	3168	
	PTC654	0,715	620	1,8	1008	2808	
Type II	PTC703	0,985	500	3,2	975,6	3088	
	PTC705	1,05	500	2,5	1011,6	3290	
Type III	D376	2	1800	2,8	752,4	2880	
	D415	1,95	1800	2,2	666	2275	
	PTC589	0,825	600	1,3	936	2772	
	PTC700	0,725	500	1,4	990	3024	1,7x10 ¹⁰
	PTC701	0,525	300	0,85	1252,8	3391	3,5x10 ¹⁰

Comme nous pouvons le constater sur la figure 4.6, les structures de type II présentent des LMH beaucoup plus importantes et cela même pour des épaisseurs totales de 1 μm. Nous attribuons ce comportement à l'usage de l'AlGaN qui réduit l'effet de filtrage des dislocations en comparaison avec le GaN, d'une part en raison d'un désaccord paramétrique plus faible, d'autre part en raison d'une moindre facilité pour incliner les dislocations. Cette structure n'a donc pas été réétudiée par la suite.

Remarque :

- Un gradient de composition dans AlGaN peut aussi être utilisé afin de progressivement tendre vers GaN tout en introduisant des interfaces présentant un faible désaccord paramétrique. L'introduction de ces interfaces induit une contrainte en compression qui permet la courbure des dislocations et favorise le filtrage. Une telle solution pourrait être envisagée mais elle n'a pas été réalisée dans le cadre de cette étude.

Concernant les structures de type I, de nombreux paramètres de croissance peuvent être changés afin d'optimiser la structure. En effet, chaque couche intercalaire ainsi que la couche tampon de GaN peuvent faire l'objet de conditions de croissance spécifiques. Ici, nous nous sommes uniquement focalisés sur les épaisseurs de ces couches pour des paramètres de croissance inchangés. Dans ces conditions, le premier constat est que les épaisseurs des intercalaires jouent un rôle prépondérant dans la qualité cristalline des couches tampons. En effet, les échan-

tillons PTC 652 et PTC 654 présentent quasiment la même épaisseur de couches tampons mais des épaisseurs de couches intercalaires différentes. Cependant, l'échantillon PTC 654 présente une valeur de LMH plus importante que l'échantillon PTC 652. Cette dégradation résulte de la faible épaisseur des intercalaires qui dans nos conditions de croissance est trop faible pour permettre la relaxation totale du matériau. L'optimum est obtenu pour un empilement : AlN(100nm)/AlGaN (200nm)/AlN(100nm). Comme montré sur la courbe de tendance exponentielle de la figure 4.6, la valeur de h_0 pour les structures de type I est environ 800 nm. Cette donnée est cohérente avec les valeurs de la littérature [131]. L'épaisseur requise pour obtenir une couche tampon de GaN complètement relaxée est donc bien supérieure à celle obtenue sur les autres types de structures. Les épaisseurs des intercalaires utilisés pour optimiser la qualité cristalline et les épaisseurs caractéristiques de relaxation de chaque couche ne conviennent pas à la croissance de couches tampons d'une épaisseur totale de 500 nm. En conséquence, on peut en déduire que l'effet des intercalaires n'est plus intéressant lorsque l'on atteint des épaisseurs inférieures au micron. De plus, la croissance d'une structure ultra fine ($h < 500\text{nm}$) avec intercalaire reste assez complexe.

Finalement, les structures de type III présentent le meilleur compromis entre qualité cristalline et épaisseur. Comme le montre la figure 4.6, la différence de qualité cristalline entre le type I et le type III est de plus en plus faible voire même comparable lorsque l'on atteint des valeurs proches de 500 nm. Le taux de relaxation dans la couche tampon de GaN de la structure III nous permet d'obtenir des couches relaxées en seulement 300 nm soit 2,6 fois moins que pour les structures de type I. D'un point de vue structural, les structures de type III remplissent tous les critères nécessaires à la fabrication d'un composant MEMS ayant une fréquence de résonance de l'ordre de la centaine de MHz.

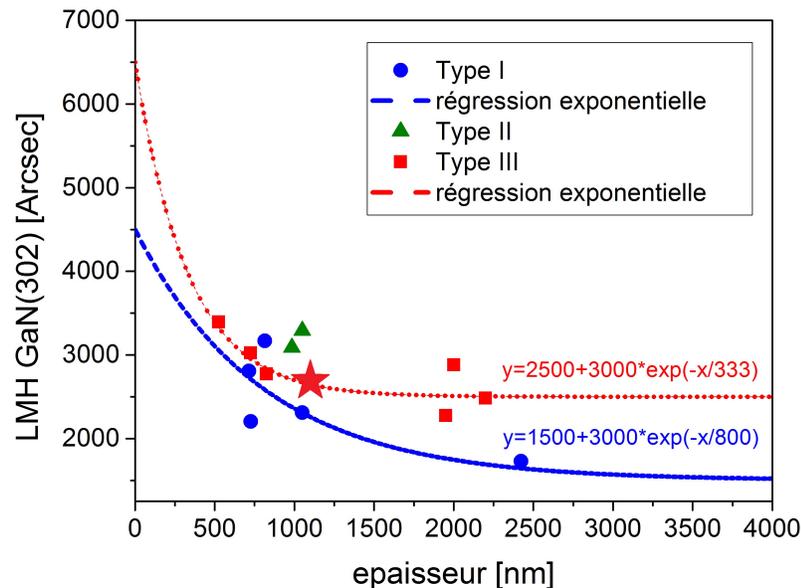


FIGURE 4.6: Evolution de la qualité structurale de la couche tampon de GaN, estimée par DRX, en fonction de l'épaisseur totale des structures épitaxiées par EJM. L'étoile rouge représente la limite d'épaisseur pour laquelle on observe la formation de fissures pour les structures de type III.

4.1.3 conclusion

L'étude de la qualité structurale des couches tampons de GaN en fonction de leur épaisseur et du type de structure employé nous montre que malgré leur avantage certain pour réaliser des structures épaisses, les structures de type I et II ne permettent pas d'obtenir le compromis souhaité pour des applications MEMS. Pour des épaisseurs de moins de 700 nm, ces structures ne permettent pas de diminuer de façon significative la densité de dislocations. De plus, le gain sur la qualité de la couche tampon de GaN du type I par rapport au type III est trop faible devant la " complexité " pour faire croître cette structure par rapport à celle de type III. D'un point de vue structural, les structures de type III semblent donc les plus adaptées pour les applications MEMS résonant. Comparons maintenant les comportements électriques de ces structures.

4.2 Propriétés électriques des HEMTs sur couches tampons minces

Au niveau électrique, les applications MEMS demandent des performances bien moins élevées que les applications purement électroniques. Les mécanismes de transduction étant dus aux réponses piézoélectriques du matériau, nous devons nous assurer que ces rendements piézoélectriques soient bons. Pour l'actionnement, le principal facteur matériau limitant est la perte due aux fuites dans le contact Schottky. La barrière AlGaN doit donc présenter un faible courant de fuite afin de limiter les pertes. Pour le détecteur, le R-HEMT est basé sur la variation de conductivité dans le canal en réponse à la formation de dipôles piézoélectriques lorsque la poutre se déforme [74]. Le gain en transconductance doit être suffisant pour assurer un rapport signal sur bruit convenable. Enfin, la spécificité de notre composant est de pouvoir intégrer au MEMS, et à partir de la même épitaxie, des fonctions électroniques analogiques comme notamment des étages d'amplification pour augmenter le signal de sortie du système. Dans ce cas, les transistors HEMTs devront être capables de remplir ces fonctions avec des fréquences de travail de l'ordre de la centaine de MHz. Afin d'assurer le bon fonctionnement des transducteurs ainsi que la fabrication de transistors HEMTs compatibles avec les fonctions citées précédemment, nous avons fixé une mobilité (μ) d'au moins $500 \text{ cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ et une densité de charge (Ns) du gaz bidimensionnel d'électron (2DEG) d'au moins $5 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$. Cette mobilité, est celle que l'on peut attendre dans le volume d'un GaN de qualité cristalline acceptable [132].

Pour caractériser les 2DEGs, des mesures $C(V)$ avec une sonde à bille de mercure ainsi que des mesures par effet hall sur des motifs Van der Pauw, fabriqués par photolithographie et isolés par des mesas, ont été réalisées. Les caractérisations électriques DC ont été réalisées sur des diodes circulaires et des transistors fabriqués au CRHEA. Les comportements DC de ces composants ont été mesurés sur un banc de mesure sous pointe à l'aide de systèmes Keithley 2400.

La comparaison des propriétés électriques des différentes structures s'est faite sur les 4 échantillons qui présentent les meilleures caractéristiques structurales pour des structures de $1 \mu\text{m}$ ou moins (tab 4.2).

Tableau 4.2: Caractéristiques des 2DEGs des structures étudiées. La densité de porteur N_s et la mobilité ont été mesurées par effet Hall, la densité d'impuretés résiduelles par $C(V)$ à bille de mercure et la résistivité par des mesures I-V sur des motifs d'isolation ayant un développement de $10 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$. Les valeurs inscrites dans le tableau correspondent aux résistivités mesurées pour une tension appliquée de 8V. Toutes les mesures ont été réalisées à température ambiante.

Échantillon	N_s [$10^{12}/\text{cm}^2$]	μ [$\text{cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$]	F.D.M. Rsh x h [$\mu\text{m} \cdot \Omega / \text{sq}$]	Impureté résiduelle [cm^{-3}]	Resistivité du buffer [Ω]
(Type I) [118]					
GaN($1,73\mu\text{m}$)/AlN(100nm)/AlGaN(250nm)/AlN(43nm)	8,9	2167	450.8	Non disponible	Non disponible
PTC 721 (Type I) :					
GaN(500nm)/AlN(100nm)/AlGaN(280nm)/AlN(100nm)	7,96	1680	490	$3,2 \times 10^{14}$	$9,85 \times 10^4$
PTC 705 (Type II) :					
GaN(500nm)/AlGaN(280nm)/AlN(200nm)	6,82	1306	736	$5,5 \times 10^{15}$	1×10^8
PTC 700 (Type III) GaN(500nm)/AlN(200nm)	6,96	1319	476	$8,1 \times 10^{14}$	$1,72 \times 10^6$
PTC 701 (Type III) GaN(300nm)/AlN(200nm)	6,72	1147	405	$1,8 \times 10^{15}$	$2,34 \times 10^6$

4.2.1 Propriétés du gaz bi-dimensionnel

Comme on peut le voir dans le tableau 4.2, les 4 échantillons sélectionnés présentent des mobilités et densités de porteurs supérieures à nos spécifications. La réduction de l'épaisseur de la couche tampon de GaN de $1,7 \mu\text{m}$ à $0,5 \mu\text{m}$ entraîne une diminution de 39% de la mobilité et de 21% de la densité de porteur dans le canal. Cependant en ne comparant que nos structures optimisées pour les applications MEMS, on constate que malgré une épaisseur divisée par 2, la mobilité et le N_s de l'échantillon PTC 701 chutent de seulement 32% et 15% respectivement par rapport au PTC 721. Dans l'optique de miniaturiser des composants MEMS ces pertes restent acceptables. La FDM est quelque peu meilleure pour les échantillons de type III. La légère tendance se dégageant de cette étude semble être que l'épaisseur est le principal facteur impactant la FDM. De ce fait, nous pouvons supposer que la chute des propriétés électroniques sera compensée par le gain en fréquence de résonance engendré par la réduction des dimensions du composant MEMS. Il est toutefois important de se rappeler que les dimensions limites du composant sont fixées par les possibilités qu'offrent les procédés technologiques. Intégrer les parties électriques des résonateurs AlGaN/GaN sur des poutres de moins de $1 \mu\text{m}$ de large reste aujourd'hui un challenge.

Comme nous pouvions l'attendre suite aux caractérisations structurales, les propriétés de transport sont dominées par la diffusion introduite par les dislocations. Les relations entre μ , N_s et la LMH GaN (302) sont présentées sur les Figures 4.7a, 4.7b et 4.8. La réduction de

N_s avec l'épaisseur des couches tampons de GaN peut s'expliquer d'une part, par un effet de désertion par le potentiel élevé généré dans la structure par les couches AlN et d'autre part par le piègeage des électrons par des dislocations agissant comme des accepteurs. La dégradation de la mobilité à mesure que l'épaisseur diminue pourrait donc s'expliquer à la fois par le fait que le nombre de dislocations près du 2DEG augmente, mais aussi par le fait que le potentiel de diffusion de ces dernières se trouve de moins en moins écranté lorsque la densité de porteurs N_s dans le 2DEG diminue. Le fait que la mobilité n'atteint pas un maximum pour une densité N_s de l'ordre de $4-5 \times 10^{12}/\text{cm}^2$ (fig. 2.8) confirme que les dislocations sont la principale limitation pour les propriétés de transport du 2DEG [133, 93] et résulte dans l'augmentation de la résistance de feuille [134].

Remarques :

- Les valeurs absolues de μ et N_s ne correspondent pas aux valeurs optimales que l'on peut atteindre dans les composants HEMTs. En effet, les composants fabriqués au CRHEA ont pour but de comparer les structures épitaxiées entre elles. Les étapes technologiques ne font pas l'objet d'optimisation et certaines étapes pouvant diminuer la résistance de feuille, comme la passivation, ne rentrent pas dans le procédé technologique.

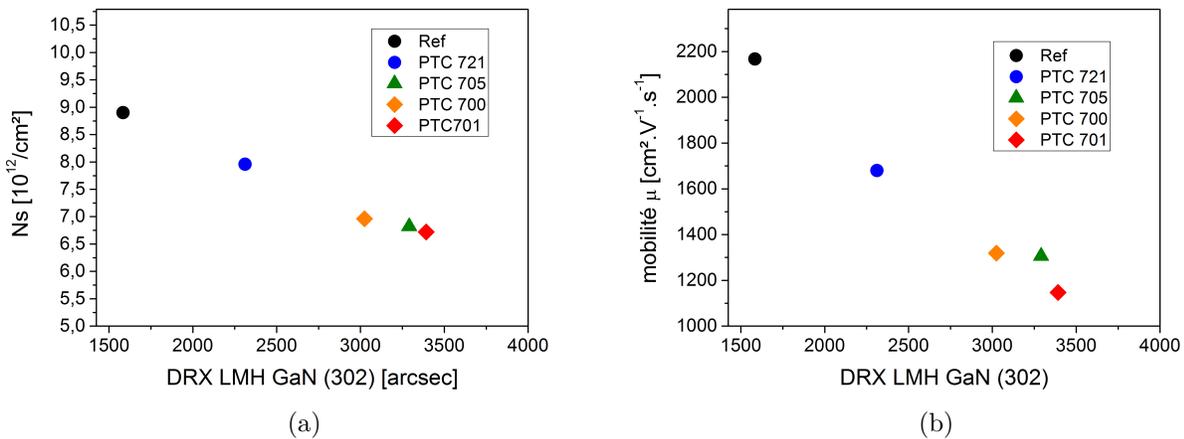


FIGURE 4.7: Caractéristiques du 2DEG mesurées par effet Hall en fonction de la LMH des ω -scans des différentes structures. (a) Densité de porteurs en fonction de la LMH des ω -scans (b) Mobilité en fonction de la LMH des ω -scans

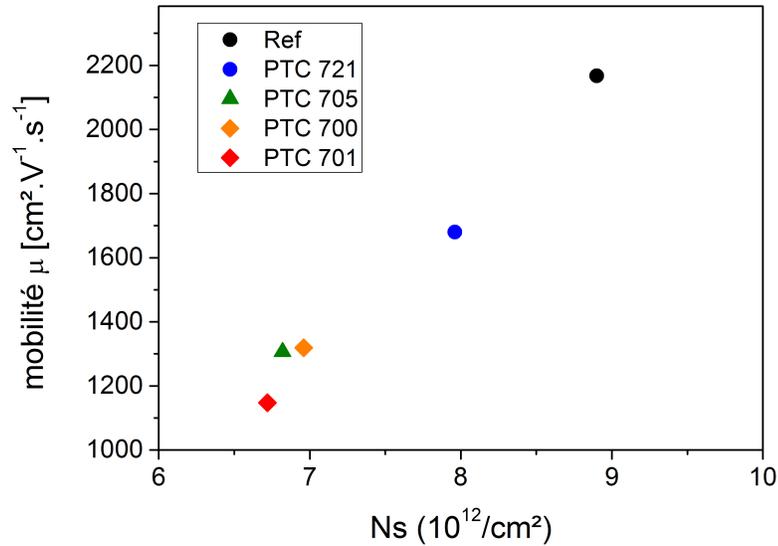


FIGURE 4.8: Mesure expérimentale de la mobilité en fonction de la densité de porteurs sur les différentes structures optimisées pour les applications MEMS

Les mesures des propriétés de transports du gaz 2D faites sur les différents type de couches tampons confirment l'intérêt des structures de type III. Malgré des densités de dislocations plus importantes, ces structures présentent de meilleures F.D.M. $R_{sh} \times h$ et s'avèrent plus intéressantes pour les applications MEMS (fig. 4.9). Ces structures présentent aussi l'avantage d'être facilement miniaturisables ce qui n'est pas le évident de faire avec les structures de type I qui présentent des F.D.M. similaires.

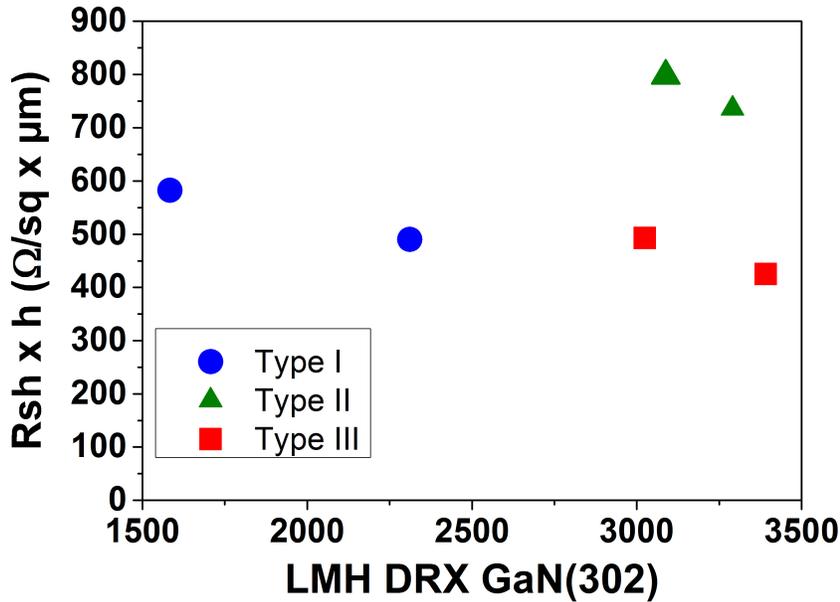


FIGURE 4.9: Evolution de la figure de mérite ($R_{sh} \times h$) en fonction des LMH de la DRX du GaN (302) pour les trois types de structure de couches tampons

4.2.2 Etude des courants de fuite

Les propriétés isolantes de la barrière AlGaIn ont été étudiées via des mesures I-V sur des transistors HEMT ayant une longueur de grille L_g de $4\mu\text{m}$ et une distance source drain de $16\mu\text{m}$ (fig4.10a), ainsi que sur des diodes Schottky circulaires d'un diamètre de $80\mu\text{m}$ (fig4.10b).

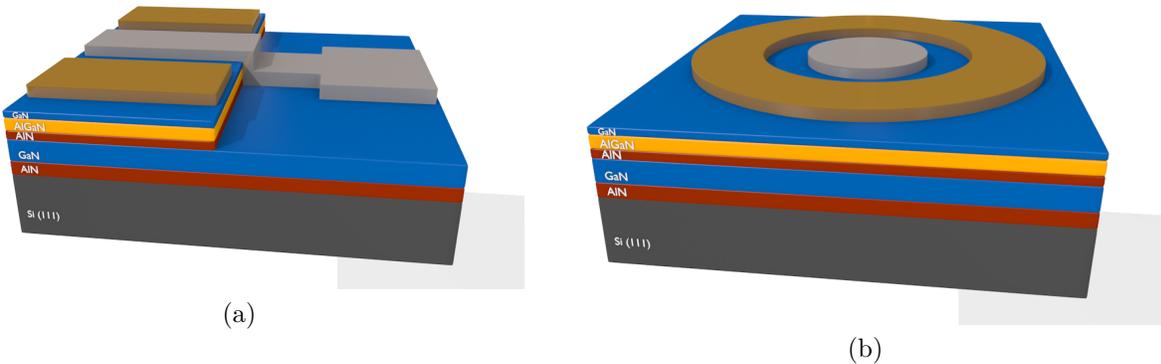


FIGURE 4.10: Schéma des composants tests utilisés pour la caractérisation électrique des barrières AlGaIn. (a) Schéma du transistor HEMT fabriqué au CRHEA. Les longueur et largeur de grille sont respectivement : $L_g = 4\mu\text{m}$, $W = 150\mu\text{m}$ pour une distance source drain $L_{ds} = 16\mu\text{m}$. (b) Schéma de la diode Schottky circulaire d'un diamètre de $80\mu\text{m}$

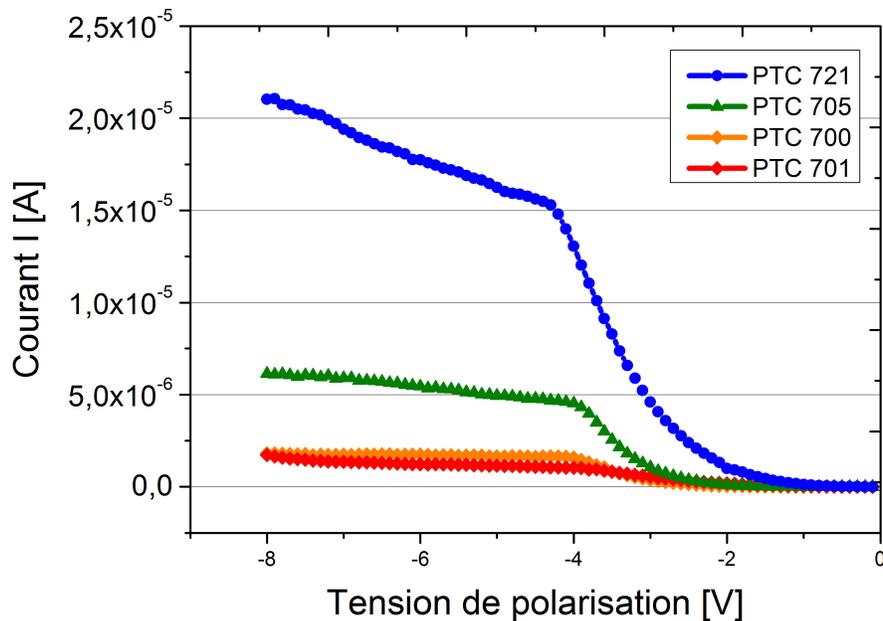
Comme montré sur la figure 4.11, les structures de type III présentent le plus faible courant de fuite sur les diodes Schottky. En revanche, la structure de type I (PTC 721) montre une valeur de courant inverse, pour $V_{gs} = -7\text{V}$, 14 fois supérieure à celle obtenue avec l'échantillon de type III (PTC 701) malgré une valeur de LMH GaN (302) plus faible que les autres structures. Une

spécificité des structures de type I est la présence de fissures enterrées qui relaxent une partie de la contrainte mais dont l'impact sur les propriétés électriques n'est pas connu [135, 136].

L'échantillon PTC 705 présente un courant de fuite intermédiaire qui semble montrer que la valeur du courant de fuite de la diode Schottky n'est pas directement liée à l'épaisseur de la structure. La variation du courant de fuite entre les structures II et III peut alors s'expliquer par la combinaison de plusieurs effets plus ou moins importants selon l'épaisseur de chacune des couches :

- La différence d'arrangement des dislocations ainsi que de leur type (vis ou coin) qui évoluent dans l'épaisseur de la structure. Selon la littérature, les dislocations vis qui influencent beaucoup la LMH (002) du GaN sont des lignes de fuite et expliquent l'augmentation du courant inverse de la diode [133, 137]. Les valeurs de courant de fuite les plus importantes correspondent bien aux valeurs de LMH GaN (002) (tab. 4.1) les plus importantes ce qui confirmerait le lien entre le type de dislocations et leur activité électrique. La question est alors : La densité de dislocations est-elle liée à la structure des couches tampons ou sommes-nous face à un cas particulier ? Dans le cas où elle serait dépendante de la structure des couches tampons, quelle est la cause de cette forte densité dans le cas des structures avec intercalaires ? Est-ce dû à une efficacité moindre du filtrage de ces dislocations ou à la formation de nouveaux défauts au niveau des interfaces ? Rappelons toutefois que dans le cas de structures minces, les valeurs de LMH des rocking curves du GaN (002) prennent en compte les boucles de dislocations et les dislocations inclinées qui sont situées proche de la surface. Il se peut alors que ce soit les dislocations inclinées et les boucles de dislocations qui soient à l'origine des fuites et non les dislocations vis.
- La distribution des impuretés (Silicium, Carbone, Oxygène). Cette hypothèse semble concorder avec la variation du dopage résiduel Nd-Na mesuré par C(V) qui est reliée à la conductivité des couches tampons. En effet, la diminution progressive de la densité d'impureté avec l'épaisseur a déjà été démontrée [138]. La diminution de la densité de donneurs, en particulier le silicium et l'oxygène serait une première explication à cette amélioration. Le carbone, quant à lui, permet de par son comportement accepteur d'améliorer la résistivité des couches tampons [139, 140]. Enfin, la diminution des impuretés avec l'augmentation de la densité de dislocation discutée dans [138] témoigne de leur interaction. Cependant, les interactions électriques entre les impuretés et les dislocations sont encore mal connues.

	Epaisseur [μm]	LMH GaN (002) [arcsec]	LMH GaN (002) [arcsec]	Nd-Na [$\times 10^{14} \text{cm}^{-3}$]
PTC721 (I)	1.05	1252.8	2311	3.2
PTC705 (II)	1.05	1011.8	3290	33
PTC700 (III)	0.725	990	3024	8.1
PTC701 (III)	0.525	1292.8	3391	18

FIGURE 4.11: Caractéristique DC de diodes Schottky circulaires de 80 μm de diamètre

Les figures 4.12b et 4.12a représentent les courants de drain (I_d) et de grille (I_g) en mode DC des transistors en fonction de leur polarisation de grille (V_{gs}). Tous les échantillons sauf PTC721 présentent des courants de fuite $I_g(V_{gs})$ très proches des valeurs de $I_d(V_{gs})$ en régime pincé. De plus, les fuites I_d et I_g se rangent dans le même ordre que la conductivité (inverse de la résistivité) des couches tampons relevée sur des motifs d'isolation (tab4.2). Si nous revenons à la figure 4.11 nous constatons que les courants de fuite pour des diodes circulaires s'agencent dans un ordre différent. Les transistors des échantillons de type III (PTC 700 et surtout PTC 701), présentent un courant de fuite I_d plus important que le courant de fuite de grille I_g et que

celui mesuré sur la diode circulaire. Nous déduisons des mesures $I_g(V_{gs})$ des transistors (fig 4.12b) que les fuites ont principalement lieu dans les couches inférieures et non pas à travers la barrière. En fait, ceci est probablement amplifié par l'architecture des composants HEMTs dont le plot de contact est directement déposé sur la couche tampon de GaN et non pas sur le cap GaN (fig 4.10a), ce qui a pour effet de surestimer les valeurs des courants de fuite de grille mesurés sur les transistors. Une solution pour réduire ces fuites de grille pourraient être de déposer un diélectrique sur la couche tampon avant réalisation du plot de grille. La présence d'un film diélectrique sous le métal de grille dans les régions actives aurait un effet bénéfique également si le film est suffisamment fin pour ne pas trop réduire la commande de charges électriques (capacité, transconductance) et que la densité de pièges d'interface reste faible. Une autre solution consiste à effectuer une implantation ionique pour l'étape d'isolation, ce qui permet de conserver toutes les couches de surface mais amorphisées pour isoler le plot de contact par rapport aux couches tampons.

L'échantillon PTC705 (type II) présente quant à lui des caractéristiques de transistors assez proches de celles de PTC700. Cependant, les fuites des couches tampons et de grille des transistors sont ici environ 2 fois plus élevées, tout comme celles mesurées sur les diodes circulaires. Il semblerait donc que pour PTC705, les fuites de grille soient dominantes par rapport aux fuites des couches tampons. Ceci pourrait s'expliquer par la combinaison de deux facteurs tous deux reliés à la présence d'une couche AlGaN entre la couche de nucléation AlN et la couche tampon de GaN. Le premier facteur est l'effet d'isolation électrique induit par cette couche AlGaN plus résistive et qui présente une charge de polarisation négative à l'interface GaN/AlGaN qui repousse les électrons ; le second facteur est l'effet direct de la moindre qualité cristalline et des dislocations traversantes qui augmentent les fuites de grille. Enfin, la structure de type I (PTC721) montre un comportement différent. Les fuites de grille des transistors sont nettement plus faibles que la fuite des couches tampons relevée sur le courant de drain du transistor et déjà annoncée par les mesures d'isolation. La dégradation notable de la résistivité des couches tampons avec l'amincissement de cette dernière avait quant à elle déjà été démontrée [141]. Il reste cependant à expliquer pourquoi la fuite de grille relevée sur le transistor est nettement plus faible que celle de la diode circulaire. Un effet statistique sur certains défauts pourrait constituer une explication étant donnée la surface relativement importante du contact de la diode circulaire.

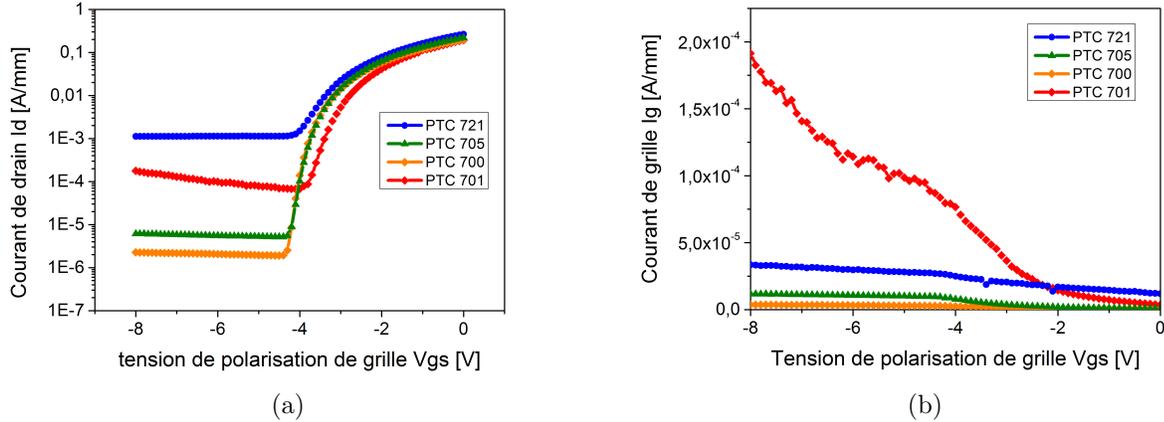


FIGURE 4.12: Caractéristiques $I(V_{gs})$, pour $V_{ds}=8V$, des transistors HEMTs ayant une longueur de grille L_g de $4 \mu m$ et un espacement drain source de $16 \mu m$. (a) courant de drain I_d en fonction de la polarisation de grille V_{gs} . La tension drain-source est fixée à $8V$ et la tension de grille varie de $0V$ à $-8V$ avec un pas de $-0.1V$. La longueur de grille est fixée à $L_g = 4 \mu m$ et sa largeur $W = 150 \mu m$; (b) Courant de fuite de grille I_g des transistors HEMTs en fonction de la tension de grille V_{gs} appliquée. La tension drain-source est fixée à $8V$.

4.2.3 Caractéristiques des transistors

Au-delà des courants de fuite, la caractérisation des transistors présente un intérêt dans l'optique de l'intégration monolithique de HEMTs et de MEMS. Outre les fonctions purement électroniques, l'étude des transistors nous permet de définir les points de polarisation des RHEMTs et donc les points de fonctionnement optimaux de nos détecteurs. Dans ces deux cas, le paramètre de principale importance est la transconductance ($g_m = \frac{dI_d}{dV_{gs}}$).

La figure 4.13 montre les courbes $I_d(V_{ds})$ des transistors fabriqués. Les mesures statiques montrent les bons contrôles de grille ainsi que des tensions de pincement aux alentours de $-4V$. La légère variation de V_p est due à la variation de densité N_s du gaz 2D. Plus N_s augmente, plus le pincement s'effectue à des valeurs de V_{gs} négative. Le tableau 4.3 récapitule les principales caractéristiques de ces composants.

Tableau 4.3: Caractéristiques des transistors HEMTs fabriqués sur les 3 types de structures. La grille a pour dimensions $L_g = 4 \mu\text{m}$ et $W = 150 \mu\text{m}$ et l'espacement drain source est de $L_{ds}=16 \mu\text{m}$

Échantillon	Épaisseur totale [μm]	Épaisseur du buffer GaN [nm]	$I_{d_{\text{sat}}}$ [mA/mm]	g_m [mS/mm]	V_p [V]	$I_{\text{on}}/I_{\text{off}}$	V_{br} [V]
ref [118] (I)	2,167	1730	712	155	-4,9	Na	Na
PTC 721 (I)	1,05	500	280	114	-4,4	$4,0 \times 10^2$	17
PTC 705 (II)	1,05	500	219	94	-4,32	$5,2 \times 10^4$	>200
PTC 700 (III)	0,725	500	230	99	-4,38	$8,3 \times 10^4$	94
PTC 701 (III)	0,525	300	194	91	-3,85	$2,7 \times 10^3$	18

Mis à part l'échantillon PTC 721 qui souffre de forts courants de fuite, les rapports des courants de drain $\frac{I_{\text{on}}}{I_{\text{off}}}$ obtenus sont tous supérieurs à 10^3 . En raison de la diminution de la mobilité et de la densité de porteurs dans le canal avec l'augmentation de la TDD, les courants de saturation $I_{d_{\text{max}}}$ suivent eux aussi la même tendance. Ainsi, d'un courant de saturation de 280 mA/mm pour l'échantillon PTC 721 d'épaisseur totale 1,05 μm on obtient un courant $I_{d_{\text{max}}}$ de 194 mA/mm pour l'échantillon PTC 701 d'épaisseur totale 525 nm.

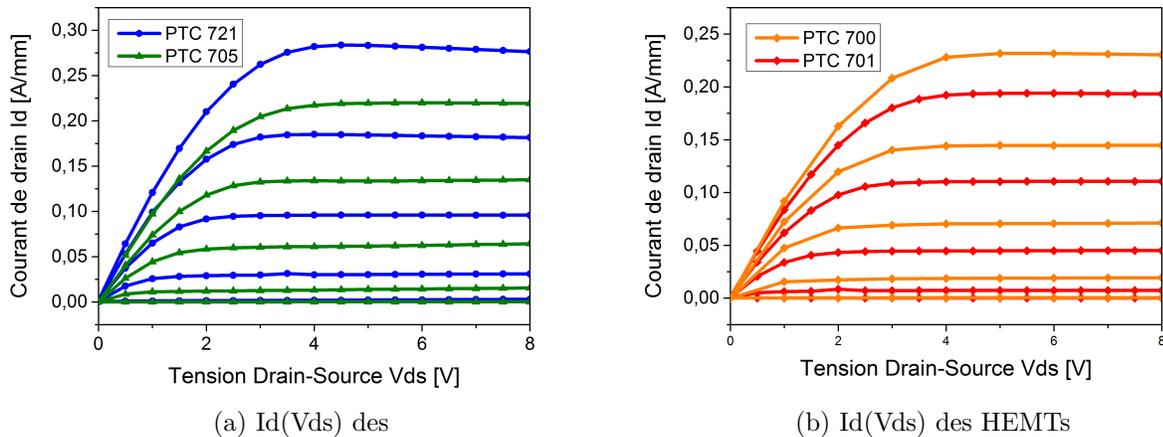


FIGURE 4.13: Caractéristiques $I_d(V_{ds})$ des transistors HEMTs fabriqués sur (a) les structures de type I et II et (b) sur les structures de type III. La tension source drain varie de 0 à 8V et la tension de grille de 0 à -4 V avec un pas de -1V. La longueur de grille fixée à $L_g = 4 \mu\text{m}$ et sa largeur $W = 150 \mu\text{m}$

Comme énoncé précédemment, la transconductance g_m constitue un paramètre essentiel du composant MEMS final car elle influencera la sensibilité de détection du composant et le point de polarisation constituant le maximum de gain servira de point de polarisation du détecteur [142, 73, 74]. De plus, la transconductance g_m est également un paramètre important pour réaliser un amplificateur intégré basé sur des HEMTs. La diminution du g_m avec l'accroissement des LMH GaN(302) (fig4.14), pour des résistances de contact $R_c < 0.8 \Omega \cdot \text{mm}$, traduit l'impact des dislocations traversantes sur les courants via la résistance de feuille. Ainsi, l'échantillon PTC 701 présente un g_m plus faible de 25% que celui obtenu sur l'échantillon PTC 721. De même, le passage d'une structure de 725 nm (PTC 700) à une structure de 525 nm (PTC 701) entraîne une diminution de 10% de la transconductance.

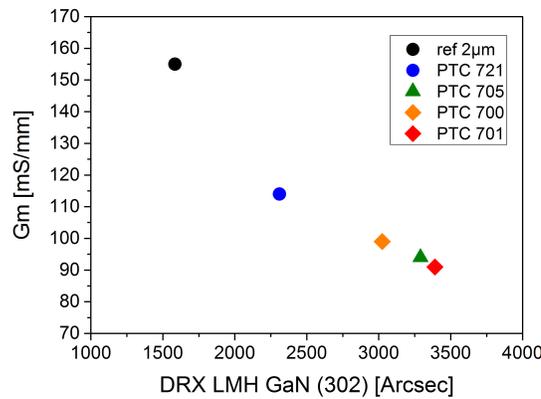


FIGURE 4.14: Transconductance des transistors HEMTs ($L_g = 4\mu\text{m}$, $W = 150\mu\text{m}$ et $L_{ds} = 16\mu\text{m}$) fabriqués sur les 3 types de structure en fonction de la LMH des ω -scan de l'orientation (302) de la couche tampon de GaN. Ces valeurs sont obtenues pour une tension source drain $V_{ds} = 8\text{V}$

En parallèle, des mesures de tensions de claquage ont été effectuées sur ces mêmes échantillons. La figure 4.16 représente les courants de drain (Fig 4.16a) et de grille (4.16b) des transistors en fonction de leur tension de drain dans le cas du canal pincé (Tension de grille $V_{gs} = -7\text{V}$). Les compliances de grille et de drain étant fixées à 1 mA/mm. Deux comportements sont visibles sur cette figure :

Les échantillons PTC 721 et PTC 701 présentent de très faibles tensions de claquage, respectivement 17 V et 18 V. Dans le cas de PTC 721, on peut attribuer en premier lieu ce comportement aux fuites de grille et en deuxième lieu à la dégradation de la résistivité des couches tampons. En revanche, les faibles courants de fuite de grille de la diode circulaire sur la structure PTC 701 nous amènent à conclure que la faible tension de claquage est en premier lieu liée à la faible épaisseur de la structure. La mesure de la tension de claquage en configuration verticale (fig 4.17), montre le même type de comportement ce qui confirme le rôle principal joué par l'isolation des couches tampons. Plus que la résistivité électrique des couches tampons, la faible épaisseur de la structure ainsi que sa grande densité de dislocations traversantes favorisent la fuite des porteurs via le substrat. Les échantillons PTC 700 et PTC 705 présentent des tensions de claquage bien plus importantes de 94V et $>200\text{V}$ respectivement. Il est intéressant de noter que les caractéristiques de ces échantillons présentent une singularité. En effet, les courants de drain et de grille présentent un plateau pour des tensions supérieures

à 40V. Tension pour laquelle, le champ électrique dans les couches tampons est suffisamment élevé pour que les électrons piégés dans les couches tampons puissent se dépiéger et entraîner une conduction parasite. La présence du palier à 19V pour PTC700 et à 50 V pour PTC705, pourrait correspondre aux valeurs pour lesquelles les lignes de champ passent par la zone de transition (fig 4.15). La présence de boucles de dislocations et de dislocations inclinées dans cette zone pourrait être aussi une cause de l'augmentation du courant de fuite. Ce phénomène de claquage en 2 étapes a déjà été observé [143] et est attribué aux dislocations et à des pièges [144]. La courbe de PTC700 atteste d'un claquage irréversible (hard breakdown) provoqué par la conduction parasite via le substrat. En effet, le saut de courant correspond à la conduction à l'interface AlN/Si après que le champ électrique ait atteint le silicium.

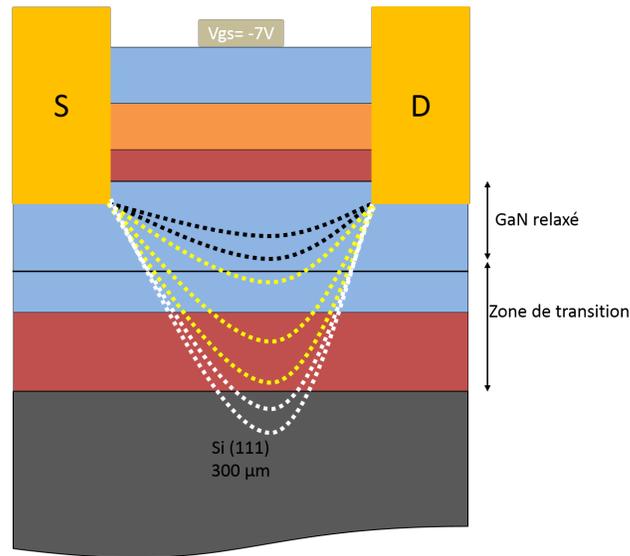


FIGURE 4.15: Schéma des lignes de champ électrique lors d'une mesure de tension de claquage en mode trois terminaux en pincement profond ($V_{gs} \ll V_{th}$). Les lignes en pointillés représentent l'extension de la zone dans laquelle le champ électrique prend des valeurs significatives. Pour des tensions V_{ds} élevées, le champ électrique au niveau de l'interface AlN/Si devient suffisamment élevé pour engendrer un phénomène de claquage.

L'emploi d'un intercalaire AlGaN permet de repousser la valeur de la tension de claquage grâce à la combinaison de plusieurs effets. Le premier est d'éloigner le Si du gaz 2D et d'ajouter un matériau grand gap résistif qui constitue également une barrière pour les électrons du gaz 2D. Le deuxième effet vient de son impact sur la couche tampon de GaN. Il permet aussi d'éloigner le gaz 2D des zones fortement disloquées proche du substrat. L'usage d'un matériau très résistif et défectueux dans les couches proches du substrat semble être un moyen efficace d'augmenter la tension de claquage des transistors. Cette solution est d'ailleurs assez connue vu que de nombreux composants de puissance utilisent une couche épaisse d'AlGaN (appelée back barrier) permettant d'isoler le 2DEG du substrat en améliorant le confinement des électrons dans le canal [145] tout en ajoutant un intercalaire AlGaN plus résistive que le GaN.

La chute de 77 V de la tension de claquage entre PTC 700 et PTC 701 nous montre l'importance cruciale de l'épaisseur de GaN ainsi que celle de la couche de nucléation d'AlN. Les faibles courants de fuite mesurés sur les diodes suggèrent que la chute des tensions de claquage est avant tout liée aux fuites dans et via les couches tampons lors du claquage qui a le plus

souvent lieu dans le substrat. Dans ce cas, cette différence de comportement peut s'expliquer par la distance entre le 2DEG et la zone de relaxation de la couche tampon de GaN (qui est d'environ 300 nm dans le cas des structures de type III). En effet, dans le cas de PTC701, le 2DEG est très proche de cette zone dans laquelle nous trouvons de nombreuses boucles de dislocations et dislocations inclinées. De ce fait, la conduction parasite via les électrons piégés dans ces couches se fera même à bas champ électrique. Dans le cas de PTC700, environ 200 nm de GaN relaxé séparent le 2DEG de la zone de transition. La tension nécessaire à la conduction parasite via les dislocations est donc supérieure à celle de PTC701. De plus, la réduction de l'épaisseur accélérant le phénomène de claquage du Si, plus l'épaisseur est faible plus la tension de claquage l'est également. Cependant, les tensions utilisées dans les applications MEMS sont de l'ordre de quelques volts. De ce fait, la faible valeur de la tension de claquage mesurée sur PTC 701 n'est pas un obstacle à la fabrication d'un résonateur. Dans l'optique d'atteindre des épaisseurs ultimes, et d'intégrer des fonctions électroniques d'amplification, il est toutefois important de noter l'impact de l'épaisseur des couches tampons sur l'isolation de la couche active de la structure avec le substrat. D'un autre côté, les faibles fuites de grille observées sur les diodes sont rassurantes pour le comportement des diodes Schottky d'actionnement des MEMS.

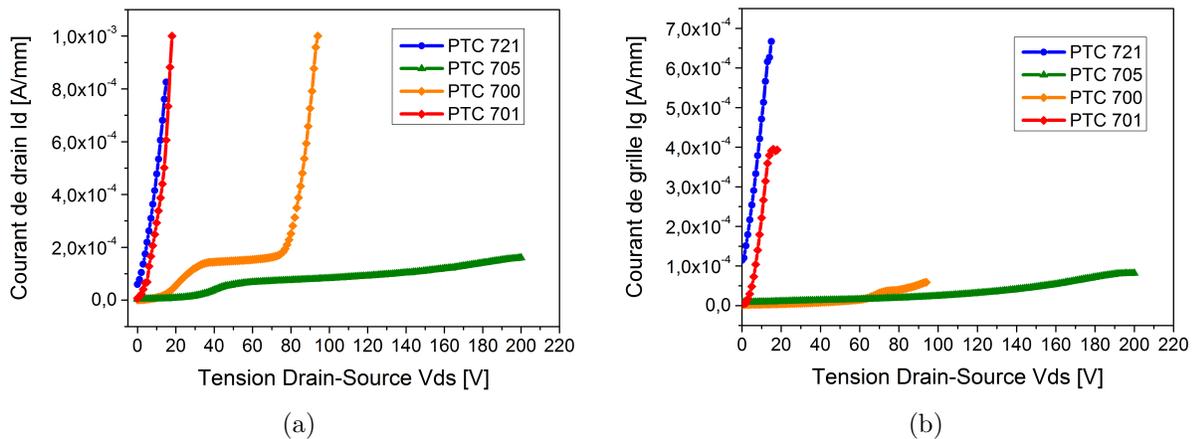


FIGURE 4.16: (a) Mesure des tensions de claquage “latérales” des transistors HEMTs fabriqués sur les 3 types de structures. (b) Courant de fuite de grille I_g en fonction de la tension V_{ds} pour une polarisation de grille fixe de -7V. Les compliances de drain et de grille sont fixées à 1 mA/mm et la tension de grille appliquée est de $V_{gs}=-7V$

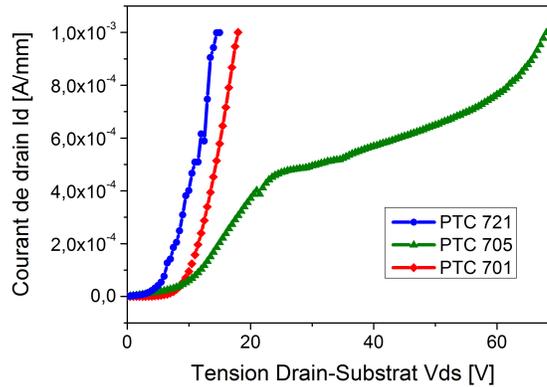


FIGURE 4.17: Mesure des tensions de claquage verticales des transistors HEMTs fabriqués sur les 3 types de structure. La compliance de drain et de grille sont fixées à 1 mA/mm et la tension de grille appliquée est de $V_{gs} = -7V$

4.2.4 Conclusion

La caractérisation du 2DEG des différentes structures met en avant l'intérêt des structures de type III qui présentent une FDM ($R_{sh} \times h$) améliorée de 10% et 45% par rapport aux structures de type I et II. Les transistors réalisés sur structures minces présentent tous des propriétés de transport du 2DEG en accord avec notre cahier des charges et donc compatibles avec les applications MEMS. La fabrication d'un composant HEMT de 525 nm d'épaisseur présentant des mobilité et densité de porteurs acceptables a été démontrée. De plus, les mesures des courants de fuite confirment l'intérêt des structures de type III dont les courants de fuite dans la barrière sont près de 10 fois plus faible que ceux mesurés sur la structure de type I. Cependant, l'augmentation des courants de fuite des couches tampons ainsi que les charges issues du substrat augmentent le courant observé en canal pincé, prouvent le rôle crucial de la couche de nucléation et des 200 premiers nanomètres de GaN. Des études menées au CRHEA montrent d'ailleurs le rôle joué par la température de croissance de la couche de nucléation AlN sur la qualité cristalline et sur l'isolation électrique [99]. Afin de réduire les courants I_{off} , l'isolation par implantation semble plus adaptée car elle permet d'éviter le dépôt du plot de contact directement sur la couche tampon de GaN amincie. Une autre solution est l'utilisation d'un diélectrique entre la grille et la barrière (MIS-HEMT) afin de limiter les fuites de grilles.

4.3 Propriétés mécaniques des structures minces

Contrairement aux structures de couches tampons de HEMT classiques, la contrainte résiduelle de la structure joue un rôle fondamental dans les performances du composant final. Là où l'on cherchait à avoir des contraintes résiduelles faibles, voire en compression, afin d'éviter la formation de fissures, nous cherchons désormais à réaliser des couches contraintes en tension. Deux raisons motivent ce choix :

- La première est d'éviter le flambage des poutres une fois libérées.
- La deuxième est d'augmenter la fréquence de résonance, le facteur de qualité et la bande passante.

Les équations des fréquences de résonance et des facteurs de qualité d'une poutre bi-encastree avec contrainte initiale en fonction des dimensions géométriques et des propriétés mécaniques du matériau, sont :

A partir de l'approche de Rayleigh basée sur la conservation de l'énergie au cours du mouvement de la poutre [146]. La fréquence du mode de flexion fondamental d'une poutre non contrainte f_{n0} est égale à [147] :

$$f_{n0} = \frac{k_n^2 \cdot L^2 \cdot h}{4 \cdot \pi \cdot L^2 \sqrt{3}} \sqrt{\frac{E_{eff}}{\rho}} \quad (4.4)$$

Dans le cas d'une poutre contrainte, il faut alors multiplier cette valeur par un facteur de correction :

$$f_{nr} = f_{n0} \sqrt{1 + \gamma_n \frac{TL^2}{E_{eff} h^2}} \quad (4.5)$$

Dans le cas où : $\gamma_n \frac{TL^2}{Ee^2} \gg 1$, on trouve :

$$F_{nr} = \frac{k_n^2 \cdot L^2}{4 \cdot \pi \cdot \sqrt{3} L} \sqrt{\gamma_n \frac{T}{\rho}} \quad (4.6)$$

Avec γ_n une constante telle que:

$$\gamma_n = \frac{12}{L^2} \cdot \frac{\int_0^L (\frac{\partial U_n(x)}{\partial x})^2 dx}{\int_0^L (\frac{\partial^2 U_n(x)}{\partial x^2})^2 dx}$$

Où U_n correspond à la déformée du mode n en un point x de la poutre.

Avec β un entier solution de $\cosh(\beta L) \cos(\beta L) = 1$, E_{ef} le module d'Young biaxial de la structure, h l'épaisseur de la poutre, L la longueur de la poutre, ρ la masse volumique équivalente de la poutre et σ la contrainte biaxiale (σ positif pour une contrainte en tension). En nous basant sur l'équation 4.6, on en conclut que les performances de notre résonateur seront d'autant meilleures que la contrainte en tension est importante. L'autre paramètre critique que nous avons étudié est le module d'Young des matériaux dont les valeurs pour des structures minces (matériaux fortement disloqués) n'ont jamais été publiées.

4.3.1 Contrainte résiduelle

Lors de la croissance, les matériaux nitrures sont soumis à de nombreuses contraintes responsables de la forte densité de dislocations traversantes. Comme expliqué précédemment, les applications MEMS requièrent le développement de couches fines contraintes en tension. La contrainte en tension dans les structures sur substrat Si est due :

- A la différence de coefficient de dilatation thermique entre le GaN et le Si qui constitue le principal facteur de mise en tension de la structure [148].
- A la coalescence des grains initialement désorientés dans la couche de nucléation AlN

Lorsque l'on libère la structure, une partie de la contrainte est relaxée via les mécanismes de relaxation 3D (effet de Poisson...). Les conditions de croissance ainsi que l'architecture des couches tampons doivent donc être choisies de façon à compenser la contrainte en compression, introduite par la croissance de couches d'AlGa_N ou de GaN, par la tension des films d'AlN. Il faut aussi faire en sorte que la contrainte finale ne soit pas trop importante afin prévenir la formation de fissures lors du refroidissement après épitaxie. Un compromis doit être trouvé pour obtenir une structure libérée non fissurée et en tension.

Tout comme pour la qualité cristalline, la contrainte résiduelle finale est conditionnée par la vitesse de relaxation des contraintes et donc par la densité initiale de défauts dans le matériau. Plus la vitesse de relaxation est lente (faible densité de défauts) plus la contrainte compressive est grande (Fig. 4.18). Ainsi, N. Baron a pu observer que dans les conditions de croissance standard d'une couche avec intercalaires de type I par EJM, une TDD > 5x10⁹ cm⁻² est nécessaire pour obtenir une courbure concave de l'échantillon synonyme de contrainte résiduelle en tension [105] (fig 4.19).

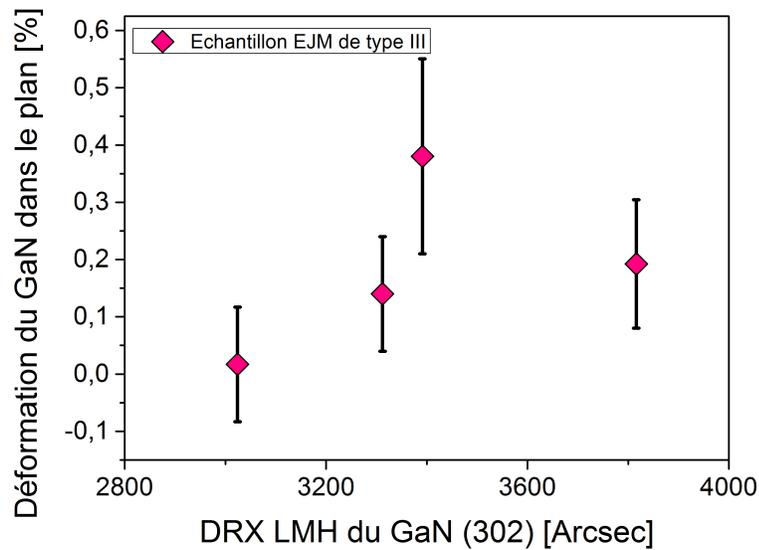


FIGURE 4.18: Déformation dans le plan S_{xx} de la couche tampon de GaN mesurée par DRX en fonction de leurs LMH de l'orientation (302) des échantillons de type III

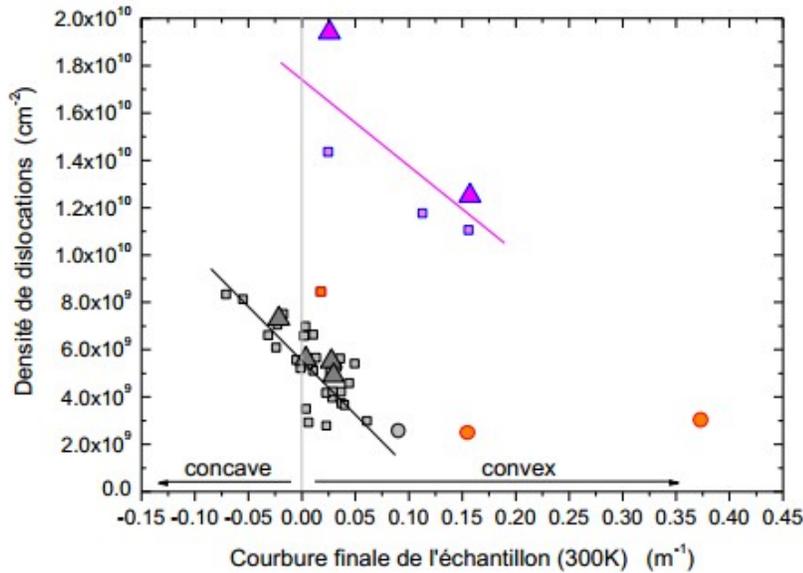


FIGURE 4.19: densité de dislocations traversantes mesurée par MFA (carrés et cercles) et MET (triangles) en fonction de la courbure finale de l'échantillon mesurée à température ambiante (300K). Les droites en trait plein sont des guides pour les yeux.- Formes Carré : HEMTs sur Si(111) désoxydé thermiquement dans le réacteur d'épitaxie (in situ). -Rond : HEMTs sur Si(111) désoxydé chimiquement (ex situ) et Mesures faites par MFA Mesures faites par MET Couleurs Gris : croissance ammoniac (NH₃).- Magenta : croissance plasma N₂ pour une partie de la couche tampon GaN. -Orange : modification du dessin des couches enterrées (nucléation AlN et intercalaire AlN/GaN). D'après [105].

Le tableau 4.4 reprend les valeurs des déformations calculées à partir des mesures de paramètres de maille par DRX pour des couches tampons de GaN en fonction du type de structure épitaxiée par EJM. Les valeurs des déformations mesurées montrent qu'une large plage de déformations est accessible en fonction des types et épaisseurs des structures. Comme attendu, les structures de type I présentent des déformations de la couche tampon de GaN plus faibles que celles de types II et III. Pour les structures de type I, les épaisseurs respectives de chacune des couches intercalaires doivent être étudiées de façon à ce que la contrainte résiduelle moyenne (de l'ensemble de la structure) soit positive. Cependant, dans ces structures, la relaxation de la contrainte compressive dans la couches tampon de GaN est plus lente et une épaisseur de GaN supérieure à 800 nm est nécessaire à l'obtention d'une couche tampon relaxée. Afin de réaliser des couches minces de type I en tension, il faut donc favoriser la relaxation du GaN ce qui nous amène ici à conserver une densité de dislocations suffisante. L'introduction d'intercalaires qui filtrent les dislocations, ne s'avère pas être la stratégie la plus favorable. La mesure des déformations de la couche tampon de GaN des échantillons PTC 381 et PTC 611 confirme cette idée.

Le calcul de la contrainte résiduelle moyenne dans le plan T_{xx} de la structure finale via la courbure de l'échantillon et l'équation de Stoney, nous indique que l'échantillon PTC 721 présente la contrainte résiduelle la plus importante. Cette forte contrainte en tension est due à l'ajout de l'intercalaire d'AlN épais qui ajoute de la tension à la contrainte moyenne de

l'ensemble. Malgré l'ajout de contrainte en compression il est quand même possible d'obtenir des couches présentant des contraintes résiduelles moyennes en tension.

Remarques :

- La courbure initiale des substrats de Si(111) étant aléatoire et parfois non sphérique, le calcul de la contrainte moyenne dans le plan T_{xx} a été faite à partir de la mesure de la courbure suivant le même axe que la mesure de déformation DRX
- L'erreur faite sur la déformation correspond à 1/10 ème de la LMH des courbes de DRX. Afin d'avoir suffisamment de signal les mesures ont été faites fente ouverte ce qui limite la résolution et la précision des mesures.

Tableau 4.4: Caractéristiques mécaniques des échantillons EJM sur structures minces en fonction du type de couche tampon. Les valeurs des déformations sont issues de la mesure DRX, la mesure de contrainte de la courbure de l'échantillon, enfin le coefficient est Poisson (ν) est calculé à partir du coefficient de Poisson biaxial (ν_b) tel que $\nu = \frac{\nu_b}{2-\nu_b}$ et $\nu_b = \frac{-\epsilon_{zz}}{\epsilon_{xx}}$.

Échantillon	Epaisseur totale [μm]	Epaisseur du GaN [nm]	Déformation S_{zz} du GaN [%]	Déformation S_{xx} du GaN [%]	coefficient de poisson	Contrainte moyenne dans le plan [MPa]
PTC 381	2,24	1700	-0,25	0,27	0,31	
PTC 611	1,78	1000	0,03	-0.12	0,18	
PTC 721 (I)	1,05	500	-0,05 \pm 0,01	0,10 \pm 0,2	0,18	866
PTC 703 (II)	0,905	500	-0,11 \pm 0,1	0,31 \pm 0,2	0,15	622
PTC 705 (II)	1,05	500	-0,05 \pm 0,02	0,24 \pm 0,1	0,10	118
PTC 700 (III)	0,725	500	-0,03 \pm 0,03	0,16 \pm 0,1	0,095	126
PTC 728 (III)	0,725	500	-0,04 \pm 0,07	0,14 \pm 0,2	0,12	non mesurée
D488 (III)	0,533	300	-0,06 \pm 0,08	0,19 \pm 0,08	0,14	826
PTC 701 (III)	0,525	300	-0,25 \pm 0,17	0,61 \pm 0,38	0,17	663

4.3.2 Module d'Young

Des mesures de nano-indentation ont été réalisées par Lionel Buchaillot sur des échantillons de type I et III d'épaisseurs variables. Ces mesures ont été réalisées avec un indenteur de type Berkovich préalablement calibré sur du SiO_2 . Le module d'Young dans le plan et la dureté résultent de la moyenne de 9 mesures effectuées sur des échantillons ayant des épaisseurs allant de 1,4 μm à 0,7 μm ainsi qu'un tremplin (template) de 5 μm de GaN sur saphir (TDD $\approx 3 \times 10^8 \text{cm}^{-2}$) que nous avons utilisé comme référence. La profondeur d'indentation varie de 200 nm à 800 nm. Afin de limiter la réponse élastique du substrat (la réponse élastique du substrat étant négligeable pour des profondeurs d'indentation inférieures à 10% de l'épaisseur du matériau sondé), la profondeur d'indentation retenue pour le calcul du module d'Young est 200 nm. Cette profondeur présente le meilleur compromis entre une faible profondeur d'indentation et une bonne reproductibilité des résultats.

Le tableau 4.5 reprend les structures et les résultats des mesures. La diminution de la dureté et du module d'Young avec l'augmentation de la profondeur d'indentation est attribuée à la réponse élastique du substrat dont les valeurs théoriques sont plus faibles que celles du GaN. En revanche, pour une profondeur donnée, l'augmentation de la dureté coïncide avec l'augmentation de la densité de dislocations ayant une composante dans ce plan. Cette relation entre densité de dislocations et dureté est cohérente avec le comportement décrit dans la littérature [149].

Tableau 4.5: Résultats des mesures de nano-indentation réalisées sur les échantillons de type I et III avec un indent de type Berkovich

Echantillon	Epaisseur totale [μm]	Module d'Young [GPa]		Dureté [GPa]	
Profondeur d'indentation [nm]		200	400	200	400
<hr/>					
PTC049 : Reference : 5 μm GaN sur template GaN sur saphir	5	300	285	24.9	21.6
<hr/>					
PTC 611 : GaN(1 μm)/AlN(100nm)/AlGaIn (250nm)/AlN(43nm)	1,393	257	222	24.2	20.5
<hr/>					
PTC 721 : GaN(500nm)/AlN(100nm)/AlGaIn (280nm)/AlN(100nm)	1,05	248	x	14.72	x
<hr/>					
PTC 610 : GaN(1 μm)/AlN(200nm)	1,2	259	194	23.8	19.9
<hr/>					
A 1654 : GaN(500nm)/AlN(200nm)	0,7	275	230	20.36	16.65

La figure 4.20 représente la variation du module d'Young dans le plan pour une profondeur de 200 nm en fonction de la LMH de la DRX. On note une diminution de 17% de la valeur du module d'Young dans le plan mesuré sur les échantillons de type I et III par rapport à la référence. On observe une tendance pour la variation du module d'Young en fonction des LMH de l'orientation (302) (fig 4.20b) du GaN pour les structures de type I, mais pas pour les structures de type III malgré une large variation de LMH des échantillons. De plus, l'épaisseur totale des échantillons ne semble pas impacter la valeur des modules d'Young (tableau 4.5). En revanche, une légère diminution est observable avec l'élargissement des LMH des ω -scans pour la réflexion (002) du GaN (fig 4.20a). Les modules d'Young des échantillons de type I sont plus faibles que ceux de type III. La présence de fissures enterrées dans les structures de type I pourrait expliquer cette tendance. Une seconde hypothèse pouvant expliquer ce comportement serait la plus grande densité de dislocations à la fois susceptible d'influencer la LMH (002) du GaN et capable de glisser sous l'effet du champ de contrainte : des dislocations mixtes inclinées ou présentes sous la forme de boucles pourraient expliquer ce comportement. La présence de

ces dislocations provoquent des sauts dans la courbe de charge lors de l'indentation (déformation en fonction de la charge). L'extraction des paramètres élastiques, qui se base sur l'intégrale de cette courbe, s'en trouve donc impactée. En général, les dislocations entraînent un déplacement plus important pour une même charge ce qui réduit la valeur du module d'Young calculé [150]. Il n'est donc pas à exclure que l'augmentation de la densité de dislocations mesurée à partir de la LMH (002) du GaN soit à l'origine de la dégradation des propriétés élastiques.

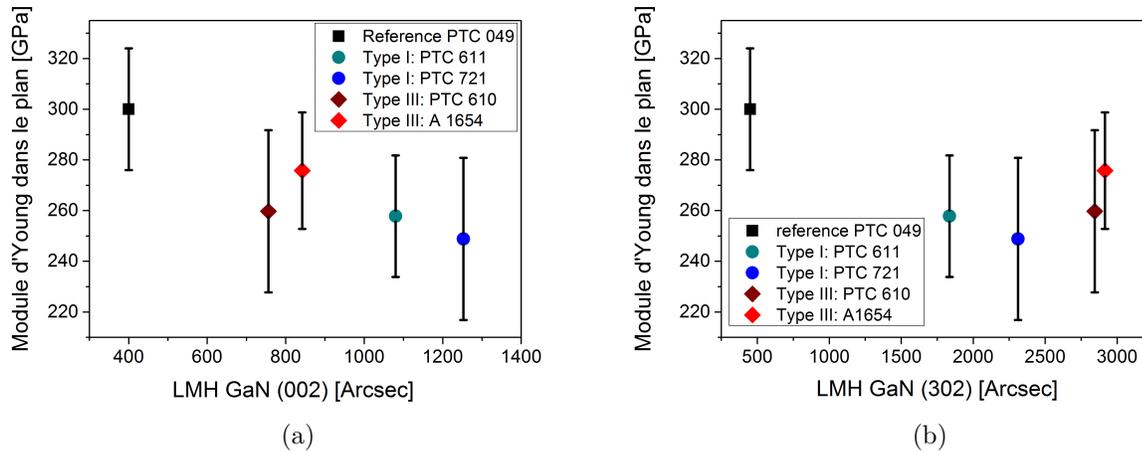


FIGURE 4.20: Module d'Young dans le plan mesuré par nano-indentation en fonction des LMH, (a) 002 et (b) 302, de la couche tampon GaN mesurées par DRX à température ambiante

En vue de fabriquer un MEMS, la chute de 17% de la valeur du module d'Young dans le plan n'engendrera, d'après l'équation d'Euler Bernoulli [81], qu'une diminution de 0.9% de la fréquence de résonance. De plus, la faible variation du module d'Young quelle que soit l'épaisseur et la LMH GaN (302) indique que les propriétés élastiques du GaN final sont constantes et n'entrent donc pas en compte dans le choix de l'épaisseur de la structure. Enfin, la légère tendance observée figure 4.20a, nous conforte dans le choix de la structure de type III qui présente une LMH du GaN (002) plus faible que les autres structures.

4.3.3 Conclusion

La relativement faible variation du module d'Young du GaN déposé sur 200nm d'AlN en fonction de son épaisseur nous indique que les propriétés élastiques des couches tampons ne seront pas limitantes pour la réduction de l'épaisseur de la structure. Au contraire, la valeur de la contrainte résiduelle étant plus importante pour des structures minces, nous nous attendons à obtenir des fréquences de résonance plus importantes.

4.4 Conclusion

Les études sur les propriétés structurales, électriques et mécaniques des structures ultra-minces sur substrat Si(111) nous montrent que les structures de type III sont les plus adaptées à la fabrication et à la miniaturisation des capteurs MEMS résonants. Leur cinétique de relaxation permet la croissance d'une couche tampon de GaN relaxée de 300 nm d'épaisseur qui présentent des contraintes résiduelles en tension et des valeurs de module d'Young dans le plan

suffisamment élevées pour obtenir des fréquences de résonance autour de 100 MHz. De plus, les mobilités, les densités de porteurs du 2DEG ainsi que le comportement DC des transistors réalisés sur l'échantillon PTC 701, épais de 525 nm, répondent aux attentes initiales ainsi qu'au souhait de co-intégration de fonctions analogiques. La structure utilisée pour cet échantillon représente un compromis satisfaisant ouvrant la voie à la fabrication de composants MEMS.

Chapitre 5

Développements et optimisations des structures de type III

Dans la partie précédente nous avons vu que les structures de type III sont les mieux adaptées pour la miniaturisation des composants MEMS. Jusqu'alors, nous avons utilisé les conditions de croissance EJM standard du CRHEA. Une manière d'optimiser ces structures est ici de chercher à modifier les paramètres de croissance.

- Un premier axe d'étude consiste à utiliser la méthode de croissance EPVOM. Les mécanismes et températures de croissance permettent d'augmenter la contrainte résiduelle en tension tout en améliorant la qualité cristalline (réduction de la LMH de l'AlN de nucléation).
- Un second axe consiste à modifier les paramètres lors d'une croissance EJM afin d'augmenter la cinétique de relaxation et de réduire l'épaisseur de la zone de transition. Ainsi, nous espérons conserver une densité de dislocation équivalente tout en augmentant la contrainte résiduelle en tension. L'avantage de cette solution est donc double car il permettra d'obtenir un matériau relaxé plus rapidement tout en améliorant le produit $f \times Q$ du résonateur grâce à la mise en tension plus importante de la structure. Pour cela, une technique répandue dans la croissance de nitrures, consiste à initier la croissance des couches tampons de GaN de façon 3D. Pour ce faire plusieurs solutions s'offrent à nous :
 - L'ajout d'un traitement de surface à l'interface GaN/AlN. Aujourd'hui le plus répandu est le traitement SiN [121]. Pour cette solution, nous n'avons réalisé qu'un seul échantillon. L'absence de RHEED (pour cause de panne) et de mesure de courbure in-situ lors de la croissance nous a empêché de savoir si le traitement avait été réalisé avec succès. Nous ne développerons donc pas les résultats dans ce manuscrit.
 - L'utilisation d'une rampe de température. En démarrant la croissance du GaN à haute température, on favorise la formation d'ilots de GaN qui coalescent lorsque l'on réduit la température de croissance.

5.1 Croissance par EPVOM des couches tampons minces

5.1.1 Propriétés structurales et élastiques

Comme expliqué dans le chapitre II, l'EPVOM est la technique de croissance de l'industrie GaN. Pour cette raison, il est intéressant de voir dans quelles mesures les structures développées par EJM peuvent être transférées à l'EPVOM. Une des difficultés liées à ce transfert vient des hautes températures de croissance qui augmentent la contrainte thermique en fin de croissance. Cependant, les couches de nucléation d'AlN réalisées par EPVOM présentent des LMH, mesurées par DRX, plus faibles que celles réalisées par EJM. La diminution de la densité de dislocations traversantes est due au mécanisme de croissance de l'AlN dont la phase de nucléation 3D avant coalescence est plus importante qu'en EJM. Ce mode de croissance 3D entraîne un meilleur filtrage des dislocations, car il favorise leur élimination par courbure sur les bords des îlots, mais au détriment de la rugosité et de la planéité de la couche. Par rapport aux structures minces EJM, nous observons une déformation résiduelle dans le plan plus importante pour des valeurs de LMH plus faibles (fig 5.1).

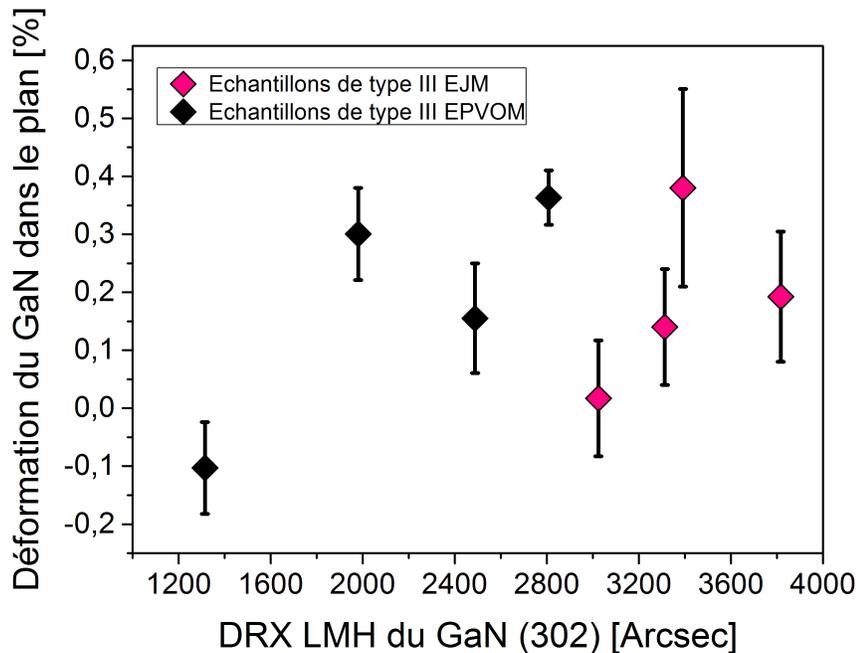


FIGURE 5.1: Déformation dans le plan ε_{xx} de la couche tampon GaN mesurée par DRX, sur les réflexions (205) (105) (204) et (104), du GaN en fonction de leur LMH de l'orientation (302) des échantillons de type III

En partant de la structure de type III, nous avons réalisé des structures HEMTs AlGa_{0,26}N/GaN avec une couche d'exclusion de 1.5 nm d'AlN sur des couches tampons de GaN/AlN(200 nm)/Si(111). La structure HEMT est constituée d'un cap de GaN de 3 nm, d'une barrière d'Al_{0,26}Ga_{0,74}N de 20 nm et d'un spacer de 1.5 nm d'AlN. En ce qui concerne la couche

tampon de GaN nous avons travaillé avec deux épaisseurs : 300 et 500 nm. Le tableau 5.1 reprend l'ensemble des structures réalisées ainsi que leur propriétés structurales.

Tableau 5.1: Caractéristiques structurales mesurées par DRX des couches tampons de type III réalisées par croissance EPVOM (T) et comparaison avec les échantillons de type III réalisés par croissance EJM (PTC).

Echantillon	Epaisseur du buffer de GaN [nm]	Déformation résiduelle du GaN S_{xx} [%]	LMH AlN (002) [Arcsec]	LMH AlN (103) [Arcsec]	LMH GaN (002) [Arcsec]	LMH GaN (302) [Arcsec]
T2529	500	0.30	1728	2340	900	1980
T2566	300	-0.10	1494	1742.4	900	1314
T2568	300	0.16	2210.4	2674.8	1220.4	2487.6
T2569	320		1728	2088	1044	1836
T2614	500		Panne du diffractomètre			
T2615	500		Panne du diffractomètre			
PTC 700	500	0,16	1512	2772	990	3024
PTC 701	300	0,61	1584	2750	1252	3391

La mesure de rocking curves montre que la LMH GaN(002) est équivalente entre les structures EPVOM et EJM. En revanche, une nette amélioration est visible sur la mesure de LMH GaN(302) (environ 1000 arcsec) et atteste de la diminution de la densité de dislocations traversantes. Cette tendance s'observe déjà sur les mesures de rocking curves sur la réflexion (103) de l'AlN ce qui confirme l'amélioration du phénomène de filtrage des dislocations via la croissance 3D favorisée par l'EPVOM.

La structure T2566 présente des valeurs de LMH extrêmement faibles compte tenu des épaisseurs des couches. La faible largeur des LMH des ω -scans est confirmée par la mesure de densité de dislocations traversantes (par MFA) qui est de seulement $6.6 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ soit moins de la moitié que dans l'échantillon PTC701. La faible densité de défauts présents dans la couche de nucléation AlN explique la faible vitesse de relaxation du GaN et donc la valeur négative de la déformation. Notons cependant, que malgré la contrainte résiduelle compressive dans la couche tampon de GaN, la contrainte moyenne dans l'ensemble de la couche après croissance est de + 544 MPa (valeur issue de la mesure de courbure ex-situ). Le caractère unique de ce résultat, s'explique aussi par l'usage d'un substrat non résistif. Pour cette croissance, un substrat Si(111) de type n-As $R < 0.005$ a été utilisé à la place des substrats hautement résistifs. L'état de surface du substrat peut être la cause de la forte variation de qualité structurale entre les couches épitaxiées.

5.1.1.1 Conclusion

Compte tenu des grands écarts de qualité cristalline entre les échantillons, il semble que la croissance de couches minces par EPVOM nécessite une étude plus approfondie des conditions de croissance ainsi que des étapes de préparation de surface du substrat (désoxydation thermique ou chimique, conditions de nucléation). Dans cette optique, quelques structures fines avec des couches tampons GaN de 500 nm réalisés avec différents ratio III/V ont été réalisées. Ces études ont été entamées, et se poursuivent dans le cadre d'un autre projet et ne seront par conséquent pas abordées dans ce mémoire.

5.1.2 Propriétés de l'échantillon T2566

Dans cette partie, nous nous concentrerons sur le meilleur résultat que nous avons obtenu par croissance EPVOM : l'échantillon T2566. Une première évaluation des propriétés électriques de cet échantillon a été réalisée par mesure $C(V)$ à bille de mercure. Le calcul de la densité de porteurs N_s dans le gaz 2D donne une valeur de $6.5 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ (fig 5.2b) équivalente à celle des échantillons EJM et attestent du bon contrôle de l'épaisseur et de la composition de la barrière. Le calcul de la densité d'impuretés résiduelles Nd-Na donne une valeur de $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ (fig 5.2a).

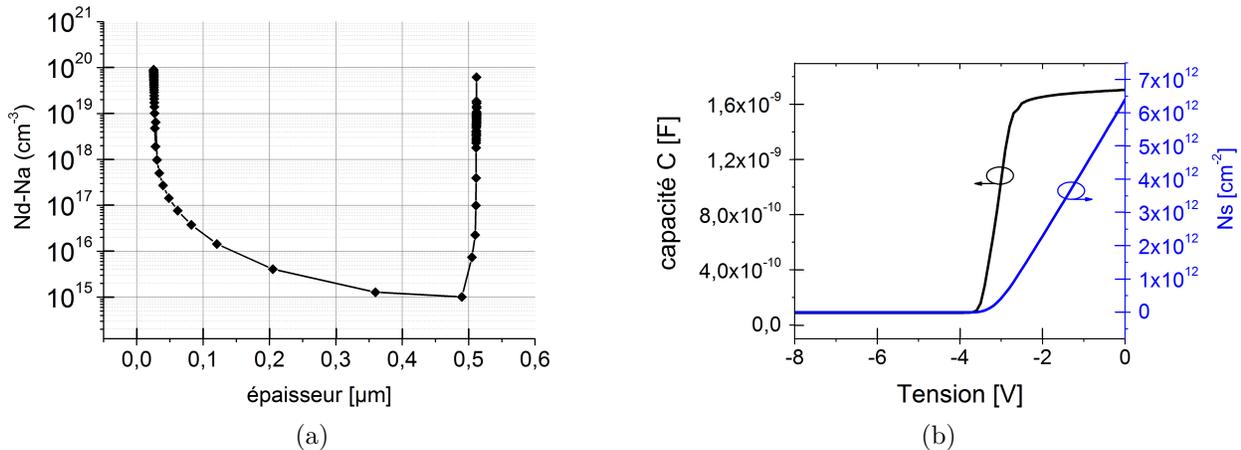


FIGURE 5.2: Mesure $C(V)$ $C(V)$ à bille de mercure à 10 kHz de l'échantillon T2566 et calcul (a) de la densité de donneur résiduelle Nd-Na et (b) de la densité de porteurs N_s en fonction de la tension DC appliquée

Par la suite, les composants de tests usuels du CRHEA ont été fabriqués par photolithographie. Les mesures par effet Hall témoignent d'une résistance de feuille de $771 \Omega/\text{sq}$ correspondant à une mobilité de $1664 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ et un N_s de $4.9 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$. La haute mobilité électronique mesurée représente d'ailleurs la plus haute valeur publiée pour des structures submicroniques tout type de substrat confondu (fig 5.3). La forte chute de N_s entre la mesure par effet Hall et $C(V)$ est attribuée à une détérioration des états de surface lors du procédé technologique.

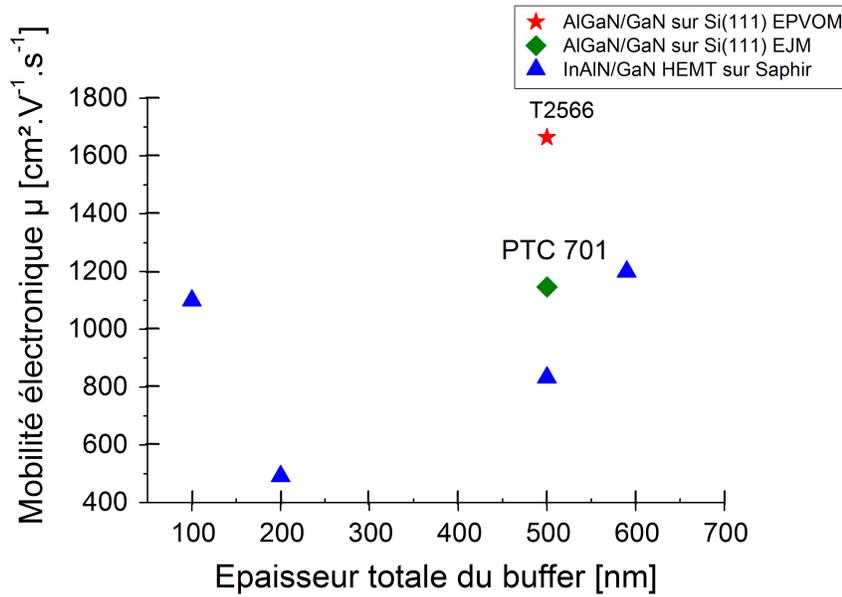


FIGURE 5.3: Mobilité électronique mesurée par effet Hall de HEMTs III-N sur des couches tampons submicroniques. Les triangles bleu sont les valeurs reportées dans [123, 124]

Afin de compenser la perte de N_s due à l'état de surface de l'échantillon après fabrication, une couche de SiN de passivation d'épaisseur 100nm a été déposée par PECVD [151]. Après passivation la densité de porteurs mesurée est de l'ordre de $7.7 \times 10^{12} \text{cm}^{-2}$ à $8.1 \times 10^{12} \text{cm}^{-2}$, alors que la mobilité μ reste de l'ordre de 1650-1700 cm^2/Vs . La résistance de feuille obtenue après passivation est de 450-490 Ω/sq . La diminution de la résistance de feuille combinée à une couche tampon de GaN de 500 nm entraine une FDM ($R_{sh} \times h$) = 3.1 soit 1.8 fois meilleure que les résultats reportés dans [118] et que ceux présenter précédemment (tab. 5.2). Ce résultat met en exergue le rôle fondamental des états de surface sur les propriétés du gaz bidimensionnel. La croissance d'une couche de passivation SiNx in-situ par la méthode EJM reste fastidieuse. La réalisation de structures minces par EPVOM, qui permet la croissance de cette couche de SiN in-situ, s'avérerait être avantageuse car elle permettrait d'améliorer nettement les propriétés du 2DEG.

Tableau 5.2: Propriétés des gaz 2D, mesurées par effet Hall à température ambiante, pour des HEMTs AlGaIn/GaN sur des couches tampons de différentes épaisseurs (PTC : EJM, T : EPVOM)

Échantillon	$R_{sh} \times h$ F.D.M. [$\mu\text{m} \cdot \Omega/\text{sq}$]	N_s [cm^{-2}]	μ [cm^2/Vs]
T2566 non passivé	385.5	4.9×10^{12}	1664
T2566 avec 100 nm SiN PECVD	225	8.1×10^{12}	1700
PTC 701	405	6.7×10^{12}	1147
ref [118]	700	1.0×10^{13}	2167

La mesure des propriétés du gaz 2D par la méthode TLM, montre une résistance de feuille $R_{sh}=750\Omega/\text{sq}$ pour une résistance de contact $R_c=0.36\ \Omega.\text{mm}$. Les mesures TLM confirment les valeurs mesurées par effet Hall. Après passivation, l'augmentation de la densité de porteurs entraîne une diminution de la résistance de feuille qui devient de $450\ \Omega/\text{sq}$ en cohérence avec les mesures d'effet Hall. Les mesures DC des transistors présentent une densité de courant de drain I_d pour $V_{gs}=0\text{V}$ variant de $158\ \text{mA}/\text{mm}$ à $181\ \text{mA}/\text{mm}$ (fig 5.4a) entre les composants avant et après passivation. On note aussi une chute de $10\ \text{mA}/\text{mm}$ pour la densité de courant entre l'échantillon T2566 et le PTC701. Cette diminution de la densité de courant est reliée à la composition en Al dans la barrière. La réduction du % d'Al dans la barrière permet néanmoins de réduire la résistance des contacts. La probable réduction du nombre de pièges dans la barrière permet de polariser la grille à $+2\text{V}$ avec un courant de fuite de grille limité à $2\times 10^{-4}\ \text{mA}/\text{mm}$ (fig 5.4b) ce qui conduit à une densité de courant I_d de $400\ \text{mA}/\text{mm}$. Le courant de fuite I_d en régime pincé de $6.4\ \mu\text{A}/\text{mm}$ avant ou après passivation conduit à un ratio on/off, à $V_{ds}=8\text{V}$, de 6.5×10^4 dans les 2 cas. Le rapport on/off obtenu est 24 fois supérieur à celui obtenu sur l'échantillon PTC701. Cette nette amélioration est due aux propriétés isolantes des couches tampons qui réduisent grandement les fuites. Enfin, la transconductance varie de $88\ \text{mS}/\text{mm}$ avant passivation à $96\ \text{mS}/\text{mm}$ après passivation.

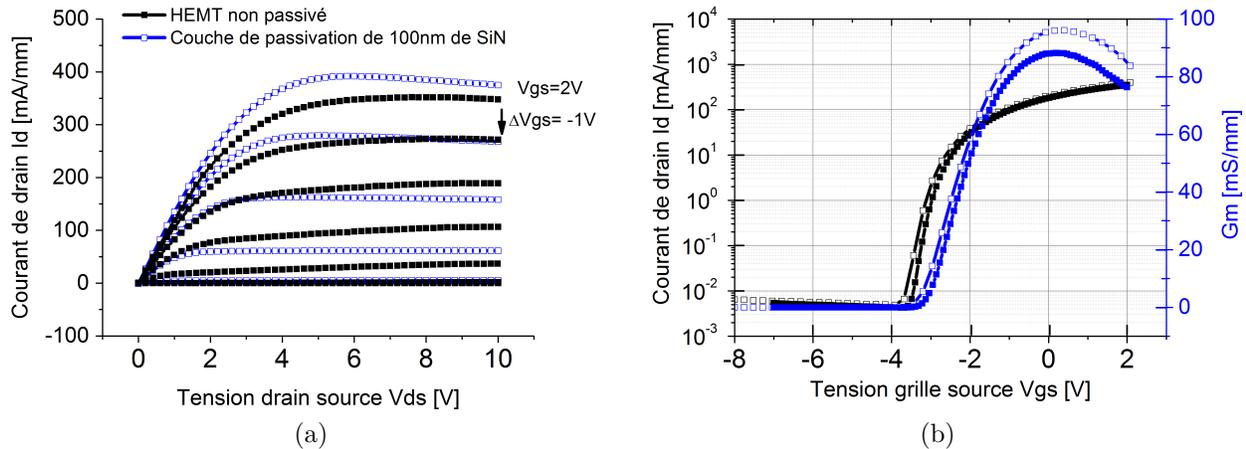


FIGURE 5.4: (a) Caractéristiques DC $I_d(V_{ds})$ des HEMTs fabriqués sur T2566 avant (courbe noire) et après passivation (courbe bleue). La polarisation de grille variant de 2 V à -4V avec un pas de -1V , (b) Caractéristique de transfert $I_d(V_{gs})$ (noire) et transconductance g_m (bleue) mesurée pour $V_{ds} = 8\text{V}$ sur l'échantillon T2566. Les symboles pleins représentent les mesures avant passivation et les symboles ouverts celles après passivation

Les mesures des courants de fuite témoignent de la forte résistivité des couches tampons. En effet, la mesure de résistivité des couches tampons sur les motifs d'isolation de $10\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ de large donne une valeur de $2 \times 10^7\ \Omega$ pour des tensions de 0 à 10V (fig. 5.5a). Cette valeur est cohérente avec les valeurs des courants de drain en régime pincé reporté figure 5.4b. Par rapport aux autres structures de 500 nm d'épaisseur, cette valeur représente une amélioration de près d'un facteur 1000. La forte résistivité des couches tampons entraîne la nette amélioration de la tension de claquage des transistors (fig 5.5b). La compliance de $1\ \text{mA}/\text{mm}$ à $V_{gs}=-7\text{V}$ n'a été atteinte que pour une tension drain source de 117 V soit 100 V de plus que PTC701 et 23 V de plus que PTC 700 (700 nm d'épaisseur). Malgré la très bonne

qualité des couches tampons, la valeur de la tension de claquage est limitée par la conduction parasite dans le substrat [152, 153].

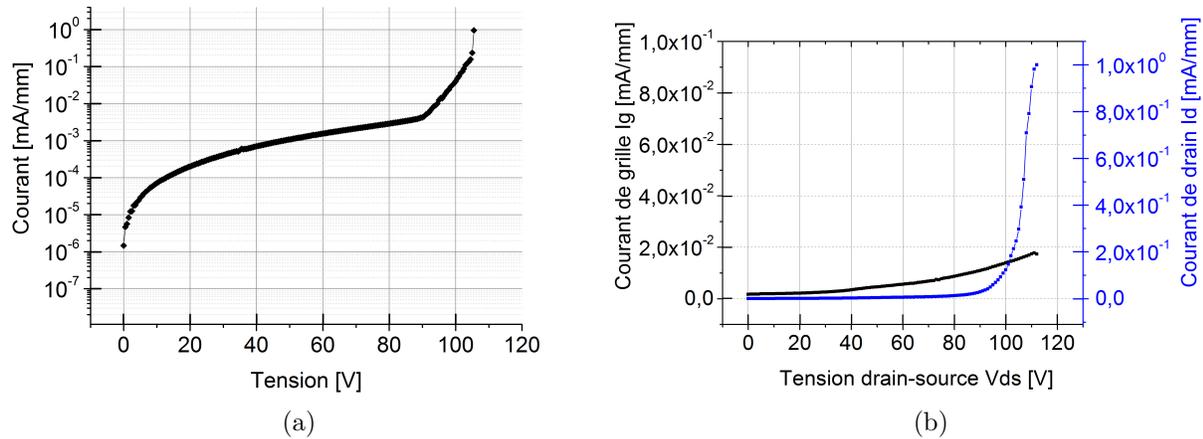


FIGURE 5.5: Mesure des courants de fuite sur T2566 : (a) Caractéristique I(V) d'un motif d'isolation $10 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$ (b) Courant de fuite $I_d(V_{ds})$ d'un transistor mesuré pour une tension de grille de -7V . Les compliances de drain et de grille ont été fixées à $1\text{mA}/\text{mm}$

Par ailleurs, cette tenue en tension s'accompagne d'un faible courant de grille, $I_{gs} < 2 \times 10^{-2}$ mA/mm qui atteste des propriétés isolantes de la barrière AlGaN (fig 5.5b). De plus, le courant inverse des diodes Schottky est de seulement $1.8 \times 10^{-7}\text{A}$ à $V = -7\text{V}$ (fig 5.6). Comparé à l'échantillon EJM PTC701, le courant mesuré est 10 fois plus faible ce qui diminue la consommation électrique et les pertes.

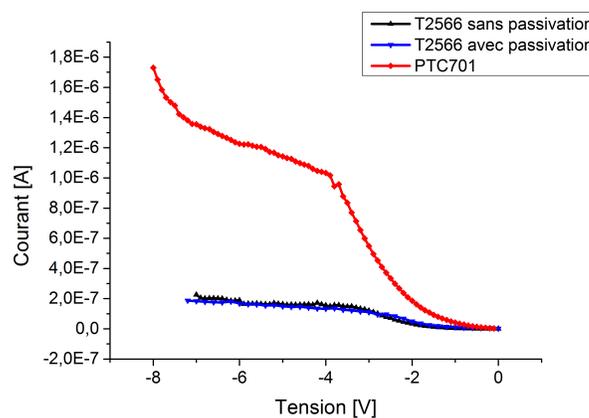


FIGURE 5.6: Courant inverse de diodes circulaires Schottky de $80 \mu\text{m}$ de diamètre

5.1.3 Conclusion

La croissance de structure HEMT sur des couches tampons ultra minces par EPVOM à aboutie à la réalisation d'une structure de 500nm qui présente la meilleur figure de mérite ($R_{sh} \times h$) reportée. La grande mobilité électronique ($1700 \text{cm}^2/\text{Vs}$) associée à une résistivité des couches

tampons de $2 \times 10^7 \Omega$ atteste de la très bonne qualité structurale des couches tampons. Nous l'attribuons à la qualité du substrat qui a favorisé le filtrage des dislocations lors de la croissance de la couche d'AlN de nucléation. Les transistors HEMTs fabriqués sur cette couche présentent des caractéristiques DC bien supérieures à la couche PTC701 réalisée par EJM. Un tel résultat ouvre la voie à l'intégration monolithique de MEMS et de HEMTs performants. Cependant, les problèmes de reproductibilité de ce résultat soulignent un manque certain de contrôle lors de la croissance. Une étude approfondie de l'impact des conditions de croissance ainsi que des procédés de préparations du substrat sur la qualité des couches tampons doit donc être faite.

5.2 Optimisations des structures de type III par EJM

5.2.1 Croissance 3D-2D de la couche tampon GaN et structures minces

Le démarrage de la croissance de la couche tampon GaN à haute température ($T > 800^\circ\text{C}$) favorise la formation d'ilots et la croissance 3D [154, 155]. La réduction progressive de la température permet par la suite de reprendre une croissance 2D. La relaxation du GaN 3D sur l'AlN est quasi immédiate et permet d'obtenir des couches de GaN très peu voire non comprimées. De plus, comparée aux techniques mettant en jeu des traitements de surface, l'obtention d'un mode de croissance 3D par la température permet de gérer la vitesse de coalescence des ilots de GaN via la rampe de température.¹

5.2.1.1 Propriétés structurales et élastiques

Pour cette étude 4 échantillons de type III composés d'une couche d'AlN de nucléation de 200 nm et d'une couche tampon de GaN de 500 nm ont été réalisés avec différentes rampes (tab 5.3) (la rampe est définie comme la variation de la puissance électrique du four en % par minute). Une représentation schématique de la structure est donnée figure 5.7.

1. Par abus de langage, nous appellerons vitesse de coalescence le temps qu'il faut, avec une rampe linéaire, pour atteindre la température nécessaire à une croissance 2D. De la même façon la zone de transition correspondra à l'épaisseur de GaN nécessaire pour que les conditions de croissance permettent d'obtenir une couche 2D.



FIGURE 5.7: Schéma de la structure des couches tampons de type III avec gradient de température

Tableau 5.3: Conditions de croissance et LMH des ω -scans des échantillons avec gradient de température

Echantillon	Valeur du gradient [%. min^{-1}]	Température de croissance initiale du GaN [$^{\circ}\text{C}$]	DRX LMH AlN (002) [arcsec]	DRX LMH AlN (103) [arcsec]	DRX LMH GaN (002) [arcsec]	DRX LMH GaN (302) [arcsec]
PTC 700 (référence)	0	782	1512	2772	990	3024
PTC 704	0,5	950	1465.2	2980.8	950,4	2016
PTC 709	1	950	1710	2822.4	968,4	2275,2
PTC 717	1	850	1339.2	2538	871,2	3078
PTC 718	0,5	850	1285.2	2664	882	2894,4

Les échantillons, PTC 704 et 709, où la température de croissance initiale du GaN est de 950°C présentent des LMH plus faibles que l'échantillon PTC 700 (référence sans gradient de température) malgré des valeurs de LMH de l'AlN supérieures. Cet amincissement des ω -scans des rocking curves témoigne de l'efficacité des mécanismes de filtrage des dislocations de la croissance 3D. Cependant, l'étude de la surface par microscopie à force atomique (fig 5.8a et 5.8b) nous indique que la couche de GaN de ces deux échantillons n'est pas coalescée. En diminuant la température initiale du GaN, la coalescence des grains a bien lieu en 500 nm (fig 5.8c et 5.8d) et permet même pour une rampe de 0,5% par minute d'obtenir des LMH plus

faibles que la référence mais au dépend d'une rugosité de surface légèrement supérieure au nanomètre; 1, 26 nm et 1,33 nm pour PTC 717 et PTC 718 respectivement. A première vue, l'usage d'un gradient de température permet donc de filtrer plus efficacement les dislocations mais la vitesse de coalescence des grains limite l'amincissement des couches tampons GaN.

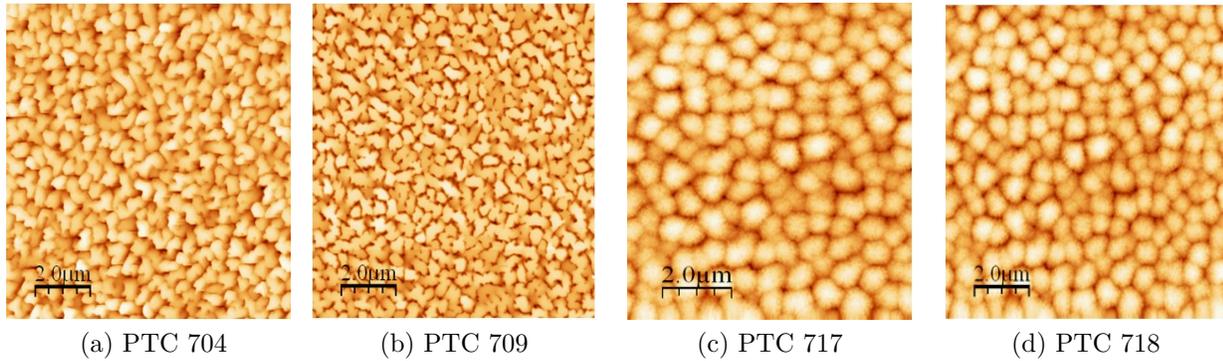


FIGURE 5.8: Images MFA des échantillons de type III avec gradient de température

La formation d'îlots lors de la croissance 3D facilite la relaxation de la contrainte compressive dans la couche tampon de GaN (fig. 5.9). La relaxation se fait donc de façon quasi immédiate ce qui a pour effet d'augmenter la contrainte résiduelle. Comme on peut le voir dans le tableau 5.4, les valeurs des déformations obtenues pour PTC 717 et 718 sont bien plus importantes que celles de PTC 700. L'avantage de ces structures est de présenter une contrainte résiduelle positive importante et ce, même sans prendre en compte l'effet thermique (qui est de d'environ 512 MPa soit une déformation $S_{xx} = 0.17\%$). Malgré ces fortes contraintes en tension, les couches obtenues ne présentent pas de fissures.

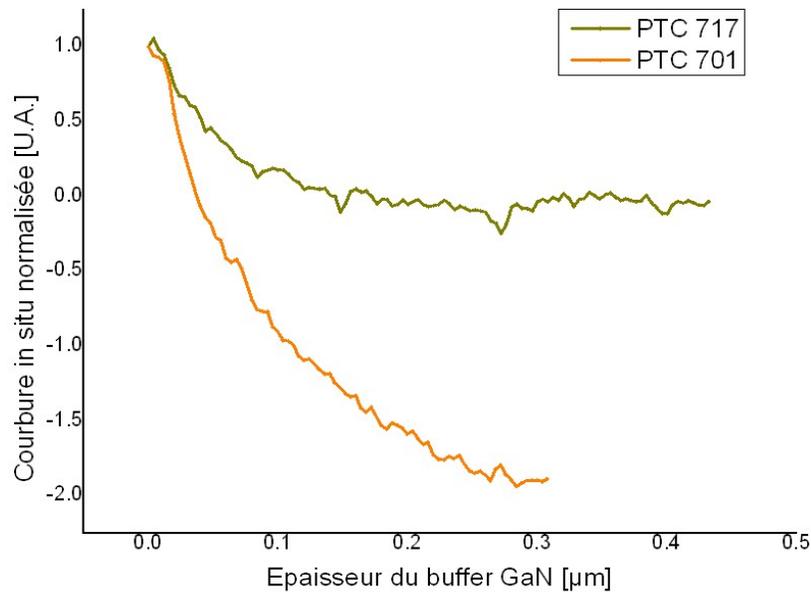


FIGURE 5.9: Evolution de la courbure in situ lors de la croissance de la couche tampon GaN des échantillons PTC 717 (avec gradient de température) et PTC 701 (sans gradient de température)

Tableau 5.4: Déformations calculées à partir des mesures de paramètres de maille des échantillons avec et sans gradient de température

Échantillon	Déformation S_{zz} du GaN [%]	Déformation S_{xx} du GaN [%]	coefficient de poisson	Contrainte moyenne dans le plan [MPa]
PTC 700	$-0,03 \pm 0,03$	$0,16 \pm 0,1$	0,1	126
PTC 717	$-0,17 \pm 0,02$	$0,53 \pm 0,07$	0,14	989
PTC 718	$-0,31 \pm 0,02$	$0,76 \pm 0,07$	0,16	876

5.2.1.2 Propriétés électroniques

Concernant les propriétés électroniques (tab 5.5), on constate l'augmentation de la résistance de feuille corrélée avec la diminution de la mobilité des porteurs. La densité d'impuretés résiduelles est elle aussi supérieure ce qui peut s'expliquer par une incorporation facilitée par la température élevée et la croissance 3D. Tout comme pour les échantillons sans gradient de température, on peut supposer que la présence d'impuretés résiduelles réduit les propriétés de transport du 2DEG. La vitesse de coalescence des grains de GaN étant relativement lente, l'épaisseur entre le 2DEG et la zone de transition est faible ce qui augmente l'influence des défauts sur les propriétés de transport. Malgré une LMH du GaN (302) l'échantillon PTC 718 présente de moins bonnes propriétés que le PTC 717. Cette différence peut être due à la vitesse de coalescence plus lente qui réduit l'épaisseur séparant le 2DEG de la zone de transition. La qualité du procédé de micro fabrication est également un facteur à prendre en compte. En effet, la forte contrainte résiduelle entraîne une courbure importante de l'échantillon qui influence grandement la définition et la propreté des étapes du procédé², notamment celles de lithographie optique.

2. La courbure importante de ces échantillons à deux effets néfastes mais ne jouant pas sur les valeur de R_{sh} ou μ : 1. le faible contact entre l'échantillon et le doigt froid des bâtis de gravure engendre la "cuisson" de la résine 2. Le contact mécanique entre le masque optique et l'échantillon n'est pas homogène et entraîne une moins bonne définition des motifs au centre de l'échantillon

Tableau 5.5: Caractéristiques électriques des couches tampons de type III avec gradient de contrainte et de leur 2DEG

Echantillon	Densité de porteur N_s [$\times 10^{12} \cdot \text{cm}^{-2}$]	Mobilité μ [$\text{cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$]	Rsh [Ω/sq]	Densité d'impureté résiduelle [cm^{-3}]
PTC 700	6,96	1319	680	$8,1 \times 10^{14}$
PTC 717	7,04	1000	887	$4,41 \times 10^{15}$
PTC 718	6,28	832	1190	$1,46 \times 10^{15}$

Les comportements des transistors présentent des caractéristiques normales (Fig.5.11) et les valeurs des courants de saturation concordent avec la chute de mobilité. Cependant, les tensions de pincement des échantillons PTC 717 et PTC 718 sont décalées vers les valeurs positives. Dans le cas de PTC 718, ce décalage s'explique par la plus faible densité de porteurs (N_s) dans le canal. En revanche, pour PTC 717, ce décalage ne peut pas être attribué au N_s . Il peut alors s'expliquer par la différence du potentiel dans la couche tampon. Malgré des caractéristiques I-V des diodes Schottky et des valeurs de LMH du GaN (002) similaires entre PTC 717 et 718, le courant de fuite de grille mesuré sur les transistors de PTC 718 est 10 fois supérieur à ceux de PTC 717. Dans ce cas, la valeur des courants de fuite ne peut pas uniquement s'expliquer par la nature et la densité des dislocations comme nous l'avons fait dans le chapitre précédent. Au même titre que la dégradation des propriétés de transport, l'augmentation du courant de grille peut être due à :

- La vitesse de coalescence plus lente sur PTC718 qui réduit l'épaisseur entre le gaz 2D et la zone de transition.
- La densité d'impuretés résiduelles qui, dans le cas d'impuretés accepteuses, piégerait les charges. Cependant, cette hypothèse reste peu probable car les principales impuretés O et Si sont des donneurs.

Ce faible courant conduit à des rapports $I_{\text{on}}/I_{\text{off}}$ 10 fois plus important pour PTC 717 que PTC 718.

Les mesures d'isolation des couches tampons appuient le fait que plus le gradient est rapide plus la résistivité des couches tampons est importante (fig. 5.10). On constate ici encore la présence de sauts de conductivité autour de 30 V pour PTC 718 et 25 V pour PTC 717 qui témoignent de la conduction via les défauts des couches tampons. Toutefois, sur PTC 717 les mesures courant-tension réalisées sur les motifs d'isolation à peignes interdigités sont très inhomogènes. Les valeurs pouvant varier de plusieurs décades en fonction des cellules mesurées. Cette forte inhomogénéité est attribuée au procédé technologique qui, comme énoncé précédemment, s'est avéré délicat notamment à cause de la forte courbure.

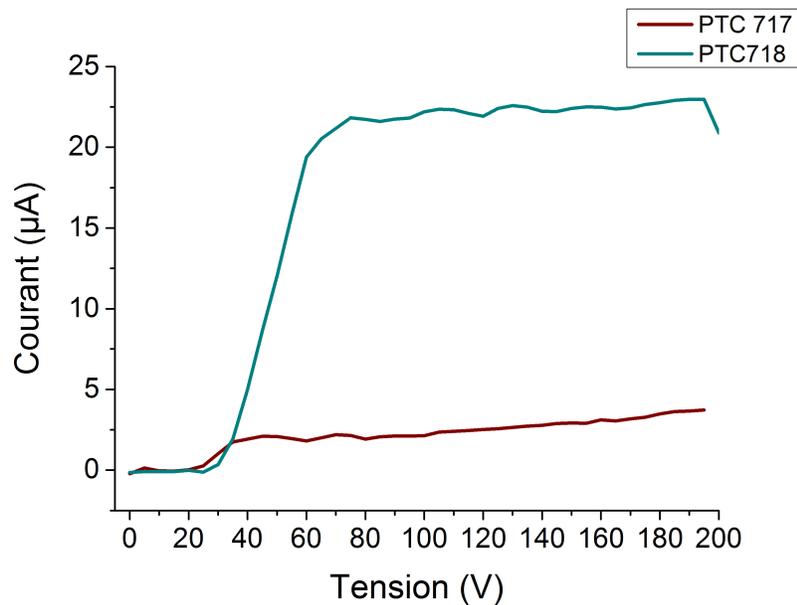


FIGURE 5.10: Mesure I-V de résistivité des couches tampons réalisée sur des motifs d'isolation circulaires dont le plot central fait $100\ \mu\text{m}$ et dont l'espacement entre les plots est de $20\ \mu\text{m}$

A l'instar des intercalaires AlGaIn, l'introduction d'une zone défectueuse, relativement éloignée du gaz 2D, permet d'améliorer l'isolation des couches tampons et d'augmenter ainsi la valeur de la tension de claquage. La différence de comportement électrique entre les deux échantillons semble indiquer que plus le gradient de température est important plus la résistivité des couches tampons est importante.

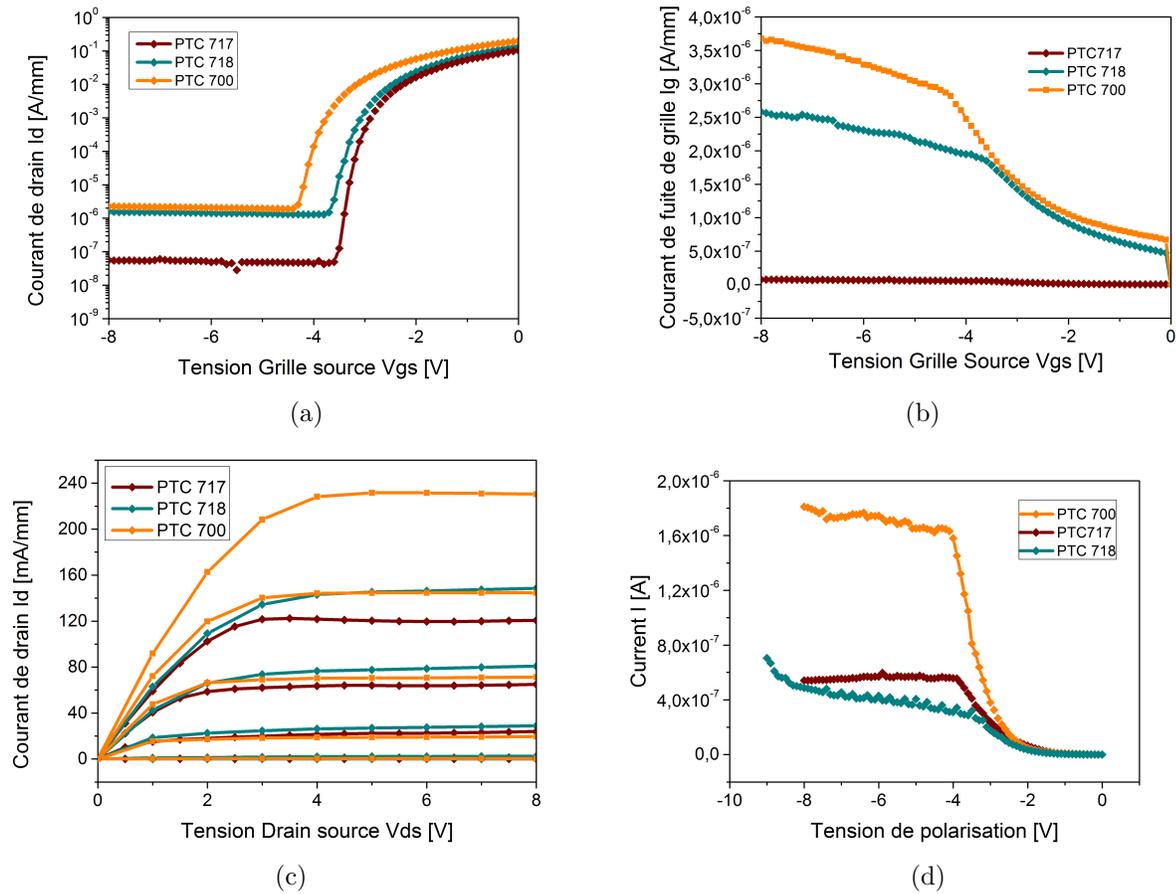


FIGURE 5.11: Caractéristiques I-V DC des HEMTs et Diodes fabriqués sur les couches tampons III avec gradient de température : (a) $I_d(V_{gs})$ des HEMTs sur les couches tampons de type III avec gradient de température ; La tension Drain Source est fixée à 8V. (b) Courant de fuite de grille I_g des transistors HEMTs en fonction de la tension de grille V_{gs} appliquée. La tension drain-source est fixée à 8V. (c) $I_d(V_{ds})$ des HEMTs sur structure de type III avec gradient de température. La tension source drain varie de 0 à 8V et la tension de grille de 0 à -4 V avec un pas de -1V. (d) Caractéristique DC de diodes Schottky circulaires de 80 μm de diamètre

Le tableau 5.6 reprend les valeurs caractéristiques des mesures DC des HEMTS. La chute de mobilité électronique observée entre les échantillons PTC 700, PTC 717 et PTC 718 cause une réduction du g_m et du courant de saturation qui dans le pire des cas passent de 94 mS/mm à 64 mS/mm et de 230 mA/mm à 119 mA/mm. Malgré cela, les différentes caractéristiques électriques de ces structures sont suffisantes pour réaliser des dispositifs NEMS.

Tableau 5.6: Caractéristiques DC des HEMTs sur les couches tampons de type III avec gradient de température

Echantillon	$I_{d,sat}$ [mA/mm]	$g_{m,max}$ [mS/mm]	V_p [V]	I_{on}/I_{off}	V_{br} [V]
PTC 700	230	99	-4,38	$8,3 \times 10^4$	94
PTC 717	119	91	-3,51	3.20×10^6	139
PTC 718	148	64	-3,41	$7,9 \times 10^4$	>200

5.2.1.3 Conclusion

La croissance d'une structure de type III présentant une transition 3D-2D dans la couche tampon de GaN nous a permis de réaliser des structures non fissurées avec des déformations résiduelles moyennes 3 à 4 fois plus importantes que les structures classiques. L'augmentation de la contrainte résiduelle nous permet, en théorie d'augmenter la fréquence de résonance des MEMS. Les transistors HEMT fabriqués sur ces structures présentent des courants de fuite des couches tampons ou de grille faibles, dont les valeurs dépendent du gradient de température utilisé. Les rapports de courants on/off, tension de claquage et gain en transconductance restent acceptables et rendent la co-intégration envisageable. En revanche, malgré des qualités structurales similaires, la mobilité des électrons du gaz 2D est dégradée. Cette chute de mobilité est attribuée à la faible épaisseur entre la zone de transition et le gaz d'électrons qui dans notre cas est le résultat d'une vitesse de coalescence assez lente. Avec les conditions de croissance présentées, il n'est pas possible d'obtenir une couche coalescée en moins de 500 nm. L'obtention du 2DEG et donc la miniaturisation des couches tampons se heurtent à cette limite.

5.2.2 Structures de moins de 500 nm

Dans cette partie nous présenterons les structures ultimes que nous avons réalisées par EJM. Le but de ces croissances était de déterminer jusqu'à quelle épaisseur nous pouvions amincir la structure tout en conservant un 2DEG et quelles en étaient les propriétés. Nous avons commencé par réduire l'épaisseur de la couche de nucléation d'AlN à 100 nm. Nous avons fixé cette épaisseur par rapport aux ω -scans dont les LMH ne amincissent pas significativement pour des épaisseurs plus importantes que 100 nm. La croissance de la couche de nucléation a été réalisée à haute température (1000°C) grâce à l'acquisition d'un nouveau prototype de four de chez Riber. L'AlN fabriqué à haute température permet de se rapprocher de la qualité de l'AlN EPVOM et présente de meilleures qualités cristallines. Des couches tampons de GaN d'une épaisseur de 100, 200 et 300 nm ont ensuite été épitaxiées. Des structures HEMTs composées d'une couche d'exclusion de 1nm d'AlN, d'une barrière $Al_{0,28}Ga_{0,72}N$ de 18 nm et d'un cap de 3 nm de GaN complètent la structure. Le tableau 5.7 rapporte les caractéristiques matériau de ces couches.

Tableau 5.7: Caractéristiques matériaux des échantillons ultra minces

Échantillon	Épaisseur totale [nm]	Épaisseur du buffer GaN [nm]	DRX LMH AlN (002) [Arcsec]	DRX LMH AlN (103) [Arcsec]	DRX LMH GaN (002) [Arcsec]	DRX LMH GaN (302) [Arcsec]	RMS [nm]
PTC 701	525	300	1512	2750,4	1252,8	3391,2	0,85
A 1879	422	300	1656	2628	1065,6	3204	0,87
A1880	222	100	1656	2613,6	1537,2	3884,4	0,573
A1881	322	200	1458	2682	1130,4	3513,6	0,774

On constate une amélioration des LMH des ω -scans ainsi qu'une augmentation de la RMS avec l'épaississement des couches. On constate également que les valeurs de LMH obtenues pour les couches AlN de 100 nm faites à haute température sont comparables à celles obtenues pour 200 nm épitaxiés dans les conditions standards. Les raisons de l'augmentation de la densité d'impuretés avec la réduction de l'épaisseur des couches tampons ont déjà été énoncées dans le chapitre précédent [138] (tableau 5.8).

Tableau 5.8: Caractéristiques du 2DEG des échantillons ultra minces. Les mobilités, les densités de porteurs et les résistances de feuille reportées correspondent aux valeurs mesurées par effet Hall à température ambiante. Les valeurs des résistivités des couches tampons correspondent aux mesures faites à 8V sur des motifs d'isolation composés de 20 doigts interdigités ayant une période de 20 μ m et une longueur de 100 μ m.

Échantillon	Densité de porteur N_s [$\times 10^{12} \cdot \text{cm}^{-2}$]	Mobilité μ [$\text{cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$]	Rsh [Ω/sq]	Densité d'impureté résiduelle [cm^{-3}]	Résistivité du buffer [Ω]
PTC 701	6,72	1147	810	$1,8 \times 10^{15}$	$2,34 \times 10^6$
A1879	5,61	955	1170	$1,9 \times 10^{15}$	2×10^7
A 1880	5,46	617	1860	$7,72 \times 10^{15}$	6.7×10^8
A 1881	4,92	808,7	1570	$4,23 \times 10^{15}$	5×10^7

Les propriétés de transport du gaz 2D ne présentent pas de singularité. La diminution de la mobilité (μ) et de la densité de porteurs (N_s) concorde avec l'augmentation de la densité de défauts induit par la réduction de l'épaisseur. La croissance d'une structure de 200 nm a abouti à une résistance de feuille de 1860 Ω/sq ce qui n'est pas rédhibitoire à la fabrication de transducteurs piézoélectriques.

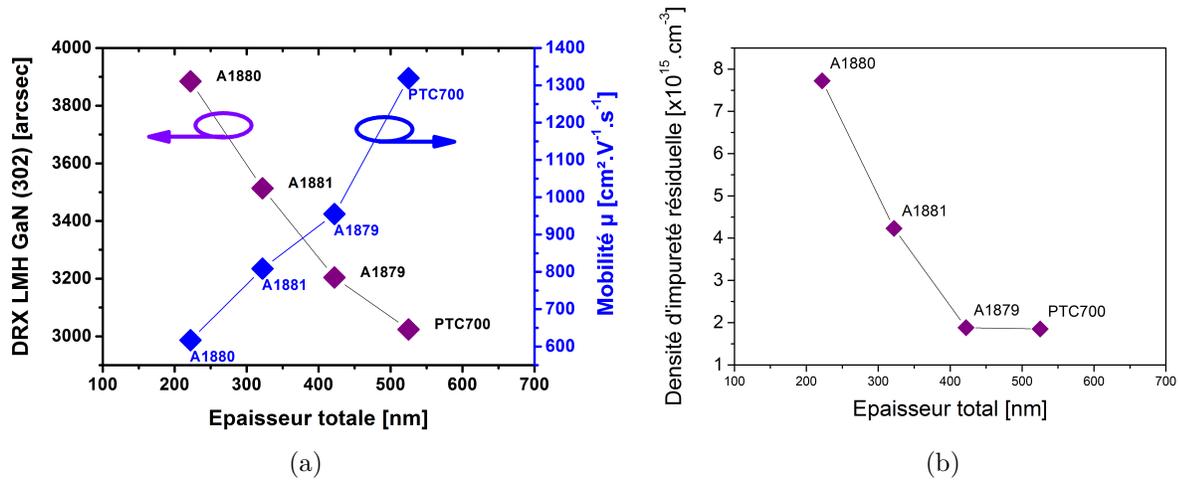


FIGURE 5.12: (a) Évolution de la mobilité et de la LMH des orientations du GaN (302) en fonction de l'épaisseur des couches tampons (b) Evolution de densité du résiduel en fonction de l'épaisseur des couches tampons

Les mesures DC réalisées sur les transistors montrent une dégradation progressive des performances avec l'amincissement. L'augmentation de la TDD ajoutée à la faible valeur des N_s , qui réduit les phénomènes d'écrantage des dislocations et des pièges, sont responsables de cette chute de performances. L'ensemble des résultats est présenté figures 5.13 (a) et (b) et tableau 5.9. Les caractéristiques DC montrent un fonctionnement normal des transistors pour les structures de 300 et 400 nm (A1881 et A1879). Le courant de saturation de l'échantillon A1880 et l'augmentation du courant de fuite I_d en régime pincé montrent l'impact très important des dislocations. Pour les applications NEMS nous pouvons considérer les structures de 200nm comme étant les épaisseurs ultimes permettant de réaliser des transducteurs fonctionnels. L'intégration de fonctions analogiques sera fortement limitée par les faibles gm. De plus, les couches tampons n'étant pas relaxées, la reproductibilité des couches reste une inconnue.

Tableau 5.9: Caractéristiques DC des transistors HEMTs sur couches tampons ultra minces

Echantillon	$I_{d_{\text{sat}}}$ [mA/mm]	$g_{m_{\text{max}}}$ [mS/mm]	V_p [V]	$I_{\text{on}}/I_{\text{off}}$
PTC 701	194	91	-3,85	$2,7 \times 10^3$
A 1879 (400 nm)	138	85	-3,56	$1,43 \times 10^4$
A 1880 (200 nm)	93	70	-3,40	$3,41 \times 10^2$
A1881 (300 nm)	109	80	-2,77	$1,95 \times 10^5$

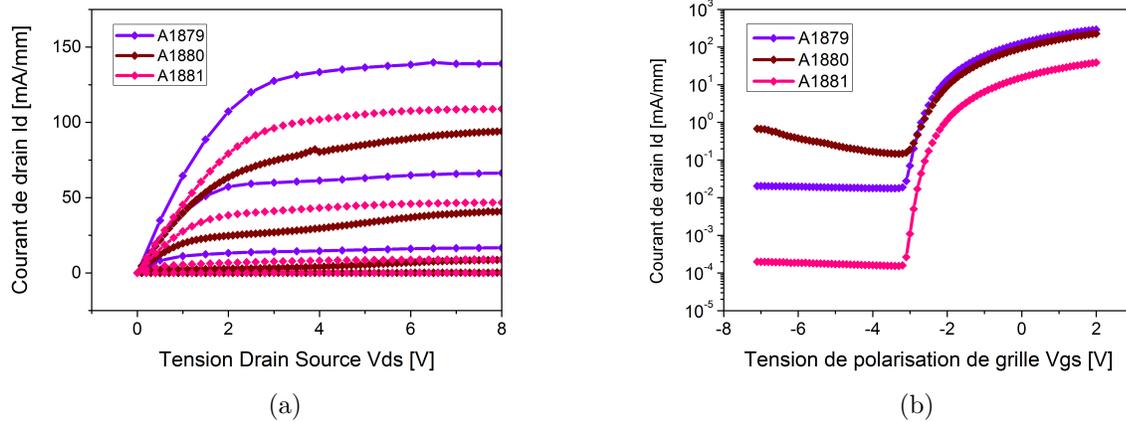


FIGURE 5.13: Caractéristiques (a) $I_d(V_{ds})$ des transistors sur couches tampons ultra minces. V_{ds} varie de 0 à 8V et V_{gs} de 0 à -4V avec des pas de -1V et (b) $I_d(V_{gs})$ des transistors sur couches tampons ultra minces. V_{gs} varie de -7 à 0V et V_{ds} est fixé à 8V

5.2.2.1 Conclusion

La diminution progressive de l'épaisseur des couches tampons a abouti à une structure de 200 nm présentant une résistance de feuille de 1860 Ω/sq . La dégradation linéaire des propriétés de transport du 2DEG avec la réduction de l'épaisseur atteste que la limitation des propriétés du gaz 2D est due à l'augmentation de la densité de dislocation. Même s'il est possible de fabriquer des résonateurs MEMS avec la structure de 200nm, le comportement DC des transistors montre des instabilités (effet Kink...) qui semblent compromettre l'intégration monolithique. La forte densité de dislocations inclinées au niveau du 2DEG de ces structures de moins de 500 nm, peut aussi être la cause de nombreux effets parasites à plus hautes fréquences. Dans le cadre de cette étude et en se basant sur les résultats des mesures DC, la structure 300 nm semble être notre limite.

Chapitre 6

Etude de la distribution de contrainte

Ce chapitre est consacré à la modélisation du comportement mécanique de poutres encastrées-libres réalisées à partir hétérostructures AlGaN/GaN sur substrat silicium. L'objectif est de construire un modèle permettant de déterminer la déflexion de poutres mono-encastrées (levier/cantilever).

Les raisons qui ont motivé cette étude sont :

- Dans l'optique de fabriquer des leviers MFA, interrupteurs [156] ou autres, l'étude et la modélisation de la distribution de la contrainte peut permettre de développer ou de concevoir des structures ne présentant pas de déflexion une fois libérées.
- Comme expliqué dans les chapitres précédents (Chapitre IV), les structures développées présentent des contraintes résiduelles moyennes importantes qui influencent les valeurs des fréquences de résonance. L'étude des cantilevers permet de s'affranchir de ces contraintes et de déterminer uniquement les paramètres élastiques. Les mesures optiques de fréquence de résonance par effet Doppler demandant de focaliser le spot laser sur des surfaces planes, elles ne sont donc pas réalisables si les déflexions sont trop grandes.

L'étude est centrée sur les empilements GaN/AlN, qui constituent la base des hétérostructures HEMTs sur des couches tampons de type III. Nous comparerons les résultats avec la mesure de déflexion de cantilevers fabriqués suivant un procédé de photolithographie comptant deux niveaux de masque (fig 6.1).

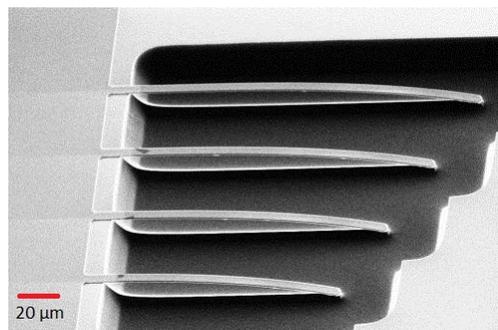


FIGURE 6.1: Image MEB de leviers fabriqués à partir d'une épitaxie du type GaN(500nm)/AlN(200nm)/Si(111)

6.1 La mesure de courbure in-situ

Malgré les nombreuses études visant à étudier les phénomènes de relaxation et l'évolution des contraintes dans les couches épitaxiales de GaN sur substrat Si, il n'y a pas, à notre connaissance, de publication présentant des modèles de calcul de la déflexion d'un levier en GaN à partir de mesures de courbure effectuées lors de la croissance.

En règle générale, la mesure de la contrainte dans un film se fait de façon indirecte. La contrainte est souvent calculée à partir des mesures de déformations (DRX ou MET¹), de courbure (équation de Stoney) ou bien des mesures optiques (photoluminescence, Raman). Cependant, ces mesures ex-situ ne permettent de remonter qu'à la contrainte résiduelle moyenne ou à la contrainte en surface du matériau. Afin de mesurer la distribution de la contrainte dans la direction de la croissance, une solution est de graver le matériau et de mesurer la contrainte pour plusieurs épaisseurs gravées. Une autre approche, similaire, consiste à mesurer la contrainte pour une épaisseur donnée puis de recommencer l'opération après une reprise de croissance. Ces méthodes restent des méthodes laborieuses pour caractériser le matériau et effectuer une étude permettant d'anticiper la fabrication de poutres libérées.

Un autre moyen plus efficace pour évaluer la distribution de la contrainte serait de réaliser et exploiter une mesure effectuée au cours de la croissance. Les méthodes de mesures les plus adaptées sont les méthodes de mesure in-situ. Même si la mesure de déformations est possible par diffraction RHEED, elle s'avère peu précise pour des structures aussi fines que celles étudiées dans ce mémoire. L'autre solution, que nous avons adoptée, est de construire un modèle à partir de la mesure de courbure in-situ. Cette mesure permet de suivre l'évolution du rayon de courbure durant la croissance grâce à la mesure de la distance séparant deux spots lasers se réfléchissant sur la surface de l'échantillon (fig. 6.2 et cf. annexes). Pour cette étude nous avons utilisé les mesures de courbure in-situ Laytec obtenues sur deux réacteurs compact 21 : le réacteur PTC et le réacteur Aniset dont les systèmes de traitement du signal (en particulier la carte d'acquisition) sont différents. Avant de développer les hypothèses et équations de notre modèle, il semble nécessaire de discuter des limites de cette technique de mesure.

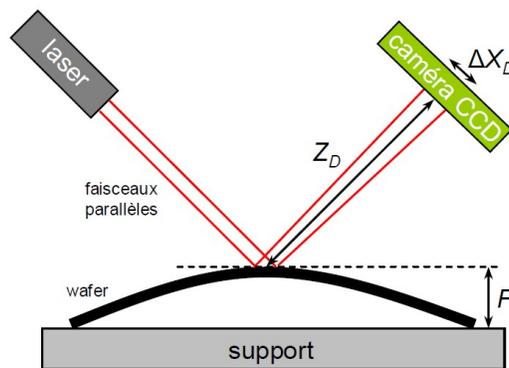


FIGURE 6.2: Schéma de principe de la mesure de courbure in-situ

1. DRX : Diffraction rayon X, MET : microscopie électronique en transmission

6.1.1 Les limites extrinsèques : Le substrat

6.1.1.1 Courbure initiale d'un substrat 2 pouces de silicium (111).

Notons que lors de la croissance les mesures de courbure in-situ sont faites en rotation. Chaque point d'acquisition est le résultat de l'intégration de la courbure sur une partie d'un tour (système PTC) ou sur un tour complet (système Aniset)[157]. Sur les systèmes montés sur les réacteurs compact 21 il nous est possible de régler la vitesse de rotation que nous avons fixée à 10 tours par minute. L'avantage de la mesure en rotation est de mesurer l'évolution moyenne de la courbure. Néanmoins, la forte courbure initiale des substrats de Si(111) 2 pouces peut perturber la mesure. Comme le montre la figure 6.3 qui présente une cartographie de deux substrats de Si(111) réalisée par interférométrie laser, les substrats présentent de grandes inhomogénéités de courbure. Cette grande inhomogénéité peut être la cause de la perte de signal lors d'une mesure de courbure in-situ. Le signal réfléchi sur certains azimuts n'est pas capté par la caméra ce qui provoque la perte de l'information et donc la mesure de valeurs de courbure aberrantes.

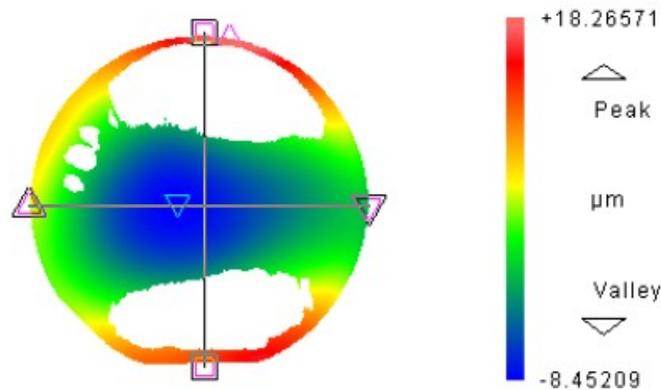


FIGURE 6.3: Cartographie de la courbure des échantillons 2'' de Si(111) vierges par interférométrie en vue plane d'un substrat Si (111)

6.1.1.2 Effet de la température sur la courbure du substrat Si lors d'une croissance

Lors d'une mesure de courbure in-situ, l'échantillon est maintenu sur un support en molybdène par un anneau circulaire parcourant son périmètre. Cet anneau agit comme un écran thermique qui limite la dilatation de l'échantillon lors de la montée en température ce qui provoque un changement de courbure. De même la rugosité de la surface arrière du substrat est plus grande et sa température plus élevée que la face avant ce qui peut aussi générer des variations de courbure.

Lorsqu'un substrat de Si est soumis aux mêmes rampes de température que lors d'une croissance celui-ci se déforme de façon conséquente (substrat concave, fig. 6.4). En passant d'une température de 400 °C à la température de 900 °C, la courbure du Si(111) augmente de 20 km^{-1} puis elle se stabilise à une valeur fixe avant de diminuer lorsque l'on réduit la température de 900 °C à 400 °C. Lors de l'augmentation de la température, la courbure est cependant soumise à un léger retard qui est sans doute dû au temps de diffusion et d'homogénéisation

de la température dans le volume du substrat. Lorsque l'on diminue la température du substrat, son refroidissement est quasi instantané et la variation de courbure résultante suit alors la variation de température. Les valeurs de la courbure in-situ avant et après la rampe de température sont identiques et confirment qu'aucun autre effet ne vient s'ajouter.

L'erreur introduite par la dilatation du substrat sera prise en compte dans l'analyse de la courbure in-situ lors des changements de température de croissance. Néanmoins, dans le pire des cas, la courbure engendrée par la variation de température peut s'opposer à la courbure générée par la contrainte de la couche épitaxiée. On peut alors mesurer des comportements opposés à ceux prévu par la théorie ce qui rend l'analyse de la mesure de courbure in-situ impossible. Cela arrive notamment, lors du refroidissement du système AlN/Si(111) (dérivée de la courbure négative).

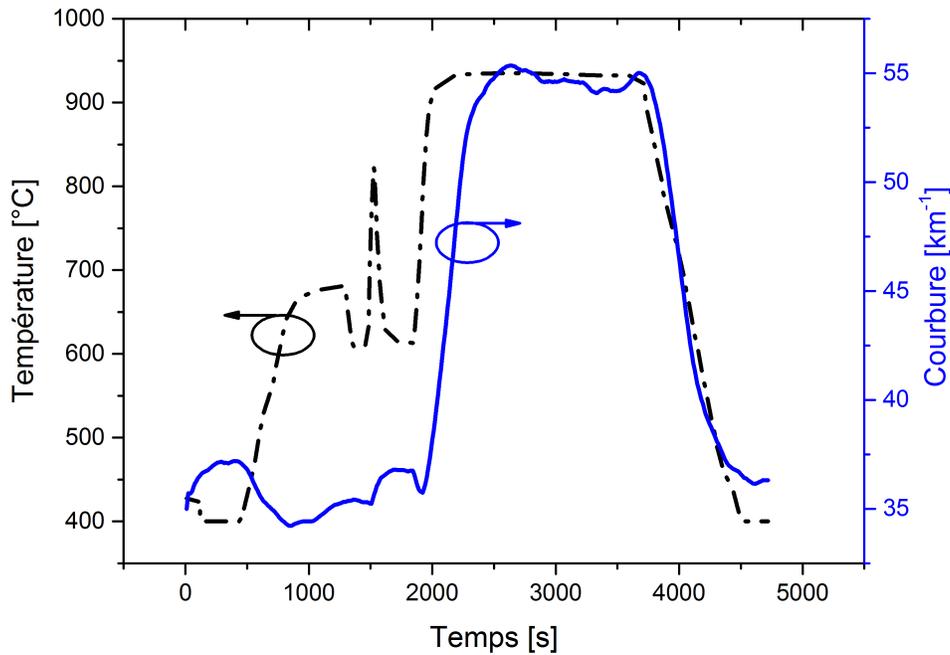


FIGURE 6.4: Courbure d'un substrat Si(111) de 300 μm d'épaisseur soumis à une rampe en température identique à celle utilisée lors de la croissance d'AlN

6.1.2 Les limites intrinsèques du système

Sur le système de mesure de courbure in-situ du réacteur compact 21 Aniset, nous avons observé un problème lorsque la mesure de courbure est faite hors rotation. Sur ce réacteur, la mesure in situ est couplée à un détecteur qui permet, dans le cas d'une mesure en rotation, de définir le temps d'intégration comme étant le temps entre deux signaux du détecteur. Afin de comparer la courbure in-situ à la courbure ex-situ, nous avons mesuré les courbures des échantillons après croissance suivant deux axes perpendiculaires. Pour cela, l'échantillon est orienté dans une direction puis une fois la mesure stable, l'axe de mesure est modifié manuellement. Dans ces conditions, il a fallu plus de 5 min avant d'avoir une mesure stable (fig6.5). Jusqu'à présent nous n'avons toujours pas de réponse sur l'origine de ce phénomène

lors d'une mesure hors rotation. La mesure de courbure in situ en rotation étant contrôlée par la période entre deux signaux du détecteur nous avons supposé que cet effet ne se produisait pas ou tout du moins qu'il est négligeable.

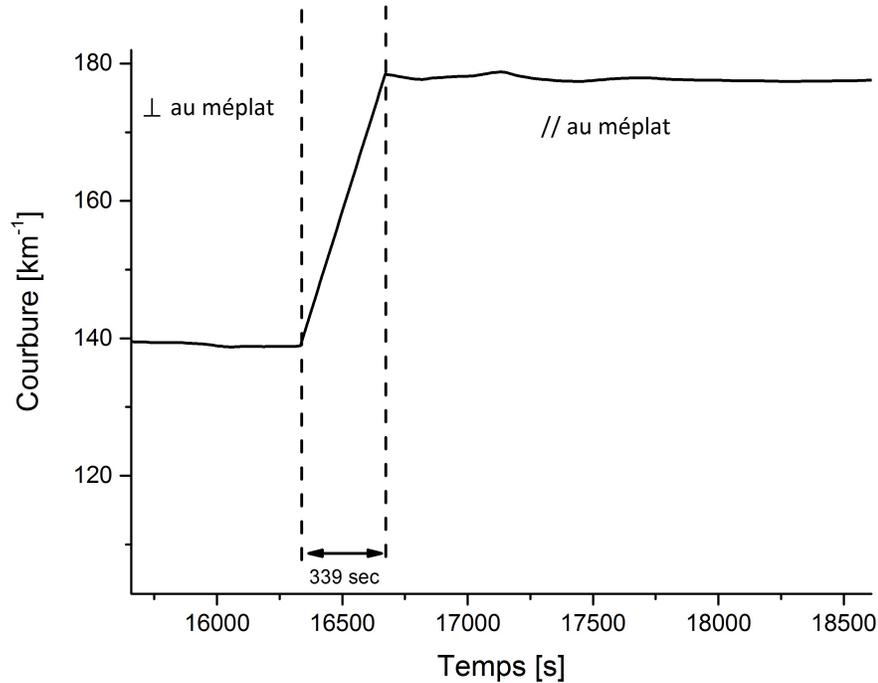


FIGURE 6.5: Mesure de courbure in-situ hors rotation d'un échantillon suivant deux axes. Cette mesure a été effectuée après croissance à température ambiante sur le réacteur Aniset.

6.2 Modélisation de la déflexion d'une poutre à partir de la mesure de courbure in situ

6.2.1 Calcul de la contrainte à partir de la mesure de courbure in-situ

La mesure de courbure in-situ permet de mesurer en temps réel la courbure engendrée par les contraintes inhérentes à l'hétéroépitaxie. Pour des couches minces déposées sur un substrat épais, la contrainte résiduelle T peut être calculée à partir de la mesure de courbure et de l'équation de Stoney qui s'écrit (éq.8.31) [158] :

$$T = \frac{E_s}{6(1 - \nu_s)} \frac{h_s^2}{h_i} K \quad (6.1)$$

Avec E_s le module d'Young du substrat, ν_s le coefficient de poisson du substrat, h_s l'épaisseur du substrat, h_i l'épaisseur de la couche déposée et K la courbure mesurée à la surface de l'échantillon. Pour obtenir cette équation deux approches sont possibles :

- L'approche via l'équilibre mécanique où l'on considère que les résultantes des forces et des moments sont nulles [159, 158]
- L'approche énergétique. [160]

Quelle que soit l'approche utilisée, l'équation 8.31 n'est vraie que si l'on considère un substrat initialement plan ($K_{ini} = 0$) ce qui n'est généralement pas le cas. Le modèle est cependant valide en considérant la courbure relative ($K_{film} - K_{ini}$) engendrée par le dépôt. Par définition, la mesure de courbure in-situ, permet de mesurer cette courbure. L'autre condition à remplir est d'utiliser des films continus dont l'épaisseur est beaucoup plus petite que celle du substrat et présentant une flèche, engendrée par la contrainte, plus petite que l'épaisseur. Mis à part les premiers nanomètres de l'AlN de nucléation, la croissance de III-N sur Si est 2D. La flèche elle est quant à elle de seulement quelques dizaines de micromètres. Nous considérons ces conditions vérifiées. En revanche, pour son calcul Stoney considère que le système n'évolue plus. La position de l'axe neutre et la valeur de la courbure sont donc figées.

Le résultat du calcul de l'équation de Stoney ne donne cependant que la valeur de la contrainte moyenne dans le film et non de la distribution de celle-ci (Dans la publication [158] Stoney considère un gradient constant dans la couche). Il n'est donc pas possible de calculer la déflexion d'une poutre à partir des résultats issus de cette expression. Pour connaître la distribution de la contrainte il faut donc recourir à un autre modèle.

Le problème que pose l'étude de la distribution de la contrainte réside dans le fait que lors du dépôt couche à couche du matériau, l'ajout de chaque nouvelle mono-couche introduit une variation de contrainte à la surface du matériau mais aussi une variation de contrainte dans son volume. Il faut donc pouvoir calculer les valeurs de l'axe neutre et de la courbure en fonction de l'épaisseur et donc du temps de croissance. Pour résoudre ce problème, un nouveau jeu d'équation doit donc être développé.

Notre première approche a consisté à déterminer la contrainte à partir des équations d'équilibre mécanique. En prenant la référence $z=0$ à l'interface entre les matériaux III-N et le substrat (fig. 6.6).

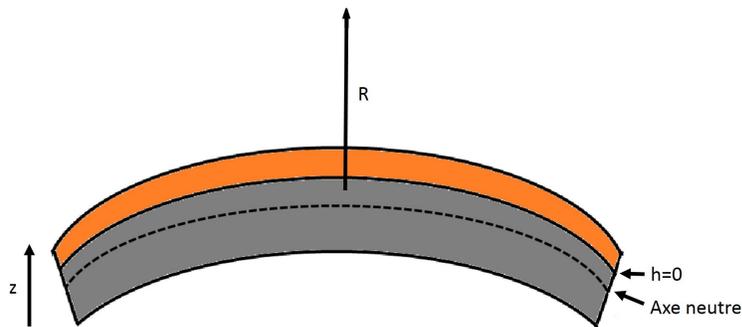


FIGURE 6.6: Schéma de la courbure d'un échantillon et direction des différents axes utilisés dans le calcul du rayon de courbure et de la position de l'axe neutre.

La déformation locale en z s'exprime $(z - b) \cdot K$. Dans le cas d'une contrainte biaxiale, la contrainte s'écrit : $E_b \cdot (z - b) \cdot K$. Pour calculer l'équilibre des forces et des moments, nous avons intégré la contrainte et son moment sur l'ensemble des couches. L'équilibre à tout instant t de la croissance s'écrit :

$$Moment = \int_{-h_s}^0 \left[-\frac{E_s(z(t) - b(t))}{(1 - \nu_s)} K_{HT}(t) \right] z(t) dz + \int_0^{h(t)} \left[T_{HT}(z, t) - \frac{E_i(z(t) - b(t))}{(1 - \nu_i)} K_{HT}(t) \right] z(t) dz = 0 \quad (6.2)$$

$$Force = \int_{-h_s}^0 \left[-\frac{E_s(z(t) - b(t))}{(1 - \nu_s)} K_{HT}(t) \right] z(t) dz + \int_0^{h(t)} \left[T_{HT}(z, t) - \frac{E_i(z(t) - b(t))}{(1 - \nu_i)} K_{HT}(t) \right] dz = 0 \quad (6.3)$$

Avec $T_{HT}(z, t)$ la distribution de contrainte à température de croissance, E et ν les modules d'Young et coefficients de poisson, l'indice "s" est utilisé pour le substrat et "i" pour les couches III-N.

La courbure K et la position de l'axe neutre b sont en fait dépendantes de l'épaisseur h de la couche qui évolue au cours du temps. Elles devraient donc s'écrire $K(h(t))$ et $b(h(t))$. Pour faciliter la lecture elles seront notées $K(h)$ et $b(h)$. Nous cherchons à déterminer $\sigma(z, t)$.

La résolution de ce système est difficile. En effet, l'inter-dépendance des paramètres entre eux ne permet pas d'arriver à une solution analytique simple. A la vue du temps nécessaire à la résolution de ce système nous avons choisi de nous orienter vers des modèles simplifiés.

La seconde approche que nous avons étudiée a été développée par J. A. Floro et E. Chason (Sandia National Laboratories) qui ont affirmé, sans le justifier, que dans le cas d'une étude en temps réel, le produit $\sigma \cdot h$ doit être remplacé par [161] :

$$S = \int_0^{h(t)} T(z, t) dz \quad (6.4)$$

L'équation de Stoney devenant ainsi :

$$\frac{E_s h_s^2}{6(1 - \nu_s)} \frac{dK_{HT}(z, t)}{dt} = T_{HT}(z, t) \frac{dh}{dt} + \int_0^{h(t)} \frac{dT_{HT}(z, t)}{dt} dz \quad (6.5)$$

Là encore nous nous retrouvons face à une équation difficile à résoudre et pour laquelle nous n'avons jusqu'à présent pas trouvé de solution. De plus, l'origine, les hypothèses et le détail des calculs permettant d'obtenir cette équation ne sont pas détaillés dans la publication et nous restent encore assez obscures.

La dernière approche envisagée a été de dériver le modèle de Stoney par rapport à l'épaisseur donnant ainsi la relation (cette formule sera évoquée comme étant le modèle 1) :

$$T_{HT}(h) + \frac{\partial T_{HT}(h)}{\partial h} \cdot h_i = \frac{E_s}{6(1 - \nu_s)} h_s^2 \frac{\partial K_{HT}}{\partial h} \quad (6.6)$$

Dans cette expression T est la contrainte moyenne dans le film calculée à partir de la surface de l'échantillon et $\frac{\partial T_{HT}}{\partial h} h_i$ la variation de contrainte dans le volume de la couche. En comparant les équations 6.6 et 6.5, on constate qu'elles sont égales si l'on considère que l'intégrale $\int_0^{h(t)} \frac{dT(z, t)}{dt} dz$ est égale à la contrainte moyenne dans l'épaisseur.

Lors d'un dépôt couche à couche, plusieurs cas sont alors possibles :

La variation de contrainte dans le volume est négligeable devant la contrainte moyenne dans la couche. On peut alors négliger le second terme à gauche de l'équation 6.6 et on obtient de la formule 6.7 que l'on appellera modèle 2 :

$$T_{HT}(h) = \frac{E_s}{6(1 - \nu_s)} h_s^2 \frac{\partial K_{HT}(h)}{\partial h} \quad (6.7)$$

La variation de contrainte dans le volume est plus importante que la contrainte en surface alors dans ce cas c'est le premier terme qui devient négligeable. On peut supposer que ce terme domine le début de croissance de toute couche contrainte. On obtient la formule 6.8 que l'on appellera modèle 3 :

$$\frac{\partial T_{HT}(h)}{\partial h} \cdot h_i = \frac{E_s}{6(1 - \nu_s)} \cdot h_s^2 \cdot \frac{\partial K_{HTi}(h)}{\partial h} \quad (6.8)$$

Une fois cette relation écrite, il nous est possible de calculer la contrainte dans le film dans les différents cas. Intéressons-nous maintenant au lien entre la déflexion de poutre encastree-libre et son gradient de contrainte.

6.2.2 Gradient de contrainte et déflexion de poutres mono-encastrees

Comme énoncé précédemment, l'idée est de pouvoir décrire le comportement d'un levier à partir du gradient de contrainte. Pour cela, il nous faut exprimer le gradient de contrainte à partir de la déflexion d'une poutre et inversement.

Considérons une section d'une poutre d'épaisseur h défléchie tel que représentée sur la figure 6.7.

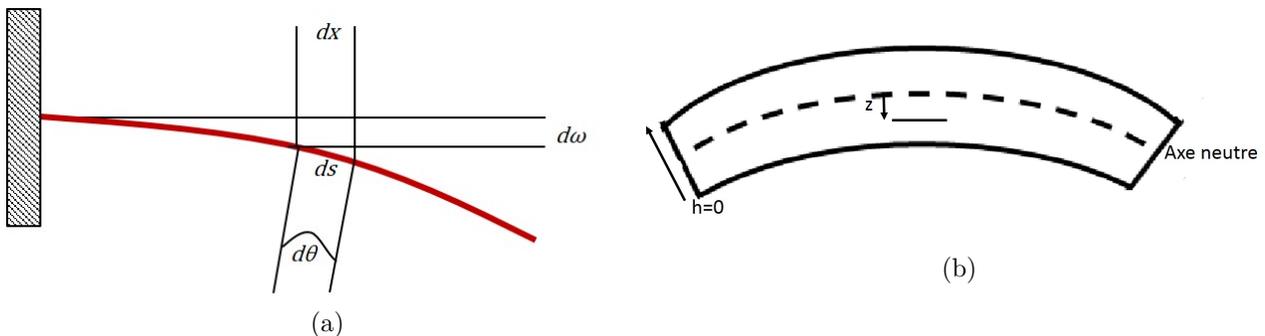


FIGURE 6.7: Schémas (a) de la déflexion d'une poutre fléchie en considérant le système à 1 dimension et (b) du segment d'une poutre en mode de flexion pure

En considérant une poutre précontrainte dont la distribution de contrainte à température ambiante est $\sigma_{BT}(z)$ et la courbure K , les équations d'équilibre s'écrivent [81, 162] :

$$Moment = \int_0^h \left[T_{BT}(z) - \frac{E_i(z-b)}{(1-\nu_i)} K \right] z(t) dz = 0 \quad (6.9)$$

$$Force = \int_0^h \left[T_{BT}(z) - \frac{E_i(z-b)}{(1-\nu_i)} K \right] dz = 0 \quad (6.10)$$

Dans ce cas nous considérons le module d'Young biaxiale car la contrainte dans la couche l'est aussi. En considérant que les déformations et les angles sont petits, la flèche (δ) en un point x le long de la poutre s'écrit (fig. 6.7a) :

$$K \cdot x^2 = \delta \quad (6.11)$$

A partir de ces équations il est alors possible d'écrire les équations de la position de l'axe neutre (b) et de la courbure (K) :

$$b(t) = \frac{h}{2} - \frac{(1-\nu_{eq})}{E_{eq}K(t)} \int_0^h T(z) dz \quad (6.12)$$

$$K(t) = \frac{12}{E_{eq} \cdot h^3} (1-\nu_{eq}) \left[\int_0^h T_{BT}(t) h(t) dz - \frac{\int_0^h T_{BT}(z) dz \cdot h^2}{2} \right] \quad (6.13)$$

6.2.3 Modélisation des effets thermiques

La mesure de la déflexion des leviers se fait à température ambiante alors que la distribution de contrainte est quant à elle déterminée à la température de croissance. Pour pouvoir comparer les résultats il faut prendre en compte la différence de courbure liée à la différence de température. Lors du refroidissement, la déformation engendrée par la variation de température va générer une force, proportionnelle à l'épaisseur et au module d'Young de la couche, dans chacune des couches qui va s'ajouter au gradient de contrainte intrinsèque. Il y a plusieurs façons de calculer la contrainte thermique.

La première consiste à calculer la contrainte à partir de la différence de coefficient de dilatation thermique entre la couche de III-N et le substrat Si (eq. 6.14) :

$$T_{thermique} = (\alpha_i - \alpha_s) \cdot \Delta\theta \cdot E_i \quad (6.14)$$

L'autre approche consiste à calculer la contrainte thermique à partir de l'équation de Stoney (eq. 6.15, fig. 6.8) :

$$T_{thermique} = \frac{E_s}{6(1-\nu_s)} \cdot \frac{h_s^2}{h_{total}} \Delta K_{thermique} \quad (6.15)$$

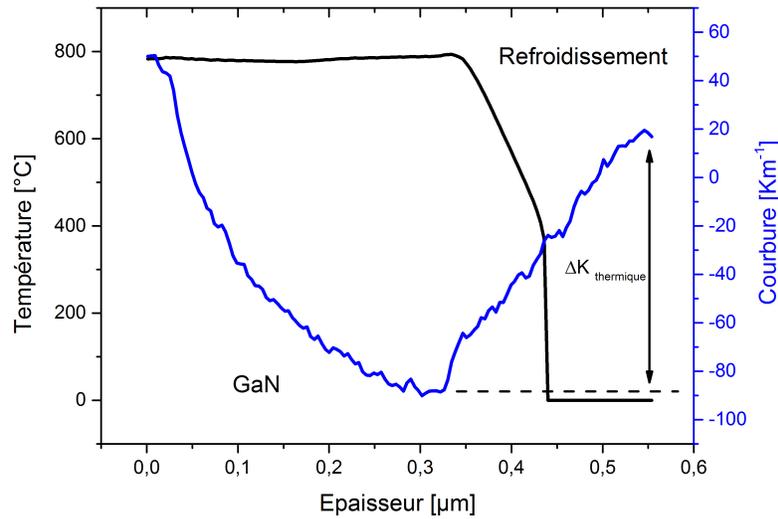


FIGURE 6.8: Mesure de courbure in-situ d'un échantillon GaN/AlN lors du refroidissement

Pour conserver la logique de notre méthode de calcul, nous avons déterminé la contrainte thermique à partir de l'équation 6.15. Cependant, la variation de courbure mesurée en fin de croissance correspond à l'effet moyen de la différence de dilatation thermique de l'ensemble des matériaux, soit 3 matériaux dans notre cas, de la structure.

6.2.4 Synthèse

Le calcul de la déflexion d'un levier à partir de l'étude de la distribution de contrainte dans les couches tampons se fait donc en plusieurs étapes. Dans un premier temps, à partir de la mesure de courbure in situ, nous calculons l'évolution de la contrainte dans la direction z grâce aux modèles 1, 2 ou 3, à laquelle nous ajoutons la contribution de la contrainte thermique. Le calcul de la contrainte est donc de la forme :

$$T_{BT}(z) = T_{HT}(z) + T_{thermique} \quad (6.16)$$

avec σ_{HT} déterminé à partir des expressions du tableau 6.1 :

Tableau 6.1: Expression de la contrainte en fonction des modèles

Modèle	expression
Modèle 1	$T_{HT} + \frac{\partial T_{HT}}{\partial h} \cdot h_i = \frac{E_s}{6(1-\nu_s)} \cdot h_s^2 \cdot \frac{\partial K}{\partial h}$
Modèle 2	$T_{HT} = \frac{E_s}{6(1-\nu_s)} \cdot h_s^2 \cdot \frac{\partial K}{\partial h}$
Modèle 3	$\frac{\partial T_{HT}}{\partial h} \cdot h_i = \frac{E_s}{6(1-\nu_s)} \cdot h_s^2 \cdot \frac{\partial K}{\partial h}$

Nous déterminons ensuite les rayons de courbures et la position de l'axe neutre des leviers via les équations d'équilibre 6.9 et 6.10.

6.3 Modélisation d'une poutre GaN/AlN

Dans le chapitre IV nous avons vu que les propriétés élastiques du GaN ne varient pas ou peu avec l'épaisseur. Nous supposons donc que les propriétés mécaniques des matériaux III-N ne sont pas ou peu altérées par la présence de défauts introduits pendant la croissance (dislocations) ou lors du procédé technologique. Nous prendrons les valeurs du matériau massif comme valeurs des paramètres mécaniques. Par manque de données nous considérerons également que les propriétés élastiques du GaN à température de croissance et à température ambiante sont les mêmes.²

6.3.1 Modélisation d'une poutre d'AlN

Avant d'étudier des structures plus complexes, nous nous sommes intéressés au gradient de contrainte présent dans la première couche d'une hétéroépitaxie de GaN sur Si : l'AlN. Pour cela, nous avons étudié une couche de 200 nm d'AlN réalisée par EJM.

6.3.1.1 Analyse de la courbure in-situ

La courbure in-situ lors de la croissance de la couche de nucléation peut se décomposer en deux parties (fig6.9) :

- La première, notée A sur la figure 6.9, correspond à une zone de forte mise en tension. Cette brusque mise en tension résulte de la coalescence des îlots d'AlN [163]. De plus, les conditions de croissance évoluent dans cette zone. La température, le flux d'ammoniac et donc la pression dans l'enceinte du réacteur augmentent et modifient la cinétique de croissance. La variation de courbure est donc aussi due à l'évolution de ces conditions de croissance et en particulier à l'augmentation de la température qui engendre un effet bilame entre l'AlN et le Si.³
- La seconde partie (zone B) présente quant à elle une pente plus "douce". La valeur de la pente étant positive, elle correspond à une courbure concave de l'échantillon et donc à une contrainte en tension du film d'AlN. Cette zone correspond à l'emménagement d'énergie élastique à contrainte quasi constante dans la couche au cours de l'épaississement.

2. Remarques :

- A cause du caractère orthotropique de la matrice d'élasticité des éléments III-V, les valeurs utilisées pour le module d'Young et le coefficient de poisson doivent être celles correspondant aux propriétés élastiques dans le plan, soient E_{11} ou E_{22} .
- Les valeurs des paramètres élastiques du GaN et de l'AlN utilisées sont celle du matériau à 300 K. Ces derniers diminuant avec l'augmentation de la température, ils seront surestimés.

3. NB : la contribution du substrat à la courbure a été déduite sur cette figure

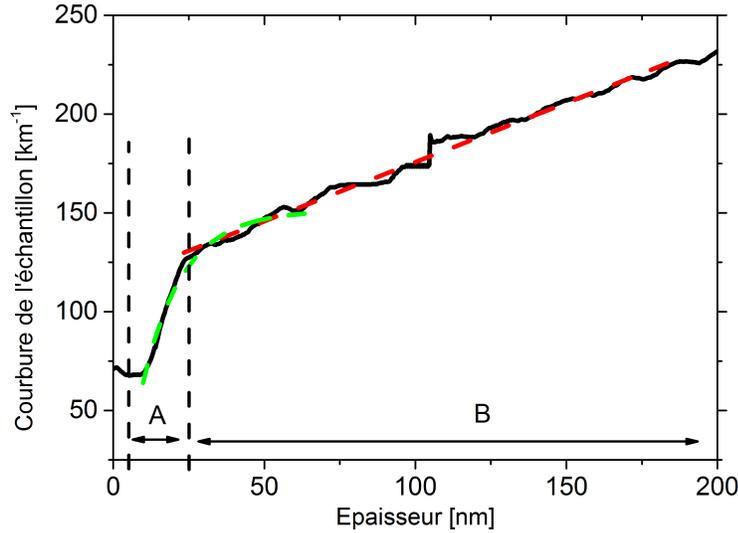


FIGURE 6.9: Mesure de courbure in-situ lors de la croissance de l'AlN de nucléation par EJM. Les courbes en pointillés représentent les deux fonctions utilisées pour déterminer la courbure avec en rouge le modèle d'évolution linéaire et en vert le modèle exponentiel.

Un premier modèle consiste à extraire l'évolution de la courbure à partir de la mesure de courbure in-situ par une fonction affine. A première vue nous pouvons considérer que l'évolution de la courbure est de la forme :

$$K(h) = \frac{\Delta K}{\Delta e} \cdot h + K_{coalescence} \quad (6.17)$$

$K_{coalescence}$ étant la contrainte initiale introduite par la coalescence et $\frac{\Delta K}{\Delta e}$ la pente de la courbure dans la zone B.

Un second modèle consiste à faire une analogie entre la courbure de la couche d'AlN de nucléation avec celles des couches d'AlN intercalaires dont l'évolution est de forme exponentielle. Nous pouvons donc supposer que la couche de nucléation dans la zone A se comporte de la même façon et évolue suivant une fonction de type :

$$K(h) = -A \cdot e^{-\frac{h}{h_{coalescence}}} \quad (6.18)$$

Avec A une constante positive, d'après nos résultats expérimentaux l'ordre de grandeur de cette constante est de quelques km^{-1} , et $h_{coalescence}$ l'épaisseur à partir de laquelle les îlots d'AlN coalescent. Les études morphologiques de la couche de nucléation de l'AlN réalisées au CRHEA permettent de conclure que la couche AlN est parfaitement 2D pour une épaisseur de 10nm [164]. Nous définissons alors $h_{coalescence} = 10\text{nm}$.

6.3.1.2 Détermination de la contrainte

L'expression de la courbure étant déterminée, nous pouvons calculer la contrainte. La croissance d'AlN débute par une la formation d'îlots qui coalescent générant alors une forte

contrainte en tension (zone A). Une fois les ilots coalescés, la contrainte développée dans la zone B présente une évolution beaucoup plus faible qui correspond à l'accumulation d'énergie élastique avec l'épaississement. Afin de rendre compte de l'ensemble de la croissance de l'AlN de nucléation nous avons considéré le modèle 1 puis le modèle 3 correspondant aux équations 6.6 et 6.8.

Afin de modéliser la déflexion d'un levier de 200 nm d'AlN, nous avons considéré quatre expressions⁴ :

Tableau 6.2: Expressions de la distribution de contrainte dans la couche d'AlN de nucléation en fonction des modèles et fit des courbures

Courbure, $K(h)$	Expression de la contrainte en considérant le modèle 1	Expression de la contrainte en considérant le modèle 3
$\frac{dK(h)}{dh} \cdot h + K_{icoalescence}$	$\frac{E_s}{6} \cdot h_{si}^2 \cdot \frac{K}{(-1+v_s)} + \frac{B}{h}$	$-\frac{E_s}{6} \cdot h_{si}^2 \cdot \frac{K \cdot \ln(h)}{(-1+v_s)} + B$
$A \cdot e^{-\frac{h}{h_{coalescence}}}$	$\frac{A \cdot e^{-\frac{h}{h_{coalescence}} + B}}{h}$	$A \cdot Ei(1, (100 \cdot h)) + B$

Pour déterminer les constantes d'intégration B nous avons fait l'hypothèse que la contrainte dans la première monocouche d'AlN d'une épaisseur $h_{monoAlN}$ (environ $4.9 \times 10^{-4} \mu\text{m}$) est nulle nous obtenons donc :

$$B = \frac{E_s}{6} \cdot h_{si}^2 \cdot \frac{K \cdot \ln(h_{monoAlN})}{(-1+v)} \quad (6.19)$$

La figure 6.10 montre la distribution de la contrainte dans l'épaisseur de la couche en fonction des modèles utilisés. Comme on peut le constater, lorsque l'on envisage une évolution exponentielle de la courbure et le modèle 1, l'épaississement de la couche d'AlN (Zone B) présente un gradient de contrainte négatif et donc une relaxation de la contrainte en tension. La courbure in-situ montrant le comportement opposé, le résultat de ce calcul est aberrant. Les autres solutions envisagées semblent en accord avec notre idée de la distribution de contrainte dans cette couche à savoir une forte mise en tension dans la zone A puis une mise en tension plus progressive dans la zone B.

4. On définit $Ei(a, z) = \int_1^\infty \exp(kz) \cdot k^{-a} dk$

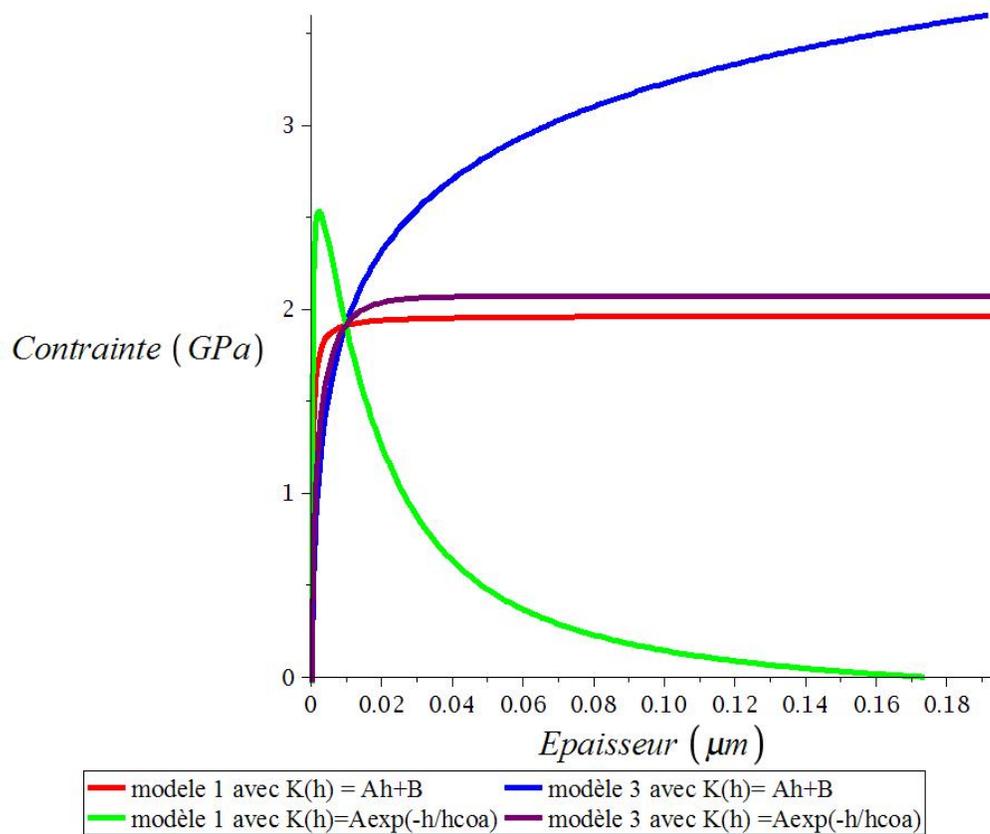


FIGURE 6.10: Contrainte dans la couche de nucléation d'AlN calculée. La courbe rouge correspond au résultat de l'équation 6.7 et la bleue à celui de l'équation 6.8 calculé à température ambiante pour les différents modèles de courbure

6.3.1.3 Résultats

A partir d'une couche d'AlN de 200 nm, des leviers de différentes longueurs ont été fabriqués. La valeur du rayon de courbure obtenue pour un levier de 200 nm d'AlN est de $154 \mu\text{m}^{-1}$ (eq 6.11) qui correspond à une distribution linéaire de la contrainte dans la couche de $3.04 \text{ GPa} \mu\text{m}^{-1}$.

La mesure de la déflexion par rugosimétrie optique des cantilevers confirme la tendance décrite par les calculs. Comme attendu, le résultat du modèle 1 dans le cas d'une courbure décrite sous la forme d'une fonction exponentielle présente un résultat opposé à la mesure de déflexion ex-situ. Pour les autres modèles, les déflexions calculées sont toutes positives (fig 6.11) en adéquation avec la mesure ex-situ. Les valeurs de courbure calculées aboutissent à une erreur sur la valeur de la flèche de la poutre de 65 % dans le meilleur des cas ce qui témoigne des difficultés à analyser la courbure in-situ et des erreurs intrinsèques à notre modèle.

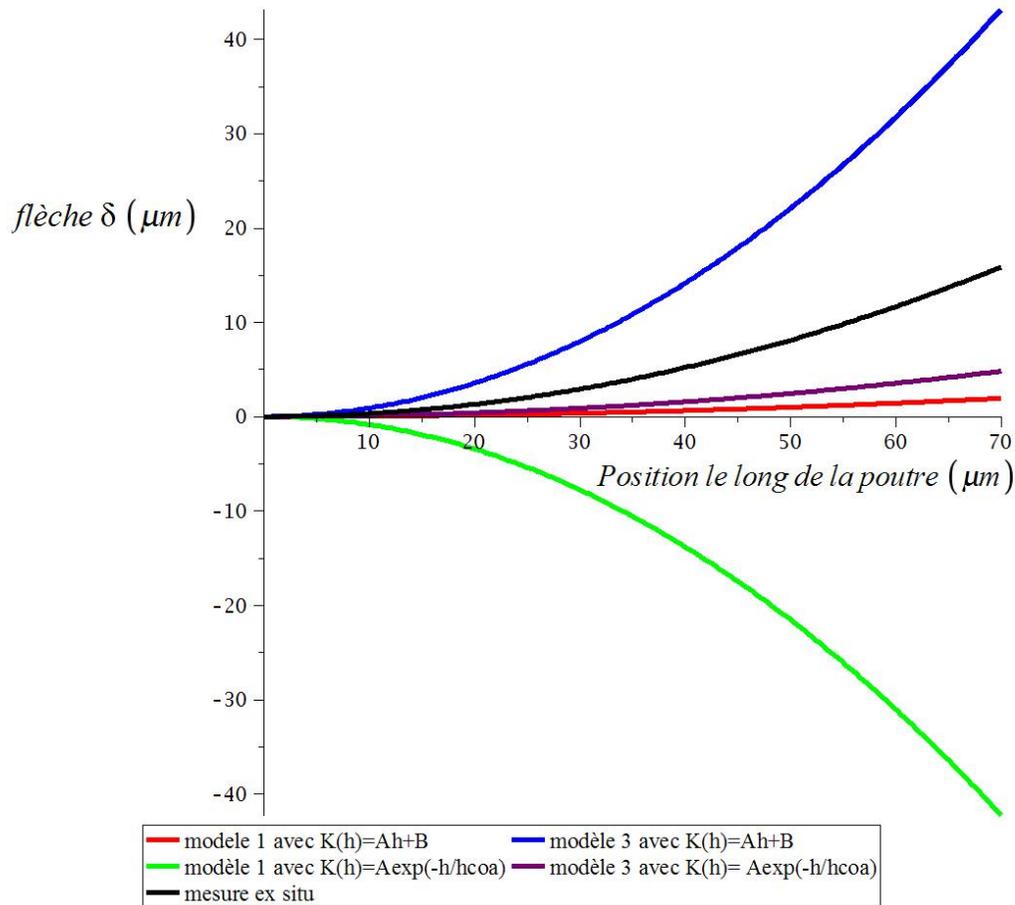


FIGURE 6.11: La courbe noire présente le résultat de la mesure par microscopie de la flèche d'un cantilever de 200 nm d'AIN initialement épitaxié par EJM sur Si(111).

6.3.1.4 Conclusion

La comparaison des flèches calculées à partir des modèles avec la mesure de déflexion d'un levier montre que la contrainte dans l'AIN de nucléation est dominée par la variation de contrainte dans le volume due à l'ajout d'une couche de matériau. La variation de contrainte semble aussi témoigner d'une constante augmentation de la contrainte dans l'épaisseur. La contrainte dans la couche de nucléation n'est donc pas complètement relaxée après la coalescence. Concernant la modélisation, les erreurs entre la mesure de cantilever et les calculs théoriques de la flèche restent assez importantes et confirment bien la nécessité d'utiliser les modèles décrits par les équations 6.13 et 6.5. De plus, l'analyse de la courbure in-situ reste un point à éclaircir. L'emploi d'une fonction affine ou d'une fonction exponentielle pour décrire l'évolution de la courbure in-situ n'a pas permis de définir laquelle de ces fonctions est la plus appropriée.

6.3.2 Modélisation d'une poutre GaN/AlN

6.3.2.1 Analyse de la courbure in-situ

Considérons une poutre dont la structure est GaN/AlN initialement épitaxiée, dans les conditions usuelles du CRHEA⁵, sur Si(111) et supposons que le GaN se relaxe rapidement via la formation de boucles de dislocations et la courbure des dislocations (cf. chapitre IV). Cette région de fortes interactions entre dislocations correspond à la zone de décroissance exponentielle de la courbure in-situ (fig 6.12). Contrairement, à la couche d'AlN de nucléation, le choix de décrire l'évolution de la courbure in-situ par une fonction exponentielle décroissance semble moins discutable. De plus, lorsque le GaN se relaxe, la densité de dislocation varie suivant une fonction exponentielle ce qui peut justifier que la contrainte évolue de la même façon, d'où :

$$K_{Gan}(h) = C \cdot \exp\left(-\frac{h}{h_0}\right) \quad (6.20)$$

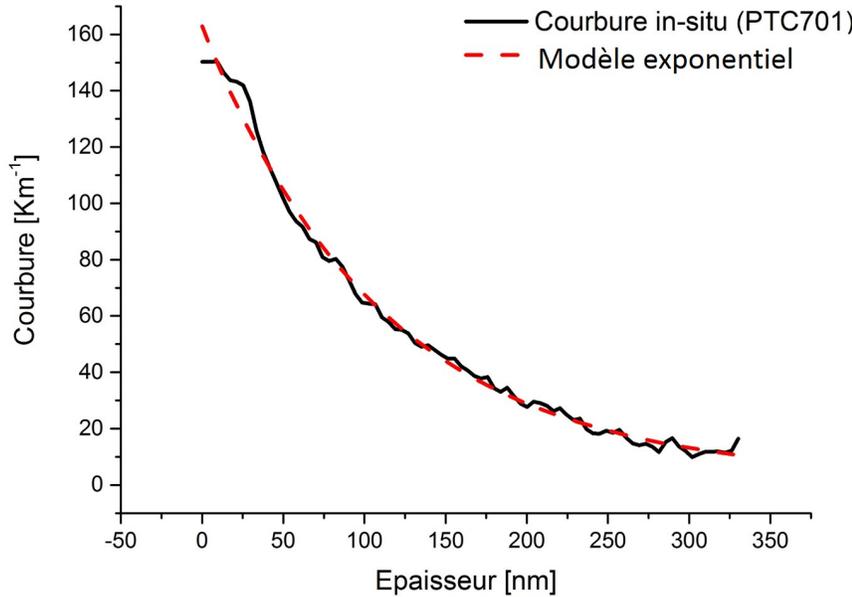


FIGURE 6.12: Courbure in-situ d'une couche tampon GaN épitaxiée sur 200 nm d'AlN et modèle exponentiel de cette courbure

6.3.2.2 Détermination de la contrainte

Nous supposons que la distribution de contrainte dans le GaN est dominée par la contrainte moyenne calculée en surface. Nous avons considéré que le lien entre la contrainte et la courbure peut être exprimé via le modèle 2 (eq. 6.7) et s'exprime :

$$T_{HT}(h) = \frac{E_s}{6 * (1 - \nu_s)} \cdot h_s^2 \cdot \frac{C}{h_0} \cdot \exp\left(-\frac{h}{h_0}\right) \quad (6.21)$$

5. Températures : GaN = 800 °C et AlN = 920 °C

ou h_0 la constante de relaxation, et $\frac{E_s}{6*(1-\nu_s)}h_s^2\frac{C}{h_0}$ la contrainte à l'interface GaN/AlN qui est constante sur les premières mono couches. Le GaN présente un paramètre de maille en partie relaxé au delà des premières monocouches ($h_{\text{critique}} < 10$ nm) déposées sur AlN [165, 166]. La valeur de la contrainte sur ces premières monocouches peut alors se calculer via l'équation 6.7 en considérant la pente à l'origine de la courbure in-situ (fig. 6.13). La contrainte près de l'interface avec l'AlN s'écrit :

$$T_{HT(h_{\text{GaN}}=0)}(h) = \frac{E_s}{6(1-\nu_s)} \cdot h_s^2 \cdot \frac{dK_{HT-GaN\text{initiale}}}{dh} \quad (6.22)$$

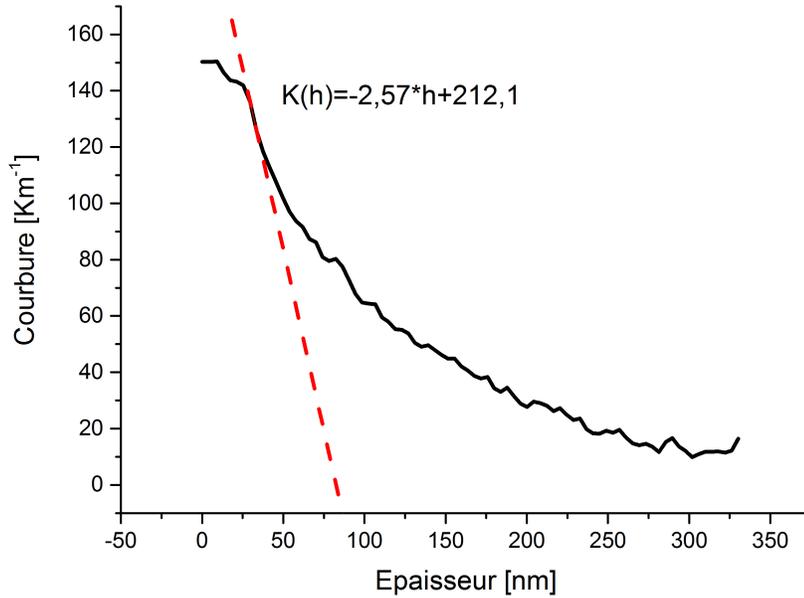


FIGURE 6.13: Extraction de la contrainte près de l'interface GaN/AlN à partir de la courbure in-situ

Nous obtenons donc une contrainte de la forme :

$$T_{HTGaN}(h) = \frac{E_s}{6(1-\nu_s)} \cdot h_s^2 \cdot \frac{dK_{HT-GaN\text{initiale}}}{dh} \cdot \exp\left(-\frac{h}{h_0}\right) \quad (6.23)$$

Finalement, la contrainte dans l'hétéroépitaxie GaN(500nm)/AlN(200nm), calculée pour une contrainte de l'AlN calculée à partir du modèle 1 pour une courbure de l'AlN $K(h)=Ah+B$, est de la forme représentée sur la figure 6.14 :

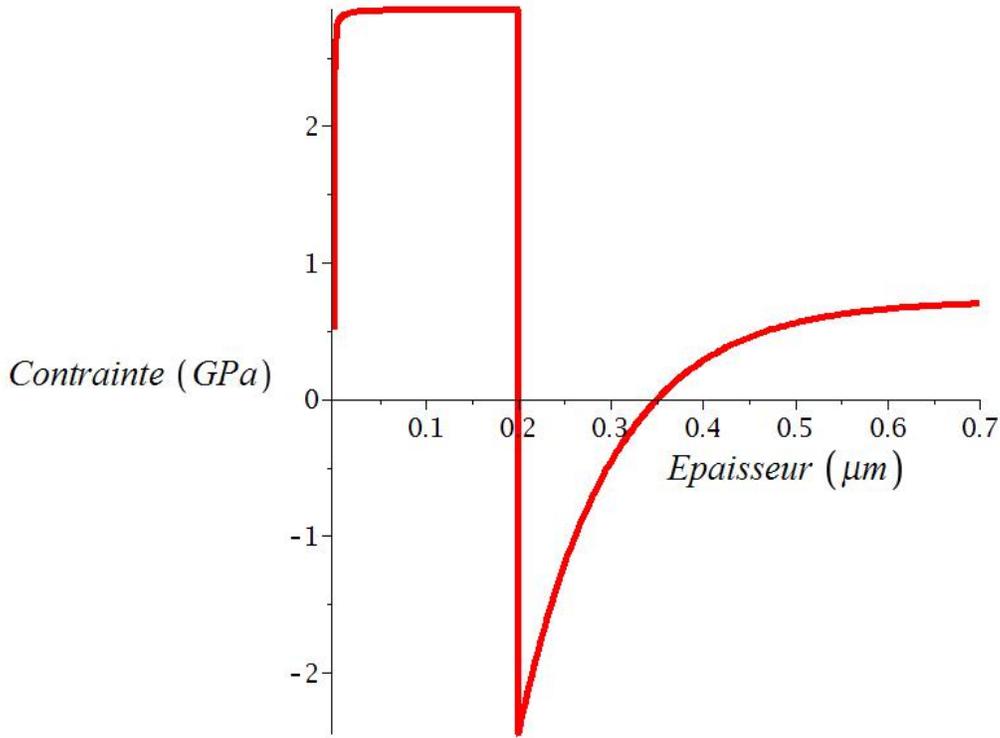


FIGURE 6.14: Courbe de la distribution de la contrainte dans une hétérostructure GaN(500nm)/AlN(200nm) à température ambiante. La contrainte de l'AlN calculée à partir du modèle 1 pour une courbure de la $K_{AlN}(h)=Ah+B$ alors que la contrainte dans le GaN est calculée à partir du modèle 2 pour une courbure exponentielle.

Les équations des contraintes dans les films AlN et GaN étant connues nous avons ensuite considéré la flexion résultante de la poutre comme étant égale à la somme des contributions de chacune des couches. Les interfaces sont alors considérées comme parfaitement abruptes et les équations d'équilibre de la poutre s'écrivent :

$$\begin{cases} Moment(R, b) = \sum_i Moment_i(R, b) \\ Force(R, b) = \sum_i Force_i(R, b) \end{cases} \quad (6.24)$$

$$\begin{cases} \int_0^{h_{AlN}} (T_{BTAlN}(z) - \frac{E_{AlN}(z-b)}{(1-\nu_{AlN})R})zdz + \int_{h_{AlN}}^{h_{GaN}} (T_{BTGaN}(z) - \frac{E_{GaN}(z-b)}{(1-\nu_{GaN})R})zdz = 0 \\ \int_0^{h_{AlN}} (T_{BTAlN}(z) - \frac{E_{AlN}(z-b)}{(1-\nu_{AlN})R})dz + \int_{h_{AlN}}^{h_{GaN}} (T_{BTGaN}(z) - \frac{E_{GaN}(z-b)}{(1-\nu_{GaN})R})dz = 0 \end{cases}$$

Les résultats de la mesure de déflexion par rugosimétrie optique d'un levier composé d'une structure GaN (500 nm)/ AlN (200 nm) sont présentés figure 6.15 et montrent une courbure négative d'une valeur de $-0.00267 \mu\text{m}^{-1}$. Lors du procédé technologique, la libération du levier est réalisée via une gravure isotrope du substrat par un plasma RIE SF_6 . La libération de tous les leviers est complète pour une profondeur gravée de 20 μm . La mesure de déflexion des leviers ne peut donc se faire que si leur flèche est inférieure à 20 μm . Pour s'assurer de respecter cette condition nous avons mesurer la déflexion des leviers de longueurs inférieures à 70 μm .

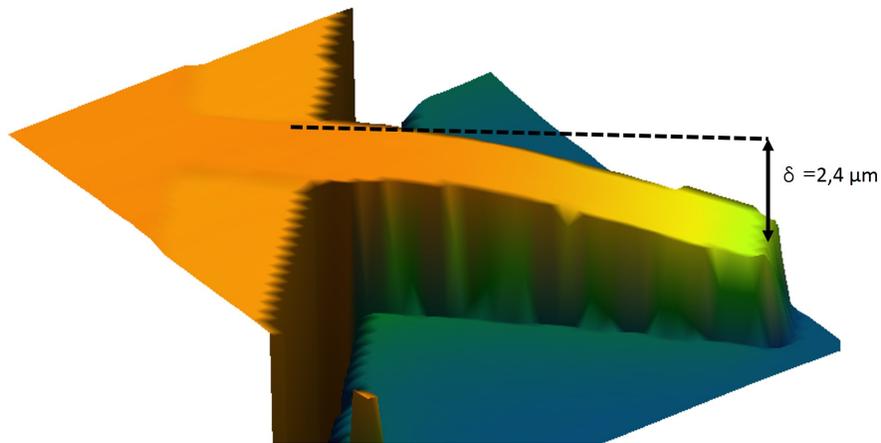


FIGURE 6.15: Image par rugosimétrie optique de la déflexion d'une poutre mono-encastree. L'image a été réalisée sur l'échantillon PTC700

Les résultats de la mesure optique de déflexion et les résultats des modèles sont présentés figure 6.16. La comparaison avec les mesures par rugosimétrie optique montre une bonne conformité entre les modèles et la déflexion mesurée optiquement. Malgré les nombreuses incertitudes de mesure et approximations décrites précédemment (mesures in-situ, comportement de l'AlN, paramètres élastiques à 900 °C), l'erreur minimale faite sur la valeur de la flèche est de 19%. En dépit de l'erreur importante faite sur la couche de nucléation d'AlN, l'erreur faite sur une hétéroépitaxie GaN/AlN est faible. La cinétique de relaxation du GaN sur l'AlN ainsi que les épaisseurs des couches (qui déterminent la position de l'axe neutre) sont donc les éléments principaux qui conditionnent la déflexion du levier.

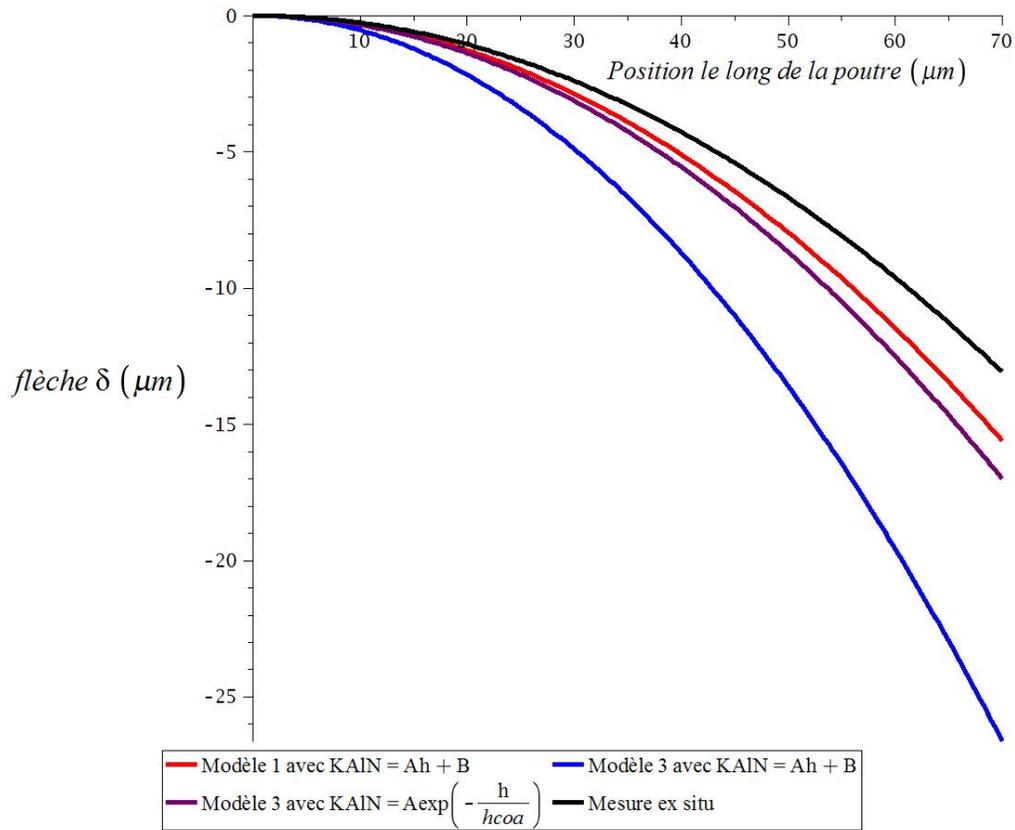


FIGURE 6.16: Déflexions théoriques et réelles (noire) d'un levier composé d'une structure GaN(500nm)/AlN(200nm). Les courbes bleu, rouge et violette correspondent aux résultats obtenus pour différentes modélisations de la couche d'AlN de nucléation.

Pour un levier long de 30 μm , la flèche calculée est de 1.99 μm pour une flèche mesurée de 2.90 μm . Grâce à ces résultats nous pouvons prédire que lors de la conception de leviers GaN(500 nm)/AlN(200 nm) avec une profondeur gravée lors de la libération de 20 μm , il faut que la longueur dessinée soit inférieure à 78 μm afin qu'ils ne touchent pas le substrat.

6.4 Calcul de la déflexion de poutres encastées-libres réalisées à partir de structures complexes

Par la suite nous avons éprouvé le modèle sur des structures plus complexes. Pour cela, nous avons étudié la couche PTC721 dont la mesure de courbure in situ est présentée sur la figure 6.17 :

— PTC721 : GaN(500nm)/AlN(100nm)/Al_{0.16}Ga_{0.84}N(280nm)/AlN(100nm)

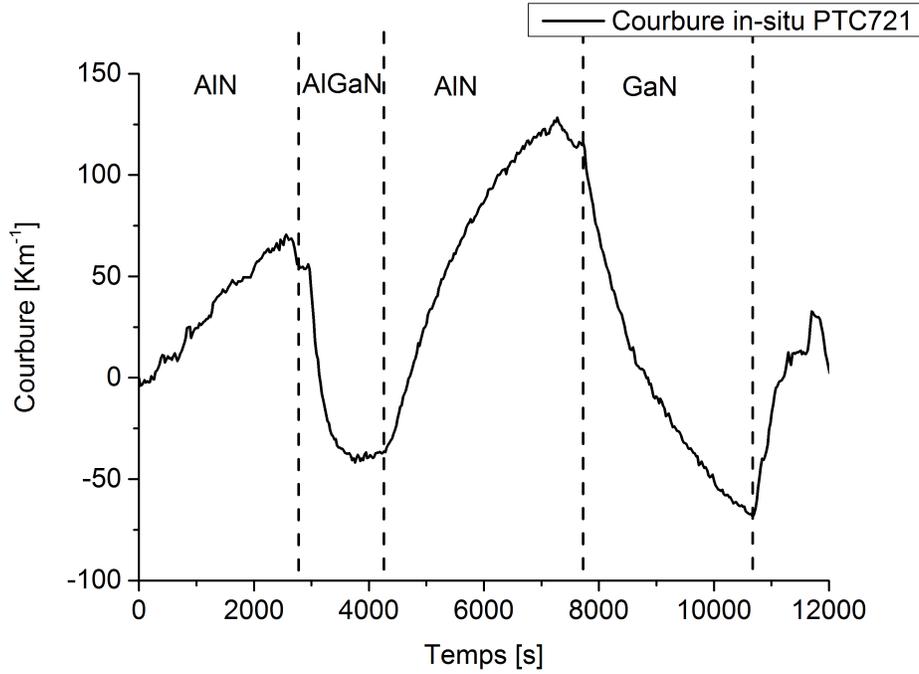


FIGURE 6.17: Courbures in-situ de l'échantillon PTC721

L'analyse de la courbure in-situ nous montre que le comportement de l'AlN intercalaire est très différent de celui de l'AlN de nucléation et suit clairement une fonction de type exponentiel. Cette évolution indique une relaxation progressive de la contrainte extensive dans la couche d'AlN par des mécanismes probablement similaires à la couche de GaN c'est à dire par la formation de boucles de dislocations et par la courbure de dislocations.

Afin de vérifier notre modèle nous avons choisi d'extraire la courbure de l'AlN de nucléation par une fonction affine et de calculer la contrainte dans cette couche avec le modèle 3. Les contraintes dans les couches supérieures, c'est à dire GaN(500nm)/AlN(100nm)/Al_{0.16}Ga_{0.84}N(280nm), sont calculées via le modèle 2 (eq. 6.7). La contrainte est alors de la forme :

$$T_{HT-AlN}(h) = A \frac{dK}{dh} + \frac{B}{h}$$

$$T_{HT-AlGaIn}(h) = \frac{E_s}{6(1-\nu_s)} \cdot h_s^2 \cdot \frac{dK_{AlGaIn\text{initiale}}}{dh} \cdot \exp\left(-\frac{h}{h_{AlGaIn}}\right)$$

$$T_{HT-AlN\text{intercalaire}}(h) = \frac{E_s}{6(1-\nu_s)} \cdot h_s^2 \cdot \frac{dK_{AlN\text{initiale}}}{dh} \cdot \exp\left(-\frac{h}{h_{AlN\text{intercalaire}}}\right)$$

$$T_{HT-GaN}(h) = \frac{E_s}{6(1-\nu_s)} \cdot h_s^2 \cdot \frac{dK_{GaN\text{initiale}}}{dh} \cdot \exp\left(-\frac{h}{h_{GaN}}\right)$$

On obtient une distribution de contraintes de la forme (fig. 6.18) :

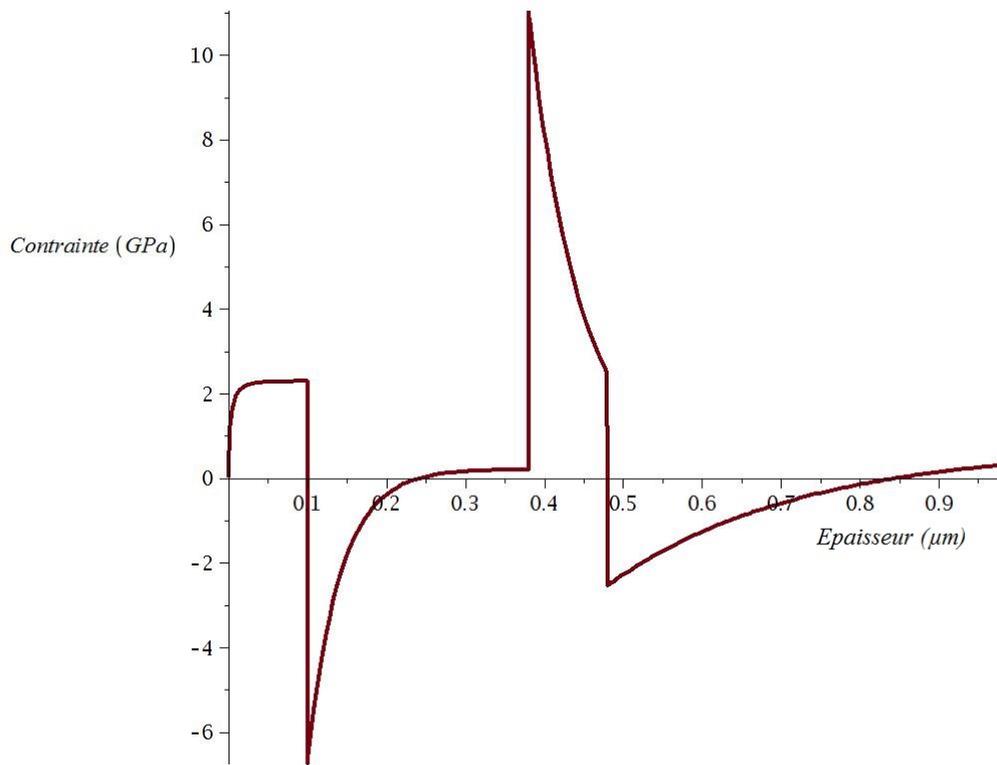


FIGURE 6.18: Évolution de la contrainte en fonction de l'épaisseur de l'échantillon PTC721.

Les mesures de déflexion de poutres libérées (fig 6.19) indiquent que la courbure d'un levier fabriqué sur PTC721 est de $-0.0015 \mu\text{m}^{-1}$. A partir des calculs exprimés ci-dessus, nous obtenons un rayon de courbure de $-0.0056 \mu\text{m}^{-1}$ conduisant à une erreur sur la valeur de la flèche de 88 % (fig 6.19).

Les différentes hypothèses ainsi que les différents modèles permettent d'avoir une bonne représentation du comportement mécanique d'un levier composé d'une hétérostructure. Ce résultat confirme aussi que la distribution de contrainte dans les couches autres que la couche de nucléation est avant tout dépendante de la contrainte en surface de l'échantillon.

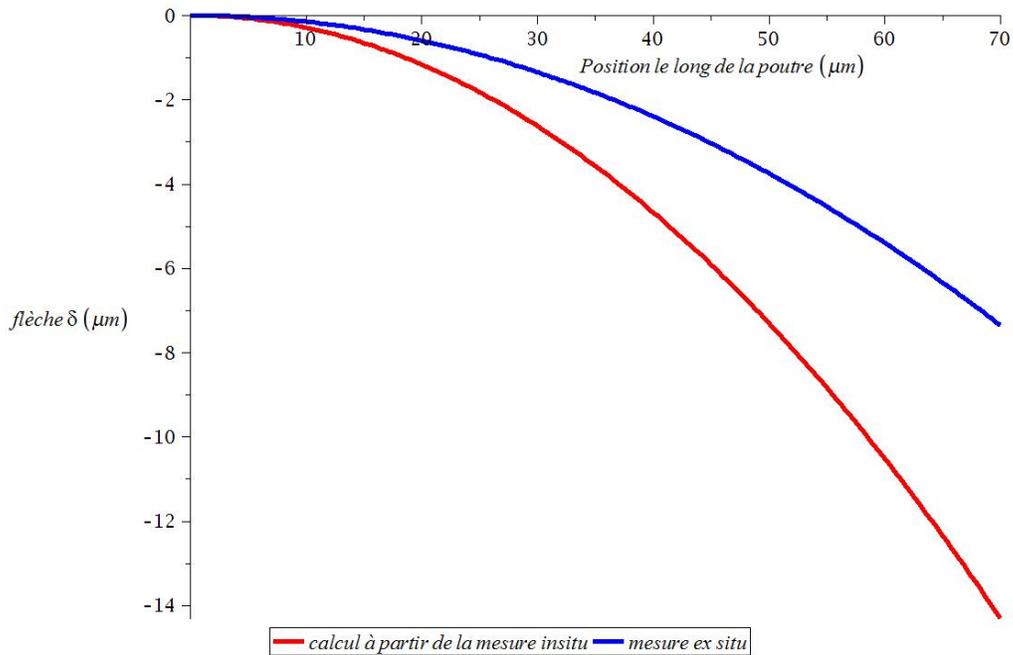


FIGURE 6.19: Comparaison des valeurs de déflexion de poutres expérimentales réalisées sur l'échantillon PTC721 et des valeurs théoriques

Pour des poutres de 30 μm fabriquées sur PTC721, la flèche mesurée est de $-1.35 \mu\text{m}$ contre $-2.3 \mu\text{m}$ pour des leviers sur PTC700. La comparaison des déflexions des leviers sur ces deux types de couches tampons met en avant l'intérêt des structures épaisses qui permettent de réduire la flèche des leviers. Cette diminution de la flèche sur les leviers fabriquée à partir de structure de type I peut s'expliquer par l'ajout des couches d'AlN intercalaire qui :

- Ajoute une distribution de contrainte qui s'oppose à celle du GaN
- Augmente l'épaisseur de la structure et réduit l'impact de la contrainte à l'interface AlN/Si.

La conception de leviers à partir des structures de type I dont les longueurs vont jusqu'à 115 μm est possible.

6.5 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons exposé les différents modèles utilisés pour déterminer la déflexion d'une poutre mono-encastree à base de GaN. La complexité des résolutions analytiques des différents modèles envisagés nous a conduit à calculer la contrainte à partir de la dérivée de la fonction de Stoney. Pour un levier de 70 μm les flèches calculées sont de $-15 \mu\text{m}$ pour une structure de type PTC700 contre une flèche mesurée de $-13 \mu\text{m}$; pour une structure de type I (PTC721) la flèche calculée est $-13 \mu\text{m}$ alors que la mesure donne une flèche de $-7.3 \mu\text{m}$. La conception de leviers à partir de couches tampons épaisses est moins contraignante car l'ajout de couches intercalaires permet de compenser les différents gradients des couches et de réduire les flèches des leviers. Cependant, la contrainte résiduelle en compression dans les structures épaisses de type I peut induire un flambage des poutres bi-encastrees.

Troisième partie

Fabrication et caractérisations des résonateurs

Chapitre 7

Procédé technologique

7.1 Conception des résonateurs

L'objectif à long terme de ce projet est de miniaturiser les capteurs résonants MEMS afin d'améliorer leur sensibilité. Au début de cette étude nous nous étions donnés pour objectifs d'atteindre les dimensions $L \times W \times e = 5 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m} \times 0.5 \mu\text{m}$. Dans la partie II nous avons présenté les travaux qui visent à atteindre l'épaisseur de 500 nm souhaitée. Ici, nous nous intéressons aux problèmes liés à la fabrication des résonateurs.

Les difficultés liées à la miniaturisation des résonateurs viennent de la limite en résolution des étapes de lithographie, de dépôt et de gravure qui demandent de développer à la fois les étapes technologiques et les architectures des composants. Au cours de cette thèse nous nous sommes intéressés aux problèmes liés aux architectures des résonateurs et plus particulièrement à celles des transducteurs qui devront pouvoir être intégrés sur des poutres de 5 μm de long et 1 μm de large. La première étape avant d'aller vers les dispositifs miniaturisés consiste donc à concevoir des résonateurs de dimensions plus standard afin d'étudier :

1. le comportement des hétérostructures ultra minces durant les différentes étapes du procédé
2. les performances des composants en fonction de leur architecture.

L'autre enjeu derrière la fabrication des résonateurs est de mettre en avant la plus value des structures minces par rapport aux structures sur couches tampons épaisses.

Ce chapitre expose les différentes étapes du procédé technologique qui a été conçu dans le but d'étudier les architectures compatibles avec la miniaturisation du composant. Le masque réalisé au cours de cette thèse comporte quatre géométries de poutres bi-encastées sur lesquelles différents actionneurs et détecteurs sont fabriqués. Les dimensions utilisées sont : $L = 140 \mu\text{m}$, $200 \mu\text{m}$ et $400 \mu\text{m}$ et $W = 20 \mu\text{m}$, $24 \mu\text{m}$ et $40 \mu\text{m}$ (fig. 7.1).

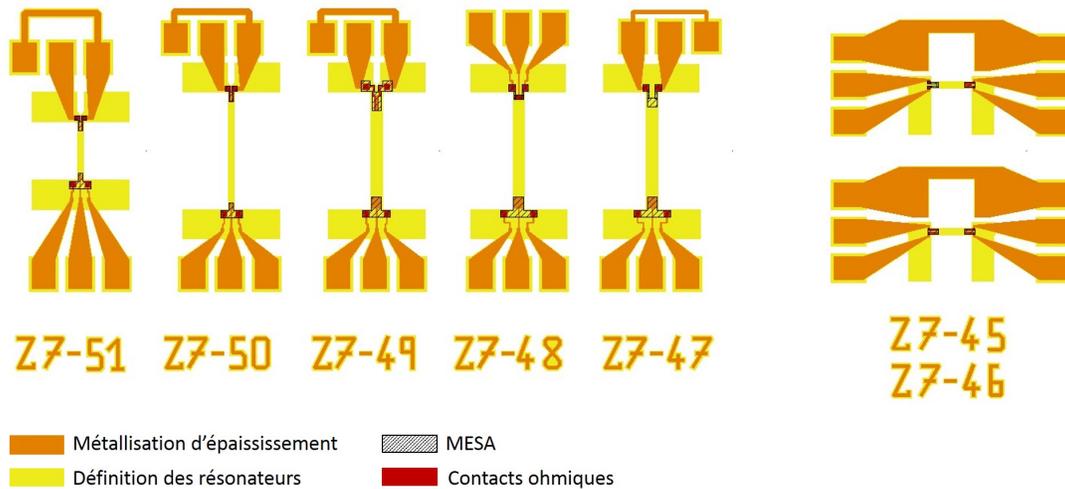


FIGURE 7.1: Masque numérique conçu pour la fabrication des résonateurs MEMS. Chaque couleur représente un niveau de lithographie.

7.1.1 Architectures des actionneurs

Pour les actionneurs, nous avons défini deux types de transducteur : les actionneurs piézoélectriques classiquement employés (fig. 7.2a) dans la réalisation de résonateurs en GaN [167] et des actionneurs thermiques. Pour ces derniers, les actionneurs sont constitués de deux contacts ohmiques positionnés de telle sorte que les lignes de courant soient perpendiculaires à la poutre (fig. 7.2b). La réalisation technologique de ces deux types de transducteurs sur des poutres de 1 μm de large ne pose pas de problème particulier.

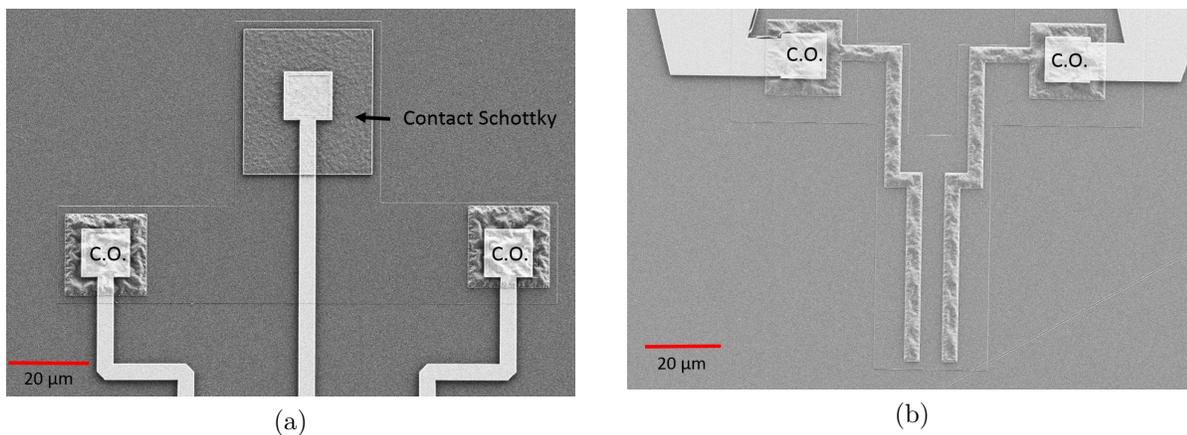


FIGURE 7.2: Images MEB des différents actionneurs (a) piézoélectrique et (b) thermique. C.O. = Contact Ohmique Ti/Al/Ni/Au diffusé par un recuit rapide

7.1.2 Architectures des détecteurs

Initialement, la détection était assurée par un R-HEMT qui présente l'avantage de fournir un étage d'amplification directement sur le résonateur ce qui permet entre autre d'améliorer le

rapport signal sur bruit. Cependant, au contraire des actionneurs, le motif de détecteur R-HEMT jusqu'alors utilisé n'est pas adapté à la miniaturisation. En effet, lors de la fabrication il est nécessaire de déposer la grille et la source sur une zone libérée. La réalisation de ces pistes métalliques sur une poutre de 1 μm de large est problématique car on atteint des dimensions très faibles (fig. 7.3a). Pour pallier ce problème, nous avons dans un premier temps conçu un R-HEMT dont seule la grille passe sur la poutre (fig. 7.3b).

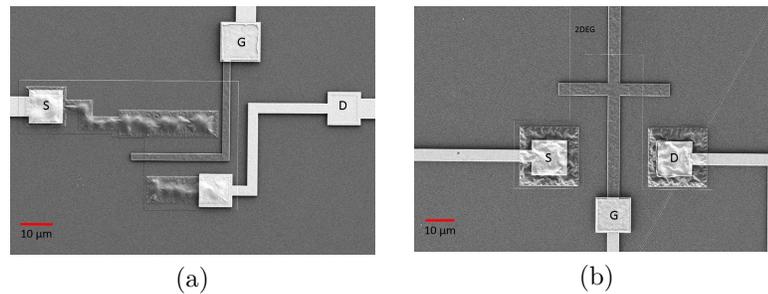


FIGURE 7.3: Images MEB avant libération (a) de l'architecture d'un R-HEMT précédemment utilisé (b) optimisé pour des résonateurs de 1 μm de large. Les images correspondent à des poutres de 40 μm de large. C.O. = Contact Ohmique Ti/Al/Ni/Au diffusé ; S = Source des HEMTs ; G = Grille des HEMTs ; D = Drain des HEMTs

Une autre solution est de déplacer l'étage d'amplification hors de la poutre comme l'équipe de M. Rais-Zadeh l'a proposé [23]. En faisant ainsi il est possible de réduire l'encombrement du détecteur en réduisant le nombre de pistes électriques sur la poutre. Deux architectures différentes ont alors été réalisées avec des géométries conçues de telle sorte que le courant circule, soit parallèlement à la longueur de la poutre (fig. 7.4b) soit perpendiculairement à celle-ci (Fig. 7.4a). Enfin la dernière architecture consiste à éliminer toutes les lignes métalliques de la poutre et d'assurer la détection par une piézorésistance formée par le gaz 2D (fig. 7.4c).

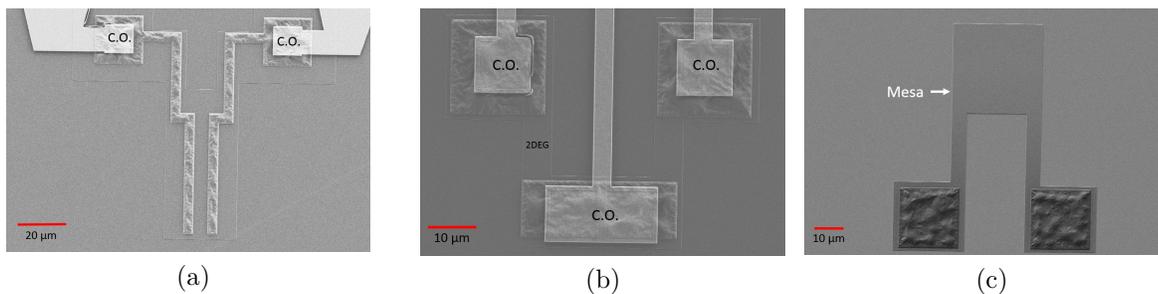


FIGURE 7.4: Images MEB des différentes architectures de piézorésistances étudiées. Les designs correspondent à des poutres de 40 μm de large. C.O. = Contact Ohmique Ti/Al/Ni/Au diffusé

7.2 Présentation générale du procédé

Les différentes étapes successives du procédé ainsi que leurs rôles sont présentés dans le tableau 7.1 et illustrés par les figures 7.5. Dans la suite de ce chapitre nous reviendrons sur les principales étapes technologiques qui ont été développées.

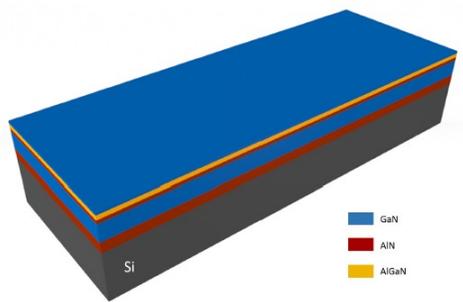
Tableau 7.1: Description des principales étapes technologiques entrant dans la fabrication des résonateurs sur structure AlGa_N/Ga_N avec buffer mince

Intitulé des étapes	Description	Figure
Gravure des marques d'alignement	Définition des réticules et des marques d'alignement pour la lithographie électronique et optique	a
Dépôt des contacts ohmiques	Les contacts en Ti/Al/Ni/Au sont déposés par évaporation sous vide et recuits dans un four à recuit rapide (Rapid Thermal Annealing) à 850 °C pendant 30 s	b
Gravure des MESAS d'isolation	Isolation électrique des composants par gravure plasma ICP d'une MESA de 50 nm de profondeur	c
Dépôt des grilles des R-HEMTs et des contacts Schottky d'actionnement	Les contacts Schottky en Ni/Al/Ni sont déposées par évaporation sous vide	d
Passivation	Dépôt d'une couche de passivation de 50 nm de SiN par PECVD à 340 °C	
Ouverture de la passivation	Ouverture de la passivation au niveau des plots de contact. L'ouverture se fait par une gravure RIE par plasma SF ₆	
Epaississement métallique	Dépôt par évaporation des lignes d'accès et des plots de contacts en Ti/Au	
Gravure "profonde" des III-N	Définition des résonateurs par gravure de l'intégralité des couches de nitrures et de 250 nm du substrat Si. Cette gravure se fait par un plasma ICP Cl ₂ /Ar	e
Libération des résonateurs	Libération des structures mécaniques par gravure chimique isotrope en phase gazeuse XeF ₂ en face avant du substrat Si. Le dessin des ouvertures est prévu pour limiter la sous gravure des ancrages.	f

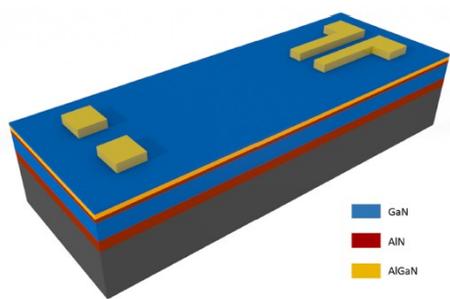
RIE : Reactive Ion Etching

ICP : Inductive Coupled Plasma

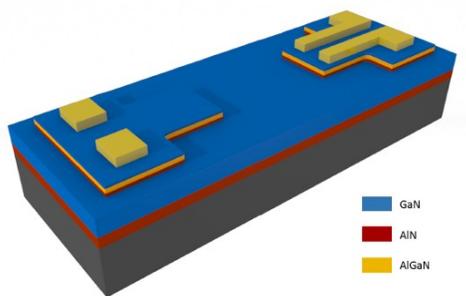
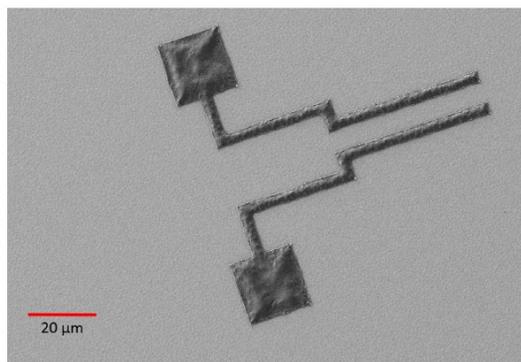
PECVD : Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition



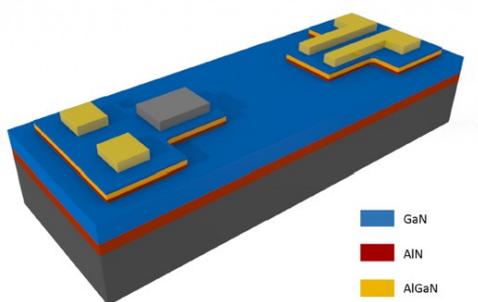
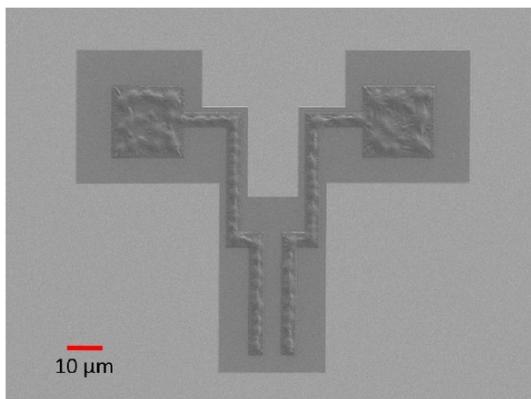
(a)



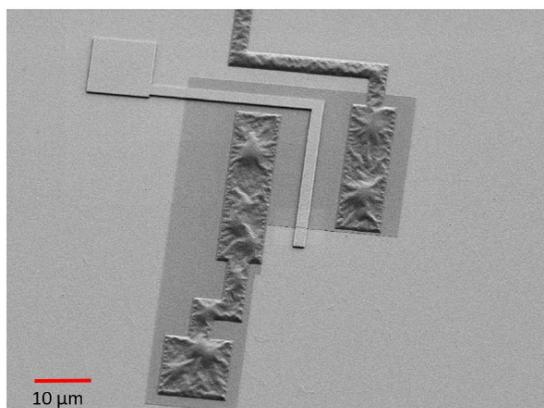
(b)



(c)



(d)



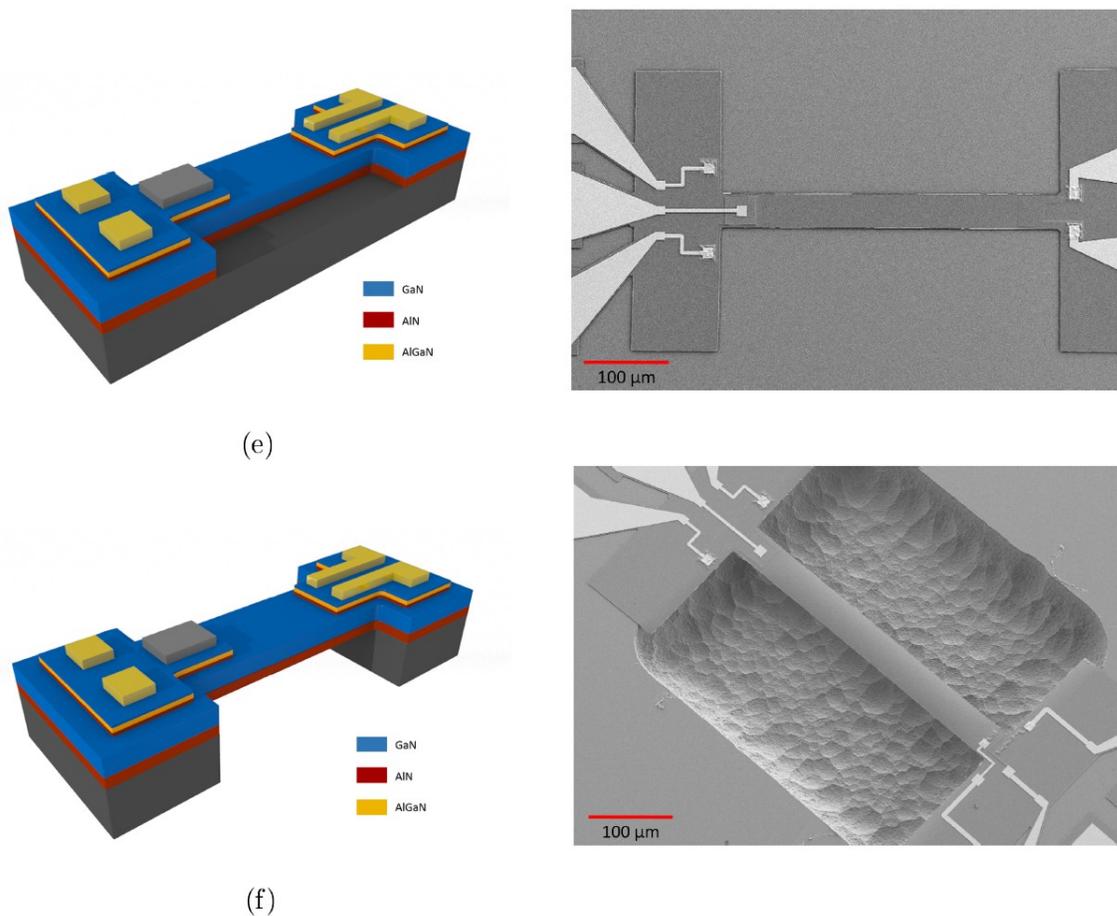


FIGURE 7.5: Schéma des principales étapes du procédé technologique. (a) Gravure des marques d'alignement pour les étapes de lithographie électronique. (b) dépôt et recuit à 850°C des contact ohmique Ti/Al/Ni/Au définis par lift-off. (c) Gravure des MESAs d'isolation. (d) dépôt des contact Schottky Ni/Al/Ni définis par lift-off. (e) Définition des résonateurs par gravure de l'ensemble des couches tampons III-N. (f) Libération des résonateurs par gravure au XeF_2 du substrat Si sous la poutre.

7.2.1 La lithographie électronique

Les différentes étapes du procédé technologique reposent sur le transfert de motifs sur l'échantillon via les étapes de lithographie. Dans le cadre de ce travail, ces étapes sont réalisées par lithographie électronique. Avant d'entrer dans les détails de la fabrication des MEMS et afin de mieux comprendre les problématiques liées à la réalisation d'une étape technologique, il nous semble important d'expliquer le fonctionnement d'une écriture électronique.

Le principe de la lithographie électronique repose sur l'exposition d'une résine électro-sensible à un faisceau d'électrons accélérés. La particularité de cette technique, comparée à la technique optique, vient du diamètre du spot du faisceau d'électrons qui est de seulement quelques nanomètres. La faible dimension du faisceau fait du masqueur électronique l'outil le plus performant pour réaliser des structures atteignant des dimensions de l'ordre de quelques nanomètres. La précision d'écriture permet aussi de réaliser des alignements entre les différents niveaux avec une précision d'une dizaine de nanomètres. Pour arriver à de telles dimensions des jeux de

bobines et lentilles sont placés le long de la colonne entre le canon à électrons et l'échantillon (fig. 7.6). Parmi ces éléments, les lentilles en haut de la colonne servent à aligner et focaliser le faisceau sur l'échantillon. Ensuite, les lentilles L1 et L2 servent à régler le courant du faisceau. Par analogie, elles correspondent au zoom d'un microscope optique. La partie suivante de la colonne est appelée blanking. Cette zone sert à couper le faisceau d'électrons en appliquant un champ électrique transverse. Elle permet de déplacer l'échantillon sans risque d'écriture sur la résine. Enfin le dernier jeu de bobines sert à défléchir le faisceau afin d'écrire sur différentes zones du substrat.

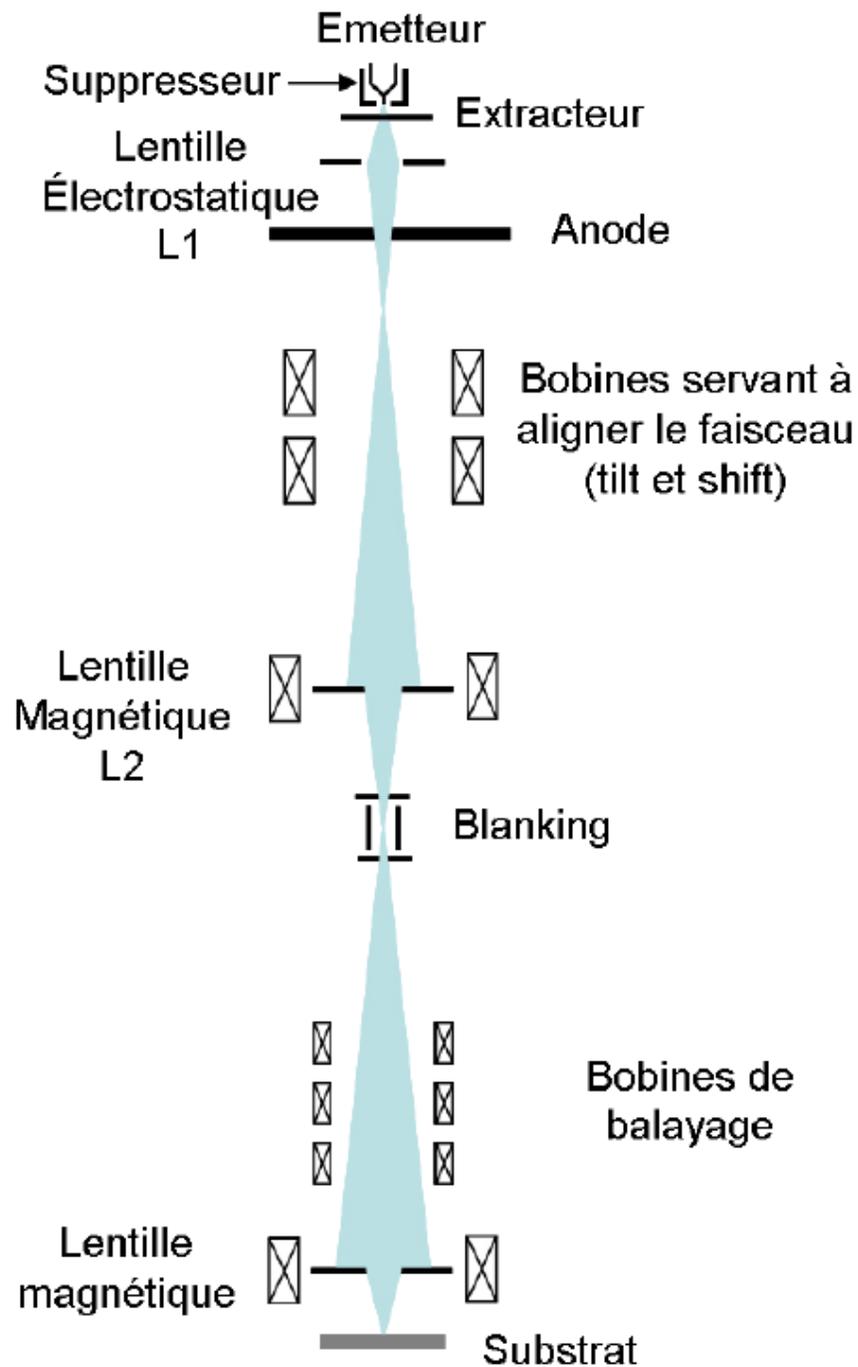


FIGURE 7.6: Schéma de la colonne du masqueur électronique

Le procédé de lithographie électronique ne comporte pas de masque physique. Il est remplacé par un masque numérique paramétré par l'utilisateur puis traduit afin d'être interprété par le masqueur. L'écriture se fait via le déplacement du faisceau sur l'échantillon grâce à deux mécanismes :

- Le premier mécanisme consiste à défléchir le faisceau via les bobines de balayage. Lors du paramétrage du masque numérique, l'utilisateur vient définir une dimension, appelée

taille de champ. Ce paramètre détermine la surface sur laquelle les motifs ne seront écrits que par déflexion du faisceau. Afin de conserver une haute précision tout en augmentant la vitesse d'écriture, chaque champ est ensuite découpé en trapèzes ce qui permet d'utiliser deux niveaux de déflexion indépendants. Le premier, permet de réaliser la déflexion principale au sein du champ. La déflexion engendrée est importante et le temps imparti est assez long. L'écriture des trapèzes ne nécessitant pas de grandes déflexions, celle-ci est assurée par un second jeu de bobines permettant de réaliser de faibles déflexions plus rapidement.

- Le deuxième mécanisme consiste à déplacer la platine sur laquelle l'échantillon est positionné. Lorsqu'un champ est écrit, la platine se déplace pour écrire le suivant.

L'utilisation de ces mécanismes requiert une écriture séquentielle des motifs et demande des temps d'écriture pouvant dépasser plusieurs heures. A cause de ces temps d'écriture longs, les rendements de productions présentés par cette technologies sont faibles et impactent le coût des dispositifs. L'emploi de cette technologie se fait donc principalement dans les laboratoires. Notons toutefois que des systèmes multi faisceaux ont été développés pour rendre cette technologie plus compétitive.

7.3 Développement du procédé de fabrication

Dans cette partie nous nous intéresserons aux développements des étapes technologiques apportés au cours de cette thèse. La fabrication de MEMS sur GaN s'étant développée depuis une dizaine d'années de nombreuses étapes ont déjà été optimisées [167]. Des premières briques technologiques comme les dépôts des contacts métalliques par évaporation, les recettes de gravure par plasmas chlorés ainsi que la gravure du substrat par XeF_2 avaient déjà fait l'objet d'études. Une grande partie du procédé a pu être réalisée à partir de briques existantes en les adaptant aux nouvelles structures minces. Certains paramètres comme l'épaisseur des résines utilisées, les temps et vitesse de gravure ou encore les durées des recuits ont donc été modifiés. L'adaptation du procédé aux structures minces a rencontré les difficultés suivantes :

- La faible épaisseur des couches tampons et leur forte contrainte résiduelle rendent les échantillons fragiles. L'utilisation de certains outils comme les ultrasons peut entraîner la formation ou la propagation de fissures sur l'échantillon entraînant la casse des poutres lors de la libération. C'est par exemple le cas de l'échantillon PTC700.
- La grande variété de couches tampons utilisées. Les différentes compositions et structures de barrière et de couches tampons ont demandé une adaptation permanente du procédé. De plus, il était parfois difficile de discriminer les effets dus au procédé de fabrication de ceux dus aux propriétés du matériau. Parmi ces effets, les plus notables sont :
 - La reproductibilité des contacts ohmiques dont les valeurs des résistances dépendent aussi bien des compositions et épaisseurs des barrières que des procédés de dépôt et recuit rapide.
 - Les propriétés des contacts Schottky dépendent eux aussi des conditions de dépôt et des propriétés de la barrière AlGaIn.
 - La gravure des résonateurs qui nécessite la gravure totale des matériaux III-N. Pour rendre cette étape compatible avec chacun des échantillons, il a fallu utiliser une épaisseur de résine compatible avec la gravure des couches tampons dont l'épaisseur peut varier de 500 nm à 1 μm . De ce fait, une épaisseur de résine de 3 μm est

nécessaire. Pour certains motifs les rapports d'aspect se sont avérés importants (1 μm d'ouverture pour 3 μm de résine) rendant la lithographie difficile.

La plupart des étapes de lithographie de ce procédé ont été réalisées par lithographie électronique (E-beam). L'avantage de cette technique par rapport à la lithographie optique est qu'elle ne nécessite pas de masque physique. Elle permet d'avoir une plus grande flexibilité dans la conception des masques. De plus, les résolutions maximales sur GaN atteintes à l'IEMN sont de l'ordre de 70-100 nm soit 10 fois meilleures qu'avec la lithographie optique. Comme expliqué précédemment cet outil peut cependant être très chronophage. Afin de réduire au maximum les temps d'écriture, nous avons utilisé deux types de résine : l'UV210 et l'AZ9260 (Microchemicals). Ces résines optiques positives présentent l'avantage d'être électro-sensibles et de ne nécessiter qu'une dose¹ relativement faible d'énergie pour réagir. Ainsi, les temps d'écriture varient de quelques minutes à quelques dizaines de minutes en fonction des étapes.

7.3.1 Optimisation des enchainements des étapes

Notre procédé de micro fabrication de composants MEMS requiert l'intégration de huit niveaux technologiques. Les alignements des différents niveaux, demandant des précisions parfois inférieures au micromètre, ont nécessité l'usage de la lithographie électronique. Mis à part l'optimisation et le contrôle de chacune de ces étapes technologiques, l'intégration des étapes dans le procédé représente un point clé. C'est en optimisant les enchainements que l'on va assurer la reproductibilité et le bon fonctionnement du dispositif. Dans cette partie, nous présenterons donc les différents points optimisés qui visent à développer l'intégration des étapes entre elles.

7.3.1.1 Gravure des marques d'alignement

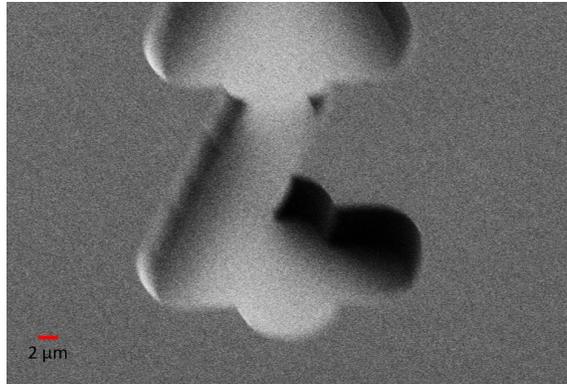
La première étape du procédé de fabrication consiste à définir les marques d'alignement que ce soit pour la lithographie optique ou électronique. Une marque d'alignement pour la lithographie électronique est un carré de 8 μm x 8 μm . On distingue alors deux types de marques, les marques dites positives qui sont réalisées par dépôt d'un métal sur le substrat et les marques dites négatives qui sont gravées dans le matériau. A l'IEMN, les marques électroniques sur matériau III-N étaient des marques positives. Cependant, les étapes de métallisation et de gravure du procédé technologique les endommageaient et rendaient leur détection plus difficile voire parfois impossible. Un des premiers travaux de cette étude a été de développer la réalisation de marques négatives.

Pour que ces marques soient détectables, il faut graver 1 μm de matériau. Dans le cas des structures minces étudiées, ce choix est d'autant plus intéressant que la gravure de 1 μm de profondeur permet d'atteindre le substrat de Si. Ainsi, un contraste dû au matériau vient s'ajouter à la différence d'épaisseur et favorise la détection des marques. Cette étape permet aussi de calibrer la vitesse de gravure du matériau avant les gravures des MESAS et des résonateurs qui sont plus délicates.

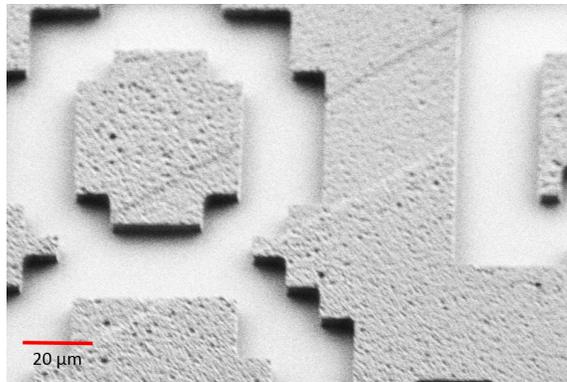
Pour réaliser cette étape, nous avons utilisé la résine AZ9260 (Microchemicals) qui peut être déposée sur une importante plage d'épaisseurs allant de 3 μm à 7 μm . Dans notre cas nous avons utilisé une épaisseur de 5 μm ce qui nous assure une marge de sécurité suffisante lors

1. Quantité d'énergie par unité de surface en $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ qu'il faut apporter à la résine pour modifier ses liaisons chimiques. Dans le cas des résines dites positives, l'exposition aux UV ou au faisceau d'électrons provoque une rupture des liaisons chimiques. Lors du développement la résine exposée est donc éliminée

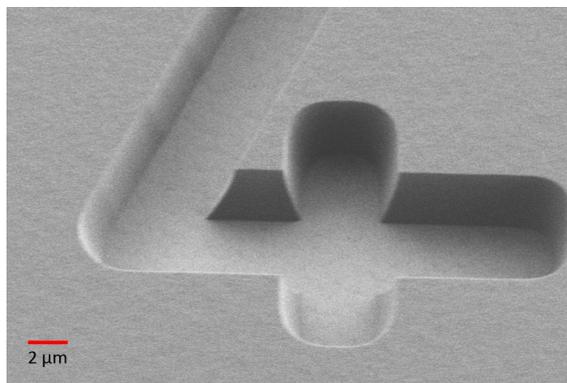
de la gravure. La spécificité de cette résine est qu'elle nécessite un long temps de relaxation après exposition. Lors d'un procédé de lithographie électronique ce temps va être crucial car il va grandement influencer le profil dans la résine lors du développement (fig. 7.7).



(a) Développement de la résine AZ 9260 après $T_{\text{relaxation}} = 0$



(b) Développement de la résine AZ 9260 après $T_{\text{relaxation}} = 1 \text{ h}$



(c) Développement de la résine AZ 9260 après $T_{\text{relaxation}} \geq 2 \text{ h}$

FIGURE 7.7: Images MEB des flancs de la résine après développement dans une solution de AZ 400K MIF diluée dans de l'eau déionisée (EDI) (proportion 1 :1) pour différents temps de relaxation après exposition

Comme on peut le constater sur les figures 7.7, après révélation dans une solution aqueuse de AZ400K MIF dans les proportions (1 :1), les motifs sont mieux définis et les flancs de résine plus verticaux pour un temps de relaxation d'une heure. Cependant, l'aspect rugueux de la résine en surface témoigne d'un développement non maîtrisé qui a parfois mené à la formation de fissures dans la résine. Cette rugosité de la résine est attribuée à la concentration importante de la base AZ400K dans la solution aqueuse utilisée pour le développement des motifs après exposition. A cause de cette réaction entre la résine et le développeur, la reproductibilité de l'étape n'était pas assurée. Pour pallier cela nous avons opté pour un temps de relaxation supérieur à 2h et une solution de développement composée de 1 volume de AZ400K pour deux volumes d'eau dé-ionisée (EDI). La plus grande dilution de la base permet d'éviter la formation de fissures dans la résine tout en améliorant la définition des motifs grâce à un meilleur contrôle lui même dû à une vitesse de développement plus faible. Les figures 7.8 a et b montrent le résultat après révélation, l'agrandissement sur une marque d'alignement électronique (fig. 7.8b) nous confirme que les dimensions obtenues correspondent bien aux dimensions souhaitées lors de la conception. Après gravure les cotes des marques (fig. 7.9a) sont respectées et les flancs de gravure sont suffisamment nets (fig. 7.9b) pour être détectés par le masqueur lors d'une lithographie électronique.

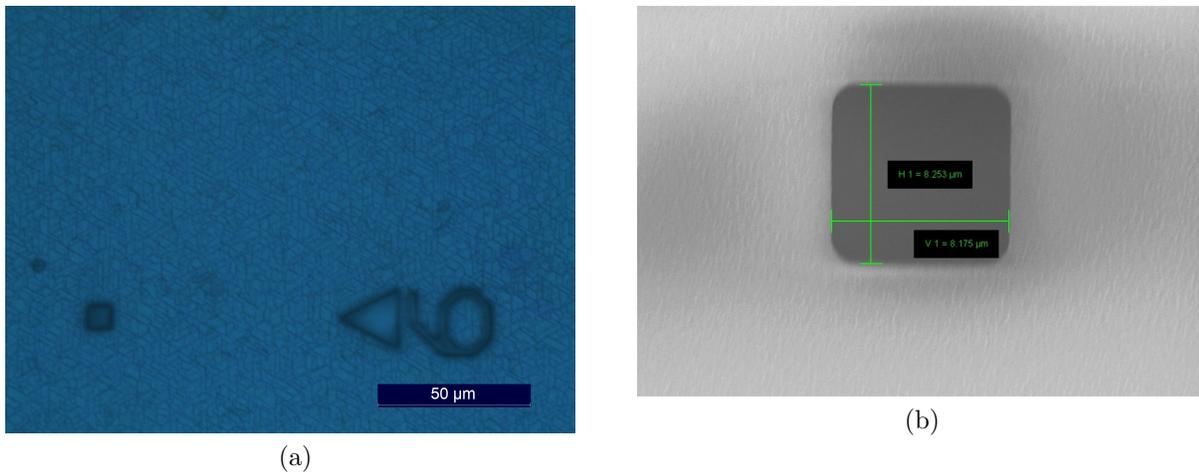


FIGURE 7.8: (a) Image de microscopie optique de la résine avant gravure d'une marque d'alignement de 8 µm x 8µm (b) images MEB de cette même marque

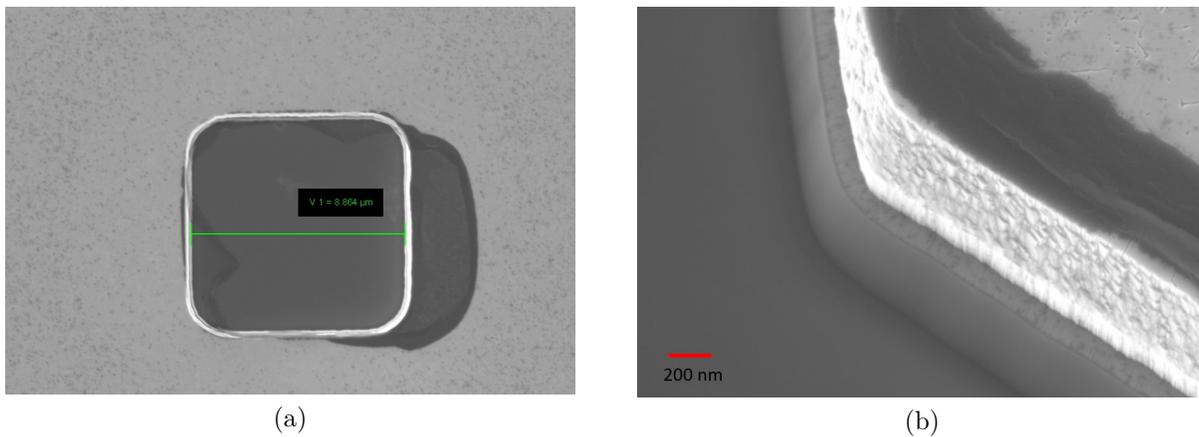


FIGURE 7.9: Images MEB de la marque d'alignement électronique de $8\ \mu\text{m} \times 8\ \mu\text{m}$ après gravure de $1\ \mu\text{m}$ par un plasma Cl_2/Ar (a) vue plane (b) vue oblique du flanc de gravure

7.3.1.2 Délaquage des échantillons après les étapes de gravure chlorée

Comme on peut le voir dans le tableau 7.1 la fabrication de MEMS repose en partie sur la gravure anisotrope des couches de matériaux III-N et ce tout au long du procédé. Pour cela, des étapes de gravure sèche dans des réacteurs ICP (Inductively Coupled Plasma) ont été développées. Ces recettes utilisent un plasma Cl_2/Ar qui permet d'obtenir des motifs avec des grands rapports d'aspect. Le problème que pose ce type de plasma provient des réactions chimiques qui se produisent lors de la gravure. Les produits de réaction formés par l'interaction entre le plasma et la résine sont non volatiles et viennent se déposer à la surface de l'échantillon et sur les flancs de gravure (fig. 7.10).

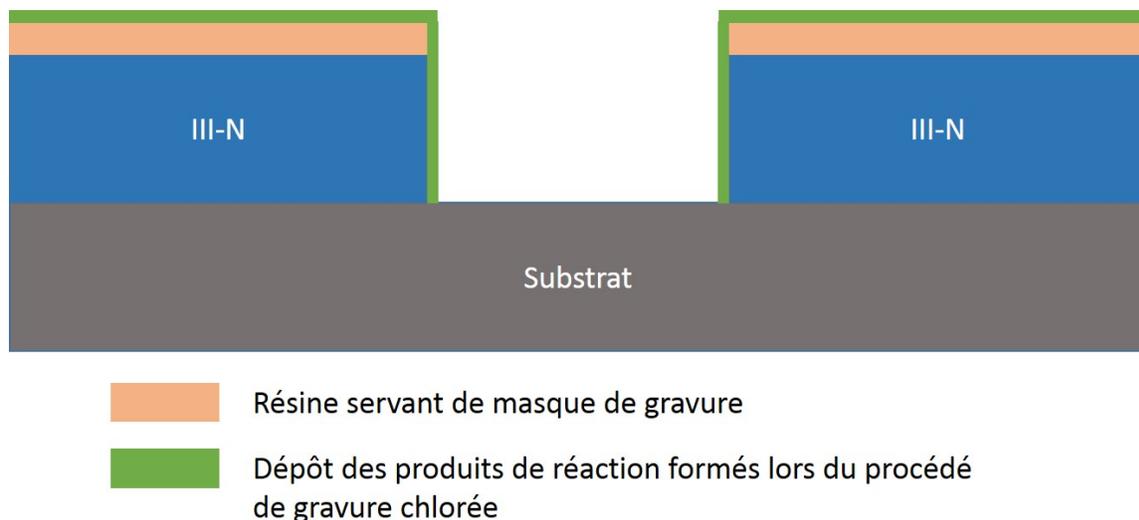


FIGURE 7.10: Schéma du redépôt des produits de réaction entre la résine et le plasma lors d'une gravure sèche par un plasma chloré

Les procédés de délaquage chimique usuels à l'IEMN consistent en une attaque chimique pendant 2 h de la résine par un solvant, le SVC-14, chauffé à $70\ ^\circ\text{C}$ et/ou une attaque par une base, l'EKC 265, elle aussi chauffée à $70\ ^\circ\text{C}$. Le délaquage de la résine peut être facilité

par l'utilisation de bain à ultrasons². Cependant, les résidus issus de la gravure chlorée sont très stables et ne s'éliminent pas totalement lors de ces étapes. En effet, ces résidus restent en suspens dans le solvant et viennent se redéposer sur la surface de l'échantillon et sur les flancs de gravure (fig. 7.11b et 7.11a).

La présence de ces résidus nuit à la réalisation des étapes technologiques qui suivent et aux performances du résonateur final (dégradation des contacts métalliques, définition des motifs gravés...) [168]. Afin de favoriser l'enchaînement entre les différentes étapes il est donc nécessaire de développer une méthode de délaquage spécifique.

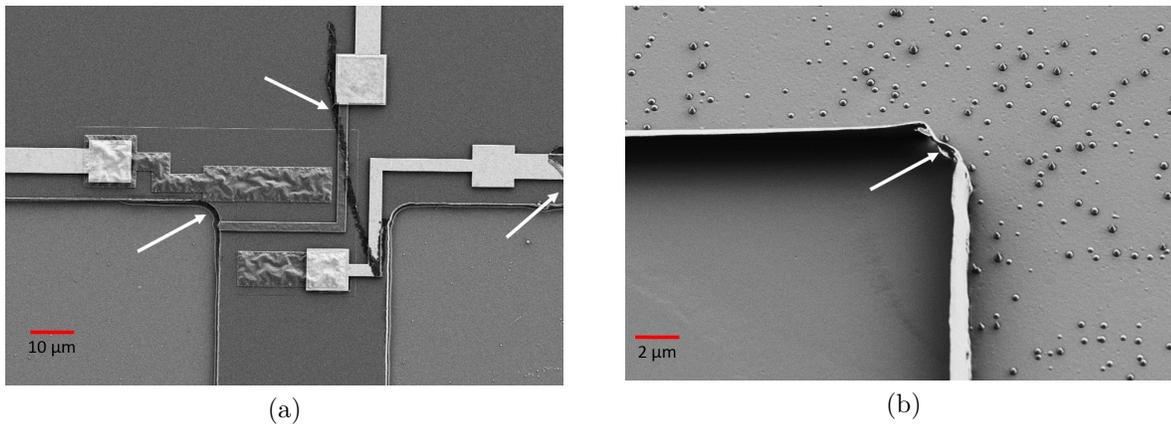


FIGURE 7.11: Images MEB après 5h dans une solution de removeur SVC-14 (70°C) puis 20 min dans un bain d'EKC 265 (70°C) (a) d'un dispositif HEMT (b) d'un flan de gravure (les flèches blanches pointent les résidus de résine)

Dans l'industrie de la microélectronique silicium, un plasma d'oxygène excité sous micro-ondes est utilisé pour nettoyer la surface des échantillons et permet, entre autre, d'éliminer ces résidus. Son emploi sur des structures HEMTs AlGa_N/Ga_N reste cependant néfaste. En effet, lors du nettoyage par plasma micro-ondes, de l'oxygène est implanté en surface et dégrade fortement la résistance de feuille du 2DEG (tab. 7.2) [169]. Par conséquent, les contacts ohmiques et Schottky s'en trouvent eux aussi fortement impactés.

2. Rappel : L'usage d'ultrasons sur des hétérostructures fines dont la contrainte résiduelle en tension est importante peut être source de formation de fissures

Tableau 7.2: Caractéristiques de transport du gaz 2D des échantillons PTC 749 et T2614 mesurés par effet Hall et résistances de contact calculées à partir des mesures TLM sur l'échantillon avec et sans procédé de nettoyage par plasma micro-ondes O_2

	Mobilité	densité de porteur ($\times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$)	Résistance de feuille Rsh (Ω/sq)	Résistance de contact Rc ($\Omega.\text{mm}$)
PTC 749 (GaN(3nm)/AlN(3nm)/GaN(500nm)/AlN(200nm)/Si)				
T2614 (GaN(3nm)/AlGaIn(20nm)/AlN(1.5nm)/GaN(500nm)/GaN(300nm)/Si)				
PTC 749 sans plasma O_2 micro-onde	394	10	1550	0,82
PTC 749 avec plasma O_2 micro-onde	50	5,5	19410	Non mesurable
T2614 sans plasma O_2 micro-onde	1111	11	509	0,87
T2614 avec plasma O_2 micro-onde	1320	9	525	1,58

Afin d'optimiser le procédé de délaquage deux options ont été étudiées :

- L'utilisation d'une autre chimie de plasma :
 - $Cl_2/CH_4/Ar$
- L'utilisation combinée d'un plasma O_2 et d'un délaquage chimique.

Pour la première solution nous avons choisi de modifier la chimie de plasma en ajoutant du méthane CH_4 qui est utilisé dans la fabrication de diode en nitrures et qui permet d'obtenir des flancs droits tout en favorisant la formation de résidus volatiles [170].

En utilisant de faibles flux de gaz, Cl_2 (13sccm)/ CH_4 (2sccm)/ Ar (2sccm), et une pression de 3mT dans la chambre de gravure, nous avons pu obtenir des profils de gravure similaires à ceux obtenus par une gravure Cl_2/Ar (fig. 7.12a). Cependant, après un délaquage chimique (SVC-14 + EKC265) les échantillons gravés présentaient toujours des résidus de résine (fig.7.12b).

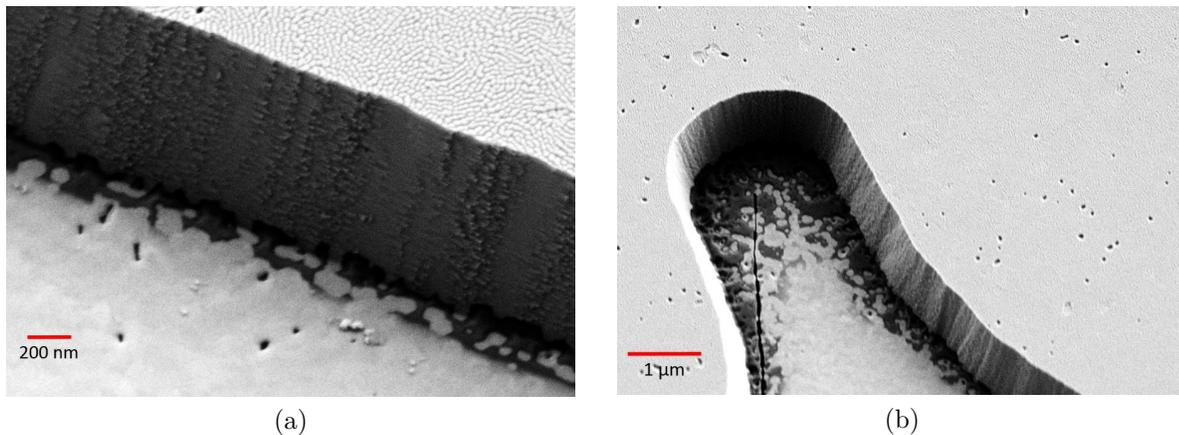


FIGURE 7.12: Images MEB des flancs des profils de gravure d'un échantillon de GaN/AlN/Si après une gravure de $1\mu\text{m}$ par un plasma $Cl_2/Ar/CH_4$ et un délaquage chimique par SVC-14 et EKC265

L'autre solution envisagée est de réaliser le délaquage en deux étapes. La première étape consiste en une attaque physico-chimique de la "crouste" de résine polymérisée par un plasma O_2 généré à faible puissance dans le réacteur de gravure. Puis, une fois cette crouste retirée (environ 50 nm sont gravés par plasma O_2), l'échantillon subit un délaquage chimique consistant en deux bains de 10 min de EKC 265 chauffés à $70^\circ C$. De cette façon la surface (fig. 7.13a) et les flancs (fig. 7.13b) de gravure ne présentent plus de résidus de résine. Cette méthode présente aussi l'avantage d'être adaptable à tout type de résine et ne nécessite pas d'intégrer de nouvelles étapes technologiques comme le dépôt et la gravure de masque en SiO_2 . Enfin, les résistances de feuille et de contact des échantillons ayant subi ce délaquage sont inchangées (tab. 7.3) attestant l'insensibilité des structures AlGaN/GaN à ce procédé.

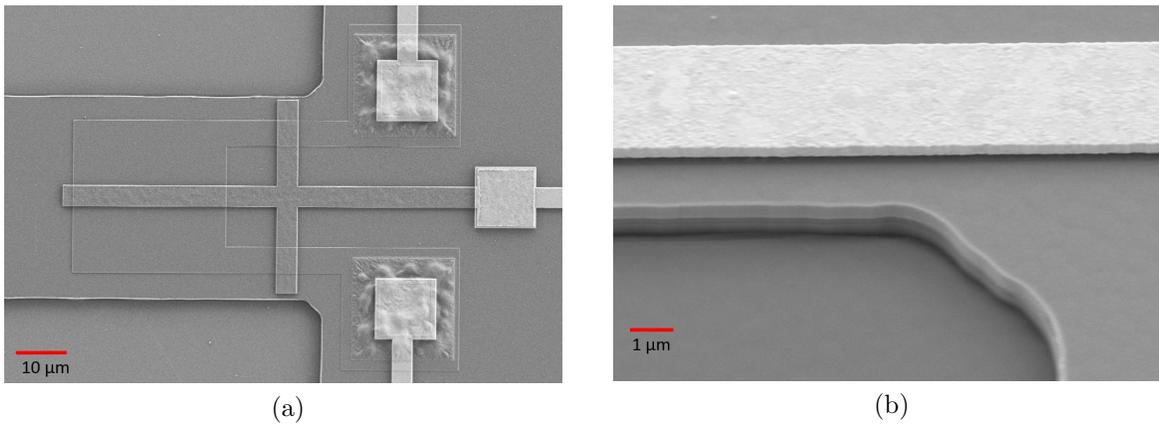


FIGURE 7.13: Images MEB (a) de la surface et (b) des flancs de gravure après le procédé de délaquage mis au point lors de cette thèse

Tableau 7.3: Comparaison des caractéristiques de transport du gaz 2D de l'échantillon PTC 700, après délaquage en 2 étapes et des mesures faites après le procédé du CRHEA (cf. Annexes). Les valeurs de μ , N_s et R_{sh} sont obtenues par mesure par effet Hall et la mesure de R_c par mesure TLM.

PTC 700 (GaN(3nm)/AlGaN(20nm)/AlN(1nm)/GaN(500nm)/GaN(300nm)/Si)				
	Mobilité ($cm^2/V.s$)	densité de porteur ($\times 10^{12}$ cm^{-2})	Résistance de feuille R_{sh} (Ω/sq)	Résistance de contact R_c ($\Omega.mm$)
PTC 700 avant délaquage (procédé fait au CRHEA)	1319	6,96	680	0,4
PTC 700 après délaquage (procédé fait à l'IEMN)	1340	7,8	590	0,4

7.3.2 Isolation des zones actives par gravure de MESA

L'isolation électrique des différents composants réalisés sur un même substrat est fondamentale pour éviter les couplages et conductions parasites. Initialement, cette étape était réalisée par l'implantation d'ions Ar^+ . Lors de la micro fabrication de transistors HEMTs l'implantation

s'avère plus intéressante, en comparaison à la MESA, car elle réduit les capacités parasites ainsi que les courants de fuite au niveau des grilles [171, 172]. En revanche, l'implantation génère des défauts structuraux dans le matériau et peut donc nuire au comportement final du résonateur [173, 174, 175]. Lors du procédé de fabrication de MEMS, le choix de l'implantation par rapport à la gravure de MESAS n'est donc pas trivial.

Une étape technologique d'isolation par gravure MESA a été développée. Les couches tampons des HEMTs AlGaN/GaN étant semi-isolantes, l'étape d'isolation consiste à supprimer le 2DEG ce qui va limiter l'épaisseur à graver à une cinquantaine de nanomètres facilitant ainsi le procédé lithographique. Cependant, les distances séparant le bord de la MESA des bords du résonateur étant inférieures à 1 μm , nous avons préféré utiliser une lithographie électronique. Durant cette étape nous cherchons à satisfaire deux conditions :

- Obtenir les flancs les plus abruptes possible (90°) afin de limiter les effets électriques parasites [171, 176].
- Graver une épaisseur d'environ 50 nm. Cette épaisseur a été choisie car elle permet de graver totalement la barrière avec suffisamment de marge sans pour autant être trop importante pour générer des discontinuités dans les pistes métalliques déposées après cette étape.

Pour réaliser cette étape un masque en résine UV210 de 900 nm vient protéger les zones actives des transducteurs. L'emploi de cette résine très sensible ainsi que le choix de l'architecture permettent d'ouvrir la résine sur une large surface en un temps relativement court limitant ainsi le temps d'écriture au masqueur électronique à environ 7 minutes par réticule. A l'aide d'une gravure par plasma chloré, on vient alors graver une MESA d'une cinquantaine de nanomètres. L'absence de couche d'arrêt requiert une connaissance précise de la vitesse de gravure du matériau. Les temps de gravure se basent sur la vitesse de gravure mesurée lors de la gravure des marques d'alignement. En se basant sur ces vitesses l'erreur se limite à une profondeur d'environ 10 nm. Cette erreur provient, en grande partie, du régime d'établissement du plasma qui peut prendre quelques secondes.

La figure 7.14 montre une image MEB de l'échantillon après gravure des MESAS. Comme attendu, l'épaisseur gravée est suffisamment faible pour éviter la rupture des lignes métalliques (fig. 7.14). Les mesures électriques faites après gravure des MESAS sur l'échantillon A1879 témoignent de la bonne isolation électrique entre les contacts ohmiques (Fig. 7.15).

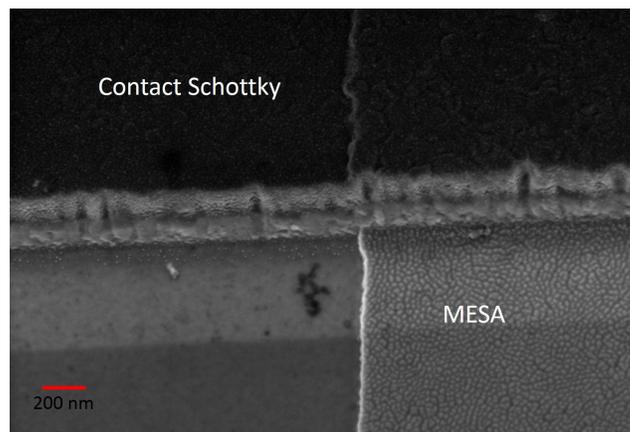


FIGURE 7.14: Image MEB d'un contact Schottky au niveau du bord de MESA

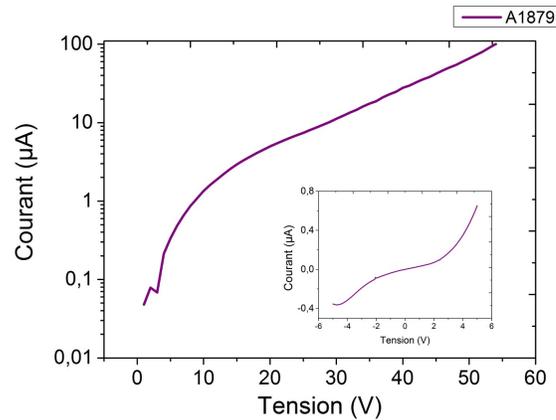


FIGURE 7.15: Caractéristique $I(V)$ d'un motif d'isolation composé de 20 doigts interdigités séparés de $20\mu\text{m}$ et isolé par MESA de l'échantillon A1879. L'insert montre le courant sur la plage -5 V à 5V

7.4 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté les différents motifs de résonateurs que nous avons conçus puis réalisés. Dans l'optique de miniaturiser les résonateurs les architectures des transducteurs ont été adaptées afin de limiter l'encombrement de la partie mobile du résonateur. Les principales étapes ont été légèrement modifiées afin d'être adaptées aux structures sur couches tampons minces et certaines étapes ont été complètement développées. C'est le cas de la gravure de marques d'alignement et du délaquage de la résine après gravure. Grâce à ces développements, l'intégration des étapes du procédé a pu être assurée. Enfin, une première brique technologique pour la gravure de MESAS d'isolation a été réalisée. L'écriture de ces motifs par lithographie électronique a permis d'obtenir les précisions requises que ce soit au niveau des cotes que des alignements avec les autres niveaux. De plus, la verticalité des flancs a été assurée. La mesure courant tension sur des motifs d'isolation atteste du bon contrôle du procédé de gravure.

Chapitre 8

Caractérisation de résonateurs à poutre bi-encastree AlGa_N/Ga_N sur structures minces

Ce chapitre est consacré à la caractérisation des résonateurs AlGa_N/Ga_N fabriqués sur les hétérostructures ultra-minces. L'objectif principal de ces caractérisations est de valider les structures épitaxiées en comparant les performances des MEMS réalisés sur ces structures fines avec ceux réalisés sur des structures épaisses. L'autre objectif est d'étudier les caractéristiques des signaux de sortie du résonateur en fonction des architectures des transducteurs pour définir les motifs qui semblent les plus adaptés à la miniaturisation des résonateurs. Enfin, la dernière partie se concentre sur l'actionnement thermique de ces structures.

8.1 Modèle de la résonance d'une poutre bi-encastree pré-contrainte

Avant de présenter les résultats, il est important de rappeler les équations des fréquences de résonance et du facteur de qualité qui s'appliquent dans le cas d'une poutre en Ga_N précontrainte. L'ensemble de ce jeu d'équations a notamment été utilisé pour calculer les contraintes dans les résonateurs après libération.

8.1.1 Equation des fréquences de résonance d'une poutre bi-encastree en tension

Dans le cas d'une poutre bi-encastree en tension de dimensions $L \times W \times h$, l'équation d'Euler-Bernoulli [81] doit être modifiée. Une force axiale uniforme F , égale au produit de la contrainte T et de la section A de la poutre, vient s'ajouter. L'équation différentielle devient alors :

$$E_{eff}I \frac{\partial^4 U(x,t)}{\partial x^4} - TA \frac{\partial^2 U(x,t)}{\partial x^2} + \rho A \frac{\partial^2 U(x,t)}{\partial t^2} + \alpha \frac{\partial U(x,t)}{\partial t} = p(x,t) \quad (8.1)$$

Les modes propres de cette équation différentielle sont de la forme :

$$U_n(x,t) = U_n(x) \cdot \exp(i\omega_n t)$$

Avec :

$$U_n(x) = C_{n1} \cosh(\beta_n^+ x) + C_{n2} \cos(\beta_n^- x) + C_{n3} \sinh(\beta_n^+ x) + C_{n4} \sin(\beta_n^- x)$$

et pour :

$$\beta^- = \beta \sqrt{\sqrt{(b^2 + 1)} - b} \quad (8.2)$$

$$\beta^+ = \beta \sqrt{\sqrt{(b^2 + 1)} + b} \quad (8.3)$$

et

$$b = \frac{12\sigma}{2E_{eff}h^2\beta^2} \quad (8.4)$$

Pour une poutre bi-encastée les conditions aux limites sont :

$$\begin{aligned} U(0, t) &= 0 \\ U(L, t) &= 0 \\ \frac{\partial U(0, t)}{\partial x} &= 0 \\ \frac{\partial U(L, t)}{\partial x} &= 0 \end{aligned}$$

Ces conditions limites permettent de déterminer les fréquences de résonance des différents modes possibles. La solution est obtenue lorsque le déterminant de ce système d'équations est nul, ce qui équivaut à résoudre l'équation caractéristique suivante :

$$\cosh(\beta_n^+ L) \cdot \cos(\beta_n^- L) - \frac{1}{2} \left(\frac{\beta^+}{\beta^-} - \frac{\beta^-}{\beta^+} \right) \cdot \sinh(\beta_n^+ L) \cdot \sin(\beta_n^- L) - 1 = 0 \quad (8.5)$$

Cette équation permet d'obtenir la fréquence de résonance en fonction de la contrainte et de la longueur de la poutre. Pour une contrainte donnée, on obtient un ensemble de constantes k_n (avec $k_n = \beta_n L$) qui correspond aux différents modes. Cependant, la dépendance entre k_n et la contrainte ne permet pas de trouver une solution analytique ni une approximation simple de k_n . A partir de l'approche de Rayleigh, il est néanmoins possible d'approcher les solutions de cette fonction par [147] :

$$f_{n,T} = f_{n0} \sqrt{1 + \gamma_n \frac{TL^2}{E_{eff}h^2}} \quad (8.6)$$

Avec

$$f_{n,0} = \frac{(k_n)^2 \cdot h}{4 \cdot \pi \cdot L^2 \sqrt{3}} \sqrt{\frac{E_{eff}}{\rho}} \quad (8.7)$$

et

$$\gamma_n = \frac{12 \int_0^L \left(\frac{\partial U_n(x)}{\partial x}\right)^2 dx}{L^2 \int_0^L \left(\frac{\partial^2 U_n(x)}{\partial x^2}\right)^2 dx}$$

Dans le cas où : $\gamma_n * \frac{TL^2}{Eh^2} \gg 1$, on trouve :

$$f_{n,T} = \frac{(k_n)^2}{4.\pi.\sqrt{3}L} \sqrt{\frac{\gamma_n \sigma}{\rho}} \quad (8.8)$$

La figure 8.1 présente l'évolution de la pulsation du mode fondamental en fonction de la contrainte dans la poutre issue de l'équation caractéristique et du modèle approché. Les résultats ont été obtenus à partir des calculs réalisés par Christophe Morelle dans le cadre de sa thèse portant sur les accéléromètres en GaN.

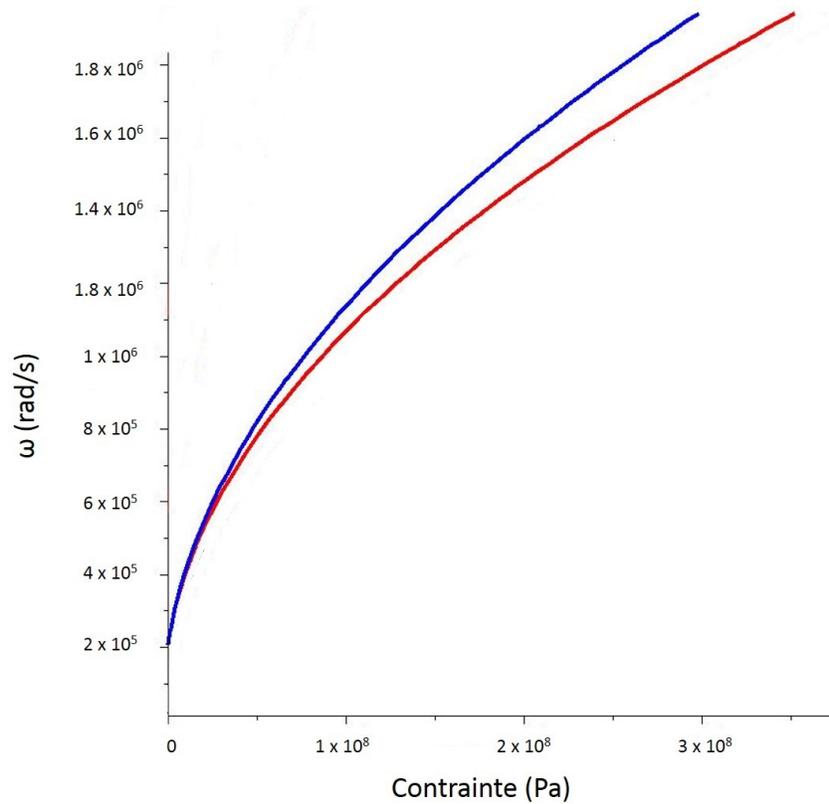


FIGURE 8.1: Evolution de la pulsation propre du mode fondamental en fonction de la contrainte dans un résonateur de dimension $L \times W \times e = 400 \mu\text{m} \times 40 \mu\text{m} \times 700 \text{nm}$. La courbe bleue représente le modèle approché et la rouge le modèle issu de la solution de l'équation caractéristique.

8.1.2 Facteur de qualité

Le facteur de qualité est une grandeur associée aux pertes mécaniques de la partie mobile qui est défini par $Q = 2\pi \frac{W_{\text{tot}}}{\Delta W}$ où W_{tot} est l'énergie totale emmagasinée par le résonateur et ΔW est l'énergie dissipée au cours d'une période de vibration. Pour les systèmes à faible dissipation

($Q \gg 1$), le facteur de qualité peut être assimilé au rapport entre la pulsation de résonance et la largeur à mi-hauteur de la courbe de résonance (eq. 8.9) [177, 178, 179].

$$Q = \frac{\omega_n}{\Delta\omega_n} \quad (8.9)$$

La dissipation est liée à plusieurs phénomènes. En considérant chaque phénomène dissipatif indépendant, le terme ΔW peut être écrit comme la somme de l'énergie dissipée par chaque phénomène. On en déduit alors que l'inverse du facteur de qualité est égal à la somme des inverses des facteurs de qualité relatif à chaque phénomène dissipatif. En notant Q_i le facteur de qualité pour le phénomène d'indice i , on a :

$$\frac{1}{Q} = \sum_i \frac{1}{Q_i} \quad (8.10)$$

Dans notre cas, les mesures ont été réalisées à pression atmosphérique et température ambiante. Dans le cas où la pression est supérieure à 1 mbar, les pertes sont principalement dues aux frottements visqueux entre l'air et la poutre¹. En considérant les équations de Navier-Stokes il est alors possible de remonter à ces pertes visqueuses. Pour faciliter la résolution de ce problème la poutre est assimilée à un ensemble de sphères indépendantes de rayon R . Le facteur de qualité s'écrit alors :

$$Q_{visqueux} = \frac{f_n \rho W L h}{3\mu R \left(1 + \frac{R}{\sqrt{\frac{\mu}{\rho_{air} \pi f_n}}}\right)} \quad (8.11)$$

Avec f_n la fréquence de résonance, ρ la masse volumique de la poutre, μ la viscosité dynamique de l'air ($1,8 \times 10^{-5}$ Pa.s à 300K), ρ_{air} la masse volumique de l'air ($1,2 \text{ kg m}^{-3}$) et R le rayon des sphères qui est à déterminer et est généralement compris entre la largeur et l'épaisseur de la poutre.

Le second phénomène dissipatif qui nous intéresse est la dissipation liée à la contrainte. La tension présente dans le résonateur se traduit par une énergie totale plus importante pour une énergie dissipée ΔW identique, et donc un facteur de qualité plus élevé. Il est montré que le facteur de qualité peut alors s'écrire [178] :

$$Q_{contrainte} = Q_0 \left(\frac{f_{n,T}}{f_{n,0}} \right) \quad (8.12)$$

avec $\left(\frac{f_{n,T}}{f_{n,0}} \right)$ le rapport entre la fréquence du mode n d'une poutre contrainte et la fréquence du mode n en l'absence de contrainte. Q_0 est le facteur de qualité en l'absence de contrainte.

1. La perte aux ancrages constitue la seconde source de dissipation dans les résonateurs à poutre vibrante dont l'expression, pour un ancrage parfait est : $Q_{ancrages} = \frac{L}{3W} \left(\frac{e_{base}}{e} \right)^2$. Avec e_b l'épaisseur de la base de l'ancrage. Cependant, lors de mesure à l'air elle reste moins importante que les frottements visqueux.

8.2 Caractérisation optique de la résonance de résonateurs AlGaIn/GaN sur couches tampons de 700 nm actionnées piézoélectriquement

Les différents résultats qui vont suivre ont été obtenus à partir de mesures faites sur les échantillons PTC700 et T2614 dont les structures des couches tampons sont GaN(500nm)/AlN(200nm) ainsi que sur une couche commerciale EpiGaN faisant 2µm d'épaisseur et que nous appellerons EpiGaN. Les dimensions des résonateurs étudiés sont :

Tableau 8.1: Nom et dimensions des résonateurs étudiés

	Dimensions des résonateurs (L x W x h, µm ³)
EpiGaN	400 x 20 x 2
T 2614	434 x 40 x 0,7
PTC700 (fissuré)	440 x 40 x 0,7

8.2.1 Mesure des fréquences de résonance

La première caractérisation des composants MEMS réalisée a consisté à mesurer les fréquences de résonance par voie optique et à calculer les facteurs de qualité associés. Pour cela, les résonateurs sont actionnés électriquement via les actionneurs intégrés sur la poutre et leur réponse est détectée par un vibromètre laser. Cette méthode de détection optique est basée sur l'effet Doppler qui se produit entre le laser (dont le diamètre du spot est d'environ 10 µm) et la poutre vibrante. L'onde incidente du laser de longueur d'onde λ est envoyée sur une poutre vibrante ayant une vitesse v . Lorsque cette onde est réfléchi sur une poutre, elle subit un décalage en fréquence proportionnelle à cette vitesse :

$$f_D = \frac{2v}{\lambda} \quad (8.13)$$

Le principe de la vibrométrie laser est de quantifier le décalage en fréquence entre un signal de référence de fréquence f_{ref} et le signal réfléchi de valeur $f_{ref} - f_D$. Pour cela, un interféromètre est utilisé afin de moduler le signal résultant avant qu'il ne soit capté par un photo-détecteur. La mesure du décalage en fréquence se fait via la variation d'intensité du signal de sortie de l'interféromètre dont la forme est (eq. 8.14) :

$$I(t) = I_{ref} + I_m + 2\sqrt{I_{ref}I_m}\cos(2\pi(f_{ref} - f_D)t + (\phi_{ref} - \phi_m)) \quad (8.14)$$

avec I_{ref} et I_m les intensités respectives des signaux de référence et réfléchi et ϕ_{ref} et ϕ_m leurs phases respectives.

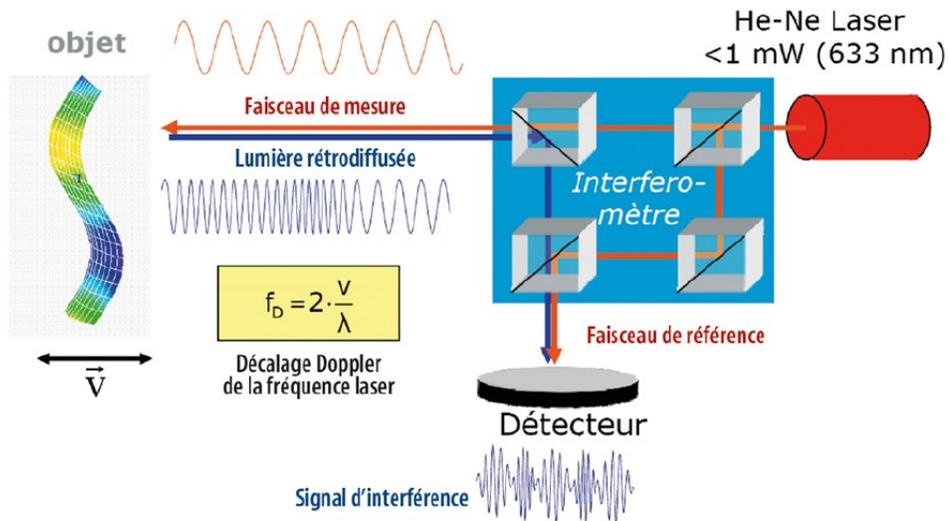


FIGURE 8.2: Schéma de principe du fonctionnement du vibromètre laser par effet Doppler [180] (www.Mesure pp 37-38)

8.2.2 Comparaison avec des structures sur couches tampons de $2\mu\text{m}$

Nous avons comparé les résultats des résonateurs sur les couches tampons de 700 nm avec ceux de résonateurs fabriqués l'échantillon EpiGaN. La figure 8.3 montre les réponses des échantillons EpiGaN et T2614. La première indication que l'on peut lire sur cette courbe est la différence des fréquences de résonance entre ces deux structures. Cette différence peut être attribuée à la différence de contrainte résiduelle en tension, aux différences de géométrie des poutres ainsi qu'aux variations de module d'Young entre les échantillons T2614 et EpiGaN.

Le calcul de la fréquence de résonance d'une poutre bi-encastree non contrainte de dimensions $L \times W \times h = 440 \mu\text{m} \times 40 \mu\text{m} \times 700 \text{ nm}$ (eq. 8.7) conduit à une fréquence de résonance de $27,7 \text{ kHz}$. La forte différence entre la valeur de la fréquence mesurée sur les échantillons EpiGaN et T2614 et celle calculée pour une poutre non contrainte témoigne de l'importance du second terme de l'équation 8.6 et nous permet d'approximer la fréquence de résonance par (eq. 8.8) :

$$f_{n,\sigma} = \frac{(k_n)^2}{4 \cdot \pi \cdot \sqrt{3} L} \sqrt{\frac{\gamma_n T}{\rho}}$$

En considérant l'équation précédente, le décalage en fréquence ne peut être dû qu'à la différence de contrainte dans les couches ainsi qu'à la longueur L du résonateur. Malgré des erreurs de 20 GPa lors des mesures de nanoindentation (chapitre IV), l'impact de la variation du module d'Young sur la valeur de la fréquence de résonance est négligeable. L'écart d'environ 8 kHz équivaut, dans le cas où l'on ne considère que la dérive due à la variation de contrainte, à une différence de 100 MPa (eq. 8.6). L'effet de la tension est d'autant plus notable que la poutre réalisée sur l'échantillon T2614 est plus longue de $34 \mu\text{m}$.

En plus de l'augmentation de la fréquence de résonance, la forte contrainte en tension sur T2614 permet d'améliorer la valeur du facteur de qualité. En effet, le calcul théorique du

facteur de qualité (eq. 8.12) pour des poutres non contraintes de dimensions $400\ \mu\text{m} \times 40\ \mu\text{m} \times 0.7\ \mu\text{m}$, un module d'Young effectif de 325 GPa et des sphère de rayon $R = 70\ \mu\text{m}$, donne une valeur de 100 alors que la valeur mesurée sur T2614 est de 311. La contrainte en tension sur T2614 permet donc d'éviter la chute du facteur de qualité, la diminution de la masse qui est une conséquence de la réduction de l'épaisseur étant la cause de cette chute (eq. 8.11), et d'obtenir des valeurs similaires à celles obtenues sur l'échantillon EpiGaN.

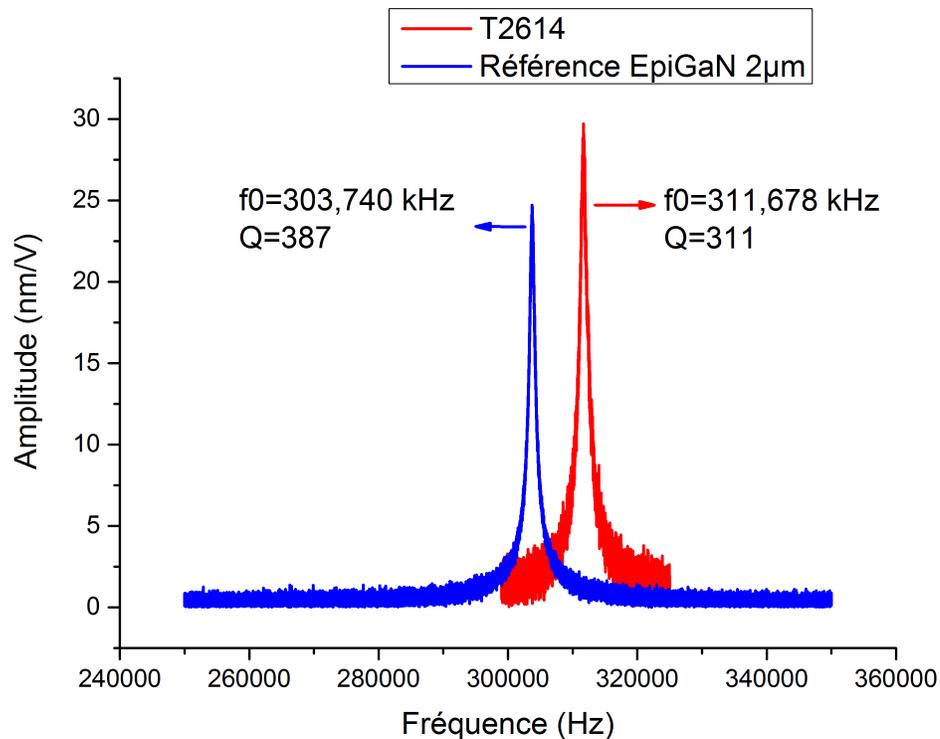


FIGURE 8.3: Courbes de résonances mesurées à pression atmosphérique par vibrométrie laser à effet Doppler des résonateurs EpiGaN et T2614. Les courbes sont obtenues pour des amplitudes de tensions d'actionnement de 1V

Le tableau 8.2 reprend les différentes valeurs des fréquences de résonance, et des facteurs de qualité associés, des résonateurs T2614, PTC700 et EpiGaN. Comme on peut le voir, la valeur de la fréquence est avant tout dépendante de la contrainte dans la poutre. Dans le cas de l'échantillon PTC700 la formation de fissures proches du résonateur est responsable de la chute des fréquences de résonance et des facteurs de qualité. Ces résultats confirment l'intérêt des couches présentant une contrainte résiduelle en tension. L'exemple de PTC700, qui s'est fissuré lors du procédé de fabrication, témoigne néanmoins de la difficulté de fabriquer des structures libérées sur ces échantillons. D'un point de vue du matériau, il est donc judicieux de ne pas atteindre des contraintes en tension trop importantes, même si l'échantillon ne présente pas de fissures visibles après croissance.

Tableau 8.2: Comparaison des fréquences de résonance et facteur de qualité associés des résonateurs fabriqués sur EpiGaN, T2614 et PTC700. Les valeurs des contraintes sont calculées à partir de l'équation 8.7

	Dimensions du résonateur (L x W x h, μm^3)	Fréquence du mode fondamental f_1 (Hz)	facteur de qualité à f_0	fréquence du mode 2 f_2 (Hz)	facteur de qualité à f_2	Contrainte résiduelle calculée
EpiGaN	400 x 20 x 2	303750	384	613275	545	270 MPa
T 2614	434 x 40 x 0,7	311678	311	625894	469	367 MPa
PTC700 (fissuré)	440 x 40 x 0,7	163508	194	332200	x	99 MPa

Le dernier élément de comparaison est l'amplitude de vibration dont les valeurs mesurées sont légèrement supérieures pour les structures minces. Le positionnement du spot laser sur la poutre s'effectuant avec une précision de l'ordre de la dizaine de micromètres, il est difficile d'effectuer la mesure optique exactement au milieu de la poutre. Les erreurs faites sur les valeurs des amplitudes, et donc des efficacités d'actionnement, mesurées sont de l'ordre de la dizaines de nm. Les efficacités de 28 nm/V et 25nm/V respectivement mesurées sur T2614 et EpiGaN indiquent donc que les efficacités d'actionnement sont équivalentes. En revanche, les efficacités d'actionnement ($\eta_{actionneur}$) mesurées (tab. 8.3) aussi bien sur EpiGaN que sur T2614 sont plus de deux fois plus faibles que les valeurs prévue par un modèle théorique (eq.8.15) [21].

$$\eta_{actionneur} = \frac{z_{n,r}}{v_{act}} = -\frac{h}{2} * \frac{Q}{M_{n,r}\omega^2} \cdot E_{eff} \cdot d_{31} \cdot W_{act} \cdot \frac{U'_n(L_{act})}{U_n(x_{n,r})} \quad (8.15)$$

Avec d_{31} le coefficient piezoélectrique, W_{act} la largeur de l'actionneur, $M_{n,r}$ la masse réduite du résonateur prise au point d'amplitude maximum ($\frac{L}{2}$ pour le mode fondamental, avec $M_{n,r} = \rho h W \int_0^L \frac{U_n^2(x)}{U_n^2(x_{n,r})} dx$), Q le facteur de qualité, U_n la déformée du mode n, $U_n(x_{n,r})$ la déformée réduite pour $x_{n,r} = \frac{L}{2}$, ω_n la pulsation du mode n et E_{eff} le module d'Young effectif (325 GPa).

Echantillon	Dimensions du résonateur (L x W x h, μm^3)	efficacité d'actionnement $\eta_{\text{actionneur}}$ théorique (nm/V)	efficacité d'actionnement $\eta_{\text{actionneur}}$ mesuré (nm/V)
EpiGaN	400 x 20 x 2	61	25
T2614	434 x 40 x 0,7	63	28

Table 8.3: Comparaison des coefficients d'actionnement piézoélectriques de résonateurs fabriqués sur EpiGaN et T2614.

Les valeurs des efficacités d'actionnement varient aussi entre les composants d'une même couche épitaxiale, il semble donc que l'origine de la diminution de l'efficacité d'actionnement ne soit pas liée à une dégradation du coefficient piézoélectrique entre les couches de $2\mu\text{m}$ et ceux de 700 nm . En revanche, elle pourrait s'expliquer par un l'emploi d'un coefficient d_{31} théorique plus importante que le coefficient réel de ces couches. Les efficacités d'actionnement mesurés sur T2614 et EpiGaN étant proches, celles-ci ne semblent pas impactées par la qualité des épitaxies de 700nm .

8.2.3 Conclusion

L'actionnement piézoélectrique de résonateurs MEMS de $400\ \mu\text{m}$ de long et $40\ \mu\text{m}$ de large sur des structures de $700\ \text{nm}$ est démontré. La comparaison des comportements en fréquence des résonateurs sur couches tampons minces et sur couches tampons épaisses montre une augmentation de la fréquence du mode fondamental et du mode suivant due à la contrainte en tension plus importante dans le cas de T2614. Cet effet de la tension se retrouve aussi sur les valeurs des facteurs de qualité qui sont comparables à celles des couches épaisses malgré les différences des géométries des résonateurs étudiés. De plus, les amplitudes obtenues sur les couches minces non fissurées sont comparables à celles des structures épaisses. Les rendements d'actionnement semblent donc principalement impactés par la contrainte résiduelle des couches tampons. La conception de MEMS sur les structures ultra minces ne semble pas engendrer de dégradation des propriétés piézoélectriques de l'actionneur et de la structure mécanique par rapport aux résonateurs fabriqués sur des épitaxies de $2\ \mu\text{m}$.

8.3 Etude des architectures des détecteurs : vers la miniaturisation des résonateurs

Comme expliqué dans le chapitre précédent, différentes architectures de détecteurs ont été réalisées. Afin de définir les motifs qui seront les plus performants pour la réalisation de résonateurs miniaturisés, nous avons étudié les réponses électriques des résonateurs en fonction de leur architecture.

8.3.1 Schéma du montage de mesure

Le montage utilisé pour actionner et détecter les fréquences de résonance de façon électrique est composé de 4 éléments :

- Une source de tension DC (Keithley 2612 A) servant à polariser l'actionneur et le détecteur. La plage de tension disponible sur cet appareil est -200 V et +200 V pour une plage de courant de - 50 A et 50 A. La résolution minimale en tension est 1 μ V et 1 fA en courant.
- Un amplificateur à détection synchrone (Zurich Instrument) permettant de balayer une plage de fréquences allant de 50Hz à 50 MHz. L'avantage de la détection synchrone est de détecter des signaux utiles en s'affranchissant des signaux de fréquences différentes (parasites) et de phase aléatoire (comme le bruit).
- Un amplificateur de tension de 40dB (HVA-10M-60-F FEMTO²) placé à la sortie du résonateur. Cet amplificateur pourra par la suite être co-intégré sur l'échantillon.
- Deux T de polarisation composés d'une inductance et d'une capacité en parallèle qui permettent de séparer la partie continue du signal de la partie alternative.

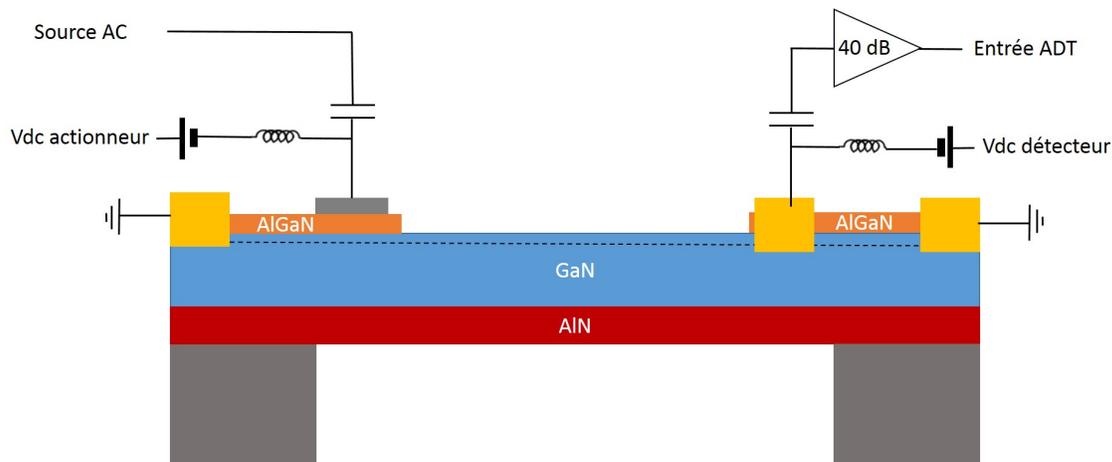


FIGURE 8.4: Schéma du montage utilisé pour la caractérisation des résonateurs MEMS à l'air

Lors de la mesure il est alors possible de faire varier trois paramètres : La valeur des tensions de polarisation continue et alternative sur l'actionneur ainsi que la polarisation du détecteur. La polarisation continue de l'actionneur n'est pas nécessaire mais elle permet d'utiliser une amplitude du signal alternatif plus élevée en restant à des valeurs de tension négatives [74]. Ainsi, il n'y a moins de risque de détruire par inadvertance le contact Schottky de l'actionneur par excès de tension et de courant en direct.

La suite de ce chapitre portera sur les résultats obtenus à partir des mesures faites sur ce montage.

8.3.2 Les détecteurs actifs

L'idée que nous avons étudiée vise à modifier le dessin du R-HEMT de façon à ne faire passer que la grille sur la poutre, afin d'anticiper la miniaturisation de celle-ci. Pour cela, les deux

2. http://www.femto.de/images/pdf-dokumente/de-hva-10m-60-f_r4.pdf

plots de contact ohmique du détecteur sont situés au niveau des ancrages et le canal est défini par gravure d'une MESA. Une grille vient compléter le dispositif comme décrit au chapitre VII; cette architecture sera appelée R-HEMT-2 et est présentée figure 8.5b. L'architecture plus traditionnelle présentée figure 8.5a sera appelée R-HEMT-1.

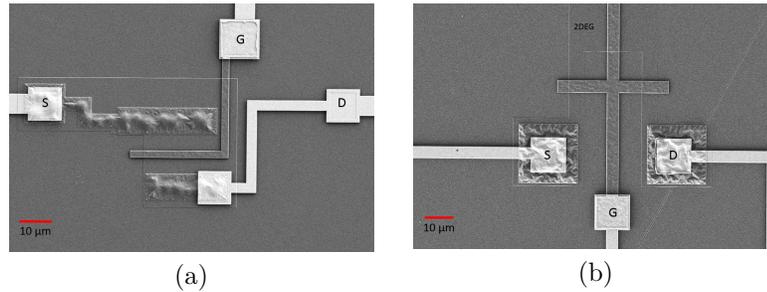


FIGURE 8.5: Images MEB des architectures des RHEMTs étudiées. (a) l'architecture R HEMT-1, (b) l'architecture R HEMT-2

Les mesures en régime statique du transistors R HEMT-2 obtenues témoignent d'un important courant de fuite de grille qui empêche le pincement du canal (fig. 8.6c et 8.6d). L'augmentation de la distance source drain est à l'origine de la forte résistance du canal ($R = 1 \text{ k}\Omega$) du détecteur R-HEMT-2 qui diminue fortement la densité de courant de drain. D'un autre côté, la qualité médiocre des contacts Schottky couplée à l'augmentation de la longueur de grille sont à l'origine de l'augmentation de près d'une décade du courant de fuite entre R HEMT-1 et R HEMT-2. La combinaison de ce faible courant de drain et des forts courants de fuite dégrade fortement les valeurs de transconductance (g_m) et du rapport I_{on}/I_{off} (fig.8.6b, 8.6d) qui sont respectivement 10 et 400 fois inférieurs à celles obtenues sur l'architecture R-HEMT-1.

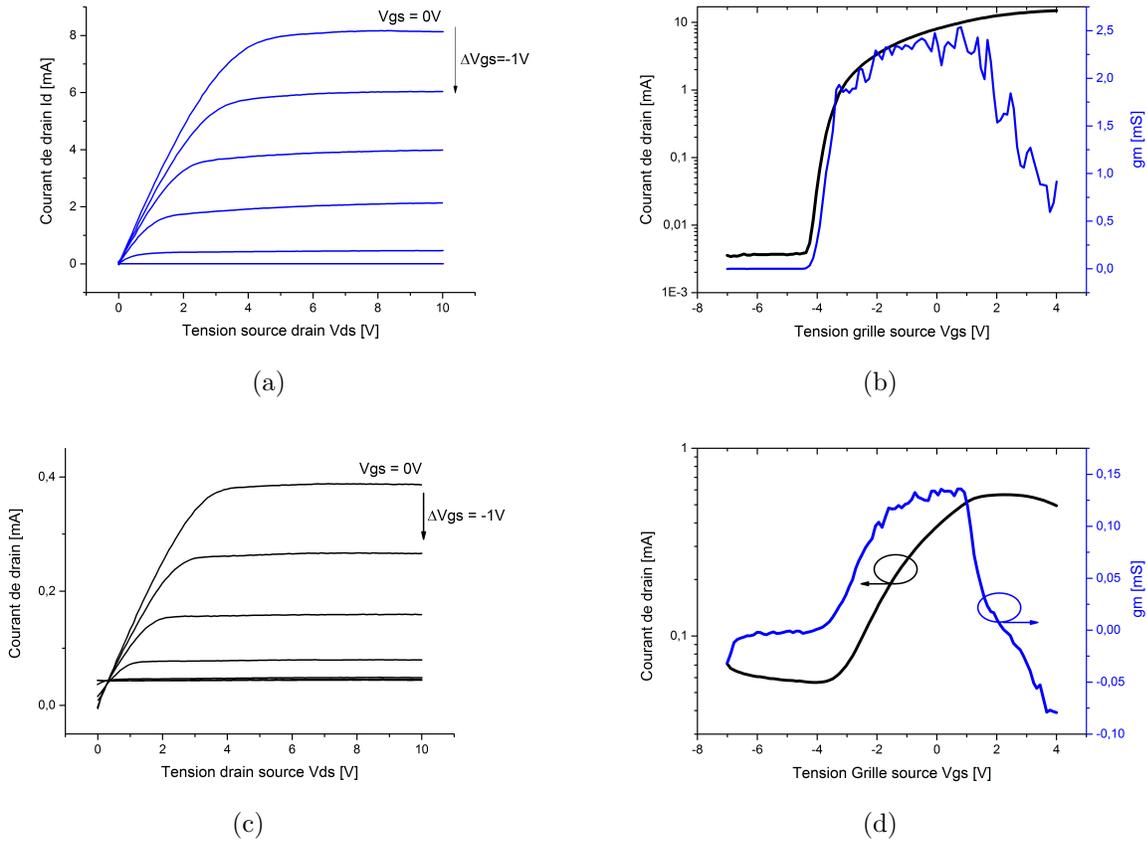


FIGURE 8.6: Caractéristiques DC réalisés sur l'échantillon PTC700 de : (a) I_d (V_{ds}) et (b) I_d (V_{gs}) des architectures RHEMT-1; (c) I_d (V_{ds}) et (d) I_d (V_{gs}) des architectures RHEMT-2. Les mesures $I_d(V_{gs})$ sont réalisées pour une tension drain source $V_{ds} = 8V$

Les courants de fuites de grille étant trop importants, les caractéristiques électriques de cette architecture se montrent bien trop médiocres pour qu'elle ne s'avère être une solution performante. Nous n'avons pas étudié d'avantage ces motifs. Une autre solution pour aller vers des détecteurs miniatures est de déplacer l'étage d'amplification. Dans cette optique, des motifs sans grille ont été conçus.

8.3.3 Les détecteurs sans grille

Nous étudions ici les détecteurs sans grille dont le principe de détection repose sur la variation du nombre de porteurs libres dans le gaz 2D lorsque la structure mobile se déforme. Lorsque le résonateur est excité à ces fréquences de résonance, il présente des déformations maximales ce qui entraîne une importante variation de charge et par conséquent un pic de conductivité du canal. Dans le cas de détecteurs sans grille sur des poutres bi-encastrées, la densité de charges piézoélectriques générée par cette déformation s'écrit :

$$Q_1 = -\frac{d_{31}h}{2} \cdot E_{eff} \cdot \frac{z_{(n,r,1)}}{U_n(x_{n,r})} \int_L^{L_{det}} \frac{\partial^2 U_n}{\partial x^2} W(x) dx \quad (8.16)$$

le rendement de transduction s'écrit alors :

$$\eta = \frac{d_{31}h}{2} \cdot E_{eff} \cdot W \cdot \frac{U'_n(L - L_{det})}{U_n(x_{n,r})} \quad (8.17)$$

Avec d_{31} le coefficient piézoélectrique, h l'épaisseur, E_{eff} le module d'Young effectif, W la largeur du détecteur et U_n la déformée du mode le long de la poutre.

Parmi les motifs décrits dans le chapitre précédent, les motifs présentés figures 8.7a et 8.7b se sont avérés être ceux dont les réponses sont les plus importantes. Les amplitudes de réponse électrique électrique sont attribuées à deux effets :

- Dans le cas des motifs de type “DP1” (fig. 8.7a), l'espacement inter électrode est de 6 μm et la largeur W de 50 μm . Dans ce cas, nous cherchons à réduire la résistance du détecteur en élargissant les contacts ohmiques et en augmentant le champ électrique entre les électrodes en réduisant leur espacement. Pour cette architecture, nous nous sommes basé sur des valeurs de R_{sh} de 700 Ω/sq et $R_c = 0.5 \Omega.\text{mm}$ pour obtenir une résistance totale de l'ordre de $R = 100 \Omega$.
- Dans le cas des motifs de type “DP2” (fig. 8.7b), l'espacement inter électrode est de 14 μm pour une largeur de $2 \times 7 \mu\text{m}$. Dans ce cas, nous cherchons à optimiser le mécanisme de transduction en positionnant le détecteur au plus proche des ancrages afin que la contrainte à son niveau soit maximale. Lors de la conception, les plots de masse ont été placés aux niveaux des contacts ohmiques situés sur les ancrages, le plot polarisé étant le plot sur la poutre. Dans ce cas la résistance est d'environ 700 Ω .

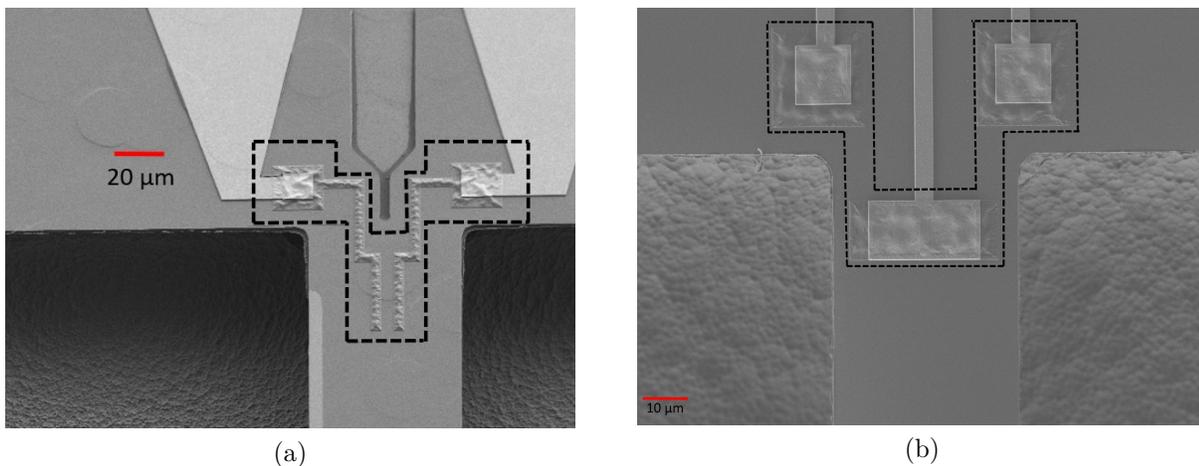


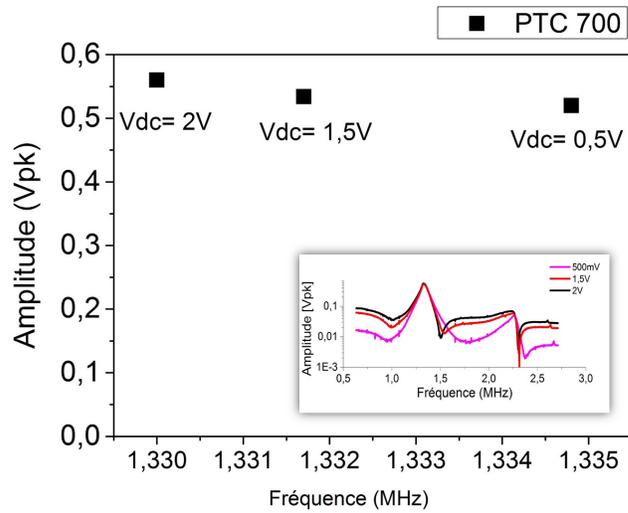
FIGURE 8.7: Images MEB des différents architectures de piézorésistances étudiées (a) le motif DP1 et (b) le motifs DP2. Les dimensions des poutres sont 400 μm x 40 μm x 700 nm. Les lignes pointillées suivent le bord des mesas

Dans la suite de ce chapitre nous intéresserons donc aux réponses électriques des résonateurs en fonction de l'architecture des détecteurs ainsi que de leur polarisation.

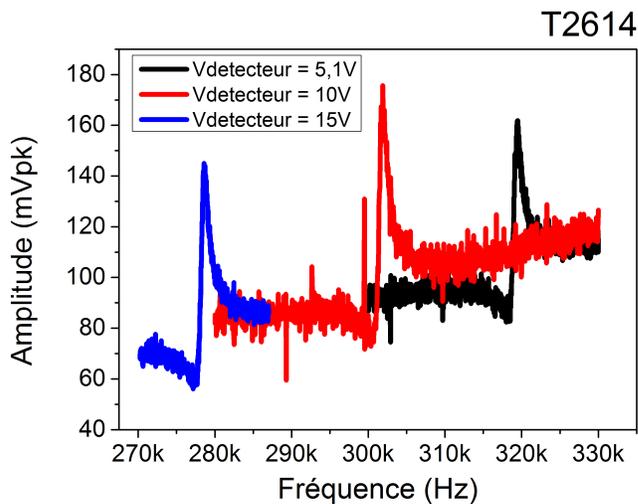
8.3.3.1 Rôle de la polarisation du détecteur

Afin de collecter les charges piézoélectriques générées par la déformation de la structure mobile, le détecteur est mis sous tension. La polarisation du détecteur va alors impacter la fréquence de

résonance du MEMS. En effet, comme on peut le voir sur les figures 8.8b et 8.8a, l'augmentation de la tension de polarisation entraîne une chute de la fréquence de résonance. Cette baisse de fréquence est attribuée à l'échauffement par effet joule qui modifie la contrainte résiduelle dans la poutre [181]. Ainsi, lorsque l'on augmente la puissance électrique injectée dans le détecteur, la température de la poutre autour de ce transducteur est elle aussi augmentée ce qui dilate le matériau et réduit les contraintes. Notons que ce phénomène a lieu dès lors que l'on applique une tension entre deux contacts ohmiques et se retrouve donc dans les architectures R-HEMTs.



(a)



(b)

FIGURE 8.8: Courbes de résonance en fonction de la polarisation d'un détecteur (a) de type "DP1" sur l'échantillon PTC700. La tension d'actionnement appliquée est $V = -4 + 0.5 \cdot \cos(\omega_0 t)$; (b) de type DP2 sur l'échantillon T2614. La tension d'actionnement appliquée est $V = -2 + 1 \cdot \cos(\omega_0 t)$;

8.3.3.2 Comparaison des dessins des résonateurs

Un des objectifs initiaux de ce travail était de comparer les architectures afin de cibler celles qui pourront être utilisées pour la miniaturisation des résonateurs. Pour cette étude comparative nous avons effectué les mesures sur PTC700³. Comme évoqué dans le chapitre précédent, de nouvelles fissures se sont formées sur cet échantillon lors de la fabrication des résonateurs. De ce fait, les valeurs des fréquences et des facteurs de qualité sont plus faibles. De plus, en fonction de la position du résonateur sur l'échantillon et de sa distance avec une fissure, la valeur de la contrainte résiduelle varie de même que la manière dont le résonateur est ancré sur l'échantillon. Cette variation de contrainte explique les variations de fréquences propres de résonance mesurées.

La figure 8.9 présentent les courbes de résonance des détecteurs de type DP1 et DP2. La réponse du résonateur avec un détecteur de type DP1, dont la surface est plus grande, présente une amplitude plus importante et ce malgré un niveau de fond supérieur à celui de DP2. Les amplitudes des signaux de sorties des détecteurs de type DP1 et DP2 sont respectivement 0.9 Vpk et 20 mVpk et les facteurs de qualité des premiers modes électriques détectés sont $Q=20$ et $Q=21$. Le pic du détecteur DP1 correspond au mode 5 et celui de DP2 au mode 4, qui sont les premiers mode détectés électriquement, ce qui explique en partie leur décalage en fréquence. L'autre explication vient de la distance des résonateurs par rapports au fissures comme expliqué plus tôt. Nous reviendrons sur l'origine de la différence de fréquence un peu plus tard dans le paragraphe suivant.

Aux vues de ces résultats et de la très faible valeur des facteurs de qualité, il est possible que les réponses électriques soient dues à des modes mécaniques autres que des modes de flexion ou alors à la superposition de plusieurs modes. Des mesures optiques avec différents angles d'incidence du spot laser pourraient s'avérer utiles pour déterminer les modes excités.

3. dimensions L x W x e = 440 μm x 40 μm x 0.7 μm

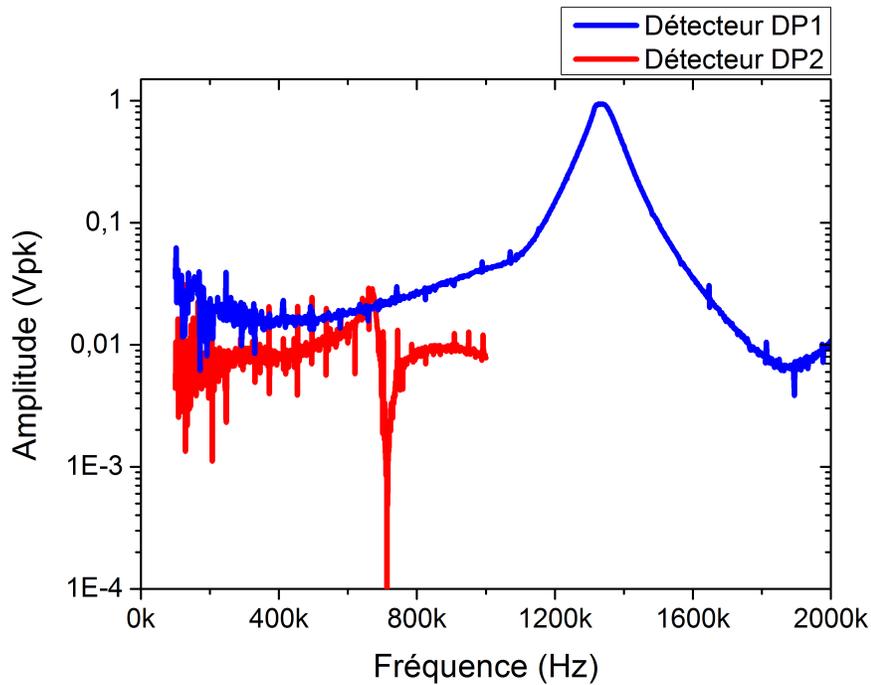


FIGURE 8.9: Comparaison des courbes de résonance obtenues sur un résonateur PTC700 pour un détecteur de type DP1 et DP2. La tension d'actionnement est fixée à $V_{act} = -2 + 1\cos(\omega t)$. Les détecteurs DP1 et DP2 sont polarisés de manière à ce que le courant les traversant soit $I=2$ mA. Les tensions alimentant DP1 et DP2 sont respectivement 1V et 2V

Les figures 8.10a et 8.10b présentent les amplitudes des pics de résonance en fonction des tensions alternatives d'actionnement utilisées pour des détecteurs de type DP1 et DP2. Les deux architectures présentent bien une augmentation de l'amplitude du signal proportionnelle à la tension d'actionnement pour des tensions allant jusqu'à 1V. Néanmoins, le détecteur DP1 présente une saturation de sa réponse lorsque les tensions d'actionnement atteignent 2 Vpk. Pour une tension alternative de 2 Vpk, l'amplitude mécanique, mesurée optiquement, est de 8 nm et l'amplitude de détection est de 980 mVpk soit un rendement de transduction de 216 mVpk/nm dans le cas des détecteurs DP1. Dans le cas du détecteur DP2, l'amplitude mécanique est de 0.216 nm et l'amplitude du signal électrique de sortie est 26 mVpk soit une efficacité de détection de 97 mVpk/nm. La différence de coefficient de transduction entre les détecteurs DP1 et DP2 est attribuée à :

- L'architecture du détecteur DP1 qui favorise la collecte des charges compensant l'effet piézoélectrique grâce à ses dimensions.
- Au procédé technologique de libération en face avant au XeF_2 qui a entraîné une sous gravure de 17 μm au niveau de l'ancrage. La position du détecteur DP2 sur la poutre n'est donc plus idéal ce qui réduit la contrainte engendrée par la déformation.

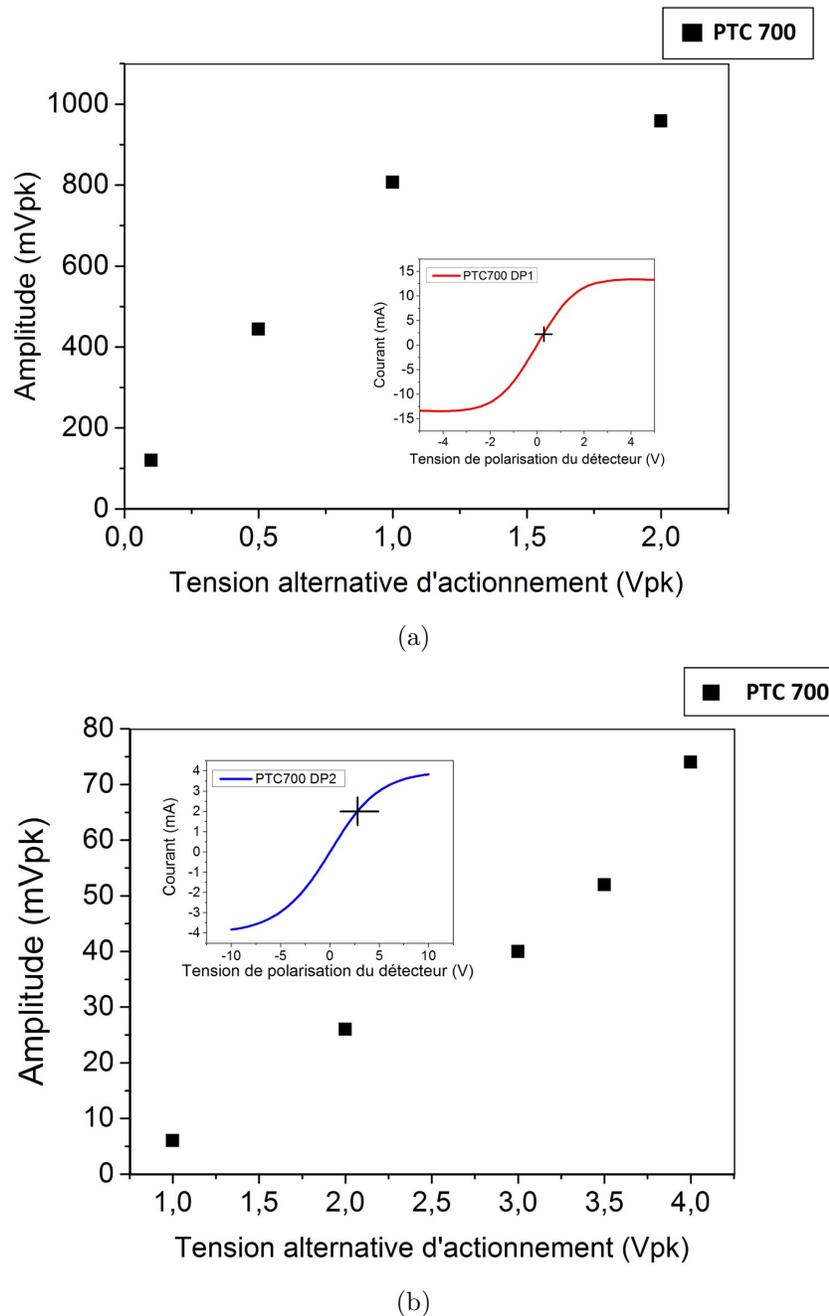


FIGURE 8.10: Amplitude des pics de résonance de PTC 700 en fonction des tensions alternatives d'actionnement pour (a) les structures avec les détecteurs de type DP1 ; (b) les structures avec les détecteurs de type DP2. La tension continue d'actionnement est fixé à -2 V. Les détecteurs sont polarisés de telle sorte que l'intensité du courant qui les traverse soit de 2 mA. Les courbes insérées montrent les caractéristiques $I(V)$ des deux détecteurs ainsi que leur point de polarisation respectif.

La figure 8.11 présente les résonances des MEMS dont les architectures des détecteurs sont de type DP1. Les courbes de résonance pour les MEMS avec des détecteurs de type DP2 sont présentées figure 8.12. En comparant les pics obtenus par mesure optique avec les pics obtenus par détection électrique, on constate que les pics détectés par le détecteur DP1 correspondent

aux mode 5 et 7 alors que celui détecté par DP2 correspond au mode 4. Compte tenu de sa géométrie, le détecteur DP1 est donc plus sensibles aux fréquences de résonance d'ordres impairs alors que les détecteurs DP2 sont quant à eux plus sensible aux ordres pairs. Afin de comparer les réponses des détecteurs pour des mêmes modes de vibration il faudrait donc revoir leurs dimensions.

Dans les deux cas présentés, les résonances des modes de bas ordre, dont les fréquences sont inférieures à 600 kHz, ne sont pas détectées par les transducteurs et ce malgré des amplitudes de vibration de ces modes supérieures à 10nm.

L'hypothèse qui nous semble la plus probable est que l'absence de réponse électrique à basses fréquences est due à des pièges lents qui peuvent être des pièges de surface, des dislocations... En effet, notre détection est basée sur la variation du nombre de porteurs dans le 2DEG en réponse à la divergence du champ de polarisation dans le volume introduite par l'effet piézoélectrique [167]. Notre hypothèse est que dans le cas des structures minces les électrons, servant à compenser la divergence du champ de polarisation, ne viennent pas peupler le 2DEG mais les pièges. Ces derniers ne contribuent donc pas à la variation de charge Ns du 2DEG et ne sont donc pas détectés. La surface étant passivée par une couche de 50 nm de Si_3N_4 nous pensons que le rôle des pièges de surface est négligeable devant les pièges dus aux dislocations. Des dislocations (cf. chapitre IV) électriquement actives à proximité du gaz 2D jouent le rôle de centre de génération/recombinaison de paires électron/trou et peuvent compenser en se chargeant et se déchargeant les charges dues à la divergence du champ de polarisation en remplacement des charges libres apparaissant dans le gaz bidimensionnel d'électrons.

En supposant une densité de dislocations de $10^{10}cm^{-2}$, une distance entre chaque piège est de $c = 0.5$ nm (ce qui revient à considérer un piège par maille [93]) et que seulement 10% des dislocations sont électriquement actives, la densité de pièges dans la couche tampon GaN de PTC700 s'élève alors à $2 \times 10^{17}cm^{-3}$. D'un autre côté, une amplitude de détection de 1mV (meilleur des cas observé) mesurée correspond à une variation de courant de 20 μA , soit une variation du signal de $\frac{\Delta I}{I} = \frac{0.02}{2} = 1\%$, soit $\Delta Ns = 10^{11}cm^{-2}$. La densité de charges piézoélectriques générées dans le volume est donc en moyenne $\frac{\Delta Ns}{h} = \frac{10^{11}}{5 \cdot 10^{-5}} = 2 \cdot 10^{15}cm^{-3}$. D'après cette première estimation, la densité de piège est donc cent fois supérieure à la densité de charges piézoélectriques générées.

D'un autre côté, l'équipe de E.T. Yu de l'université de Californie de San Diego a montré que la constante de temps des pièges à basse fréquence dans les HEMTs AlGa_N/Ga_N est de l'ordre de 1 μs ce qui est cohérent avec les valeurs des fréquences à partir desquelles nous observons les premiers pics de résonance par détection piézoélectrique [182].

Des mesures courant-tension pulsées sur nos détecteur pourraient permettre de vérifier cette hypothèse.

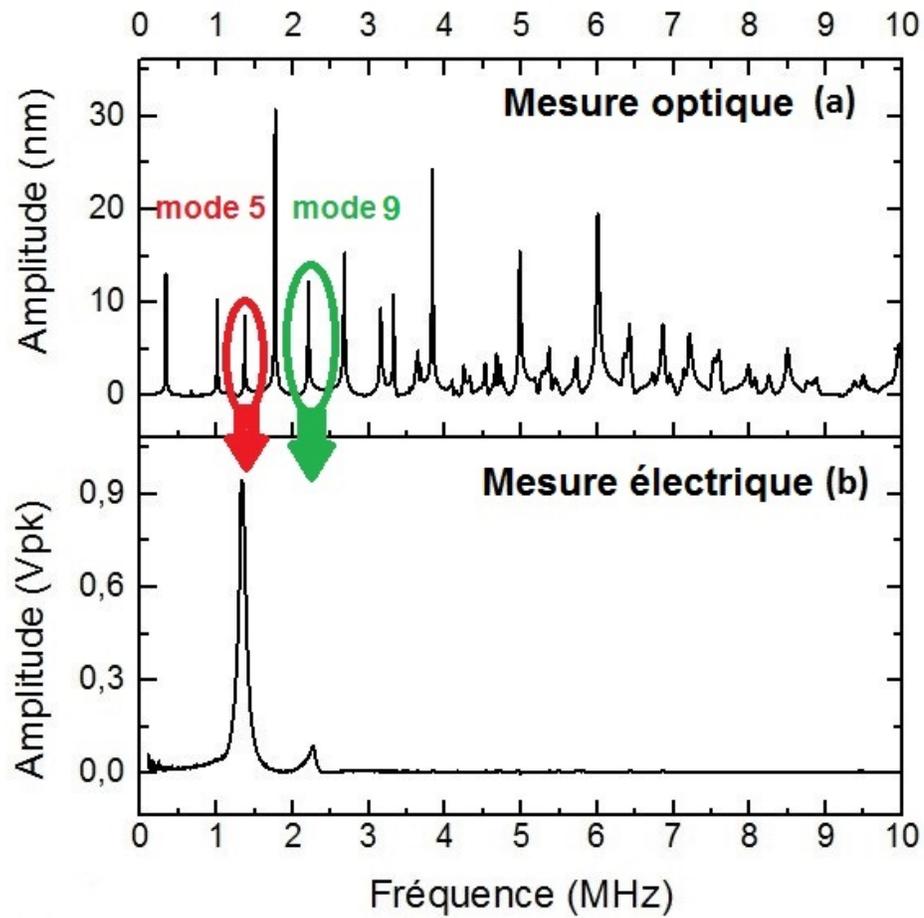


FIGURE 8.11: (a) Amplitude détectée à la sortie du transducteur piézoélectrique par vibrométrie à effet Doppler (b et c) pour un détecteur de type DP1. Les tensions d'actionnement et de détection sont $V_{actionneur} = -2 + \cos(\omega t)$ et $V_{détecteur} = 1V$

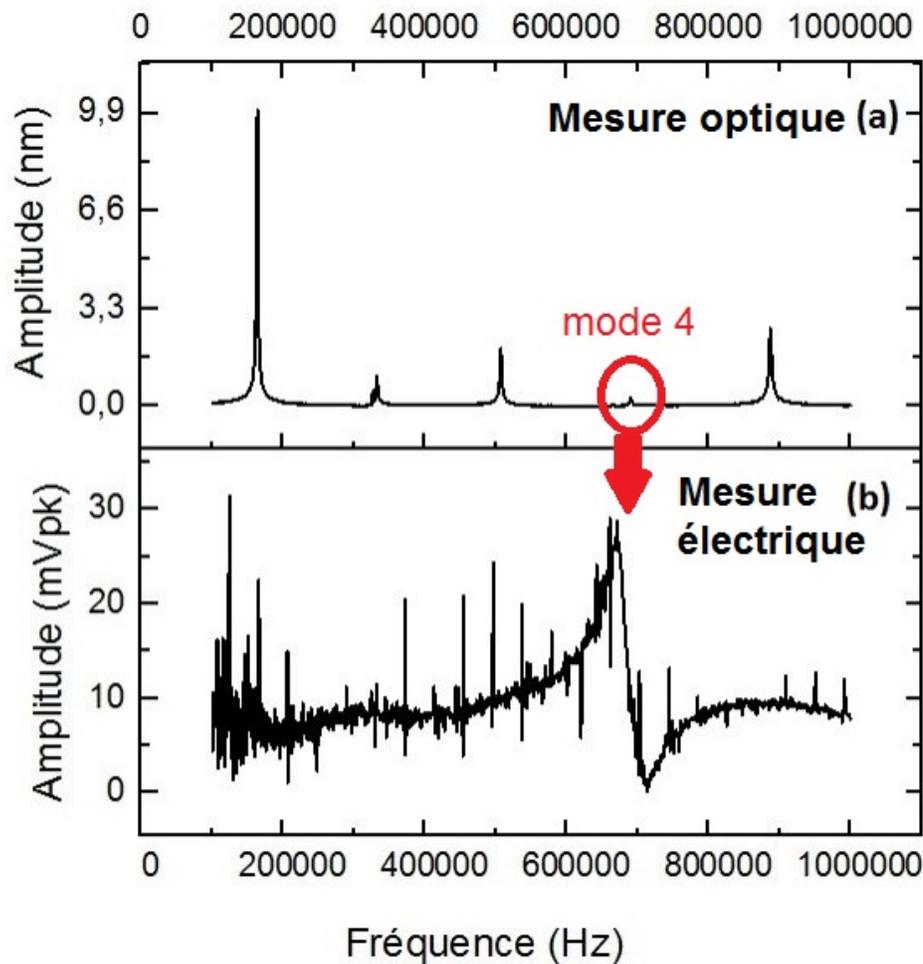


FIGURE 8.12: Amplitude détectée à la sortie du transducteur piézoélectrique (a) par vibrométrie à effet Doppler (b et c) pour un détecteur de type DP2. Les tensions d'actionneur et de détection sont $V_{actionneur} = -2 + \cos(\omega t)$ et $V_{détecteur} = 1V$

8.3.3.3 Résultat d'un résonateur sur une structure épitaxié par EPVOM

Le développement des structures minces sur couches tampons de type III (chapitre IV) nous a conduits à étudier les croissances par EPVOM. Comme nous l'avons expliqué, les températures et mécanismes de croissance par EPVOM permettent d'augmenter la contrainte résiduelle tout en améliorant légèrement la qualité cristalline de la couche AlN de nucléation. Dans cette partie, nous présenterons les résultats obtenus sur T2614 pour un détecteur de type DP2.

Pour cet échantillon, le mode fondamental est obtenu pour une fréquence d'excitation de 311678 Hz et présente un facteur de qualité Q de 311 (fig. 8.13). Le calcul des contraintes résiduelles à partir des fréquences de résonance nous donne une valeur de 367 MPa (tab. 8.2).

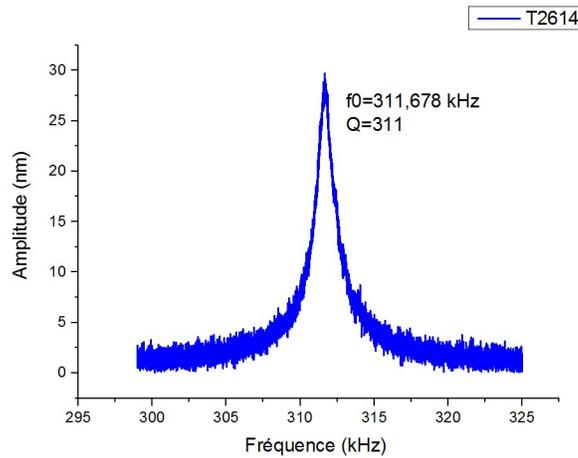
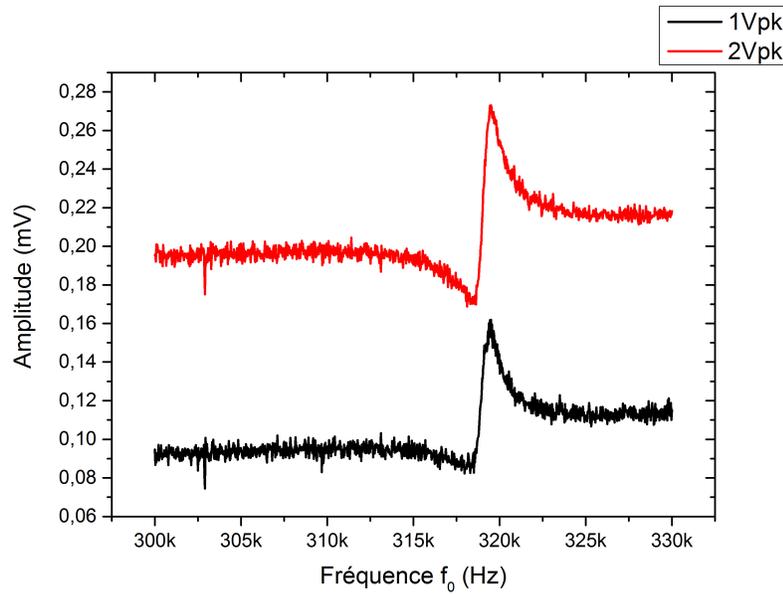


FIGURE 8.13: Courbe de résonance d'un résonateur de $434 \mu\text{m} \times 40 \mu\text{m} \times 700 \text{ nm}$. La mesure est réalisée par vibrométrie laser et la tension d'actionnement est $-2 + \cos(\omega t)$

Contrairement à PTC700, les courbes de résonance du mode fondamental de T2614 sont obtenus pour une fréquence d'actionnement de 318 kHz et peuvent être détectés électriquement malgré cette fréquence inférieure à 600 kHz. Cette observation semble indiquer une faible quantité de pièges lents. Cependant, cet échantillon (T2614) a subi des délaquages par plasma O_2 micro-onde lors du procédé de micro-fabrication qui ont modifié le comportement électriques de la structure.

La valeur du niveau de fond ainsi que son augmentation proportionnelle à la tension d'excitation alternative (fig 8.14a) témoigne d'une forte conduction entre l'actionneur et le détecteur. En effet, en normalisant la valeur du niveau de fond du signal de détection par la valeur de la tension alternative d'actionnement on trouve une valeur de $0.10 \text{ mV}_{\text{pk}}/\text{V}_{\text{pk}}$ contre $0.007 \text{ mV}_{\text{pk}}/\text{V}_{\text{pk}}$ pour PTC700. Nous n'avons toujours pas d'explication sur l'origine de cette forte conduction (croissance, procédé technologique).



(a)

FIGURE 8.14: Comparaison des courbes de résonance de résonateurs avec des détecteurs de type DP2 fabriqués sur T2614

8.3.4 Conclusion

La comparaison des deux architectures de résonateurs nous indique que les résonateurs de type DP1 présentent l'amplitude du signal de sortie et le coefficient de transduction les plus importants. Cette différence a été attribuée à l'architecture du détecteur qui permet d'améliorer le rapport $\frac{W}{L}$ (avec W la largeur des contacts ohmiques et L leur espacement) du détecteur. De plus, le contrôle de la sous gravure lors de l'étape de libération en face avant reste délicat et dessert la fabrication des détecteurs DP2 dont la position sur la poutre est critique.

Les résultats obtenus sur l'échantillon EJM PTC 700 semblent mettre en évidence le rôle électrique des dislocations. Pour des fréquences d'excitation basses, les charges compensant la divergence du champ de polarisation due à la déformation sont piégées ce qui empêche la détection des pics de résonance à ces fréquences. Dans le cas de matériaux présentant une forte densité de dislocations, il semble donc que travailler à plus haute fréquence permette de s'affranchir des effets de piège. La miniaturisation des composants allant dans ce sens, ces effets ne devraient donc pas être un frein à la miniaturisation des composants.

Les courbes de résonance des composants fabriqués sur des couches épitaxiées par la méthode EPVOM ne présentent pas ce phénomène d'écrantage aux basses fréquences. Une étude statistique sur un ensemble d'échantillon plus important est donc nécessaire pour savoir si l'effet observé sur l'échantillon PTC 700 est un effet isolé. Ces courbes présentent une augmentation du niveau de fond hors résonance qui indique la présence d'une conduction parasite dont l'origine reste encore à déterminer.

8.4 Actionnement thermique

Dans la partie précédente, nous nous sommes intéressés à l'actionnement piézoélectrique des MEMS en GaN. La fabrication de transducteurs piézoélectriques sur les structures Al-GaN/GaN est facile et permet d'obtenir des coefficients d'actionnement de l'ordre de 25 nm/V pour les structures sur couches tampons minces. Cependant, d'autres modes d'actionnement peuvent être utilisés. L'actionnement électrothermique est l'un des autres modes possible.

Plusieurs études ont montré l'intérêt de l'actionnement électrothermique de résonateur. Dans la technologie silicium les actionneurs électrothermiques sont souvent constitués de deux doigts, l'un peu résistif dans lequel la température sera peu élevée et appelé bras froid et l'autre plus résistif appelé bras chaud. Lorsque l'on injecte un courant dans la structure, la différence de température entre les deux bras permet donc de défléchir la structure dans le plan x,y. En se basant sur cette architecture asymétrique, de nombreux actionneurs capables de générer des grandes forces d'actionnement pour une faible puissance électrique injectée ont été démontrés [183, 184]. Parmi les groupes investis dans ce sujet, celui de H. Comtois (Air Force Institut of Technology) a démontré qu'il était possible de fabriquer des réseaux d'actionneurs de miroirs rotatifs où chaque composant est capable de fournir une force de plus de 4.8 μN pour une puissance injectée inférieure à 15 mW [185].

L'actionnement thermique est aussi utilisé dans les technologies compatibles avec les environnements sévères. Ces transducteurs ont notamment fait l'objet de nombreuses études pour actionner des MEMS en SiC [186, 187, 188]. Dans ces technologies, les avantages de l'actionnement électrothermique par rapport à l'électrostatique sont de réduire les tensions de polarisation, de faciliter l'adaptation d'impédance et l'intégration du transducteur grâce à des procédés de fabrication plus simples.

Une étude publiée par le Laboratoire de Photonique et de Nanostructures montre l'utilité de ce mode d'actionnement pour fabriquer des leviers de MFA en SiC monocristallin [189]. Dans cette publication, les avantages cités par l'auteur sont la facilité d'intégration et la possibilité de démoduler le signal de sortie à la fréquence d'excitation et à la fréquence double ce qui facilite le traitement du signal de sortie. De plus, cette publication montre que la fabrication de pointes AFM de petites dimensions, $L \times W \times e = 2.5 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m} \times 0.4 \mu\text{m}$, dont les fréquences de résonance sont de l'ordre de 100 MHz et les raideurs de 1000 N/m est possible ce qui fait de ce mode d'actionnement un mode compatible avec notre objectif de miniaturisation. Les hétérostructures AlGaN/GaN sont capables de supporter d'importants courants ce qui permet l'injection d'une forte puissance d'actionnement et donc de générer de grandes forces d'actionnement. Outre la première démonstration de l'actionnement thermique de résonateurs MEMS en GaN, cette étude a aussi pour but de mieux comprendre les dérives des fréquences de résonance dues aux effets thermiques.

8.4.1 Modèle analytique simplifié de l'actionnement thermique

Considérons une poutre bi-encastree de longueur L de largeur W et d'épaisseur h , sur laquelle on vient fabriquer un actionneur thermique composé de deux contacts ohmiques sur une surface de $6 \mu\text{m} \times 40 \mu\text{m}$ (fig. 8.7a). Lorsque l'on applique une tension de la forme $V_{\text{actionneur}} = V_{dc} + v_{ac} \cos(\omega t)$ sur un actionneur d'une longueur l_{act} et largeur w_{act} , la puissance instantanée dissipée par effet Joule à l'origine de la déformation du matériau s'écrit :

$$P_{inst}(t) = \frac{[V_{dc} + v_{ac}\cos(\omega t)]^2}{R} = \frac{[V_{dc} + v_{ac}\cos(\omega t)]^2}{R_{sh}w_{act} + 2R_c} l_{act}$$

$$P_{inst}(t) = \frac{l_{act}}{R_{sh}w_{act} + 2R_c} (V_{dc}^2 + \frac{1}{2}v_{ac}^2 + 2V_{dc}v_{ac}\cos(\omega t) + \frac{1}{2}v_{ac}^2\cos(2\omega t)) \quad (8.18)$$

A partir de l'équation de la chaleur, il est possible d'écrire :

et pour \vec{r} tel que $0 < x < l_{act}$, $0 < y < w_{act}$ et $0 < z < h_{barrière}$:

$$\rho C_p \frac{\partial \theta(\vec{r}, t)}{\partial t} + \nabla J_q = \frac{P_{ins}}{w_{act}l_{act}h_{barrière}} \quad (8.19)$$

et pour \vec{r} tel que $x > l_{act}$, $y > w_{act}$ et $z > h_{barrière}$:

$$\rho C_p \frac{\partial \theta(\vec{r}, t)}{\partial t} + \nabla J_q = 0 \quad (8.20)$$

Avec ρ la masse volumique, C_p la capacité calorifique (J/kg/K) et J_q le courant de conduction thermique.

En supposant que la puissance instantanée est générée de façon uniforme dans le volume $w_{act} \cdot l_{act} \cdot h_{barrière}$ et est nulle ailleurs. Cette équation montre aussi que l'actionnement thermique peut se décomposer en trois contributions : une contribution constante, et deux oscillantes (une à ω et une à 2ω).

A priori, la conduction thermique ∇J_q ne peut pas être négligée car elle permet de limiter la montée en température de la poutre qui dans le cas contraire chauffe indéfiniment. Une résolution 3D permettrait de montrer qu'on arrive à une distribution de température moyenne d'équilibre dans le levier.

De façon à estimer la valeur des fluctuations thermiques dues aux termes oscillants, nous avons tout de même supposé que la conduction est négligeable et la variation de température pour $0 < x < l_{act}$, $0 < y < w_{act}$ et $0 < z < e_{barrière}$ s'écrit :

$$\rho C_p \frac{\partial \theta(\vec{r}, t)}{\partial t} = \frac{P_{ins}}{w_{act}l_{act}h_{barrière}} \quad (8.21)$$

Dans ce cas, la variation de température au niveau de l'actionneur obtenue sera surestimée et de la forme :

$$\theta(t) = \frac{1}{2} \frac{\frac{\frac{1}{2}v_{ac}^2 \sin(2\omega t)}{\omega} + \frac{4V_{dc}v_{ac} \sin(\omega t)}{\omega}}{((R_{sh}w_{act} + 2R_c) \cdot w_{act} \cdot h_{barrière} \cdot \rho \cdot C_p)} \quad (8.22)$$

En supposant que la conduction thermique est négligeable, la réponse instantanée de la température à la puissance thermique oscillante à la pulsation ω est donnée par :

$$\Delta\theta(t) = \frac{1}{\rho C_p} \int_0^t \frac{P_{ins}(t)}{w_{act} \cdot l_{act} \cdot h_{barrière}} dt = \frac{1}{\rho C_p} \frac{2V_{dc}v_{ac}}{(R_{sh}w_{act} + 2R_c) \cdot w_{act} \cdot h_{barrière} \cdot \omega} \sin(\omega t) \quad (8.23)$$

La variation de contrainte T créée par cette variation de température sur l'épaisseur $h_{barrière}$ s'écrit donc :

$$\Delta T_{th} = \frac{-E_{eff} \cdot \alpha}{\rho C_p} \frac{2V_{dc}v_{ac}}{(R_{sh} \cdot w_{act} + 2 \cdot R_c) \cdot w_{act} \cdot h_{barrière} \cdot \omega} \sin(\omega t) \quad (8.24)$$

En comparaison, pour une même structure, la contrainte T générée par un actionnement piézoélectrique est :

$$\Delta T_{piez} = -d_{31} \frac{v_{ac}}{h_{barrière}} \quad (8.25)$$

Pour une tension d'actionnement de 1 V et une fréquence de résonance de 300 kHz, le rapport des contraintes thermiques sur les contraintes piézoélectriques est de :

$$\frac{\Delta T_{th}}{\Delta T_{piez}} = \frac{E_{eff} \cdot \alpha}{\rho C_p} \cdot \frac{2V_{dc}}{(R_{sh} \cdot w_{act} + 2 \cdot R_c) \cdot w_{act} \cdot d_{31} \cdot \omega} \quad (8.26)$$

Avec α le coefficient de dilatation thermique linéique du matériau. Pour de basses fréquences de résonance, la force générée par l'actionnement thermique est plus importante. Cependant à basse fréquence l'effet de la capacité thermique diminue par rapport à la conduction ce qui limite la validité de notre hypothèse. A basse fréquence, la capacité thermique laisse la place à la conductance thermique.

Cette première approche reste assez limitée et nécessite un approfondissement que nous n'avons pas eu le temps de faire. Cependant, elle semble suffisante pour analyser nos résultats expérimentaux.

8.4.2 Caractérisation des transducteurs thermiques

8.4.2.1 Mesure de la température en fonction de la polarisation de l'actionneur

L'actionnement thermique se base sur la dilatation de la partie supérieure de la poutre lorsqu'un courant circule dans le canal d'électrons. Afin d'estimer la température atteinte sur l'actionneur, des mesures de températures par caméra infrarouge ont été réalisées au niveau des actionneurs. Pour cela, l'échantillon est posé sur un support métallique chauffé à 40°C afin de s'affranchir des fluctuations de la température ambiante. Par la suite, une puissance continue est appliquée entre les deux contacts ohmiques de l'actionneur. L'insert de la figure 8.15 montre une image issue de la mesure de température par caméra infrarouge réalisée sur l'échantillon PTC700. Comme on peut le voir, les zones les plus chaudes (repérées par une couleur rouge) se situent au niveau des contacts métalliques. Ces résultats indiquent que les résistances de contact sont supérieures à la résistance du 2DEG. De plus, la concentration des zones chaudes proches des contacts doit aussi être liée aux pics de champ électrique présent dans ces zones qui sont responsables de l'échauffement.

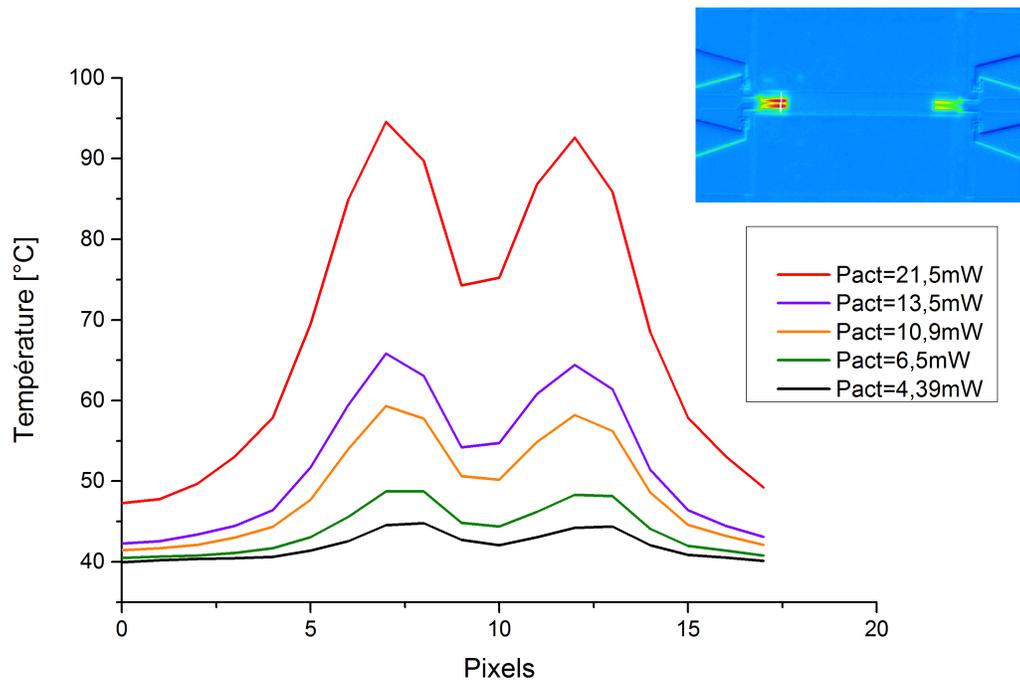


FIGURE 8.15: Courbes de température en fonction de la position sur l'actionneur et de la puissance continue injectée. La position suit une coupe transversale du transducteur. L'insert montre une image par caméra thermique infrarouge de l'échantillon.

En plus de nous donner une information sur les zones d'échauffement du résonateur, la mesure de température en fonction de la puissance électrique nous permet de vérifier que la température est bien proportionnelle à la puissance électrique et nous permet de connaître la variation de température lors de l'actionnement (fig. 8.16). Dans notre cas, la loi linéaire liant la température (T en $^{\circ}\text{C}$) à la puissance électrique (P en mW) est :

$$\Delta\theta = 2,4 \cdot P \quad (8.27)$$

En considérant la relation :

$$\Delta T = \alpha_{\text{GaN}} \cdot E_{\text{eff}} \cdot \Delta\theta$$

On obtient la loi linéaire :

$$\Delta T = -4.10^6 \cdot P \quad (8.28)$$

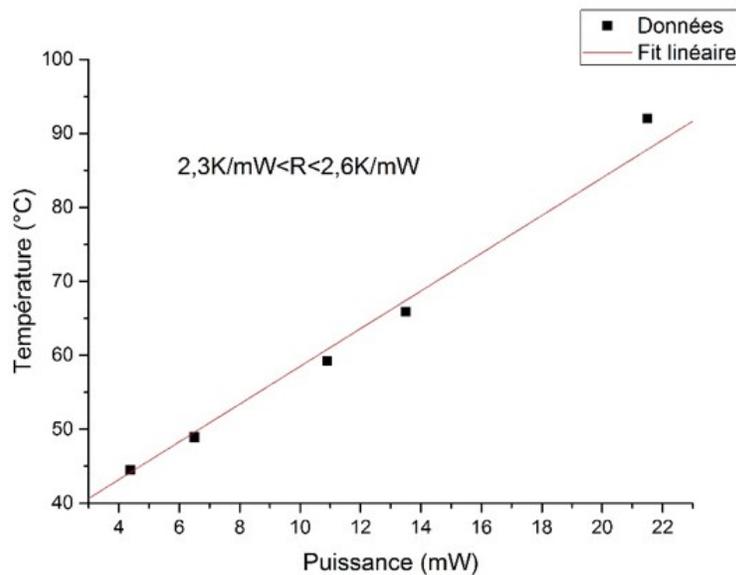


FIGURE 8.16: Evolution de la température maximale en fonction de la puissance électrique injectée

8.4.2.2 Comparaison entre l'actionnement thermique et l'actionnement piézoélectrique

L'équation 8.26 semble indiquer que pour les basses fréquences, l'usage de l'actionnement thermique semble plus efficace. Pour vérifier cette hypothèse nous avons comparé des résonateurs de même géométrie mais dont les mécanismes d'actionnement diffèrent. Les échauffements dus à l'actionnement thermique, et plus particulièrement à la partie continue de la puissance électrique injectée, ainsi que celui dû à la polarisation du détecteur sont à l'origine de la différence des fréquences de résonance entre les résonateurs à actionnement thermique et piézoélectrique. La figure 8.17a montre que pour une même tension continue appliquée sur l'actionneur, le pic de résonance du résonateur à actionnement thermique est décalé de -50 kHz par rapport au pic du résonateur à actionnement piézoélectrique.

Dans le cas de l'échantillon PTC 700, l'utilisation de l'actionnement thermique conduit à une amplitude de réponse quatre fois plus petite que celle d'un actionneur piézoélectrique (fig. 8.17a). Cependant, la fréquence de résonance étant supérieure à 1 MHz, il se peut qu'on soit dans le cas où la contrainte d'actionnement thermique est plus faible que celle de l'actionnement piézoélectrique.

Dans le cas de l'échantillon T2614 (fig. 8.17b), dont la fréquence de résonance est inférieure à 600kHz, l'amplitude de la courbe correspondant à un actionnement thermique présente une amplitude plus importante que celle obtenue par actionnement piézoélectrique. Cette réponse semble donc en accord avec notre modèle.

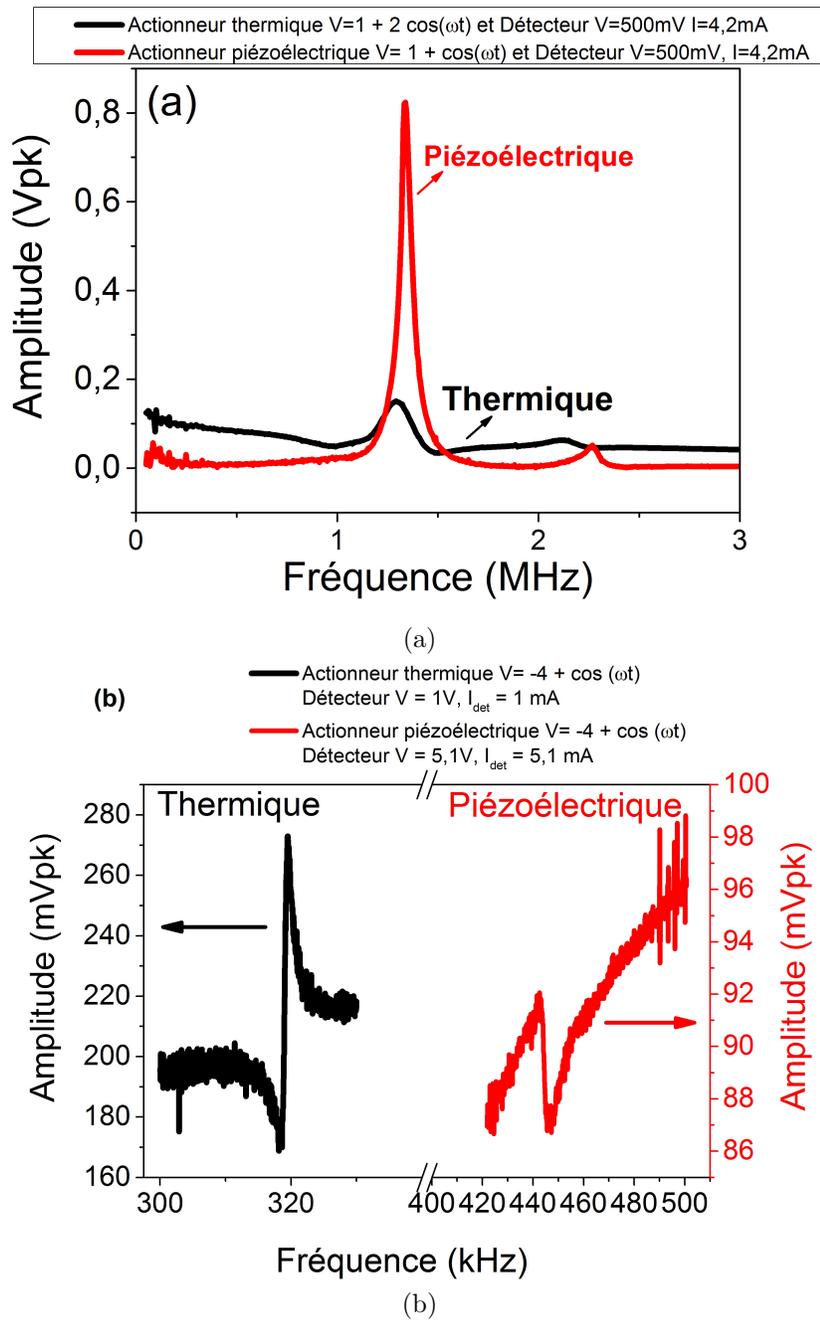


FIGURE 8.17: Courbes de résonance de (a) l'échantillon PTC 700 (b) l'échantillon T2614 en fonction des modes d'actionnement. Le détecteur utilisé est de type DP1 pour l'échantillon PTC700 et de type DP2 pour T2614 pour des poutres de dimensions $(L \times W \times T) = 440 \mu\text{m} \times 40 \mu\text{m} \times 700 \text{ nm}$

8.4.3 Influence de la puissance d'actionnement sur les réponses modales

8.4.3.1 Démodulation à la fréquence du signal d'excitation

D'après l'équation 8.18, en présence d'une polarisation continue, l'amplitude du signal d'entrée est de $\frac{l_{act}}{R_{sh}w_{act}+2R_c}(2V_{dc}v_{ac})$. Les figures 8.18a et 8.18b montrent les courbes de résonance en fonction des polarisations employées pour un résonateur T2614 avec un détecteur de type DP2. D'après ces courbes nous pouvons voir deux effets majeurs :

- Le premier est l'évolution de l'amplitude avec la puissance électrique. Cette évolution étant vérifiée pour des variations de la tension continue et alternative, elle atteste de l'actionnement thermique
- Le second est la dérive en fréquence qui accompagne l'augmentation d'amplitude. Encore une fois, cette dérive est due à la dilatation thermique du GaN qui réduit la contrainte longitudinale dans la poutre.

La présence d'une réponse à la fréquence d'excitation pour une tension Vdc nulle est le témoin d'un actionnement piézoélectrique lié aux lignes de champ formées dans le dipôle. Cependant, les contacts étant ohmiques, la composante verticale du champ électrique E_{elec_zz} est nulle. Cette actionnement serait donc probablement lié au champ électrique dans le plan x,y entre les deux contacts de l'actionneur ou bien au courant résiduel non nul même à Vdc=0V.

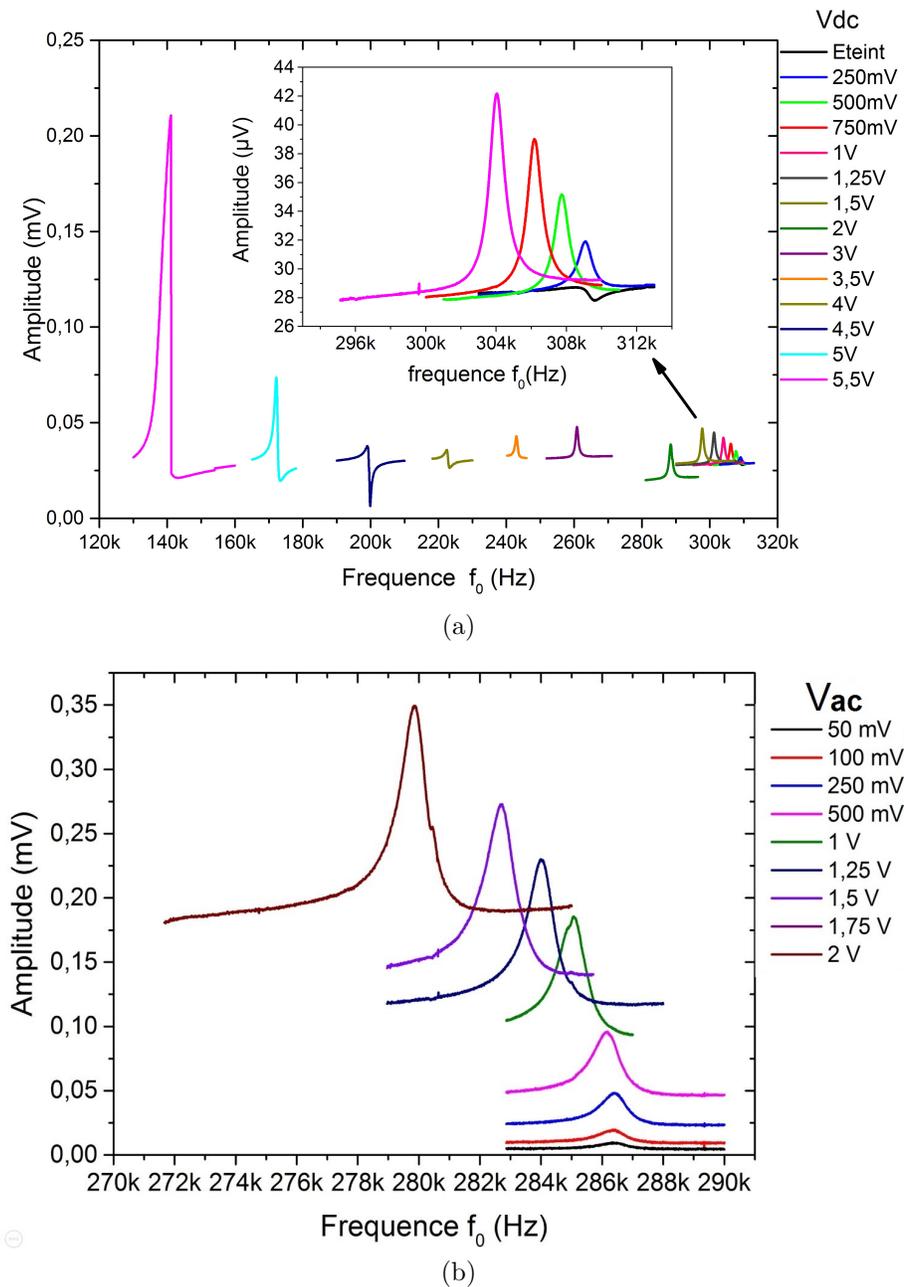


FIGURE 8.18: Courbes de résonance d'un résonateur T2614 actionné thermiquement en fonction de (a) la polarisation continue de l'actionneur pour une tension alternative de 2Vpk (b) la polarisation alternative de l'actionneur pour une tension continue de 2V. Le détecteur correspond à un détecteur de type DP2 soumis à une tension continue de 2V

A partir de ces courbes il est donc possible de tracer différentes caractéristiques en fonction de la puissance électrique. En traçant l'amplitude en fonction de la puissance, nous observons une évolution linéaire en accord avec la théorie (fig. 8.19a). Cette évolution est d'ailleurs vérifiée pour des variations de la tension continue et de la tension alternative.

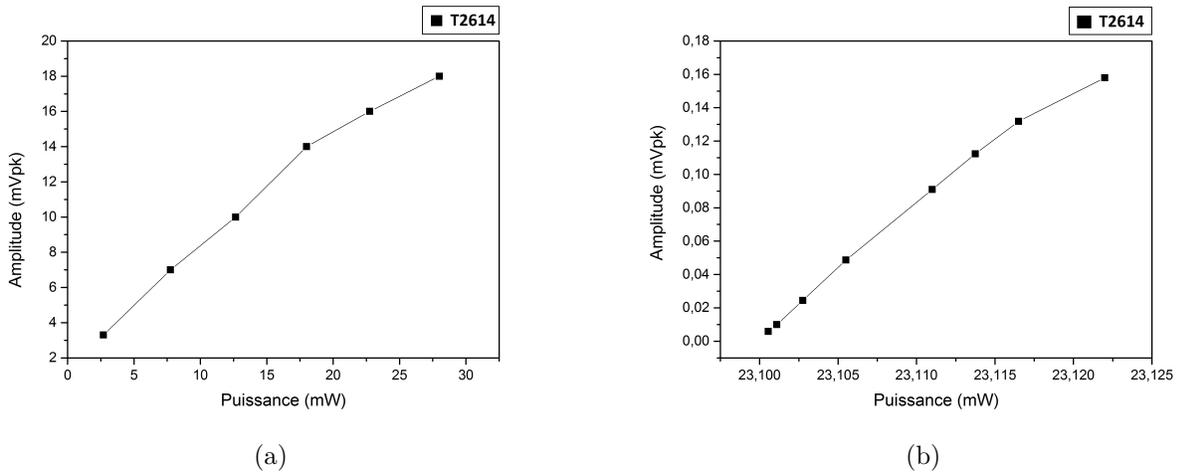


FIGURE 8.19: Evolution de l'amplitude en fonction de la puissance électrique injectée. La courbe (a) présente le résultat pour une tension alternative constante et variation de tension continue ; la courbe (b) présente le résultat pour une variation de tension alternative à tension continue constante

En revanche, le facteur de qualité suit une tendance inverse à savoir une diminution avec l'augmentation de la puissance. Cette diminution est généralement observée dans les autres technologies [190] et est attribuée à la dégradation des propriétés mécaniques et élastiques des matériaux lorsqu'ils sont soumis à des variations de température. Dans le cas des détecteurs sans grille, la diminution du facteur de qualité peut aussi être due à la modification des propriétés électriques, comme des effets de dépiégeages de charges, avec la température. L'autre raison qui pourrait expliquer cette diminution du facteur de qualité serait que la variation de contrainte due à l'échauffement modifie la déformée $U_n(x)$ du mode. Le mode de résonance va donc osciller autour d'une fréquence moyenne et se traduire par un élargissement du pic de résonance. L'ensemble de ces éléments fait que malgré l'augmentation d'amplitude, la courbe de résonance s'élargit. En considérant le composant comme un capteur de masse dont la sensibilité est définie comme étant le rapport entre la variation d'amplitude et la variation de masse ($\frac{\Delta A}{\Delta m}$), on peut dire que l'augmentation de la force et de l'amplitude d'actionnement se fait donc au détriment de la sensibilité du capteur.

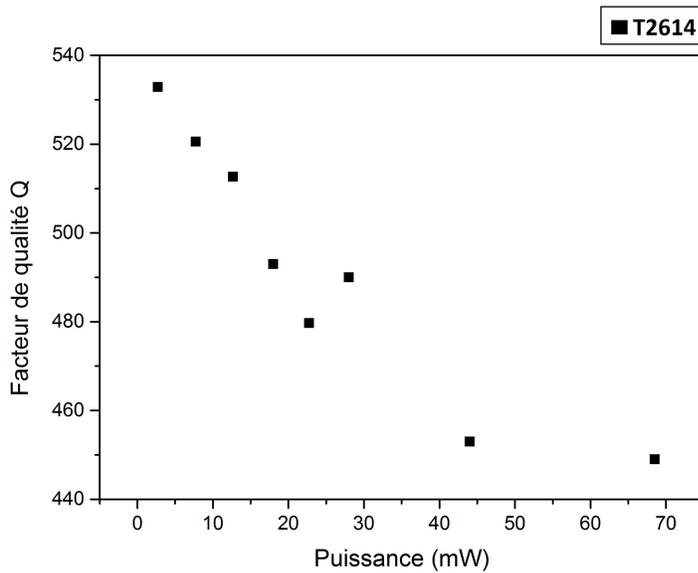


FIGURE 8.20: Evolution du facteur de qualité en fonction de la puissance électrique.

Enfinement, si l'on trace la variation de la fréquence de résonance en fonction de la puissance il est possible de remonter, via l'équation 8.8, à l'évolution de la contrainte dans la poutre en fonction de la puissance. En procédant ainsi, la pente mesurée est de - 2.6 MPa/mW. Comparée à la valeur de -4 MPa/ mW trouvée via la mesure thermique par caméra infrarouge (eq. 8.28), cette valeur est cohérente, la diminution de la pente pouvant être attribuée à la diffusion thermique dans l'épaisseur de la poutre. Celle-ci entraîne un gradient de température suivant l'épaisseur de la poutre. Ce dernier est responsable de l'actionnement mais aussi de la diminution de la température moyenne dans la poutre.

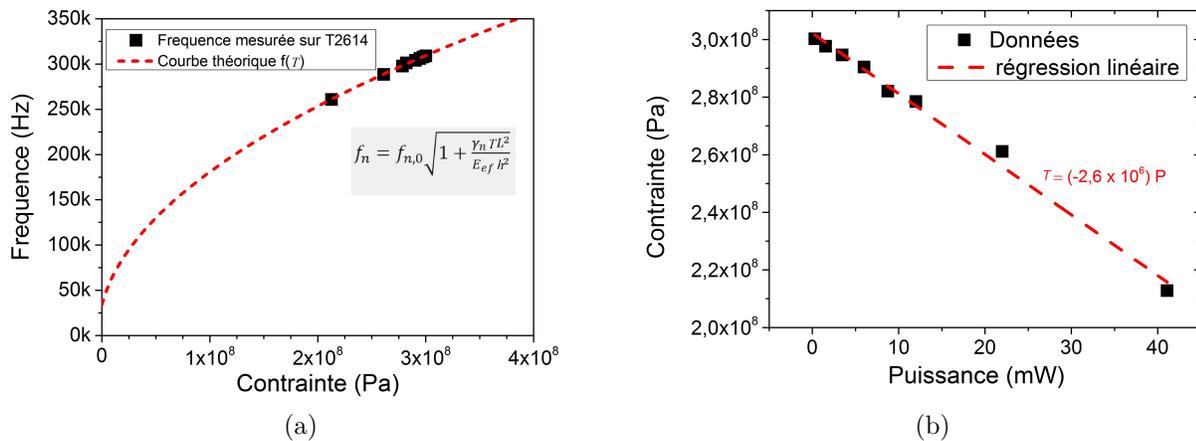


FIGURE 8.21: Courbes utilisées pour le calcul de la variation de contrainte en fonction de la puissance électrique. (a) Courbes de l'évolution de la fréquence de résonance en fonction de la contrainte (b) évolution de la contrainte en fonction de la puissance électrique injectée. Les mesures ont été effectuées sur l'échantillon T2614.

8.4.3.2 Démodulation à fréquence double ($f / 2f$)

L'actionnement thermique est obtenu par l'application d'une tension alternative sur une résistance. Par conséquent, la variation de puissance électrique contient un terme en 2ω (eq.8.22). Il est donc possible de détecter le mouvement à 2 fréquences différentes en démodulant le signal de sortie soit par un signal à la même fréquence que celle de l'actionneur soit par un signal à la fréquence double. Dans le cas d'une démodulation à $2 \cdot \omega_{act}$, l'amplitude du signal d'actionnement est proportionnelle à $\frac{1}{2}v_{ac}^2$ (eq. 8.18).

Comme le montre la figure 8.22, les fréquences de résonance mesurées diminuent avec l'augmentation de la puissance électrique continue injectée dans l'actionneur.

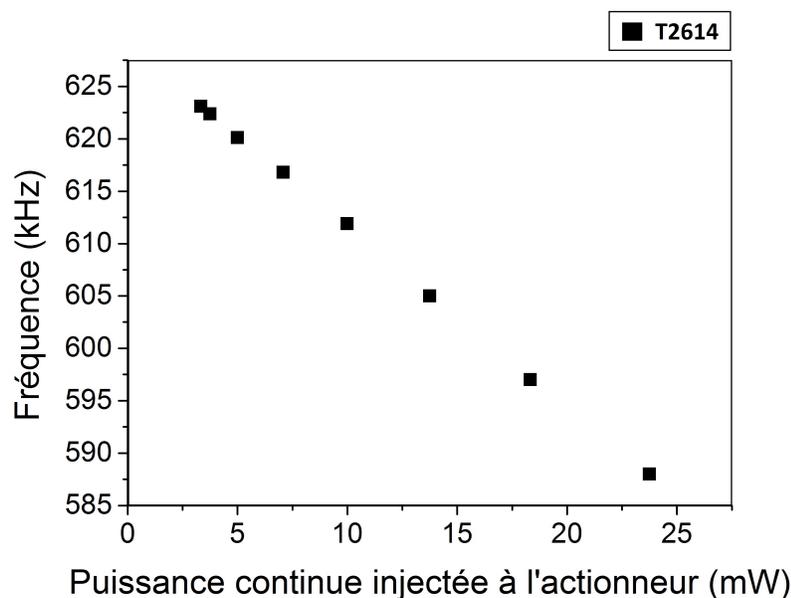
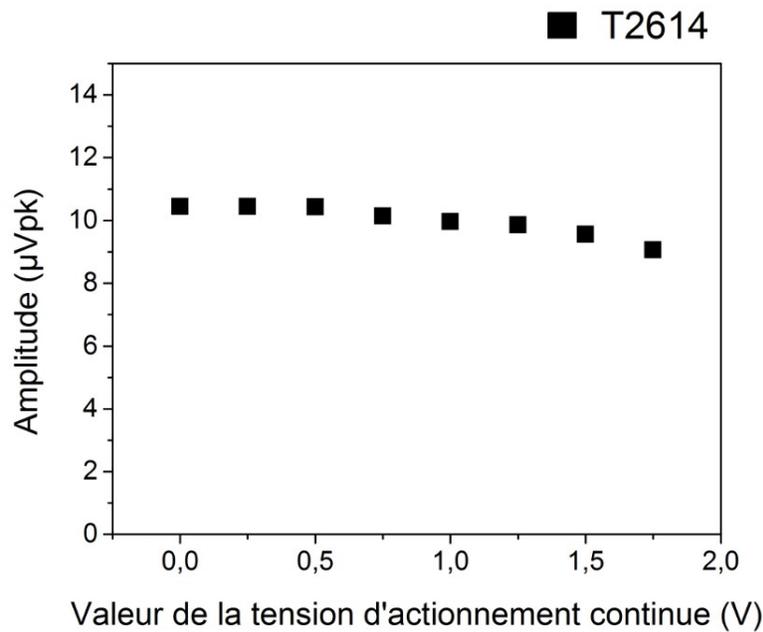
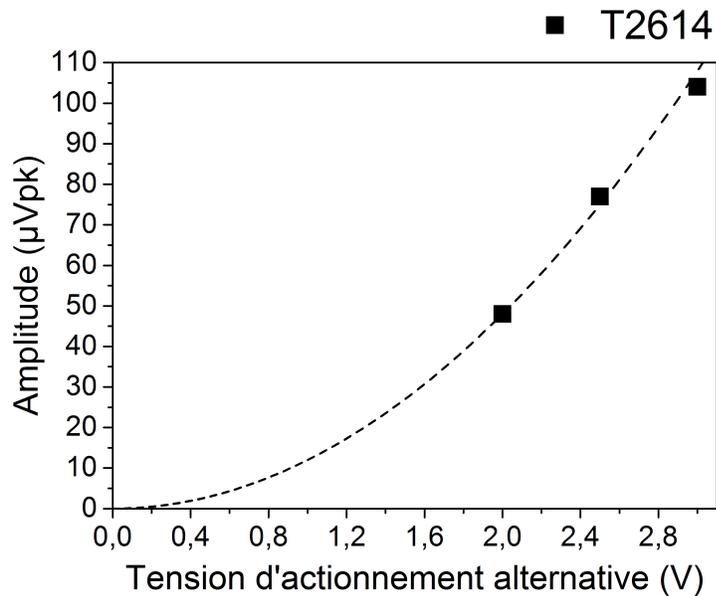


FIGURE 8.22: Variation de la fréquence de résonance en fonction de la puissance électrique continue injectée à l'actionneur thermique. Les points correspondent aux résultats obtenus sur T2614 avec un détecteur de type DP2 polarisé à 2V.

Les figures 8.23a et 8.23b montrent la variation des amplitudes des pics de résonance des résonateurs de T2614 avec un détecteur DP2 en fonction des tensions de polarisation de l'actionneur. La fréquence de démodulation de l'amplificateur à détection synchrone (Zurich instrument) est fixée à $2 \cdot f_{act}$. Les amplitudes des courbes de résonance diminuent très légèrement lorsque la polarisation continue appliquée augmente alors que, comme attendu, elles sont proportionnelles au carré de la tension alternative. On peut la encore supposer que la diminution de l'amplitude du signal de sortie est due à l'impact de la température sur les propriétés mécaniques de la poutre et électriques du détecteur.



(a)



(b)

FIGURE 8.23: Courbes de résonance d'un résonateur T2614 actionné thermiquement en fonction de (a) la polarisation continue de l'actionneur pour une tension alternative de 2Vpk (b) de la polarisation alternative de l'actionneur pour une tension continue de 2V. La ligne en pointillés correspond à une évolution quadratique prévu par eq. 8.18 . Le détecteur correspond à un détecteur de type DP2 soumis à une tension continue de 2V. La démodulation est réalisée à une fréquence égale à 2 fois la fréquence d'excitation

L'avantage de cette démodulation est de réduire les parasites en décorélant la fréquence d'excitation de celle de la détection. Ainsi, la conduction parasite et les effets des capacités parasites

sont réduits. Comme on peut le voir sur la figure 8.24b, la démodulation à $2f$ permet d'obtenir une dynamique de 20 mVpk environ et un signal de fond hors résonance de l'ordre de 10 mVpk. En revanche le niveau du signal de fond hors résonance obtenu avec une démodulation à la fréquence de résonance présente une valeur de 400 mVpk pour une dynamique de 10 mVpk. L'usage d'un actionneur thermique qui permet la démodulation à la fréquence double permet donc de réduire d'une décade le signal de fond hors résonance en réduisant les effets de couplage direct entre l'actionneur et le détecteur (fig. 8.24a).

Il est intéressant de noter la miniaturisation du résonateur dont les dimensions sont $140 \mu\text{m} \times 24 \mu\text{m} \times 700 \text{nm}$ (au lieu de $440 \mu\text{m} \times 40 \mu\text{m} \times 0.7 \mu\text{m}$) permet d'obtenir une réponse électrique pour une fréquence d'excitation égale à la fréquence du mode fondamental. Cette mesure étant réalisée sur l'échantillon PTC700, dont les pics de résonances à basse fréquence ne sont pas visibles, ce résultat semble confirmer le fait que la miniaturisation des résonateurs permettra de s'affranchir des effets de pièges liés aux dislocations et d'effectuer la détection électriques des premiers modes.

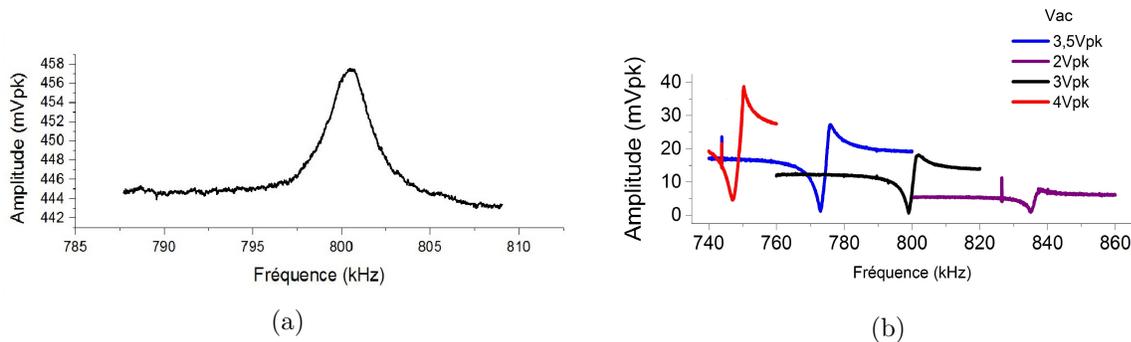


FIGURE 8.24: Courbes de résonance d'un résonateur PTC700 de $140 \mu\text{m} \times 24 \mu\text{m} \times 700 \text{nm}$ actionné thermiquement. La courbe (a) présente la résonance du composant soumis à une tension d'excitation de $0.5 + 1.5\cos(\omega_0 t)$. La démodulation est faite à fréquence d'excitation. La figure (b) présente les résonances du composant soumis à une excitation de $0.5 + v_{ac}\cos(\omega_{act}t)$. La démodulation est faite à 2 fois la fréquence d'excitation. Le détecteur utilisé est un détecteur DP1 polarisé de façon à ce que le courant soit de 2mA.

8.4.3.3 Conclusion

Dans cette partie nous avons réalisé, pour la première fois, l'actionnement thermoélectrique de résonateurs à poutre bi-encastées à base de GaN. Si la conductance thermique est suffisamment faible l'actionnement thermique permet de générer des contraintes plus importantes que l'actionnement piézoélectrique à basse fréquence. Pour certaines applications, comme les applications en milieu liquide, qui demandent une grande force d'actionnement, ce mode de transduction peut s'avérer intéressant. De plus, la possibilité de démoduler à une fréquence double peut permettre de s'affranchir de certains parasites et d'augmenter la dynamique du signal de sortie.

Le désavantage de cet actionnement vient de la diminution de la fréquence de résonance et du facteur de qualité avec l'augmentation de la puissance électrique. Il n'est donc pas possible d'augmenter la force d'actionnement tout en conservant la sensibilité et la bande passante du

capteur. De plus, la zone d'échauffement du résonateur est assez large et peut donc modifier les paramètres du détecteur et entraîner des effets non linéaires importants.

8.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons montré que les performances des résonateurs MEMS fabriqués sur des structures de 700 nm ne sont pas dégradées par rapport à celles des structures de 2 μ m. Au contraire, la contrainte résiduelle plus importante permet d'atteindre des fréquences de résonance plus élevées et des facteurs de qualité semblables. Cependant, on constate une absence de signal de sortie électrique aux basses fréquences. Parmi les différentes explications possibles, nous pensons que la plus vraisemblable est celle qui implique un phénomène de piégeage des charges libres par les dislocations dans les couches tampons.

D'autre part, deux architectures de détecteur intégrable sur une poutre de 1 μ m de large ont été étudiées. Les courbes de résonance montrent des amplitudes de signaux de sorties supérieures pour des détecteurs de type DP1 qui présentent le plus faible ratio $\frac{L}{W}$ (avec L la distance inter-électrode et W la largeur des électrodes) et donc la plus faible résistance.

Enfin, la première démonstration d'un actionnement électrothermique de résonateur à base de matériaux III-N a été réalisée. Les variations d'amplitude, de facteur de qualité et de fréquence de résonance confirment le modèle théorique. Les dérives des fréquences sont cohérentes avec la diminution des contraintes dans la poutre due à l'échauffement par effet Joule ce qui constitue le principal effet limitant de cet actionnement. L'actionnement induit aussi une oscillation de la contrainte moyenne et donc de la fréquence de résonance pendant l'excitation qui peut être à l'origine d'effets non linéaires importants.

Conclusion générale et perspectives

L'objectif de cette thèse était l'étude et le développement des résonateurs MEMS à base d'hétérostructures AlGa_N/Ga_N avec comme objectif d'en améliorer les performances. Dans le but d'utiliser ces résonateurs dans des applications de capteurs de force ou de masse, il est nécessaire de miniaturiser les résonateurs afin d'augmenter leur sensibilité. Pour cela, nous avons développé la croissance par épitaxie sous jets moléculaires d'hétérostructure AlGa_N/Ga_N sur des couches tampons spécifiques aux applications MEMS ainsi que les différentes étapes de conception et de fabrication des résonateurs.

Dans la première partie nous avons montré l'intérêt du Ga_N pour les applications de capteurs en environnement hostile. Après avoir fait l'état de l'art des différentes technologies et solutions étudiées, nous avons exposé les différents verrous relatifs au développement et à l'optimisation des composants MEMS résonant en Ga_N. Dans cette partie nous avons ciblé deux enjeux principaux qui sont:

- La croissance de structure AlGa_N/Ga_N sur des couches tampons d'épaisseurs inférieures à 1 μm
- La conception et la fabrication de résonateurs faisant 1 μm de large pour 5 μm de long

Dans la deuxième partie de ce manuscrit nous nous sommes intéressés à la croissance de structures HEMTs AlGa_N/Ga_N dédiées aux applications MEMS. A la lumière des propriétés structurales, électriques et mécaniques de trois types de structure épitaxiées par EJM, nous avons montré que la structure sans intercalaire Ga_N/Al_N est la structure des couches tampons la plus adaptée aux applications MEMS. A partir de ce type de structure, des croissances de couches de moins de 700 nm ont été réalisées. Les mobilités et densités de porteurs obtenues dans le gaz 2D sont supérieures à 1100 cm² V⁻¹s⁻¹ et 6x10¹² cm⁻² respectivement. Les modules d'Young de 325 GPa et contraintes résiduelles en tension attestent quant à eux des bonnes propriétés mécaniques des structures. De plus, des transconductances de l'ordre de 90 mS/mm et un rapport Ion/Ioff supérieur à 2 x 10³, mesurés sur des transistors HEMTs fabriqués sur des couches de 500 nm d'épaisseur, sont suffisants pour co-intégrer des composants MEMS et HEMTs. Les résultats de ces caractérisations montrent que nous avons atteint le compromis souhaité entre l'épaisseur des couches et leurs propriétés électriques et mécaniques. A la suite du choix de la structure des couches tampons, le transfert vers la croissance EPVOM a été étudié et a permis d'obtenir une structure de seulement 500 nm présentant une mobilité de 1700 cm² V⁻¹s⁻¹ qui constitue le meilleur résultat obtenu pour des structures AlGa_N/Ga_N submicroniques sur silicium. En revanche, la croissance de structures minces par EPVOM s'est heurtée à la faible reproductibilité des résultats et ne nous a pas permis de tirer de conclusions sur les avantages et inconvénients de l'EPVOM par rapport à l'EJM pour ce type de structure.

L'étude matériau a été complétée par un modèle analytique de la déflexion de levier à partir de la mesure de courbure in-situ qui a conduit à une bonne adéquation avec les mesures expérimentales. Ce modèle nous permet donc d'avoir un premier outil nous permettant de mieux comprendre la distribution de contrainte dans l'épaisseur de l'hétéroépitaxie et d'anticiper la déflexion de levier en fonction de la courbure in-situ mesurée pendant la croissance.

Dans la partie III nous détaillons la conception des différents niveaux de lithographie et le procédé de fabrication technologique. La conception des différentes architectures des transducteurs compatibles avec la miniaturisation est présentée. En ce qui concerne la fabrication, les étapes de délaquage après gravure chlorée et de gravure des marques d'alignement, employées pour améliorer l'intégration des étapes du procédé, sont détaillées. Nous présentons aussi le

procédé utiliser pour l'étape d'isolation par gravure de mesas qui constitue une nouvelle brique technologique pour l'équipe NAM6. Il est important de noter que la réalisation du procédé a nécessité de s'adapter au matériau. La formation de nouvelles fissures ou la propagation de fissures sont facilités par les fortes contraintes en tension dans la structure ce qui nécessite de prendre des précautions supplémentaires durant le procédé.

Finalement, nous présentons les caractérisations électriques et optiques réalisées sur les structures de 700 nm d'épaisseur. La comparaison des mesures optiques de la résonance des composants fabriqués sur des échantillons commerciaux et ceux réalisés sur les échantillons de 700 nm confirme l'intérêt des couches minces. La plus forte contrainte en tension dans les structures de 700 nm est à l'origine d'une augmentation de 8kHz de la fréquence de résonance fondamentale par rapport aux structures commerciales de 2 μm d'épaisseur. De plus, les facteurs de qualité à l'air extraits des courbes de résonance sur les structures épaisses et minces sont semblables. En revanche, sur l'échantillon EJM, les pics de résonance dont les fréquences sont inférieures à 600 kHz ne sont pas détectables via les détecteurs piézoélectriques. L'hypothèse qui nous semble la plus probable est que cette absence de réponse est due aux nombreux défauts, et notamment aux dislocations, proches du gaz 2D. Enfin, nous avons démontré, pour la première fois, l'actionnement électrothermique de résonateurs en GaN. Ce type d'actionnement peut s'avérer avantageux pour des applications à basses fréquences et offre la possibilité d'utiliser une démodulation à fréquence double qui diminue le couplage direct entre l'actionneur et le détecteur.

Suite à ce travail de thèse, de nombreuses caractérisations des composants MEMS restent à faire. Parmi elles, une étude statistique des composants EJM semble nécessaire pour s'assurer du rôle de piège des dislocations. Des mesures I-V en régime pulsé peuvent aussi être envisagées pour confirmer l'impact des dislocations sur le mécanisme de détection. Dans une optique de valorisation du matériau, la comparaison de résonateurs sur couches épaisses et fines dans une enceinte sous vide est nécessaire pour estimer l'impact de l'épaisseur du résonateur sur les pertes mécaniques.

D'un point de vue matériau, le principal enjeu est le développement de la croissance EPVOM qui n'a pas montré une reproductibilité suffisante. Une étude de l'évolution des propriétés structurales et électriques en fonction des conditions de nucléation et de croissance (rapport III/V et pression) me semble être une première étape nécessaire. L'autre aspect de l'étude matériau à développer est la compréhension de la distribution de contrainte dans l'AlN de nucléation. Pour cela, certaines pistes comme la comparaison de la déflexion de poutres AlN pour plusieurs conditions de nucléation ont été envisagées.

Enfin, l'enjeu principal de la suite de cette thèse est la fabrication des résonateurs de dimensions ($L \times W \times e$) = (5 μm x 1 μm x 500 nm) en utilisant les échantillons et les architectures présentés et validés dans ce manuscrit. Pour cela, de nouvelles étapes de lithographie et de gravure doivent être développées puis intégrées au procédé.

Bibliographie

- [1] H. C. Nathanson, W. E. Newell, R. a. Wickstrom, and J. R. Davis, “Gate Transistor,” *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 14, no. 3, pp. 117–133, 1967.
- [2] R. T. Howe, “Polycrystalline Silicon Micromechanical Beams,” *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 130, no. 6, p. 1420, 1983.
- [3] R. Howe and R. Muller, “Integrated resonant-microbridge vapor sensor,” *1984 International Electron Devices Meeting*, vol. 30, no. 4, pp. 499–506, 1984.
- [4] J. Bustillo, R. Howe, and R. Muller, “Surface micromachining for microelectromechanical systems,” *Proceedings of the IEEE*, vol. 86, no. 8, 1998.
- [5] T. Roessig, R. Howe, a.P. Pisano, and J. Smith, “Surface-micromachined resonant accelerometer,” *Proceedings of International Solid State Sensors and Actuators Conference (Transducers '97)*, vol. 2, pp. 1–4, 1997.
- [6] W. Wang, R. Marathe, B. Bahr, L. C. Popa, and D. Weinstein, “RF solid-state vibrating transistors,” *2013 Joint European Frequency and Time Forum and International Frequency Control Symposium, EFTF/IFC 2013*, pp. 529–538, 2013.
- [7] J. Verd, a. Uranga, G. Abadal, J. L. Teva, F. Torres, J. López, F. Pérez-Murano, J. Esteve, and N. Barniol, “Monolithic CMOS MEMS oscillator circuit for sensing in the attogram range,” *IEEE Electron Device Letters*, vol. 29, no. 2, pp. 146–148, 2008.
- [8] E. Uttenthaler, M. Schräml, J. Mandel, and S. Drost, “Ultrasensitive quartz crystal microbalance sensors for detection of M13-Phages in liquids,” *Biosensors and Bioelectronics*, vol. 16, no. 9-12, pp. 735–743, 2001.
- [9] J. Lu, T. Ikehara, Y. Zhang, T. Mihara, T. Itoh, and R. Maeda, “High quality factor silicon cantilever transduced by piezoelectric lead zirconate titanate film for mass sensing applications,” *Japanese Journal of Applied Physics, Part 1 : Regular Papers and Short Notes and Review Papers*, vol. 46, no. 12, pp. 7643–7647, 2007.
- [10] R. P. Ried, H. J. Mamin, B. D. Terris, L.-s. Fan, and D. Rugar, “Microscope Cantilevers with incisive Tips,” *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 6, no. 4, pp. 294–302, 1997.
- [11] B. W. Chui, T. D. Stowe, Y. S. Ju, K. E. Goodson, T. W. Kenny, H. J. Mamin, B. D. Terris, R. P. Ried, and D. Rugar, “Low-stiffness silicon cantilevers with integrated heaters and piezoresistive sensors for high-density AFM thermomechanical data storage,” *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 7, no. 1, pp. 69–77, 1998.

- [12] M. L. Roukes, "Nanoelectromechanical Systems (NEMS)," *Technical digest of the 2000 solid state sensor and actuator workshop*, vol. 2000, pp. 55–94, 2013.
- [13] F. Chen, J. Brotz, C.-c. Lo, and K. Gary, "Rf mixer-filters," pp. 24–27, 2005.
- [14] D. Grogg and A. M. Ionescu, "The vibrating body transistor," *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 58, no. 7, pp. 2113–2121, 2011.
- [15] I. Bargatin, E. B. Myers, J. Arlett, B. Gudlewski, and M. L. Roukes, "Sensitive detection of nanomechanical motion using piezoresistive signal downmixing," *Applied Physics Letters*, vol. 86, no. 13, pp. 1–3, 2005.
- [16] P. Gonzalez Ruiz, K. De Meyer, and A. Witvrouw, *Poly-SiGe for MEMS-above-CMOS Sensors*. Springer US, 2014.
- [17] L. Roylance and J. Angell, "A batch-fabricated silicon accelerometer," *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 26, no. 12, pp. 1911–1917, 1979.
- [18] E. Q. E. Quevy, a. S. P. a. S. Paulo, E. B. E. Basol, R. H. R. Howe, T.-J. K. T.-J. King, and J. B. J. Bokor, "Back-End-Of-Line Poly-SiGe Disk Resonators," *19th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems*, no. January, pp. 234–237, 2006.
- [19] B. Walter, *Fabrication de micro-résonateurs haute fréquence pour la microscopie a force atomique sur des objets biologique*. PhD thesis, Université des sciences et technologies de Lille, 2011.
- [20] S. Rey-Mermet, R. Lanz, and P. Muralt, "AlN thin film resonators operating at 8 GHz used As Sensors for Organic Films," *IEEE ultrasonics symposium*, pp. 1253–1257, 2005.
- [21] D. L. DeVoe, "Piezoelectric thin film micromechanical beam resonators," *Sensors and Actuators, A : Physical*, vol. 88, no. 3, pp. 263–272, 2001.
- [22] S. a. Bhave and R. T. Howe, "Silicon nitride-on-silicon bar resonator using internal electrostatic transduction," *Digest of Technical Papers - International Conference on Solid State Sensors and Actuators and Microsystems, TRANSDUCERS '05*, vol. 2, pp. 2139–2142, 2005.
- [23] A. Ansari, J. Gokhale, J. Roberts, and M. Rais-z, "Monolithic Integration of G GaN-Based Micromechanical Resonators and d HEMTs for Timing Applications," pp. 363–366, 2012.
- [24] G. Piazza, P. J. Stephanou, and A. P. A. Pisano, "Piezoelectric Aluminum Nitride Vibrating contour mode MEMS resonators," vol. 15, no. 6, pp. 1406–1418, 2006.
- [25] A. Hajjam, J. C. Wilson, A. Rahafrooz, and S. Pourkamali, "Fabrication and characterization of thermally actuated micromechanical resonators for airborne particle mass sensing : II. Device fabrication and characterization," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 20, no. 12, p. 125019, 2010.
- [26] H. Barber, "Effective mass and intrinsic concentration in silicon," *Solid-State Electronics*, vol. 10, no. 11, pp. 1039–1051, 1967.
- [27] G. H. Kroetz, M. H. Eickhoff, and H. Moeller, "Silicon compatible materials for harsh environment sensors," *Sensors and Actuators, A : Physical*, vol. 74, no. 1, pp. 182–189, 1999.

- [28] H. Takeuchi, A. Wung, X. Sun, R. T. Howe, and T. J. King, "Thermal budget limits of quarter-micrometer foundry CMOS for post-processing MEMS devices," *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 52, no. 9, pp. 2081–2086, 2005.
- [29] S. Guo, H. Eriksen, K. Childress, A. Fink, and M. Hoffman, "High temperature smart-cut SOI pressure sensor," *Sensors and Actuators, A : Physical*, vol. 154, no. 2, pp. 255–260, 2009.
- [30] O. Le Traon, D. Janiaud, M. Pernice, S. Masson, S. Muller, and J. Y. Tridera, "A new quartz monolithic differential vibrating beam accelerometer," *Record - IEEE PLANS, Position Location and Navigation Symposium*, vol. 2006, pp. 6–15, 2006.
- [31] F. Stratton, D. Chang, D. Kirby, R. Joyce, T.-Y. H. T.-Y. Hsu, R. Kubena, and Y.-K. Y. Y.-K. Yong, "A MEMS-based quartz resonator technology for GHz applications," *Proceedings of the 2004 IEEE International Frequency Control Symposium and Exposition, 2004.*, vol. 00, no. c, pp. 27–34, 2004.
- [32] J. Rabe, S. Büttgenbach, J. Schröder, and P. Hauptmann, "Monolithic miniaturized quartz microbalance array and its application to chemical sensor systems for liquids," *IEEE Sensors Journal*, vol. 3, no. 4, pp. 361–368, 2003.
- [33] N. Takahashi, T. Nakumura, S. Nonaka, H. Yagi, Y. Sinriki, and K. Tamanuki, "Rapid Growth of Thick Quartz Films by Catalyst-Enhanced Vapor-Phase Epitaxy under Atmospheric Pressure," *Electrochemical and Solid-State Letters*, vol. 6, no. 5, p. C77, 2003.
- [34] N. Takahashi, J. Majima, T. Nakumura, S. Nonaka, H. Yagi, Y. Shinriki, and K. Tamanuki, "Growth of a High Quality Quartz Film on Sapphire by Epitaxy Using Buffer Layers," no. 11, pp. 2889–2891, 2003.
- [35] M. D. Cunha, R. Lad, T. Moonlight, G. Bernhardt, and D. Frankel, "High temperature stability of langasite surface acoustic wave devices," *2008 IEEE Ultrasonics Symposium*, no. c, pp. 205–208, 2008.
- [36] S. Sakharov, S. Kondratiev, a. Zabelin, N. Naumenko, a. Azarov, S. Zhgoon, and a. Shvetsov, "Theoretical and experimental investigation of langasite as material for wireless high temperature SAW sensors," *2010 IEEE International Ultrasonics Symposium*, pp. 535–538, 2010.
- [37] J. Bardong, M. Schulz, M. Schmitt, I. Shrena, D. Eisele, E. Mayer, L. M. Reindl, and H. Fritze, "Precise measurements of BAW and SAW properties of langasite in the temperature range from 25 °C to 1000 °C," *2008 IEEE International Frequency Control Symposium, FCS*, pp. 326–331, 2008.
- [38] H. Fritze, H. Seh, H. Tuller, and G. Borchard, "Operation limit of langasite nanobalances," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 21, no. 10-11, pp. 1473–1477, 2001.
- [39] H. Fritze, H. Tuller, H. Seh, and G. Borchard, "High temperature nanobalance sensor based on langasite," *Sensors and Actuators B : Chemical*, vol. 76, no. 1-3, pp. 103–107, 2001.

- [40] M. Vellekoop, C. Visser, P. Sarro, and a. Venema, "Compatibility of zinc oxide with silicon IC processing," *Sensors and Actuators A : Physical*, vol. 23, no. 1-3, pp. 1027–1030, 1990.
- [41] M.-a. Dubois, P. Muralt, H. Matsumoto, and V. Plessky, "Solidly mounted resonator based on aluminum nitride thin film," *1998 IEEE Ultrasonics Symposium. Proceedings (Cat. No. 98CH36102)*, vol. 1, pp. 909–912, 1998.
- [42] M.-a. Dubois, P. Muralt, and V. Plessky, "BAW resonators based on aluminum nitride thin films," *1999 IEEE Ultrasonics Symposium. Proceedings. International Symposium (Cat. No.99CH37027)*, vol. 2, pp. 907–910, 1999.
- [43] R. Lanz, P. Carazzetti, and P. Muralt, "Surface micromachined BAW resonators based on AlN," *IEEE ultrasonics symposium*, pp. 981–983, 2002.
- [44] B. P. Otis and J. M. Rabaey, "A 300-?? W 1.9-GHz CMOS oscillator utilizing micromachined resonators," *IEEE Journal of Solid-State Circuits*, vol. 38, no. 7, pp. 1271–1274, 2003.
- [45] M. L. Johnston, I. Kymissis, and K. L. Shepard, "FBAR-CMOS oscillator array for mass-sensing applications," *IEEE Sensors Journal*, vol. 10, no. 6, pp. 1042–1047, 2010.
- [46] L.-W. Hung and C. T. Nguyen, "Capacitive-piezoelectric AlN resonators with $Q > 12.000$," pp. 173–176, 2011.
- [47] S. Tadigadapa and K. Mateti, "Piezoelectric MEMS sensors : state-of-the-art and perspectives," *Measurement Science and Technology*, vol. 20, no. 9, p. 092001, 2009.
- [48] P. G. Neudeck, S. L. Garverick, D. J. Spry, L. Y. Chen, G. M. Beheim, M. J. Krasowski, and M. Mehregany, "Extreme temperature 6H-SiC JFET integrated circuit technology," *Physica Status Solidi (A) Applications and Materials Science*, vol. 206, no. 10, pp. 2329–2345, 2009.
- [49] I. Yonenaga, "Thermo-mechanical stability of wide-bandgap semiconductors : High temperature hardness of SiC, AlN, GaN, ZnO and ZnSe," *Physica B : Condensed Matter*, vol. 308-310, pp. 1150–1152, 2001.
- [50] J. Zhang, C. Carraro, R. T. Howe, and R. Maboudian, "Electrical, mechanical and metal contact properties of polycrystalline 3C-SiC films for MEMS in harsh environments," *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, no. 22-23 SPEC. ISS., pp. 8893–8898, 2007.
- [51] H. Yano, T. Hirao, T. Kimoto, H. Matsunami, K. Asano, and Y. Sugawara, "High channel mobility in inversion layers of 4H-SiC MOSFET's by utilizing (11-20) face," *IEEE Electron Device Letters*, vol. 20, no. 12, pp. 611–613, 1999.
- [52] H. Nagasawa, K. Yagi, T. Kawahara, N. Hatta, and M. Abe, "Hetero- and homo-epitaxial growth of 3C-SiC for MOS-FETs," *Microelectronic Engineering*, vol. 83, no. 1 SPEC. ISS., pp. 185–188, 2006.
- [53] P. M. Sarro, "Silicon carbide as a new MEMS technology," *Sensors and Actuators, A : Physical*, vol. 82, no. 1, pp. 210–218, 2000.
- [54] R. Ziermann, J. V. Berg, W. Reichert, E. Obermeier, M. Eickhoff, and G. Krotz, "A High Temperature Pressure Sensor With &Sic Piezoresistors On SOI Substrates," *IEEE transducer*, pp. 2–5, 1997.

- [55] S. a. Bhave, R. Maboudian, R. T. Howe, B. Sensor, and C. Hall, "Fully differential Poly-SiC Lamé Mode resonator and checkboard filter," *IEEE*, no. Figure 2, pp. 223–226, 2005.
- [56] W. T. Chang and C. Zorman, "Electrical characterization of microelectromechanical silicon carbide resonators," *Sensors*, vol. 8, no. 9, pp. 5759–5774, 2008.
- [57] R. F. Wiser, C. A. Zorman, and M. Mehregany, "Fabrication and testing on vertically actuated polycrystalline SiC micromechanical resonators for MHz frequency applications," *Transducers 03*, pp. 1164–1167, 2003.
- [58] S. Roy, R. G. DeAnna, C. a. Zorman, and M. Mehregany, "Fabrication and characterization of polycrystalline SiC resonators," *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 49, no. 12, pp. 2323–2332, 2002.
- [59] M. Li, H. X. Tang, and M. L. Roukes, "Ultra-sensitive NEMS-based cantilevers for sensing, scanned probe and very high-frequency applications.," *Nature nanotechnology*, vol. 2, no. 2, pp. 114–120, 2007.
- [60] M. Placidi, A. Pérez-Tomás, M. Zielinski, P. Godignon, J. Millán, X. Jordà, N. Mestres, and G. Abadal, "3C-SiC films on insulated substrates for high-temperature electrostatic-based resonators," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 20, no. 11, p. 115007, 2010.
- [61] M. Placidi, *Wide bandgap semiconductors for MEMS and related process technologies*. PhD thesis, Universitat Autònoma de Barcelona, 2010.
- [62] J. Wang, E. Butler, and C. T. Nguyen, "1.51GHz Nanocrystalline diamond micromechanical disk with material mismatched isolating support," *Ieee*, pp. 641–644, 2004.
- [63] E. Obermeier, "High temperat microsensors based on polycrystalline diamond thin films," *The 8th international conference on Solid State sensors and actuators, and eurosensors IX*, pp. 178–181, 1995.
- [64] M. Asif Khan, Q. Chen, C. J. Sun, M. Shur, and B. Gelmont, "Two-dimensional electron gas in GaN AlGa_N heterostructures deposited using trimethylamine-alane as the aluminum source in low pressure metalorganic chemical vapor deposition," *Applied Physics Letters*, vol. 67, no. 10, p. 1429, 1995.
- [65] M. Asif Khan, J. N. Kuznia, a. R. Bhattarai, and D. T. Olson, "Metal semiconductor field effect transistor based on single crystal GaN," *Applied Physics Letters*, vol. 62, no. 15, p. 1786, 1993.
- [66] M. Asif Khan, J. N. Kuznia, D. T. Olson, W. J. Schaff, J. W. Burm, and M. S. Shur, "Microwave performance of a 0.25 μm gate AlGa_N/GaN heterostructure field effect transistor," *Applied Physics Letters*, vol. 65, no. 9, p. 1121, 1994.
- [67] D. Maier, M. Alomari, N. Grandjean, J.-f. Carlin, M.-a. Forte-poisson, C. Dua, A. Chuvilin, D. Troadec, C. Gaquière, U. Kaiser, S. L. Delage, and E. Kohn, "Testing the Temperature Limits of GaN Based HEMT Devices," *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability*, vol. 10, no. 4, pp. 427–436, 2010.

- [68] F. Medjdoub, J. Carlin, M. Gonschorek, E. Feltin, M. A. Py, D. Ducatteau, C. Gaquière, N. Grandjean, and E. Kohn, “Can InAlN / GaN be an alternative to high power / high temperature AlGaIn / GaN devices?,” *Electron Devices Meeting, 2006. IEDM '06. International*, pp. 1–4, 2006.
- [69] B. S. Kang, S. Kim, J. Kim, K. Baik, and S. J. Pearton, “The Effect of External Strain on the Conductivity of AlGaIn / GaN High Electron Mobility Transistors 4 . Department of Mechanical and Aerospace,” p. 2003, 2003.
- [70] B. S. Kang, S. Kim, F. Ren, J. W. Johnson, R. J. Therrien, P. Rajagopal, J. C. Roberts, E. L. Piner, K. J. Linthicum, S. N. G. Chu, K. Baik, B. P. Gila, C. R. Abernathy, and S. J. Pearton, “Pressure-induced changes in the conductivity of AlGaIn/GaN high-electron mobility-transistor membranes,” *Applied Physics Letters*, vol. 85, no. 14, pp. 2962–2964, 2004.
- [71] K. Tonisch, C. Buchheim, F. Niebelschütz, a. Schober, G. Gobsch, V. Cimalla, O. Ambacher, and R. Goldhahn, “Piezoelectric actuation of (GaN/)AlGaIn/GaN heterostructures,” *Journal of Applied Physics*, vol. 104, no. 8, 2008.
- [72] V. Cimalla, J. Pezoldt, and O. Ambacher, “Group III nitride and SiC based MEMS and NEMS : materials properties, technology and applications,” *Journal of Physics D : Applied Physics*, vol. 40, no. 20, pp. 6386–6434, 2007.
- [73] M. Faucher, B. Grimberty, Y. Cordier, N. Baron, A. Wilk, H. Lahreche, P. Bove, M. François, P. Tilmant, T. Gehin, C. Legrand, M. Werquin, L. Buchaillot, C. Gaquiere, and D. Theron, “Amplified piezoelectric transduction of nanoscale motion in gallium nitride electromechanical resonators,” *Applied Physics Letters*, vol. 94, no. 23, p. 233506, 2009.
- [74] A. B. Amar, M. Faucher, B. Grimberty, Y. Cordier, M. François, P. Tilmant, M. Werquin, V. Zhang, D. Ducatteau, C. Gaquière, L. Buchaillot, and D. Théron, “Bias Dependence of Gallium Nitride Micro-Electro-Mechanical Systems Actuation Using a Two-Dimensional Electron Gas,” *Applied Physics Express*, vol. 5, p. 067201, May 2012.
- [75] L. C. Popa and D. Weinstein, “2DEG electrodes for piezoelectric transduction of AlGaIn/GaN MEMS resonators,” *2013 Joint European Frequency and Time Forum and International Frequency Control Symposium, EFTF/IFC 2013*, pp. 922–925, 2013.
- [76] M. J. Paisley, “Growth of cubic phase gallium nitride by modified molecular-beam epitaxy,” *Journal of Vacuum Science & Technology A : Vacuum, Surfaces, and Films*, vol. 7, p. 701, May 1989.
- [77] T. Lei, M. Fanciulli, R. J. Molnar, T. D. Moustakas, R. J. Graham, and J. Scanlon, “Epitaxial growth of zinc blende and wurtzitic gallium nitride thin films on (001) silicon,” *Applied Physics Letters*, vol. 59, no. 8, p. 944, 1991.
- [78] V. Lazarov, J. Zimmerman, S. Cheung, L. Li, M. Weinert, and M. Gajdardziska-Josifovska, “Selected Growth of Cubic and Hexagonal GaN Epitaxial Films on Polar MgO(111),” *Physical Review Letters*, vol. 94, p. 216101, June 2005.
- [79] S. Strite, J. Ruan, Z. Li, A. Salvador, H. Chen, D. J. Smith, W. J. Choyke, and H. Morçoç, “An investigation of the properties of cubic GaN grown on GaAs by plasma-assisted

- molecular-beam epitaxy,” *Journal of Vacuum Science & Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 9, p. 1924, July 1991.
- [80] O. Ambacher, “Growth and applications of Group III-nitrides,” *Journal of physic D : Applied Physic*, vol. 31, pp. 2653–2710, 1998.
- [81] S. D. Senturia, *Microsystem Design*. Springer US, 2005.
- [82] N. Nakamura, H. Ogi, and M. Hiraio, “Elastic, anelastic, and piezoelectric coefficients of GaN,” *Journal of Applied Physics*, vol. 111, no. 1, p. 013509, 2012.
- [83] M. a. Moram, Z. H. Barber, and C. J. Humphreys, “Accurate experimental determination of the Poisson s ratio of GaN using high-resolution x-ray diffraction,” *Journal of Applied Physics*, vol. 102, no. 2, p. 023505, 2007.
- [84] F. Bernardini, V. Fiorentini, and D. Vanderbilt, “Spontaneous polarization and piezoelectric constants of III-V nitrides,” *Physical Review B*, vol. 56, pp. R10024–R10027, Oct. 1997.
- [85] R. Dimitrov, A. Mitchell, L. Wittmer, O. Ambacher, M. Stutzmann, J. Hilsenbeck, and W. Rieger, “Comparison of N-face and Ga-face AlGa_N / GaN-Based High Electron Mobility Transistors Grown by Plasma-Induced Molecular Beam Epitaxy Comparison of N-face and Ga-face AlGa_N / GaN-Based High Electron Mobility Transistors Grown by Plasma-Induced Molecular Be,” *Japanese journal of applied physic*, vol. 38, pp. 4962–4968, 1999.
- [86] M. H. Wong, Y. Pei, D. F. Brown, S. Keller, J. S. Speck, and U. K. Mishra, “High-Performance N-Face GaN Microwave Mis-HEMTs with >70% Power-Added efficiency,” *IEEE Electron Device Letters*, vol. 30, no. 8, pp. 802–804, 2009.
- [87] O. Ambacher, J. Smart, J. R. Shealy, N. G. Weimann, K. Chu, M. Murphy, W. J. Schaff, L. F. Eastman, R. Dimitrov, L. Wittmer, M. Stutzmann, W. Rieger, and J. Hilsenbeck, “Two-dimensional electron gases induced by spontaneous and piezoelectric polarization charges in N- and Ga-face AlGa_N/GaN heterostructures,” *Journal of Applied Physics*, vol. 85, no. 6, p. 3222, 1999.
- [88] S. Rennesson, *Développement de nouvelles hétérostructures HEMTs à base de nitrure de gallium pour les applications de puissance en gamme d’ondes millimétriques*. PhD thesis, Université de Nice-Sophia Antipolis, 2013.
- [89] T. Zimmermann, D. Deen, Y. Cao, J. Simon, P. Fay, S. Member, D. Jena, and H. G. Xing, “AlN / GaN Insulated-Gate HEMTs With 2 . 3 A / mm Output Current and 480 mS / mm Transconductance,” vol. 29, no. 7, pp. 661–664, 2008.
- [90] I. P. Smorchkova, C. R. Elsass, J. P. Ibbetson, R. Vetury, B. Heying, P. Fini, E. Haus, S. P. DenBaars, J. S. Speck, and U. K. Mishra, “Polarization-induced charge and electron mobility in AlGa_N/GaN heterostructures grown by plasma-assisted molecular-beam epitaxy,” *Journal of Applied Physics*, vol. 86, no. 8, p. 4520, 1999.
- [91] J. P. Ibbetson, P. T. Fini, K. D. Ness, S. P. DenBaars, J. S. Speck, and U. K. Mishra, “Polarization effects, surface states, and the source of electrons in AlGa_N/GaN heterostructure field effect transistors,” *Applied Physics Letters*, vol. 77, no. 2, p. 250, 2000.

- [92] J. Kolník, I. H. Oguzman, K. F. Brennan, R. Wang, P. P. Ruden, and Y. Wang, “Electronic transport studies of bulk zincblende and wurtzite phases of GaN based on an ensemble Monte Carlo calculation including a full zone band structure,” *Journal of Applied Physics*, vol. 78, no. 2, pp. 1033–1038, 1995.
- [93] P. Lorenzini, “Habilitation a diriger des recherches,” tech. rep., 2004.
- [94] N. Maeda, T. Saitoh, K. Tsubaki, T. Nishida, and N. Kobayashi, “Enhanced effect of polarization on electron transport properties in AlGa_N/Ga_N double-heterostructure field-effect transistors,” *Applied Physics Letters*, vol. 76, no. 21, p. 3118, 2000.
- [95] D. Jena, A. C. Gossard, and U. K. Mishra, “Dislocation scattering in a two-dimensional electron gas,” *Applied Physics Letters*, vol. 76, no. 13, p. 1707, 2000.
- [96] H. Mathieu, *Semiconductor physics and devices : basic principles*. Irwin, 1992.
- [97] S. Nakamura, T. Mukai, and M. Senoh, “Candela-class high-brightness InGa_N/AlGa_N double-heterostructure blue-light-emitting diodes,” *Applied Physics Letters*, vol. 64, no. 13, p. 1687, 1994.
- [98] R. Pengelly, S. Sheppard, T. Smith, B. Pribble, and S. Wood, “Commercial Ga_N Devices For Switching and Low Noise Applications,” pp. 27–30, 2011.
- [99] R. Comyn, Y. Cordier, V. Aimez, and H. Maher, “Reduction of the thermal budget of AlGa_N/Ga_N heterostructures grown on silicon : A step towards monolithic integration of Ga_N-HEMTs with CMOS,” *Physica Status Solidi (a)*, vol. 8, pp. 1–8, Jan. 2015.
- [100] S. Strite, “Ga_N, Al_N, and In_N : A review,” *Journal of Vacuum Science & Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 10, p. 1237, July 1992.
- [101] K. G. Gunther, “Evaporated layers of semiconducting III-V compounds,” *Naturwissenschaften*, vol. 45, p. 415, 1958.
- [102] A. Y. Cho, J. R. Arthur, B. Laboratories, M. Hill, and I. Introduction, “Molecular beam epitaxy,” vol. 10, pp. 157–191, 1975.
- [103] A. Cho, “Growth of iii-v semiconductors by molecular beam epitaxy and their properties,” *Thin Solid Films*, vol. 100, pp. 291–317, 1983.
- [104] M. Mesrine, N. Grandjean, and J. Massies, “Efficiency of NH₃ as nitrogen source for Ga_N molecular beam epitaxy,” *Applied Physics Letters*, vol. 72, no. 3, p. 350, 1998.
- [105] N. Baron, *Optimisation de l epitaxie sous jets moleculaires d heterostructures à base de Ga_N : application aux transistors à haute mobilite d electrons sur substrat silicium*. PhD thesis, 2010.
- [106] R. Kern, “Bull mineral,” vol. 101, p. 202, 1978.
- [107] H. P. Maruska and J. J. Tietjen, “The preparation and properties of vapordeposited single crystalline Ga_N,” *Applied Physics Letters*, vol. 15, no. 10, p. 327, 1969.
- [108] C. Kisielowski, J. Krüger, S. Ruvimov, T. Suski, J. W. A. Iii, E. Jones, M. Rubin, E. R. Weber, M. D. Bremser, and R. F. Davis, “Strain-related phenomena in Ga_N thin films,” *Physical review 4*, vol. 54, no. 24, pp. 745–753, 1996.
- [109] D. Hull and D. J. Bacon, *Introduction to Dislocations*. Elsevier Science, 2001.

- [110] N. Baron, Y. Cordier, S. Chenot, P. Vennegues, O. Tottereau, M. Leroux, F. Semond, and J. Massies, "The critical role of growth temperature on the structural and electrical properties of AlGa_N/Ga_N high electron mobility transistor heterostructures grown on Si(111)," *Journal of Applied Physics*, vol. 105, no. 3, p. 033701, 2009.
- [111] A. E. Romanov and J. S. Speck, "Stress relaxation in mismatched layers due to threading dislocation inclination," *Applied Physics Letters*, vol. 83, no. 13, p. 2569, 2003.
- [112] S. Raghavan, X. Weng, E. Dickey, and J. M. Redwing, "Correlation of growth stress and structural evolution during metalorganic chemical vapor deposition of Ga_N on (111) Si," *Applied Physics Letters*, vol. 88, no. 4, p. 041904, 2006.
- [113] S. Raghavan, I. C. Manning, X. Weng, and J. M. Redwing, "Dislocation bending and tensile stress generation in Ga_N and AlGa_N films," *Journal of Crystal Growth*, vol. 359, pp. 35–42, Nov. 2012.
- [114] A. E. Romanov, G. E. Beltz, P. Cantu, F. Wu, S. Keller, S. P. DenBaars, and J. S. Speck, "Cracking of III-nitride layers with strain gradients," *Applied Physics Letters*, vol. 89, no. 16, p. 161922, 2006.
- [115] S. Raghavan and J. M. Redwing, "Growth stresses and cracking in Ga_N films on (111) Si grown by metal-organic chemical-vapor deposition. I. AlN buffer layers," *Journal of Applied Physics*, vol. 98, no. 2, p. 023514, 2005.
- [116] M. A. Khan, J. M. Van Hove, J. N. Kuznia, and D. T. Olson, "High electron mobility Ga_N/AlGa_N heterostructures grown by low-pressure metalorganic chemical vapor deposition," *Applied Physics Letters*, vol. 58, no. 21, p. 2408, 1991.
- [117] H. Mehner, S. Leopold, and M. Hoffmann, "Variation of the intrinsic stress gradient in thin aluminum nitride films," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 23, no. 9, p. 095030, 2013.
- [118] S. Renneson, B. Damilano, P. Vennéguès, S. Chenot, and Y. Cordier, "AlGa_N/Ga_N HEMTs with an InGa_N back-barrier grown by ammonia-assisted molecular beam epitaxy," *Physica Status Solidi (a)*, vol. 210, pp. 480–483, Mar. 2013.
- [119] a. Fischer, H. Kiihne, and H. Richter, "New approach in Equilibrium theory for strained layer relaxation," *Physical Review Letters*, vol. 73, no. 20, pp. 2712–2715, 1994.
- [120] L. Shen, S. Heikman, B. Moran, R. Coffie, N. Zhang, D. Buttari, I. P. Smorchkova, S. Keller, S. P. Denbaars, and U. K. Mishra, "AlGa_N / AlN / Ga_N High-Power Microwave HEMT," *IEEE Electron Device Letters*, vol. 22, no. 10, pp. 457–459, 2001.
- [121] H. Schenk, E. Frayssinet, a. Bavard, D. Rondi, Y. Cordier, and M. Kennard, "Growth of thick, continuous Ga_N layers on 4-in. Si substrates by metalorganic chemical vapor deposition," *Journal of Crystal Growth*, vol. 314, pp. 85–91, Jan. 2011.
- [122] M.-H. Kim, Y.-G. Do, H. C. Kang, D. Y. Noh, and S.-J. Park, "Effects of step-graded Al-Ga_N interlayer on properties of Ga_N grown on Si(111) using ultrahigh vacuum chemical vapor deposition," *Applied Physics Letters*, vol. 79, no. 17, p. 2713, 2001.
- [123] L. Lugani, J.-F. Carlin, M. a. Py, D. Martin, F. Rossi, G. Salviati, P. Herfurth, E. Kohn, J. Blasing, A. Krost, and N. Grandjean, "Ultrathin InAlN/Ga_N heterostructures on sapphire for high on/off current ratio high electron mobility transistors," *Journal of Applied Physics*, vol. 113, no. 21, p. 214503, 2013.

- [124] P. Herfurth, Y. Men, R. Rosch, J.-F. Carlin, N. Grandjean, and E. Kohn, "GaN on sapphire mesa technology," *Physica Status Solidi (C)*, vol. 9, pp. 945–948, Mar. 2012.
- [125] M. a. Moram and M. E. Vickers, "X-ray diffraction of III-nitrides," *Reports on Progress in Physics*, vol. 72, p. 036502, Mar. 2009.
- [126] P. Gay, P. B. Hirsch, and A. Kelly, "The estimation of dislocation densities in metals from X-ray data," *Acta Metallurgica*, vol. 1, 1953.
- [127] S. a. Nikishin, N. N. Faleev, V. G. Antipov, S. Francoeur, L. Grave de Peralta, G. a. Seryogin, H. Temkin, T. I. Prokofyeva, M. Holtz, and S. N. G. Chu, "High quality GaN grown on Si(111) by gas source molecular beam epitaxy with ammonia," *Applied Physics Letters*, vol. 75, no. 14, p. 2073, 1999.
- [128] G. Feuillet, B. Daudin, F. Widmann, J. L. Rouvie, and M. Arlery, "Plastic versus elastic misfit relaxation in III-nitrides grown by molecular beam epitaxy," *Journal of Crystal Growth*, vol. 190, pp. 142–146, 1998.
- [129] M. Houry, A. Courville, B. Poulet, M. Teisseire, E. Beraudo, M. J. Rashid, E. Frayssinet, B. Damilano, F. Semond, O. Tottereau, and P. Vennégues, "Imaging and counting threading dislocations in c-oriented epitaxial GaN layers," *Semiconductor Science and Technology*, vol. 28, p. 035006, Mar. 2013.
- [130] F. Natali, *Elaboration , etude et application d heterostructures AlGaIn GaN épitaxiées par jets moléculaires sur Si (111)*. PhD thesis, 2003.
- [131] J. C. Gagnon, M. Tungare, X. Weng, J. M. Leathersich, F. Shahedipour-Sandvik, and J. M. Redwing, "In Situ Stress Measurements During GaN Growth on Ion-Implanted AlN/Si Substrates," *Journal of Electronic Materials*, vol. 41, pp. 865–872, Dec. 2011.
- [132] B. Ridley, B. Foutz, and L. Eastman, "Mobility of electrons in bulk GaN and Al_xGa_{1-x}N/GaN heterostructures," *Physical Review B*, vol. 61, no. 24, pp. 16862–16869, 2000.
- [133] Y. Zhang and J. Singh, "Charge control and mobility studies for an AlGaIn/GaN high electron mobility transistor," *Journal of Applied Physics*, vol. 85, no. 1, p. 587, 1999.
- [134] Y.-Y. Wong, E. Y. Chang, T.-H. Yang, J.-R. Chang, J.-T. Ku, M. K. Hudait, W.-C. Chou, M. Chen, and K.-L. Lin, "The Roles of Threading Dislocations on Electrical Properties of AlGaIn/GaN Heterostructure Grown by MBE," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 157, no. 7, p. H746, 2010.
- [135] L. Ravikiran, K. Radhakrishnan, N. Dharmarasu, M. Agrawal, and S. Munawar Basha, "Strain states of AlN/GaN-stress mitigating layer and their effect on GaN buffer layer grown by ammonia molecular beam epitaxy on 100-mm Si(111)," *Journal of Applied Physics*, vol. 114, no. 12, p. 123503, 2013.
- [136] H. Tang, J.-M. Baribeau, G. Aers, J. Fraser, S. Rolfe, and J. Bardwell, "Role of buried cracks in mitigating strain in crack free GaN grown on Si (111) employing AlN interlayer schemes," *Journal of Crystal Growth*, vol. 323, pp. 413–417, May 2011.
- [137] J. W. P. Hsu, M. J. Manfra, R. J. Molnar, B. Heying, and J. S. Speck, "Direct imaging of reverse-bias leakage through pure screw dislocations in GaN films grown by molecular beam epitaxy on GaN templates," *Applied Physics Letters*, vol. 81, no. 1, p. 79, 2002.

- [138] Y. Cordier, F. Semond, J. Massies, B. Dessertene, S. Cassette, M. Surrugue, D. Adam, and S. L. Delage, "AlGa_N/Ga_N HEMTs on resistive Si(111) substrate grown by gas-source MBE," *Electronics Letters*, vol. 38, no. 2, pp. 91–92, 2002.
- [139] C. Poblentz, P. Waltereit, S. Rajan, S. Heikman, U. K. Mishra, and J. S. Speck, "Effect of carbon doping on buffer leakage in AlGa_N/Ga_N high electron mobility transistors," *Journal of Vacuum Science & Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 22, no. 3, p. 1145, 2004.
- [140] M. R. Ramdani, M. Chmielowska, Y. Cordier, S. Chenot, and F. Semond, "Effect of carbon doping on crystal quality, electrical isolation and electron trapping in Ga_N based structures grown silicon substrates," *Solid-State Electronics*, vol. 75, pp. 86–92, Sept. 2012.
- [141] F. Lecourt, Y. Douvry, N. Defrance, V. Hoel, Y. Cordier, and J.-c. De Jaeger, "Analysis of AlGa_N/Ga_N epi-material on resistive Si(111) substrate for MMIC applications in millimeter wave range," *Proceedings of the 5th European Microwave Integrated Circuits Conference (EuMIC)*, pp. 33–6, 2010.
- [142] M. Faucher, A. B. Amar, B. Grimbert, V. Brandli, M. Werquin, L. Buchailot, C. Gagliardi, D. Theron, Y. Cordier, and F. Semond, "Ga_N : a Multifunctional Material Enabling MEMS Resonators Based on Amplified Piezoelectric Detection," *IEEE 24th int Conf on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, no. 4, p. 581, 2011.
- [143] I. B. Rowena, S. L. Selvaraj, and T. Egawa, "Buffer Thickness Contribution to Suppress Vertical Leakage Current With High Breakdown Field (2.3 MV/cm) for Ga_N on Si," *IEEE Electron Device Letters*, vol. 32, pp. 1534–1536, Nov. 2011.
- [144] C. Fleury, R. Zhytnytska, S. Bychikhin, M. Cappriotti, O. Hilt, D. Visalli, G. Meneghesso, E. Zanoni, J. Würfl, J. Derluyn, G. Strasser, and D. Pogany, "Statistics and localisation of vertical breakdown in AlGa_N/Ga_N HEMTs on SiC and Si substrates for power applications," *Microelectronics Reliability*, vol. 53, pp. 1444–1449, Sept. 2013.
- [145] F. Medjdoub, M. Zegaoui, B. Grimbert, N. Rolland, and P. A. Rolland, "Effects of AlGa_N back barrier on AlN/Ga_N-on-silicon high-electron-mobility transistors," *Applied Physics Express*, vol. 4, no. 12, pp. 6–9, 2011.
- [146] W. Weaver, S. P. Timoshenko, and D. H. Young, *Vibration Problems in Engineering*. A Wiley-Interscience publication, John Wiley & Sons, 1990.
- [147] G. B. Torri, N. M. a. Janssen, Z. Zeng, X. Rottenberg, D. M. Karabacak, M. Vandecasteele, C. V. Hoof, R. Puers, and H. a. C. Tilmans, "Piezoelectric transduction of flexural modes in pre-stressed microbeam resonators," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 24, p. 085014, Aug. 2014.
- [148] A. Krost, A. Dadgar, G. Strassburger, and R. Clos, "Ga_N-based epitaxy on silicon : stress measurements," *Physica Status Solidi (a)*, vol. 200, pp. 26–35, Nov. 2003.
- [149] A. C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation*. Springer US, 2004.
- [150] L. Ma, L. Levine, R. Dixon, D. Smith, and D. Bahr, "Effect of the spherical indenter tip assumption on the initial plastic yield stress," *Journal of Materials Research*, vol. 22, no. 06, pp. 1656–1661, 2007.

- [151] J. Bernát, P. Javorka, M. Marso, and P. Kordoš, “Conductivity and Hall effect measurements on intentionally undoped and doped AlGa_N/Ga_N heterostructures before and after passivation,” *Applied Physics Letters*, vol. 83, no. 26, pp. 5455–5457, 2003.
- [152] N. Herbecq, I. Roch-Jeune, N. Rolland, D. Visalli, J. Derluyn, S. Degroote, M. Germain, and F. Medjdoub, “1900V, 1.6m ω cm² AlN/GaN-on-Si power devices realized by local substrate removal,” *Applied Physics Express*, vol. 7, no. 3, 2014.
- [153] B. Lu, E. L. Piner, and T. Palacios, “Breakdown mechanism in AlGa_N / Ga_N HEMTs on Si substrate The MIT Faculty has made this article openly available . Please share Citation Accessed Citable Link Detailed Terms Breakdown Mechanism in AlGa_N / Ga_N HEMTs on Si Substrate,” *Proceedings of the device research conference, IEEE*, pp. 193–194, 2010.
- [154] F. Widmann, B. Daudin, G. Feuillet, Y. Samson, J. L. Rouvière, and N. Pelekanos, “Growth kinetics and optical properties of self-organized Ga_N quantum dots,” *Journal of Applied Physics*, vol. 83, no. 12, pp. 7618–7624, 1998.
- [155] B. Daudin, F. Widmann, G. Feuillet, Y. Samson, M. Arlery, and J. Rouvière, “Stranski-Krastanov growth mode during the molecular beam epitaxy of highly strained Ga_N,” *Physical Review B*, vol. 56, no. 12, pp. R7069–R7072, 1997.
- [156] R. Mahameed, N. Sinha, M. B. Pisani, and G. Piazza, “Dual-beam actuation of piezoelectric AlN RF MEMS switches monolithically integrated with AlN contour-mode resonators,” *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 18, no. 10, p. 105011, 2008.
- [157] Y. Cordier, N. Baron, F. Semond, J. Massies, M. Binetti, B. Henninger, M. Besendahl, and T. Zettler, “In situ measurements of wafer bending curvature during growth of group-III-nitride layers on silicon by molecular beam epitaxy,” *Journal of Crystal Growth*, vol. 301-302, no. SPEC. ISS., pp. 71–74, 2007.
- [158] G. G. Stoney, “The Tension of Metallic Films Deposited by Electrolysis,” *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 82, no. 553, pp. 172–175, 1909.
- [159] R. Hoffman, “Stresses in thin films : The relevance of grain boundaries and impurities,” *Thin Solid Films*, vol. 34, no. 2, pp. 185–190, 1976.
- [160] P. A. Flinn, D. Gardner, and W. Nix, “Measurement and Interpretation of stress in aluminum-based metallization as a function of thermal history,” *Transactions on Electron Devices, IEEE*, vol. 34, no. 3, pp. 689–699, 1987.
- [161] J. A. Floro and E. Chason, *In Situ Real-Time Characterization of Thin Films*. john wiley ed., 2001.
- [162] A. B. Amar, *Résonateurs MEMS à base d’hétérostructures AlGa_N/Ga_N*. PhD thesis, Université des Sciences et Technologies de Lille, 2012.
- [163] S. Raghavan and J. M. Redwing, “In situ stress measurements during the MOCVD growth of AlN buffer layers on (111) Si substrates,” *Journal of Crystal Growth*, vol. 261, pp. 294–300, Jan. 2004.

- [164] G. Gommé, *Growth of GaN on micro- and nano-patterned silicon substrate*. PhD thesis, Nice Sophia Antipolis, 2014.
- [165] D. M. Follstaedt, S. R. Lee, P. P. Provencio, a. a. Allerman, J. a. Floro, and M. H. Crawford, “Relaxation of compressively-strained AlGa_N by inclined threading dislocations,” *Applied Physics Letters*, vol. 87, no. 12, pp. 1–3, 2005.
- [166] A. Bourret, C. Adelman, B. Daudin, J.-L. Rouvière, G. Feuillet, and G. Mula, “Strain relaxation in (0001) AlN/GaN heterostructures,” *Physical Review B*, vol. 63, no. 24, pp. 1–13, 2001.
- [167] M. Faucher, Y. Cordier, M. Werquin, L. Buchaillet, C. Gaquière, and D. Théron, “Electromechanical transconductance properties of a GaN MEMS resonator with fully integrated HEMT transducers,” *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 21, no. 2, pp. 370–378, 2012.
- [168] H. Kambayashi, Y. Satoh, S. Ootomo, T. Kokawa, T. Nomura, S. Kato, and T. S. P. Chow, “Over 100 A operation normally-off AlGa_N/Ga_N hybrid MOS-HFET on Si substrate with high-breakdown voltage,” *Solid-State Electronics*, vol. 54, no. 6, pp. 660–664, 2010.
- [169] J. Y. Shiu, J. C. Huang, V. Desmaris, C. T. Chang, C. Y. Lu, K. Kumakura, T. Makimoto, H. Zirath, N. Rorsman, and E. Y. Chang, “Oxygen ion implantation isolation planar process for AlGa_N/Ga_N HEMTs,” *IEEE Electron Device Letters*, vol. 28, no. 6, pp. 476–478, 2007.
- [170] J.-M. Lee, K.-M. Chang, I.-H. Lee, and S.-J. Park, “Cl₂ Based Dry Etching of GaN and InGa_N Using Inductively Coupled Plasma The Effects of Gas Additives,” *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 147, no. 5, p. 1859, 2000.
- [171] S. R. Bahl, M. H. Leary, and J. a. del Alamo, “Mesa-sidewall gate leakage in InAlAs/InGaAs heterostructure field-effect transistors,” *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 39, no. 9, pp. 2037–2043, 1992.
- [172] M. Sun, H. S. Lee, B. Lu, D. Piedra, and T. Palacios, “Comparative breakdown study of mesa- and ion-implantation-isolated AlGa_N/Ga_N high-electron-mobility transistors on Si substrate,” *Applied Physics Express*, vol. 5, no. 7, 2012.
- [173] B. Boudart, Y. Guhel, J. C. Pesant, P. Dhamelin-court, and M. a. Poisson, “Raman characterization of Ar⁺ ion-implanted GaN,” *Journal of Raman Spectroscopy*, vol. 33, no. 4, pp. 283–286, 2002.
- [174] S. O. Kucheyev, H. Timmers, J. Zou, J. S. Williams, C. Jagadish, and G. Li, “Lattice damage produced in GaN by swift heavy ions,” *Journal of Applied Physics*, vol. 95, no. 10, pp. 5360–5365, 2004.
- [175] J. Oila, V. Ranki, J. Kivioja, K. Saarinen, P. Hautojärvi, J. Likonen, J. Baranowski, K. Pakula, T. Suski, M. Leszczynski, and I. Grzegory, “Influence of dopants and substrate material on the formation of Ga vacancies in epitaxial GaN layers,” *Physical Review B*, vol. 63, no. 4, pp. 1–8, 2001.
- [176] W.-l. Chang, H.-j. Pan, W.-c. Wang, K.-b. Thei, and W.-s. Lour, “Influences of the mesa-sidewall effect pseudomorphic transistors,” *Semiconductor Science and technology*, vol. 14, pp. 887–891, 1999.

- [177] Q. P. Unterreithmeier, T. Faust, and J. P. Kotthaus, “Damping of nanomechanical resonators,” *Physical Review Letters*, vol. 105, no. 2, pp. 1–4, 2010.
- [178] M. Imboden and P. Mohanty, “Dissipation in nanoelectromechanical systems,” *Physics Reports*, vol. 534, no. 3, pp. 89–146, 2014.
- [179] B. L. Foulgoc, *Evaluation du potentiel de performance de micro-accéléromètres inertiels vibrants en silicium*. PhD thesis, 2008.
- [180] M. L. Zani-Demange, “Le vibromètre laser à balayage mesure aussi les contraintes,” *Instrumentation optique*, pp. 37–38, 2009.
- [181] A. Rahafrooz and S. Pourkamali, “High-frequency thermally actuated electromechanical resonators with piezoresistive readout,” *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 58, no. 4, pp. 1205–1214, 2011.
- [182] E. J. Miller, X. Z. Dang, H. H. Wieder, P. M. Asbeck, E. T. Yu, G. J. Sullivan, and J. M. Redwing, “Trap characterization by gate-drain conductance and capacitance dispersion studies of an AlGaIn/GaN heterostructure field-effect transistor,” *Journal of Applied Physics*, vol. 87, no. 11, p. 8070, 2000.
- [183] J. Comtois and V. M. Bright, “Surface micromachined polysilicon thermal actuator arrays and applications,” 1996.
- [184] J. Comtois, M. Michalicek, and C. Barron, “Characterization of electrothermal actuators and arrays fabricated in a four-level, planarized surface-micromachined polycrystalline silicon process,” *Proceedings of International Solid State Sensors and Actuators Conference (Transducers '97)*, vol. 2, pp. 769–772, 1997.
- [185] J. R. Reid, V. M. Bright, and J. Comtois, “Force measurements of polysilicon thermal micro-actuators,” *Proceeding for SPIE , The international society for optical engineering*, vol. 2882, 1996.
- [186] E. Mastropaolo and R. Cheung, “Electrothermal actuation studies on silicon carbide resonators,” *Journal of Vacuum Science & Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 26, no. 6, p. 2619, 2008.
- [187] E. Mastropaolo, B. Sviličić, T. Chen, B. Flynn, and R. Cheung, “Piezo-electrically actuated and sensed silicon carbide ring resonators,” *Microelectronic Engineering*, vol. 97, pp. 220–222, 2012.
- [188] L. Jiang, R. Cheung, J. Hedley, M. Hassan, a. J. Harris, J. S. Burdess, M. Mehregany, and C. a. Zorman, “SiC cantilever resonators with electrothermal actuation,” *Sensors and Actuators, A : Physical*, vol. 128, no. 2, pp. 376–386, 2006.
- [189] R. Boubekri, E. Cambril, L. Couraud, L. Bernardi, a. Madouri, M. Portail, T. Chasagne, C. Moisson, M. Zielinski, S. Jiao, J. F. Michaud, D. Alquier, J. Bouloc, L. Nony, F. Bocquet, C. Loppacher, D. Martrou, and S. Gauthier, “Electrothermally driven high-frequency piezoresistive SiC cantilevers for dynamic atomic force microscopy,” *Journal of Applied Physics*, vol. 116, no. 5, 2014.
- [190] K. Bongsang, M. Hopcroft, R. Candler, C. Jha, M. Agarwal, R. Melamud, S. A. Chandorkar, G. Yama, and T. Kenny, “Temperature Dependence of Quality Factor in MEMS Resonators,” *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 17, no. 3, pp. 755–766, 2008.

- [191] F. Brunner, a. Knauer, T. Schenk, M. Weyers, and J.-T. Zettler, “Quantitative analysis of in situ wafer bowing measurements for III-nitride growth on sapphire,” *Journal of Crystal Growth*, vol. 310, pp. 2432–2438, May 2008.
- [192] J. M. G. Chauveau, *Chapitre II*. PhD thesis.
- [193] W. H. Hall, “X-Ray Line Broadening in Metals,” *Proceedings of the physical Society : section A*, vol. 62, no. 11, p. 741, 1949.

Annexes

Outils de caractérisations structuraux

Courbure de l'échantillon

La courbure in situ :

Le réacteur de croissance EJM (modèle RIBER compact 21) utilisé durant cette thèse était muni d'un système de mesure de courbure in-situ développé avec la société Laytec [157]. Cette mesure se base sur la réflexion de deux spots lasers initialement parallèles. La distance entre les 2 faisceaux réfléchis varie en fonction de la courbure de l'échantillon. En considérant un rayon de courbure de l'échantillon important on obtient la relation (eq 8.29) [191, 157] :

$$k = \frac{1}{R} \approx \frac{\Delta X_D - \Delta X_0}{2 \cdot \Delta X_D \cdot Z_D} \quad (8.29)$$

Où ΔX_D est la distance entre les deux spots après réflexion, ΔX_0 la distance initiale entre les deux spots (avant réflexion) et Z_D la distance entre l'échantillon et la caméra CCD de mesure. La figure 8.25 schématise le principe de fonctionnement de la mesure de courbure in-situ.

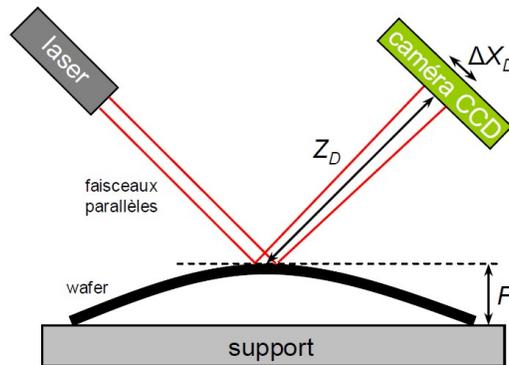


FIGURE 8.25: Schéma de principe de la mesure de courbure in-situ

La courbure ex-situ :

La mesure de courbure ex-situ consiste à mesurer le profil de hauteur d'un échantillon en le parcourant à l'aide d'un profilomètre le long d'un de ses diamètres. A partir de la flèche δ obtenue, nous en déduisons la valeur de la courbure selon l'équation 8.30 :

$$R = \frac{1}{k} = \frac{\delta}{2} + \frac{d^2}{8\delta} \quad (8.30)$$

avec R le rayon de courbure, k la courbure de l'échantillon, δ la flèche mesurée et d le diamètre du wafer. En pratique, la valeur d correspond à la distance sur laquelle la mesure au profilomètre a été faite.

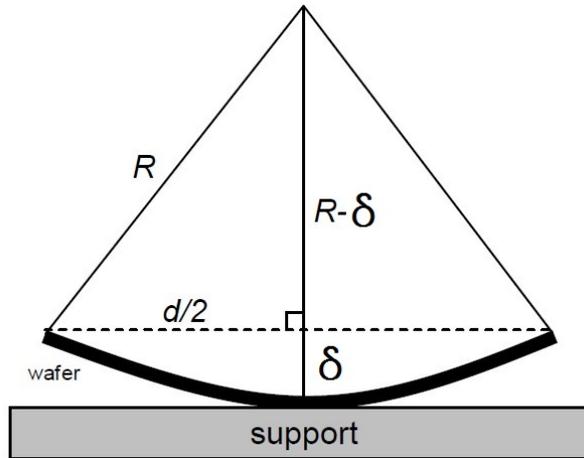


FIGURE 8.26: Schéma de principe de la mesure de courbure ex-situ

Dans l'hypothèse d'un film épitaxié continu et dont l'épaisseur est bien plus petite que l'épaisseur du substrat, on en déduit, via l'équation de Stoney (eq 8.31), la valeur de la contrainte résiduelle introduite par la couche épitaxiale.

$$\sigma = \frac{E_s}{6 \cdot (1 - \nu_s)} \cdot \frac{h_s^2}{h} \cdot K \quad (8.31)$$

avec E_s , ν_s et h_s le module d'Young, coefficient de Poisson et épaisseur du substrat, h l'épaisseur du film et K la courbure de l'échantillon. Cette formule permet, si on connaît bien les propriétés du substrat, de déduire assez précisément la contrainte résiduelle moyenne sans connaître précisément les propriétés mécaniques E et ν du film déposé par-dessus.

La rugosimétrie optique

La rugosimétrie optique est une mesure qui permet de mesurer des variations de hauteur sur une surface. Dans notre cas, cet outils s'est avéré très utile pour mesurer la déflexion de leviers. Son principe est basé sur la réflexion d'une lumière blanche sur la surface à mesurer. Le faisceau incident traverse tout d'abord une lentille achromatique avant de passer au travers d'un objectif (lentille convergente) et d'être reflété sur l'échantillon. La réflexion étant maximale pour la longueur d'onde pour laquelle la surface se trouve dans le plan focal, on peut ainsi remonter à la distance entre la source et l'échantillon (fig8.27). Sur le banc utilisé, nous utilisons un objectif permettant d'avoir une résolution en z de 15 nm et une résolution spatiale dans le plan x,y de 1 μ m. Outre la résolution, l'avantage de cette technique est de pouvoir effectuer des cartographies de notre échantillon et donc de mesurer la déflexion de plusieurs poutres sur une même image. Cependant, l'angle du faisceau étant de 43° et la résolution spatiale étant limitée, la mesure ne peut pas se faire sur des surfaces abruptes (marche d'escalier).

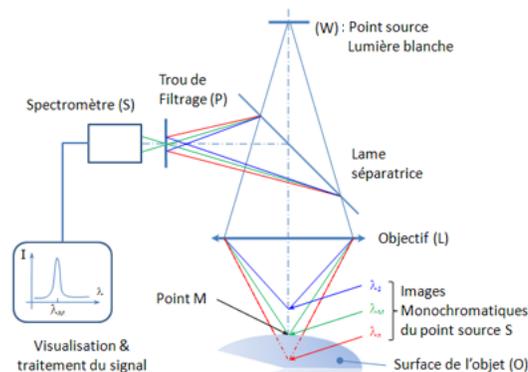


FIGURE 8.27: Schéma de principe de la mesure de rugosimétrie optique

La Diffraction rayon X

La diffraction des rayons X (DRX) est une méthode très utilisée dans le monde de la croissance cristalline car elle permet d'avoir accès aux paramètres de maille (et donc aux déformations), aux compositions d'alliage, aux épaisseurs des couches et à leur qualité cristalline. Cette technique nous permet donc d'estimer le type et la densité de défauts présents dans la couche épitaxiée. En plus de nous donner des informations sur les caractéristiques structurales, la DRX nous permet de déterminer les paramètres de maille de la couche sondée et par conséquent la valeur de la contrainte résiduelle. L'ensemble des éléments présentés dans cette annexe sont issus d'articles de revue [125, 192].

Les mesures par DRX constituent un élément central de la caractérisation des couches épitaxiales réalisées lors de cette thèse. La partie suivante détaille les différentes méthodes de mesure utilisées.

Pour toutes ces analyses, les mesures reposent sur la loi de Bragg (eq. 8.32) :

$$2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin\theta = n\lambda \quad (8.32)$$

avec d la distance inter-réticulaire (distance entre les plans atomiques), θ l'angle d'incidence de faisceau, n l'ordre de diffraction et λ la longueur d'onde des rayons X (fig 8.28). La longueur d'onde des rayons X est déterminée par la raie K alpha de la source qui est en cuivre (ici 0,15406 nm).

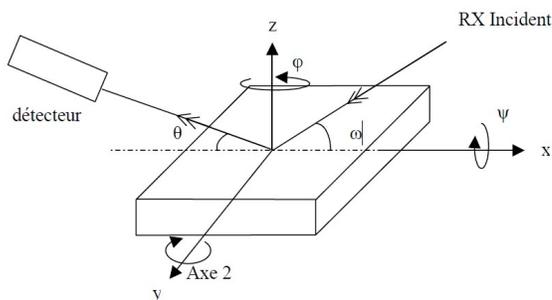


FIGURE 8.28: Schéma des angles lors d'une diffraction rayon X

Remarques :

- Dans le cas de structures fines, le faisceau incident traverse toute l'épaisseur. La mesure obtenue englobera toute l'épaisseur y compris la partie proche de l'interface présentant énormément de défauts.
- Le faisceau incident étant hautement asymétrique (quelque mm de large pour 1-1,5cm de long) la précision de mesure n'est pas identique selon l'angle φ de la configuration de mesure (rotation autour de l'axe z). Pour la même raison, le positionnement est plus ou moins précis selon les angles.

Rocking curves ou ω -scan : Mesure de la qualité cristalline des couches épitaxiées :

Dans cette configuration, on maintient le détecteur à une position (un angle 2θ fixe) qui correspond à la diffraction sur les plans séparés par une distance fixée par (eq. 8.32) puis on fait pivoter l'échantillon afin de faire varier l'angle d'incidence ω tout en gardant le détecteur ouvert (sans fente particulière). Les conditions de diffractions des grains désorientés vont donc être satisfaites pour un angle ω différent (fig 8.29). Ainsi, la forme et l'intensité du pic diffracté en fonction de l'angle d'incidence va dépendre de la statistique de l'orientation des grains déterminée par la densité de défauts. La largeur à mi-hauteur du pic en balayage selon ω va donc donner une idée générale de la qualité du matériau. Plus elle est importante, plus le nombre de grains désorientés et plus la densité de défauts sont importants. Au contraire, lorsque le cristal est très peu défectueux, la largeur à mi-hauteur devient très faible jusqu'à quelques secondes d'arc pour certains cristaux . Les mesures réalisées pour les familles de plans symétriques (0001) permettent de déterminer la désorientation moyenne des grains autour de l'axe de croissance (tilt). Les mesures de rocking curves permettent aussi de caractériser le twist (désorientation des grains dans le plan de croissance). Pour cela, les mesures sont réalisées pour des angles correspondant à des plans inclinés par rapport à l'axe de croissance. Les largeurs obtenues sont extrapolées pour l'angle $\alpha=90^\circ$ pour obtenir le twist. Dans ces deux cas, on utilise la méthode d'extraction dite « Williamson Hall – plot » [125, 193].

Réaliser toutes ces mesures prend du temps. Pour cette raison, on mesure généralement une seule raie de diffraction symétrique (0002) ou (0004) et une seule raie asymétrique (30-32) ou (10-12) pour juger de la qualité de GaN par exemple. Le plan correspondant à la réflexion (30-32) étant incliné de 70° , la projection selon l'axe (0001) est représentative à 94% de la qualité cristalline attendue selon cette direction.

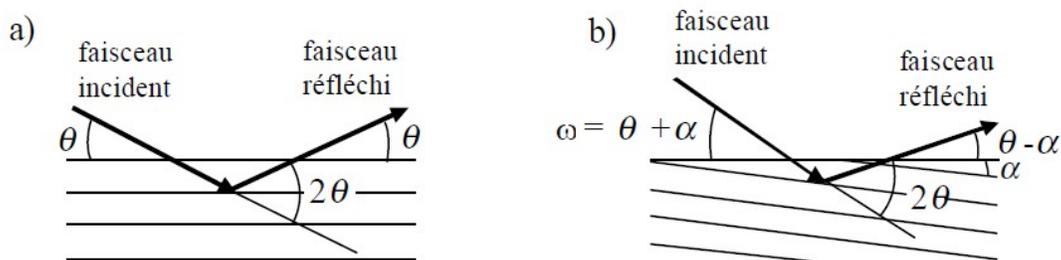


FIGURE 8.29: Schéma de principe d'un ω scan par diffraction rayon X : a) dans le cas d'un plan cristallin parallèle à la surface de l'échantillon, b) dans le cas d'un plan cristallin incliné

$\omega/2\theta$ scan : Composition et maille :

Cette configuration consiste faire varier l'angle d'incidence avec l'angle du détecteur tel que $\omega = \vartheta$ tout en conservant le détecteur selon un angle 2ϑ pour lequel la loi de Bragg est respectée. La mesure de l'intensité diffractée en faisant varier les deux angles simultanément permet de remonter au paramètre de maille "c" des couches nitrures qui sont orientées dans une même direction. En utilisant la loi de Poisson qui relie les déformations selon (0001) et dans le plan nous pouvons remonter à la déformation des couches épitaxiées et à leur contrainte résiduelle si le module d'Young est connu et si le goniomètre qui supporte l'échantillon est parfaitement orienté. De plus, la position du pic d'AlGaN nous permet de remonter à la composition des alliages. Enfin, les franges d'épaisseur permettent de remonter à l'épaisseur du film. La figure (fig8.30) compare des mesures $\omega/2\vartheta$ et simulations réalisées avec le logiciel Xpert de Panalytical. L'utilisation d'une fente 1/4 ainsi que des mesures sur des raies symétriques de grand ordre (0002, 0004, 0006) sont cependant nécessaires afin de pouvoir différencier et extraire les différentes compositions, déformations résiduelles et épaisseurs des couches. Dans notre cas, ces mesures ont été réalisées sur les raies (0002) du GaN afin de mesurer la concentration en aluminium dans la barrière AlGaN ainsi que son épaisseur (fig8.30).

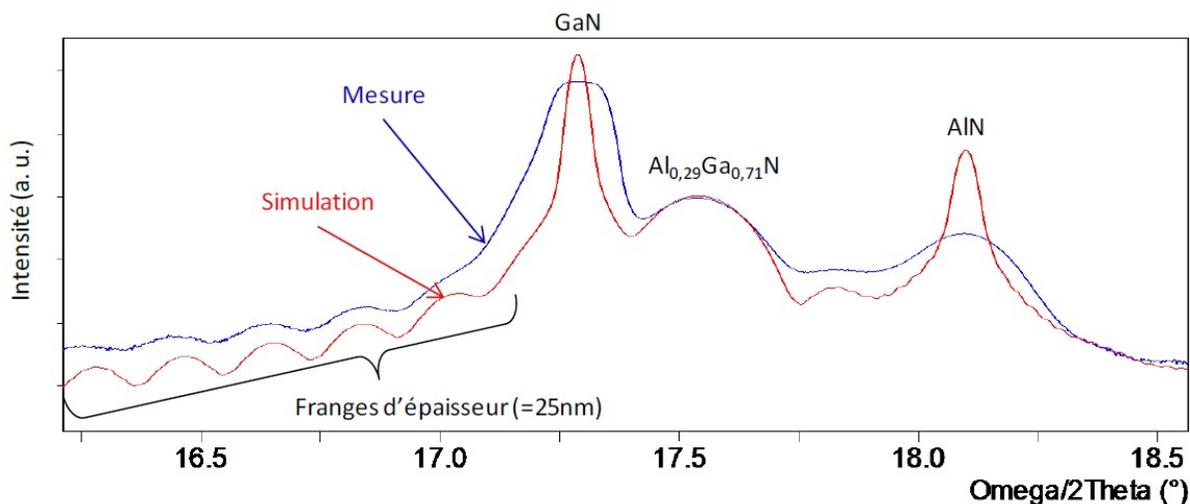


FIGURE 8.30: Spectres de DRX obtenu en configuration $2\vartheta/\omega$. La courbe bleu correspond à la mesure, la rouge au résultat de la simulation permettant de déterminer l'épaisseur et la composition de la barrière d'AlGaN

Mesure du paramètre de maille :

La faible épaisseur des couches ainsi que la grande densité de défauts ne nous permettent pas d'obtenir suffisamment de signal diffracté pour mesurer directement le paramètre de maille dans le plan de croissance "a" de la couche épitaxiée. Pour réaliser la mesure de paramètre de maille, nous avons donc utilisé une cartographie de l'espace réciproque. Le principe de cette mesure est de se placer sur un noeud de diffraction dans l'espace réciproque (fig8.31). Considérons le cas général d'un noeud quelconque du réseau réciproque en condition de diffraction et repéré par ses coordonnées angulaires ω et θ . On peut alors relier ces coordonnées angulaires aux coordonnées k_y et k_z du vecteur k dans l'espace réciproque (fig8.31).

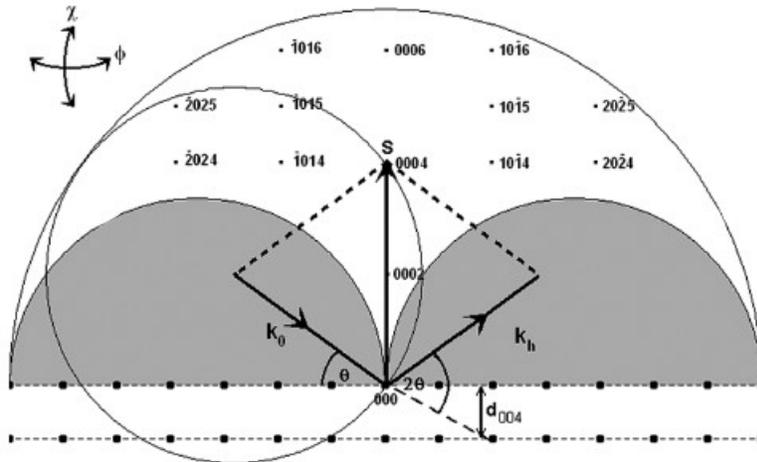


FIGURE 8.31: Section de l'espace réciproque d'un cristal de GaN (0001). Les sections en gris représentent les zones inaccessibles pour des raisons mécaniques. S_{0004} représente le vecteur ayant pour norme $1/d_{0004}$

Les vecteurs k_y et k_z correspondant aux projections du vecteur \vec{k} suivant les deux directions du plan d'incidence (rapportées aux axes attachés à la surface de l'échantillon fig 8.32). On obtient alors :

$$\begin{cases} k_y = \frac{2}{\lambda} \sin(\theta) \cdot \sin(\omega - \theta) \\ k_z = \frac{2}{\lambda} \sin(\theta) \cdot \cos(\omega - \theta) \end{cases} \quad (8.33)$$

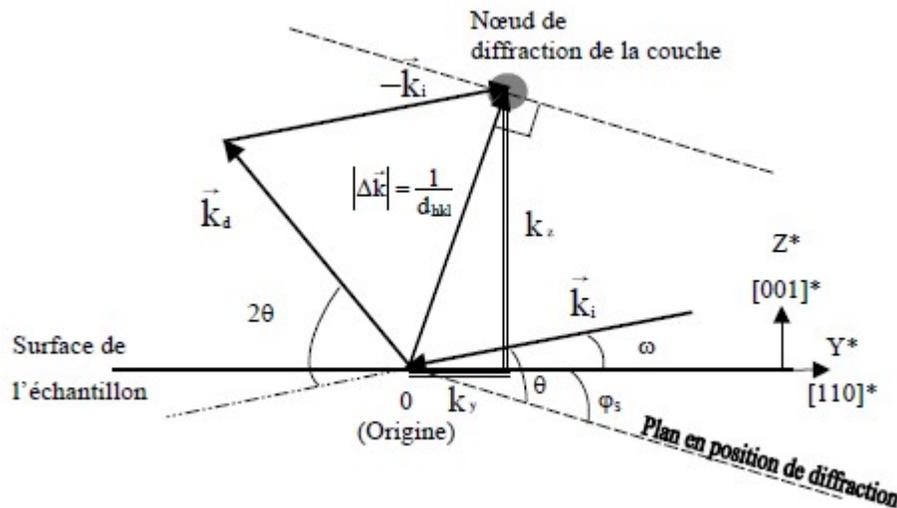


FIGURE 8.32: Relation entre les angles 2θ , ω et les vecteurs du réseau réciproque

A partir de 8.33, on déduit la valeur des paramètres de maille a et c du matériau via l'équation 8.34 :

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{4}{3} \frac{h^2 + k^2 + hk}{k_y^2} + \frac{l^2}{k_z^2} \quad (8.34)$$

Contrairement à la mesure $\omega/2\theta$, cette méthode présente l'avantage d'être moins sensible au tilt (positions respectives des pic de diffraction). Cependant, une cartographie complète d'un noeud de diffraction est une mesure longue. Afin d'assurer une bonne précision tout en limitant le temps de mesure, une moyenne est faite entre les paramètres des plans (h k l) et (-h k l). Dans notre cas les mesures ont été réalisées sur les plans (1 0 4), (-1 0 4); (-1 0 5), (1 0 5); (-2 0 4), (2 0 4) et (-2 0 5), (2 0 5) du GaN.

La microscopie électronique en transmission (MET)

La MET est une technique employée pour la caractérisation structurale de tous types de matériaux, comme par exemple les échantillons organiques, les métaux et bien évidemment les matériaux semi-conducteurs inorganiques, qu'on les trouve sous forme de matériau massif ou de nanoparticules. Le principe de la MET consiste à faire interagir un faisceau d'électrons de haute énergie (centaine de kV ou plus) avec les atomes du matériau afin de réaliser une image de l'arrangement de ces derniers. La résolution spatiale Δl (capacité à distinguer une distance minimale entre deux points) dépend de la longueur d'onde d'illumination λ , de l'indice de réfraction n et du demi-angle du cône de lumière accessible α :

$$\Delta l = \frac{\lambda}{2n \cdot \sin \alpha} \quad (8.35)$$

Effets auxquels il convient d'ajouter des mécanismes liés à l'optique électronique (aberrations des lentilles), à la stabilité électrique et mécanique (bruit) des microscopes. L'utilisation d'électrons accélérés permet donc, grâce à leur très petite longueur d'onde ($\lambda=2.71 \times 10^{-3}$ nm) d'atteindre des résolutions de l'ordre de 0.2nm. Ainsi, dans un cristal, les rangées d'atomes peuvent être résolues. Le contrôle de l'orientation du faisceau par rapport au cristal permet en plus de voir les défauts cristallins, de mesurer la distance inter atomique et donc le paramètre de maille des matériaux (fig 2.17). Tout comme pour la DRX, il est donc possible de comparer la différence de paramètres de maille entre le matériau épitaxié et une référence (en général le substrat). De plus, l'imagerie MET permet de voir le type et l'évolution des défauts sur des épaisseurs de quelques centaines de nanomètres. Cette technique est donc très puissante pour analyser en détail les structures épitaxiales. Toutefois, la microscopie électronique en transmission demande une préparation de lames minces à partir des échantillons. Cette opération longue et destructrice (amincissement, polissage, collage...) n'a donc pas été souvent utilisée au cours cette étude.

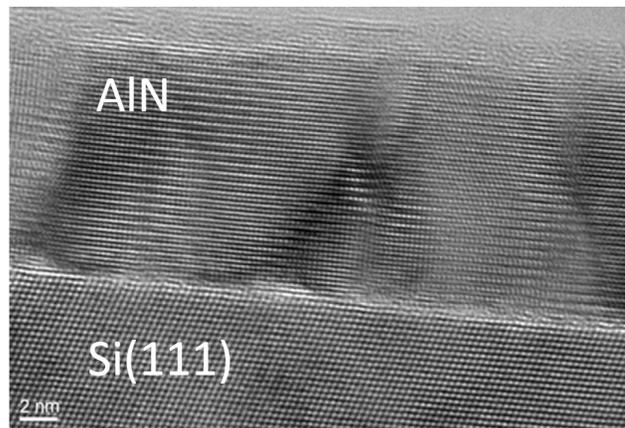


FIGURE 8.33: Image de microscopie électronique en transmission hautement résolue d'une interface AlN/Si

Procédé technologique du CRHEA

Motifs de tests utilisés au CRHEA pour les caractérisations électriques

Architecture du masque optique utilisé pour la fabrication des motifs de tests au CRHEA. 5 niveaux de masques comprenant : une isolation par gravure de MESAS, la définition des contacts ohmiques, la définition des contacts schottky, et enfin un niveau d'épaissement métallique sont nécessaires à la fabrication des motifs de test. Les dimensions d'une cellule sont $x = 3700 \mu\text{m}$ et $y = 3600 \mu\text{m}$. Pour réaliser les différentes étapes lithographiques, nous avons utilisé la résine AZ5214 (Microchemicals) qui présente l'avantage d'être réversible et permet d'obtenir des profils en casquette en l'utilisant comme résine négative.

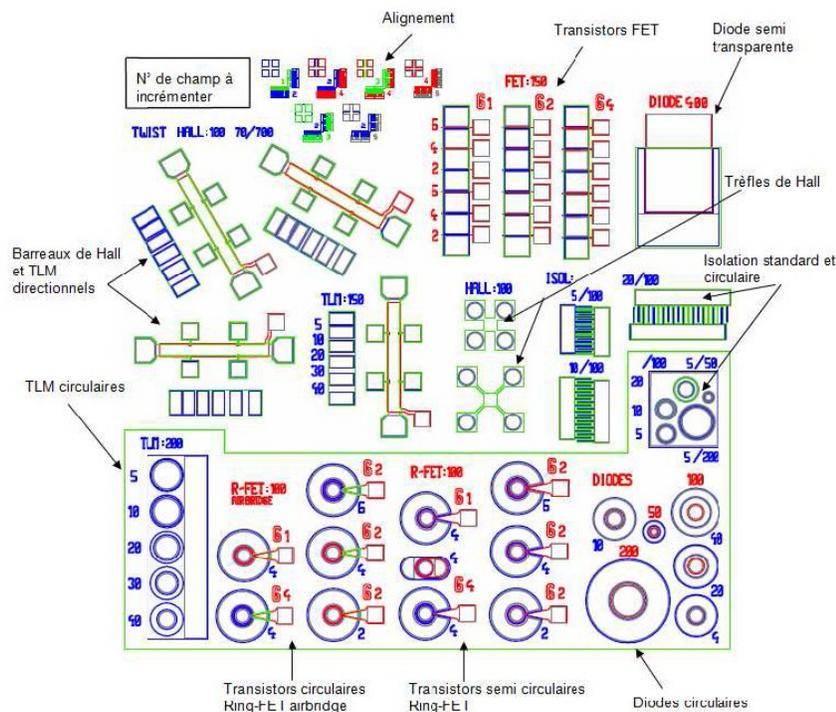


FIGURE 8.34: Cellule du masque optique utilisé pour la fabrication des structures de tests électriques du CRHEA Ce masque a été développé durant la thèse de N. Baron en collaboration avec SOITEC-Picogiga.

Tableau 8.4: Description des principales étapes technologiques entrant dans la fabrication des motifs de tests électriques au CRHEA

Intitulé des étapes	Description
Nettoyage par solvants	10 min acétone puis 10 min isopropan-2-ol
Gravure des MESAS	Isolation électrique des composants par gravure plasma RIE micro-onde ($\text{Cl}_2/\text{Ch}_4/\text{Ar}$) d'une MESA de 150 nm de profondeur
Dépôt des contacts ohmiques	Les contacts en Ti/Al/Ni/Au sont déposés par évaporation sous vide après une gravure superficielle de la barrière dans un réacteur RIE. Par la suite, l'échantillon subit un recuit dans un four à recuit rapide (Rapid Thermal Annealing) à 745 °C pendant 30 s
Dépôt des contacts schottky	Les contacts en Ni/Au sont déposés par évaporation

Poutres et leviers fabriqués au CRHEA pour les caractérisations mécaniques

Architecture du masque optique utilisé pour la fabrication des leviers et poutre bi-encastées pour les mesures de gradient de contrainte au CRHEA. Le procédé technologique se compose de 2 niveaux de masques comprenant : la gravure des poutres et la libération par gravure du silicium. Pour réaliser les différentes étapes lithographiques, nous avons utilisé la résine AZ5214 (Microchemicals) pour la gravure des poutres et la résine AZ 4533 pour l'étape de libération. Les structures n'étant utilisées que pour des caractérisations mécaniques, nous avons pu utiliser un délaquage par plasma oxygène.

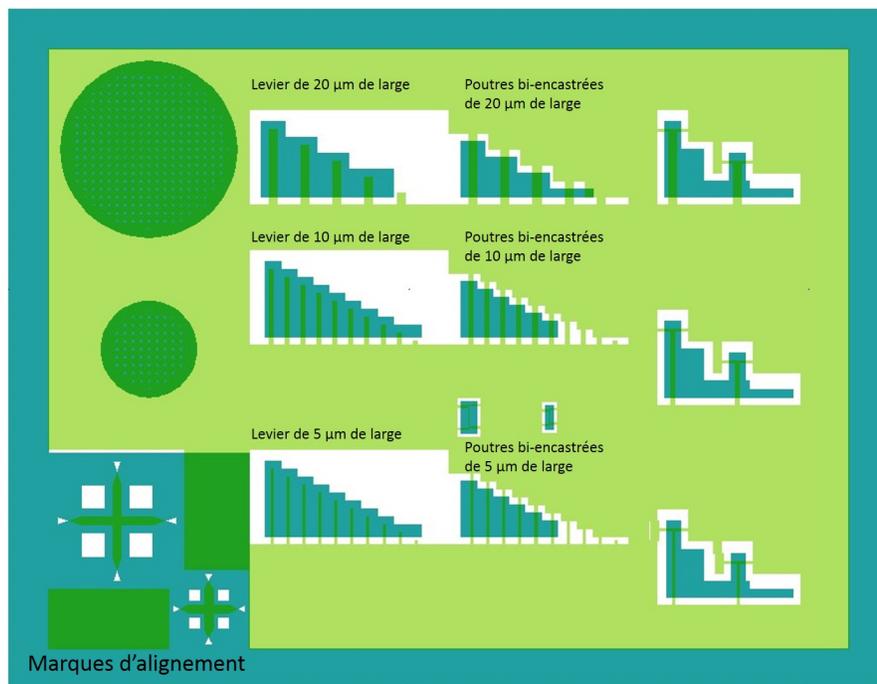


FIGURE 8.35: Cellule du masque optique utilisé pour la fabrication des structures pour tests mécaniques

Tableau 8.5: Description des principales étapes technologiques entrant dans la fabrication des motifs de tests mécaniques au CRHEA

Intitulé des étapes	Description
Nettoyage solvants	10 min acétone puis 10 min isopropan-2-ol
Gravure des poutres	Gravure plasma RIE micro-onde ($\text{Cl}_2/\text{CH}_4/\text{Ar}$)
Libération des poutres	Gravure isotrope du silicium par plasma RIE micro-once (SF_6)
Délaquage	Délaquage par plasma O_2 microondes pendant 20 min