#### UNIVERSITE DE LILLE 1- SCIENCES ET TECHNOLOGIES

# HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES

# CONTRIBUTION AU DEVELOPPEMENT DE DISPOSITIFS THERMOELECTRIQUES PLANAIRES EN TECHNOLOGIE SILICIUM COMPATIBLE CMOS

DOCUMENT DE SYNTHESE PAR Katir ZIOUCHE

Soutenue le 25 Septembre 2015 devant la commission d'examen composée de :

Rapporteurs :	Jean-Yves FOURNIOLS			
	Etienne GAVIOT			
	Nadjib SEMMAR			
Examinateurs :	Lionel BUCHAILLOT			
	Didier DECOSTER			
Garant :	Didier LECLERCQ			
Invité :	Stéphane LASSUE			

Professeur Université de Toulouse, LAAS Professeur Université du Maine, ENSIM Professeur Université d'Orléans, GREMI Directeur de recherche CNRS, IEMN Professeur Université de Lille 1, IEMN Professeur Université de Lille 1, IEMN Professeur Université d'Artois, LGCgE

N d'ordre : 41816

A Nassiha, Zeis, Nahil, Chahine,

A mes parents et à tous mes proches.

SOMMAIRE

# PRESENTATION DU MANUSCRIT

# PARTIE A PARCOURS DE RECHERCHE ET ACTIVITES PEDAGOGIQUES

Propo	os Intro	oductifs	4			
Curric	ulum '	Vitae	5			
I	Parco	urs de recherche	6			
II.	Activi	tés pédagogiques	.13			
III.	Encac	Encadrements doctoral et scientifique16				
IV.	Responsabilités scientifiques et administratives					
	IV.1	Contrats industriels	.18			
	IV.2	Collaborations industrielles et expertises	.19			
	IV.3	Collaborations avec d'autres laboratoires de recherches	.20			
	IV.4	Projets de recherches	.21			
V. List	e des	publications	.23			

# PARTIE B SYNTHESE DES TRAVAUX DE RECHERCHE

I	La th	ermoe	électricité	28
	I.1	Histor	rique de la thermoélectricité	28
	1.2	Effets	et efficacité thermoélectriques	30
	I.2.a	L'ef	ffet Seebeck	30
	I.2.b	Aut	res effets thermoélectriques	31
	I.2.c	Rer	ndements thermoélectriques des systèmes TE	33
	I.2.d	Ma	tériaux thermoélectriques	36
	1.2	2.d.1	Facteurs de mérite des matériaux thermoélectriques	36
I.2.d.2		2.d.2	Amélioration des matériaux TE depuis les années 1950	36
	1.2	2.d.3	Super-réseaux de boites quantiques à base de Si <sub>1-x</sub> Ge <sub>x</sub>	38
	1.3	Techn	ologies planaires développées à l'IEMN	39
	I.3.a	The	ermopile planaire distribuée	39
	1.3	8.a.1	Intégration sur substrat souple	39
l.3.a.2 l.3.a.3		8.a.2	Transfert thermique dans le plan de la thermopile	40
		8.a.3	Contingences technologiques	41
	I.3.b	The	ermopile planaire réalisée en technologie Silicium	41
	I.3.c	Ma	tériaux thermoélectriques conventionnels utilisés	43
11	Du r	adiom	ètre infrarouge à l'imagerie basse résolution	44

II	.1	Introc	luction	44
II	.2	Micro	radiomètre infrarouge - Intégration en technologie CMOS	45
	II.2.a	Des	cription et principe de fonctionnement	45
	II.2.b	) (	Grandeurs caractéristiques des capteurs infrarouges	46
	11.2	2.b.1	Définitions des principales caractéristiques à optimiser	46
	11.2	2.b.2	Critères de qualification en termes de bruit	47
	II.2.c	Тес	hnologies de fabrication de la 1 <sup>ère</sup> génération de μCIR multimembranes	47
	11.2	2.c.1	Membranes à contraintes compensées	48
	11.2	2.c.2	Elaboration de la piste thermoélectrique polysilicium	48
	11.2	2.c.3	Contacts métalliques de jonctions	51
	11.2	2.c.4	Réalisation de la partie radiative	52
	11.2	2.c.5	Micro usinage du substrat par la face arrière	53
	II.2.d	IN	Aodélisation de la 1 <sup>ère</sup> génération de μCIR multimembranes	54
	II.2.e	. (	Caractéristiques des μCIRs multimembranes	57
	11.2	2.e.1	Méthodes de caractérisation	57
	11.2	2.e.2	Performances des $\mu$ CIR sur multi membranes	58
II	.3	Micro	radiomètre infrarouge de 2 <sup>nd</sup> génération - imagerie basse résolution	59
	II.3.a	Mir	niaturisation des μCIR - réalisation sur monomembrane	59
	II.3.b	) N	Aodélisation et optimisation des μCIR monomembrane	60
	11.3	3.b.1	Immunisation contre influence de l'air	60
	11.3	3.b.2	Microcapteurs monomembrane à multizones	63
	II.3.a	Evo	lution de la technologie des microcapteurs monomembrane	65
	11.3	3.a.1	Gravure profonde et sèche du silicium par ICP	65
	11.3	3.a.2	Intégration de la technologie plaquée à piste rétrécie	66
	11.3	3.a.3	Réalisation de la sonde de température $Pt_{1000}$	67
	II.3.b	) F	erformances des μCIR sur monomembrane	67
II	.4	Du ma	atriçage infrarouge à la caméra basse résolution	68
II	.5	Etude	comparative Super-réseaux de boites quantiques SiGe – Polysilicium	69
	II.5.a	Pre	mière intégration de SRBQ dans des μCIR	69
	II.5.b	) A	mélioration liée à la thermique de la couche	71
III	De la	ı fluxm	ètrie à la récupération d'énergie calorifique	74
II	I.1	Notio	n de chaleur	74
II	1.2	La me	sure du flux de chaleur	74
	111.2.a	a E	tat de l'art des fluxmètres	74
	111.2.1	b C	Concept du microfluxmètre IEMN	75
	111.	2.b.1	Intégration en technologie silicium	75

	III.2.b.2	2 Principe de fonctionnement	76		
	III.2.b.3	3 Performances et paramètres à optimiser	78		
	III.2.b.4	4 Modélisation et optimisation du microfluxmètre	79		
	III.2.a	Nanostructuration du silicium – anodisation du silicium poreux	80		
	III.2.b	Caractéristiques du microfluxmètre	83		
111	.3 La re	écupération d'énergie calorifique	85		
	III.3.a	Introduction	85		
	III.3.b	Critères d'évaluation des performances des thermogénérateurs	86		
	III.3.c	Modélisations analytique et numérique	88		
	III.3.c.1	1 Considérations basiques	88		
	III.3.c.2	2 Définition d'un nouveau Facteur d'efficacité	90		
	III.3.c.3	3 Conception et modélisations thermiques du μTEG IEMN	92		
	III.3.d	Réalisations technologiques et Caractérisations	95		
	III.3.d.:	1 Procédés de fabrication des μTEGs	95		
	III.3.d.2	2 Caractérisations des μTEGs IEMN	97		
IV	Conclusio	on sur la synthèse des travaux de recherche	101		
Réfé	Références bibliographiques102				

# PARTIE C Perspectives de recherche - Valorisation Industrielles – Projets

pectives de recherche	
Microthermogénérateur thermoélectrique	
I.1 Intégration en monolithique	
I.2 Intégration de matériaux à meilleure efficacité thermoélectrique et	11/
amenoration de la trernique d'ensemble de la membrane	114
I.3 Réduction des pertes latérales	114
Projet OPEN FOOD SYSTEM	115
Technologies sur substrats souples	
III.1 Technologies sur susbtrats polymères	116
III.2 Fluxmètres textiles – Projet ALTEA	
Nanocaractérisations	118
IV.1 Projet Retina	118
IV.2 Intégration sonde thermique	
F	<ul> <li>bectives de recherche</li> <li>Microthermogénérateur thermoélectrique.</li> <li>I.1 Intégration en monolithique.</li> <li>I.2 Intégration de matériaux à meilleure efficacité thermoélectrique et amélioration de la thermique d'ensemble de la membrane.</li> <li>I.3 Réduction des pertes latérales.</li> <li>Projet OPEN FOOD SYSTEM .</li> <li>Technologies sur substrats souples .</li> <li>III.1 Technologies sur substrats polymères .</li> <li>III.2 Fluxmètres textiles – Projet ALTEA.</li> <li>Nanocaractérisations.</li> <li>IV.1 Projet Retina.</li> <li>IV.2 Intégration sonde thermique.</li> </ul>

# PRESENTATION DU MANUSCRIT PROPOS INTRODUCTIFS

### De la thermoélectricité vers les micros dispositifs planaires

#### **Propos introductif**

Ce manuscrit se veut être une synthèse non exhaustive qui retrace l'essentiel de mes activités pédagogiques et scientifiques au cours des quinze dernières années. Il s'articule autour de plusieurs parties qui permettront de comprendre mon parcours jalonné des faits les plus marquants. Ce parcours professionnel dans le domaine de l'enseignement supérieur et de la recherche s'est déroulé à l'université des sciences et technologies de Lille1.

La première partie retrace mes activités de recherche effectuées à l'Institut d'Electronique de Microélectronique et de Nanotechnologies (IEMN), laboratoire dirigé actuellement par le Directeur de Recherche Monsieur Lionel Buchaillot. Elle détaille, par ailleurs, les enseignements et les différentes responsabilités pédagogiques que j'ai assumés principalement au département Génie Mécanique et Productique de l'IUT A dirigé par Monsieur le Professeur Benchiboun. Les encadrements doctoraux, les activités contractuelles et la liste des communications auxquelles j'ai participées y sont décrits.

La seconde partie résume les activités de recherche réalisées dans le domaine de la thermoélectricité et notamment dans l'intégration de différentes topologies de thermopile planaire en technologie silicium compatibles CMOS. Les nombreux dispositifs thermoélectriques réalisés allant des microcapteurs aux microgénérateurs pour la récupération d'énergie thermique ont fait l'objet de nombreuses thèses que j'ai eu le plaisir de co-encadrer avec Monsieur le Professeur Didier Leclercq. Tous ces travaux ont donné lieu à de nombreuses réalisations, à des brevets, des communications et des prototypes industriels intégrant nos technologies de capteurs. Les résultats les plus probants sont décrits dans ce mémoire.

Enfin dans la dernière partie, un éclairage succinct sur les nombreuses activités de recherche en cours sera donné et les perspectives de mon travail de recherche seront décrites.

PARCOURS DE RECHERCHE ET ACTIVITES PEDAGOGIQUES

# **Curriculum Vitae**

# **Katir ZIOUCHE**

# Maître de Conférences à l'I.U.T. « A » - Département Génie Mécanique et Productique

Né le 09 septembre 1972 à Raimbeaucourt (59) Nationalité Française

#### Adresses Professionnelles

Institut Universitaire de Technologie A Boulevard Paul Langevin, Cité scientifique, BP 179 59653 Villeneuve d'Ascq Cedex ⊠ : <u>katir.ziouche@iemn.univ-lille1.fr</u>	Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie, Avenue Poincaré, Cité Scientifique, BP 69 59652 Villeneuve d'Ascq Cedex
---	---

#### Titres universitaires

1999 :	<b>Doctorat en électronique</b> à l'IEMN, Université de Lille 1, Mention très honorable avec félicitations du jury.						
	<b>Thèse :</b> « Elaboration de nouveaux procédés de fabrication de microcapteurs de rayonnement. Application à la réalisation de microradiomètres UV et IR. »						
1996 :	<b>DEA en Electronique</b> (Lille 1) (Mention Très Bien avec félicitations du jury : classé 1 <sup>er</sup> )						
1995 :	Maîtrise EEA(Mention Bien : classé 3ème)						
1994 :	Licence EEA (Mention Assez Bien)						
Carrière							
2000:	Maître de conférences à l'IUT A de Lille 1, département GMP						
1999-2000	: ATER à l'université de Lille 1 - IUT A département GMP, activités de recherche à l'IEMN dans l'équipe thermique, dirigée par M. le Professeur Didier Leclercq : «Intégration de dispositifs thermoélectriques en technologie silicium ».						
1996-1999	Doctorant en électronique à l'I.E.M.N.						
	Moniteur de l'enseignement supérieur à l'Université de Lille I, UFR IEEA						
Spécialités							

Conception et réalisation de microdispositifs en micro et nanotechnologies. Simulation numérique multi physiques sous COMSOL. Instrumentation et métrologie. Microcapteurs thermiques et thermoélectriques. Récupération d'énergie thermique.

#### Formation complémentaire

LANGUES : Français (courant), Anglais (moyen), Arabe (courant)

### I Parcours de recherche

#### Les débuts

Mon intérêt pour le monde de la recherche et de l'enseignement supérieur s'est construit suite à l'opportunité qui m'avait été donnée dans le cadre d'un stage de fin d'études de visiter la centrale de technologie de l'Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologies, Unité Mixte de Recherche associant le CNRS et plusieurs établissements d'Enseignement Supérieur. Dans le milieu des années 90, ce laboratoire de premier rang international disposait déjà des équipements de pointe et s'orientait vers l'élaboration de nouvelles technologies à des échelles submicroniques avec des potentiels et des enjeux sociaux économiques immenses. En effet, l'essor des microtechnologies a vu l'émergence de nombreuses nouvelles structures et techniques ouvrant la voie à de très nombreuses applications telles que ; l'apparition des premiers microdispositifs, les micromanipulateurs, les microactionneurs, les micromoteurs, les premières écritures et lithographies ultimes à l'échelle nanoscopique utilisant la microscopie à effet tunel (STM)... L'idée d'allier la physique à des domaines très appliqués touchant à l'infiniment petit m'a dès lors attiré et conditionné mes choix professionnels.

#### Intégration des capteurs infrarouges en microtechnologies

C'est dans ce contexte que, j'ai eu la chance d'intégrer l'IEMN au sein d'une équipe de recherche dirigée à l'époque par Monsieur le Professeur Eugène Constant dans le cadre d'un stage de DEA puis d'une thèse de 3<sup>ème</sup> cycle avec un financement MESR. Une activité nouvelle se développait en collaboration avec le Laboratoire Capteur et Instrumentation dirigé par Monsieur le Professeur Didier Leclercq. L'enjeu était de miniaturiser et d'intégrer en microtechnologies, une technologie feuille mince en KAPTON<sup>®</sup>. Ces capteurs développés artisanalement répondaient à un besoin sans cesse grandissant. La propriété intellectuelle de l'invention entre l'université et les inventeurs avait d'ailleurs conduit à la création de l'une des premières startups issue de l'IEMN toujours en activité à ce jour, la société CAPTEC. La miniaturisation devait permettre la fabrication à grande échelle de ces capteurs et offrir un champ important de nouvelles applications notamment dans le domaine de la domotique, de la détection de présence, de la mesure de température sans contact, la mesure de flux de chaleur...

Mon intérêt pour la thermoélectricité, phénomène physique qui régit le principe de fonctionnement de ces dispositifs, fut immédiat. Celle-ci, découverte au XIX<sup>ème</sup> siècle grâce aux travaux de Seebeck, Peltier ou alors de Lord Kelvin, permettait de lier la chaleur traversant certains matériaux, dits thermoélectriques, au courant électrique qui les parcourt. Le principal effet, appelé communément effet Seebeck consiste en la transformation de chaleur en électricité par simple association de deux matériaux présentant des propriétés de conversion thermoélectrique et formant un thermocouple. Ces matériaux thermoélectriques ont toujours intéressé les scientifiques depuis leur découverte, du fait de leurs nombreuses applications potentielles. La conversion de flux de chaleur en courant électrique peut être mise à profit pour la génération d'électricité et de manière réversible le phénomène possible de conversion inverse permet des applications de réfrigération/chauffage. D'ailleurs, de nombreux dispositifs thermoélectriques commercialisés existent depuis plus d'un demi-siècle, mais principalement pour la thermométrie et la réfrigération, du fait de leur faible rendement de conversion dû aux limitations des propriétés des matériaux thermoélectriques courants.

Dans la continuité de travaux de thèses antérieurs engagés sur le sujet et qui avaient permis la fabrication de thermopiles planaires distribuées utilisant des couples Constantan/Or réalisées sur substrat de verre CORNING<sup>®</sup>, une partie de mon travail de recherche a été consacrée à l'amélioration des performances des microcapteurs infrarouges ainsi réalisés et notamment leur sensibilité trop faible à l'époque pour permettre un quelconque intérêt industriel. Il fallut, d'abord, étudier et améliorer les propriétés optiques des matériaux utilisés pour absorber le rayonnement infrarouge et le transformer en chaleur : Ensuite évaluer, quantifier et réduire les contraintes mécaniques intrinsèques, extrinsèques et thermiques liées à l'élaboration des couches minces utilisées. Puis, élaborer et caractériser de nouveaux couples thermoélectriques à base de bismuth et d'antimoine (possédant un meilleur facteur de mérite) et enfin utiliser des substrats souples polymères à faible conductivité thermique pour la fabrication des capteurs. Toutes les améliorations apportées avaient permis l'augmentation de la sensibilité des capteurs d'un facteur supérieur à 5 et conduit à la rédaction de ma thèse de doctorat soutenue en octobre 1999 sous la direction de M. Leclercq et de Madame Godts-Lejeune chargée de recherche au CNRS.

#### Vers la technologie silicium compatible CMOS

A cette même époque, l'IEMN, laboratoire de renommée internationale dans les technologies à base de composants électroniques III-V a opéré à un tournant stratégique qui allait redéfinir une grande partie de ses activités et les réorienter vers les micro et nanotechnologies avec la construction d'une nouvelle centrale, à empoussièrement contrôlée, dédiée aux microtechnologies Silicium. Forts des expériences acquises au LIMMS dans le cadre de programme d'échanges entre le CNRS et l'université de TOKYO, de nombreux chercheurs du laboratoire s'étaient spécialisés dans la fabrication de micro dispositifs électromécaniques « MEMS ». Parallèlement à cette mutation, l'équipe de recherche à laquelle j'appartenais, avait répondu à l'appel à projet INTERLAB (projet national) qui avait pour ambition de mettre en synergie plusieurs laboratoires français de premier plan international pour développer et produire un premier dispositif « inter laboratoire » en s'appuyant sur les compétences de chacun des partenaires (IEMN, LAAS, IEF,...) et faire valoir le savoir-faire scientifique français dans le domaine émergent des microtechnologies. C'est dans ce contexte, que le projet retenu et proposé par notre équipe devait permettre la première intégration de nos technologies de capteurs infrarouges en technologie silicium compatible CMOS donnant lieu à un nouveau concept de microradiomètre IR et ouvrant la voie à de nombreuses applications, avec un enjeu de réussite primordiale pour l'IEMN.

Toute l'originalité du dispositif reposait sur l'utilisation d'une topologie ajustable de thermopile planaire associant un grand nombre de thermocouples. L'agencement de ceux-ci devant permettre d'adapter la taille des composants, de moduler la disposition des jonctions des éléments actifs et d'équilibrer thermiquement la structure. La répartition ainsi distribuée, de la thermopile et des zones chaudes et froides, permettait d'immuniser le capteur en le rendant insensible aux grandeurs parasites que sont la convection et la conduction gazeuses, et de ce fait, nous affranchissant alors de l'encapsuler réduisant considérablement son coût de fabrication. L'une des plus grandes contraintes étaient l'utilisation du silicium comme matériau support. Il était essentiel que le substrat puisse périodiquement de façon localisée être alternativement très conducteur ou très isolant thermique. La solution, consistant à réaliser un ensemble d'éléments actifs sur structures de membranes suspendues, s'est révélée idéale et a ouvert par la suite, la voie à la fabrication de nombreuses technologies sur silicium. Cependant, la complexité des technologies mises en œuvre avait nécessité de nombreuses études de dimensionnement des structures, de tenues mécaniques, de transferts thermiques, d'élaboration de couches minces, de caractérisations électriques et optiques, de modélisations...

J'ai été impliqué au premier plan dans ce projet où la collaboration avec tous les chercheurs des différents laboratoires a été riche en apports scientifiques et techniques et s'est conclue par la fabrication d'un premier démonstrateur de capteur thermoélectrique infrarouge sur multimembranes. Cette implication, dans toute la chaine de production, me permit d'être en contact avec de nombreux domaines de la physique et de l'élaboration des matériaux et ainsi d'acquérir une grande expertise dans les nouvelles technologies silicium. C'est dans ce contexte que j'ai pu intégrer la fonction de maître de conférences après une année de recherche postdoctorale (*en tant qu'attaché temporaire à l'enseignement et à la recherche*) en septembre 2000. Depuis, faire bénéficier l'ensemble des chercheurs du laboratoire de mes compétences, en partageant mes connaissances, est l'une de mes plus grandes motivations.

Par la suite, avec le potentiel considérable lié à l'arrivée de nouveaux équipements de pointe au laboratoire destinés à la nouvelle centrale de technologie silicium, notre équipe s'est orientée vers le tout silicium avec la possibilité d'envisager la conception de nouveaux dispositifs. La liberté et la confiance qui m'ont été accordées dans le choix des travaux à mener en centrale de technologie a constitué une opportunité particulièrement stimulante et m'a permis de mener plusieurs activités en parallèle avec le souci d'accompagner, d'encadrer et de former de nombreux jeunes chercheurs dans le cadre de leur stage de fin d'études, de leurs thèses de doctorat ou de leurs études post doctorales.

J'ai ainsi pu m'impliquer entièrement dans la suite de ce qui avait été entrepris au cours du projet INTERLAB. Celui-ci s'était conclu par la fabrication compliquée d'un premier prototype, la faisabilité étant le seul objectif à atteindre. L'amélioration et l'optimisation du capteur infrarouge nécessitaient cependant de nombreuses études expérimentales, caractérisations et modélisations. La recherche d'une sensibilité optimale du capteur toujours avec le souci de la réduction du coût de fabrication en s'affranchissant de l'encapsulation devrait se traduire en critères d'optimisation dissociables en termes de : répartition topologique des éléments constituants le composant, ses propriétés thermoélectriques et la distribution optimale des écoulements de chaleur au sein de la structure.

Les structures périodiques tridimensionnelles constituant les capteurs avaient nécessité les modélisations analytique et numérique pour étudier les écoulements de chaleur à travers cellesci afin d'équilibrer et maximiser les gradients de températures entre les jonctions des thermocouples constituant les thermopiles. L'étude expérimentale des propriétés thermoélectriques et électriques du polysilicium dopé alternativement N et P devait permettre de maximiser leurs pouvoirs thermoélectriques avec des valeurs de l'ordre de  $350\mu$ V/K tout en minimisant leur dérive en température. Ces propriétés qui conditionnent fortement les performances du capteur avaient nécessité la mise en œuvre d'un banc de caractérisation spécifique. De nombreuses études par spectroscopie infrarouge avaient, par ailleurs, été nécessaires pour qualifier le matériau absorbant infrarouge le plus adéquat avec la technologie utilisée. La première thèse effectuée sur le sujet, que je pus encadrer pour partie, s'intéressa principalement à la reproductibilité de la technologie et permis d'améliorer les performances du radiomètre infrarouge et notamment en le rendant insensible à la température avoisinante avec une sensibilité à l'éclairement énergétique S<sub>E</sub> élevée de  $72\mu$ V/(W/m<sup>2</sup>) pour des capteurs de surface active de 5x5 mm<sup>2</sup>. Cependant, le procédé de gravure utilisé pour libérer les membranes par voie chimique ne permettait pas de garantir une assez bonne reproductibilité dans la fabrication des capteurs IR et limitait considérablement la miniaturisation des capteurs. Cette gravure consistait à utiliser l'anisotropie que présente la gravure du silicium à l'hydroxyde de potassium KOH. La sélectivité de gravure observée entre les différentes familles de plans cristallographiques, qui permet une vitesse de gravure nettement plus importante pour les plans <110> et <100> que pour les plans <111> ( rapport 1 à 100) dus à la densité élevée des plans <111>, ne permettait pas d'obtenir de bon rapport d'aspect entre les surfaces des membranes à libérer et l'épaisseur des substrat de silicium utilisé.

Par la suite, l'acquisition d'un bâti de gravure profonde et sèche de la société STS (Surface Technology System) par ICP (Inductive Coupled Plasma) permit de lever un verrou technologique en autorisant la gravure sèche anisotropique du substrat de silicium suivant des flancs droits, ouvrant de nouvelles perspectives et notamment la miniaturisation la plus poussée des capteurs. S'en suivi, rapidement le développement d'une nouvelle génération de capteurs radiatifs IR mono-membrane de très petites dimensions. Un modèle mathématique établi sous « mathcad » optimisa le positionnement des jonctions des thermocouples afin d'obtenir à la fois les meilleurs performances et garantir l'insensibilité aux grandeurs parasites. Cette nouvelle famille de capteurs miniaturisés réalisée dans cadre d'un second travail doctoral répondait à une problématique d'ordre sociétal initiée dans le cadre d'une action régionale concertée (ARC) en ingénierie urbaine. L'axe dans lequel s'est impliquée notre équipe, en partenariat avec la région Nord-Pas de calais et les laboratoires régionaux LML et LAMH, avait comme objectif « la réalisation de réseaux de micro-capteurs thermoélectriques en technologie Silicium destinés à introduire des fonctionnalités innovantes à faibles coûts dans l'habitat social ». L'enjeu essentiel était l'amélioration de la qualité de vie dans l'habitat pour le maintien à domicile des personnes à mobilité réduite. Il s'agissait, alors, de développer des systèmes de détection de présence intelligents capables de discriminer un adulte d'un enfant, ou même d'un animal domestique, sans qu'ils soient trop intrusifs dans l'intimité des personnes. L'analyse d'image IR basse résolution utilisant l'association de plusieurs capteurs radiatifs IR mono-membranes a été une solution innovante qui, par ailleurs, permettait de faire sauter le verrou technologique du coût des matrices imageantes classiques. Les premières matrices imageantes associaient une dizaine de capteurs de surface active  $3x3 \text{ mm}^2$  et de sensibilité de  $32 \mu V/(W/m^2)$ .

Ces premières réalisations de matrices imageantes basse résolution devaient, par la suite, ouvrir la voie à la réalisation d'une caméra infrarouge (une centaine de pixels pour une surface de 1cm<sup>2</sup>) à bas coût objet d'une dernière thèse de doctorat sur les capteurs IR et qui s'inscrivait dans les actions de l'IEMN, notamment dans le cadre de la labellisation Carnot destinée à encourager la recherche partenariale entre laboratoires et entreprises. D'ailleurs l'ensemble des technologies décrites précédemment a permis le développement de solutions et de nombreux démonstrateurs répondant aux besoins de PME locales, comme nous le verrons dans la suite du manuscrit.

#### La microfluxmètrie

Parallèlement au développement des technologies de capteurs radiatifs IR, une famille de capteurs innovants fit l'objet, ces dernières années, de nombreuses études et d'un grand intérêt pour notre équipe de recherche. En effet, bien que la température soit la grandeur physique la plus utilisée pour comprendre ou évaluer la réversibilité thermodynamique d'un phénomène. Il

apparaît souvent essentiel de pouvoir quantifier la chaleur transmise lorsque des équilibres thermiques s'établissent. Intuitivement, on peut appréhender la notion de température par les sens en touchant par exemple un corps qui semblera plus ou moins chaud. Pourtant cette sensation ne traduit que l'échange de chaleur avec le corps et ne permet en aucun cas de connaître la température dans l'absolu. La mesure de température semble, à tort, facile et il existe de très nombreux procédés et techniques qui permettent de la quantifier assez précisément, avec ou sans contact. Et souvent, il s'avère que la seule mesure de cette grandeur, bien que très répandue, ne suffise pas.

La quantité de chaleur, quant à elle, est une notion très peu utilisée. Pourtant, elle traduit dans tous les domaines de la physique l'énergie sous sa forme la plus dégradée caractérisant souvent les pertes dues aux frottements, à l'effet Joule, aux pertes électromagnétiques, diélectriques ou autres. Historiquement, et encore de nos jours, les mesures de quantité de chaleur ( $\Delta Q$ ) relèvent d'une méthode indirecte consistant à enfermer la chaleur dans un calorimètre de capacité thermique connue ( $C_{th}$ ) et à mesurer l'élévation de température  $\Delta T$  correspondante soit :

$$\Delta Q = C_{\text{th}} \Delta T = \int_{t1}^{t2} \Phi(t) dt$$
 (Joules)

Pour autant, il est alors impossible d'accéder à la valeur instantanée du flux de chaleur échangé  $\Phi(t)$  en ne disposant que de l'intégrale de cette fonction entre deux instants  $t_1$  et  $t_2$ . Mesurer un flux thermique  $\Phi=dQ/dt$ , grandeur homogène à une puissance (exprimée en Watts) est fondamental et conduit à la détermination, par simple intégration temporelle, à la quantité de chaleur échangée. La mesure de flux thermique en temps réel permet même de prédire l'évolution de la température d'un système et présente un intérêt considérable dans tous les domaines scientifiques. Pourtant, il existe très peu de capteurs performants sur le marché et à prix abordable.

C'est pour toutes ces raisons, qu'il nous a semblé primordial dans le début des années 2000 de concevoir un tel capteur en utilisant les moyens technologiques dont nous disposions au laboratoire. L'expérience de notre équipe, tant dans le domaine de la thermoélectricité, de la thermique, des microtechnologies nous permis d'inventer et de breveter un nouveau type de microcapteur de flux thermique en technologie silicium. Canaliser la chaleur et la distribuer à travers un corps d'épreuve (substrat de silicium) pour générer des gradients de température périodiques à la surface du capteur et les exploiter avec une thermopile planaire a été le fondement du concept. Il fallait, pour cela, générer des dissymétriques thermiques dans le silicium en garantissant une résistance mécanique à l'ensemble de la structure car le capteur à concevoir devait permettre la mesure de flux de chaleur sous toutes ses formes radiatives, convectives et conductives. La mesure par contact est primordiale pour ce type de capteur, en permettant une résistance notable aux pressions mécaniques élevées et aux autres contraintes mécaniques. La méthode classique consistant à creuser des cavités dans le substrat de silicium pour libérer des membranes n'était plus adaptée.

Considérant que les porteurs de chaleurs dans les matériaux semi-conducteurs sont principalement les phonons, la solution trouvée pour réduire la conductivité thermique du silicium (140 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>) a été de réduire le libre parcours moyen de ceux-ci en nano-structurant le silicium par gravure électrochimique ou anodisation. Cette technique efficace permet d'obtenir des couches de silicium poreux dont les nanostructures solides spongieuses ou colonnaires où les nano-pores sont fortement interconnectés leur conférant une conductivité

thermique très faible (~2 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>). Cependant, la baisse de conductivité thermique avec la nanostructuration s'accompagne d'une fragilisation importante de la structure qui interdit la réalisation de couche épaisse de silicium poreux. Il fallut de nombreuses études pour élaborer et stabiliser des couches de silicium méso-poreux par traitement thermique et trouver un compromis intéressant par des propriétés mécaniques autorisant la réalisation de structures épaisses supportant l'enchainement des étapes technologiques.

La première cellule ayant permis l'anodisation du silicium poreux était réalisée de façon artisanale. Elle a toutefois permis la fabrication des premiers prototypes de fluxmètres thermiques démontrant ainsi le potentiel considérable de cette nouvelle famille de micro-capteurs quasi unique. L'oxydation des nanocristallites fut une solution de stabilisation garantissant une bonne tenue mécanique qui par ailleurs permis de réduire encore la conductivité thermique avec une valeur approchant celle de l'oxyde de silicium (1 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>). Par la suite, une cellule d'anodisation à double réservoir AMMT® fit l'objet d'un financement dans le cadre d'une action régionale concertée soutenue par la région Nord Pas de calais et le FEDER.

Cette nouvelle famille de capteurs fut l'objet de nombreuses modélisations, pour optimisation, à l'aide du logiciel COMSOL 3D<sup>®</sup>. Le capteur ainsi optimisé permis une responsivité de 260mV/W pour une surface active de 5x5 mm<sup>2</sup> avec une bonne tenue en température (jusqu'à 500°C). Sa faible résistance thermique de l'ordre de 0.2K/W pour une épaisseur de 400 µm, présentait le grand avantage de très peu perturber les mesures. La souplesse de la technologie développée durant de nombreuses années, suffisamment mature, conféra une grande adaptabilité à ces capteurs ouvrant ainsi à la mise en œuvre de nombreux démonstrateurs dans le cadre du laboratoire CARNOT. Des collaborations ont été établies avec différents laboratoires en vue de mettre en évidence l'intérêt de ces capteurs dans d'autres domaines scientifiques, d'une part, en sonochimie avec le laboratoire DTI de l'université de Reims pour évaluer en temps réel la puissance dissipée par transduction ultrasonique lors de la synthèse électrochimiques de nano-poudres et d'autre part dans le domaine textile avec l'ESTIT/HEI, afin de caractériser les propriétés d'évaporation de différents textiles. Ils permirent même d'introduire de nouvelles fonctionnalités dans des équipements et produits existants, des prototypes ont ainsi pu être fournis à plusieurs sociétés telles SOMFY pour la domotique, KSB pour l'intégration dans des systèmes de pompage. Les applications potentielles et la demande sans cesse grandissante de ces capteurs par de nombreuses PME locales ne permirent cependant pas une production à l'échelle industrielle aux vues des quantités nécessaires insuffisantes. Néanmoins, de nombreuses relations restent entretenues avec le LETI pour étudier la transférabilité de notre technologie.

Une des applications phares de ces capteurs de flux thermiques reste sans conteste, la mesure de température sans contact dans un environnement « sale ». En effet, de nombreux radiomètres IR commercialisés sont en capacité de mesurer une température à distance. Néanmoins, une des contraintes essentielles est la nécessité absolue de maintenir ces capteurs propres au risque de les rendre inopérants. De ce fait, il n'existe à ce jour, aucun autre capteur que notre fluxmètre qui offre cette possibilité : en effet, la configuration originale de la structure de notre fluxmètre autorise d'adapter le revêtement supérieur absorbant infrarouge pour qu'il soit opérant même dans des conditions extrêmes.

Ce savoir-faire unique de mesure de température sans contact en environnement sale intéressa le groupe SEB au point d'associer, depuis un an, l'IEMN dans un projet d'envergure nationale soutenu par de nombreux pôles de compétitivité, associant 25 partenaires industriels et scientifiques, rassemblant un budget de 21 M€ et créateur d'emploi, le projet OPEN FOOD SYSTEM. Celui-ci a pour ambition de construire un écosystème de référence afin de faciliter la préparation de repas pour le grand public, avec notamment la mise à disposition de nouveaux appareils de cuisson intelligents permettant le contrôle automatique des paramètres de cuisson pour garantir des résultats optimaux. Cette collaboration ambitieuse et structurante, ayant de fortes potentialités, devrait à moyen terme permettre de nombreuses retombées économiques et permettre un rayonnement de notre laboratoire.

#### Des microcapteurs à la récupération d'énergie thermique

Le dernier projet de recherche, dans lequel je suis pleinement investi et impliqué a été initié avec l'arrivée dans notre groupe d'une chargée de recherche au CNRS spécialisée dans l'élaboration de matériaux, Madame Zahia Bougrioua. Celui-ci consistait à réaliser des microsources d'énergie électriques. En effet, l'essor de l'électronique nomade et l'émergence de nouveaux produits miniaturisés et interactifs dans tous les domaines (capteurs autonomes communicants, technologies embarquées, systèmes intelligents, implants biomédicaux, capteurs de corrosion insérés dans le béton, etc.) s'est accompagné d'un besoin accru de sources d'énergies miniaturisées. Les batteries électrochimiques sont actuellement les sources dominantes d'énergie électrique pour l'alimentation des dispositifs à faible consommation. Cependant, leur miniaturisation évolue moins vite que celles des autres systèmes et leur encombrement devient un réel obstacle. De plus, pour des applications comme les réseaux de capteurs sans fils (WSN – wireless sensor network) qui nécessitent des milliers de capteurs pouvant être disséminés dans l'environnement, il est inimaginable d'envisager l'utilisation de batteries chimiques constituant une source de pollution considérable.

Notre approche a été de concevoir, développer, puis mettre en œuvre des micro sources d'énergies pour récolter l'énergie dans l'environnement local, de longue durée de vie, miniaturisables, peu encombrantes, biocompatibles et sans impact environnemental. Fort de notre expérience, nous nous sommes particulièrement attachés à concevoir et à réaliser des microsources basées sur la thermoélectricité pour récupérer et exploiter l'énergie thermique. Même si de manière générale les dispositifs thermoélectriques sont parmi les moins performants pour la récupération d'énergie, ils présentent l'avantage de pouvoir récupérer l'énergie la plus disponible et abondante. Deux dispositifs basés sur la technologie de thermopiles planaires exploitant l'énergie thermique pour la convertir en électricité ont, ainsi, été mis au point.

La première configuration, exploitant la chaleur latente d'évaporation de l'eau, fait actuellement l'objet d'un brevet. En effet, l'énergie mise en jeu pour évaporer une masse d'eau étant 100 fois plus importante que celle nécessaire pour élever d'un degré cette même masse, il nous est apparu nécessaire de développer une thermopile suspendue sur membranes pour exploiter les variations d'enthalpies liées à ce phénomène d'évaporation. Le premier prototype, réalisé sur monomembrane de relativement grande dimension (4x10 mm<sup>2</sup>), généra une f.e.m. de plusieurs volts durant environ 30 min, et ce juste avec une microgoutte de quelques  $\mu$ l. Des études de fonctionnalisation du polyimide recouvrant le cœur de la membrane permirent l'autoalignement des gouttes d'eau pour la récupération du maximum d'énergie mise en jeu. Les résultats optimaux furent obtenus avec une micropile de 5x5 mm<sup>2</sup> utilisant deux membranes et du polysilicium co-dopé comme matériau thermoélectrique qui produisit une puissance maximale de 4.1  $\mu$ W/cm<sup>2</sup> (correspondant à une tension de 1V) pour une goutte d'eau de 20  $\mu$ l. L'évaporation de ce volume d'eau permit de refroidir le cœur de la membrane induisant une différence de température effective de 26 K entre les jonctions de la thermopile.

La seconde configuration correspond à la mise en œuvre d'une nouvelle famille de microgénérateurs thermoélectriques (µTEG) pour exploiter toutes les énergies thermiques. Leur principe de fonctionnement repose sur la récupération et la canalisation de chaleur vers une partie des jonctions des thermocouples constituant la thermopile, les autres jonctions étant maintenues à une température beaucoup plus froide : le gradient généré entraîne l'apparition d'une f.e.m. de Seebeck. Cette technologie est composée par un système original à double déflection de flux de chaleur et est constituée de deux structures assemblées réalisées sur substrat de silicium. La première partie est un ensemble de membranes suspendues sur lesquelles repose la thermopile et la seconde un collecteur dont le rôle est de capter et de canaliser la chaleur. Les premiers prototypes réalisés (plusieurs configurations différentes réalisées sur un même substrat) ont permis d'obtenir des tensions de plusieurs volts mais leur très grande résistance électrique limite considérablement la puissance de sortie (Vs = 10V, Ps  $= 12 \mu W$  pour quelques centaines de mW thermique). Cependant, les modélisations numériques via le logiciel COMSOL 3D<sup>®</sup> et les études d'optimisation du polysilicium matériau thermoélectrique utilisé par dopage et recuit thermique ont permis une amélioration des performances avec une densité de puissance de sortie de 150µW/cm<sup>2</sup> pour une puissance injectée de 4.2 W/cm<sup>2</sup> (correspondant à un gradient de température effectif entre les jonctions de 65 K). La tension de sortie du µTEG a atteint les 20 V pour un gradient de température effectif de 267 K.

# II Activités pédagogiques

Parallèlement à toutes ces activités de recherche, je me suis investi et impliqué dans de nombreux projets pédagogiques : d'abord dans l'UFR d'IEEA où j'ai pu bénéficier de formations à l'enseignement supérieur dans le cadre de mon monitorat durant ma thèse de doctorat, puis en tant qu'ATER et maître de conférences à l'IUT A dans le département Génie Mécanique et Productique. Responsable de nombreux modules, je me suis investi dans la réalisation de nombreux cours, travaux dirigés et travaux pratiques en adéquation avec les différents projets pédagogiques nationaux qui n'ont eu de cesse d'évoluer constamment, toujours avec le souci de répondre aux mieux aux étudiants et aux équipes pédagogiques.

Par ailleurs, j'ai aussi assumé de nombreuses responsabilités administratives durant toutes ces années d'enseignement et encore aujourd'hui avec le portage d'un projet de licence professionnelle MICVI « Mesure Instrumentation Contrôle Vision Industriel » qui devrait s'ouvrit à la rentrée scolaire 2015.

Tous ces projets pédagogiques représentent une partie importante de mon activité professionnelle. Au jour d'aujourd'hui, cela correspond à plus de 3400 h d'enseignements face aux étudiants et au moins autant pour leur préparation.

La répartition de mon service en tant que Maître de Conférences a toujours été organisée entre les cours, les travaux dirigés, les travaux pratiques, les projets tuteurés et le suivi des étudiants en stage, avec le souci d'équilibrer ces différents types d'enseignements.

Le tableau suivant présente la répartition de mon service pour la période 2000-2015 ainsi que les nouveaux enseignements que j'ai mis en place.

		Répartition enseignements (Heures TD)		Nouveaux Enseignements –	Répartitions en %			
		DUT	Licence	Master	Création cours	C.CTD	TD	ТР
2000-2001		192			Cours électronique GMP 2 <sup>nd</sup> année Cours électricité GMP 1 <sup>ère</sup> année	60	100	48
2001-2002		176	16		Cours automatique Licence SPI (16h)	76	68	48
2002-2003	l	176	36		Cours capteurs IUP QEPI (20h)	96	84	48
2003-2004		176	36	10	Cours de nanotechnologies – Master 2 Protéomique du vivant	106	84	48
2004-2005		176	36	10		106	84	48
2005-2006		176	36		Cours électronique Ingénierie de la santé (20h)	96	84	48
2006-2007	ſ	208	20		Cours Electrotechnique (20h) – Montage nouveauxTP	86	68	112
2008-2009		208	20		Cours et TP de Base de données GMP 2nd année	68	64	144
2009-2010		208	30		Cours Base de données Licence TUT	78	64	144
2010-2011		208	30		Création nouvelle série TP GMP 1 <sup>ère</sup> année	78	64	144
2011-2012		208	30			78	64	144
2012-2013		208	20			68	64	144
2013-2014		208	20			68	64	144
2014-2015	l	192	20		Création nouvelle série TP GMP 1 <sup>ère</sup> année	36	64	160

Tableau (i) : Répartition des heures d'enseignements pour la période 2000 – 2015

Dès mes années de monitorat, je n'ai eu de cesse de m'investir dans la création de nouveaux enseignements et le montage de nombreux travaux pratiques. Mon intérêt pour ce métier de l'enseignement m'a poussé à changer assez fréquemment de modules pour constamment renouveler mes cours. J'ai ainsi tout au long de ces années récupérer la responsabilité de différents modules, comme le paragraphe suivant l'exposent :

#### <u>UFR IEEA</u>

De 1996 à 1999 : Moniteur de l'enseignement supérieur dans l'UFR d'IEEA. Enseignement de travaux pratiques d'électronique en Licence, en Maitrise EEA et en 3<sup>ème</sup> année de cycle ingénieur à l'ENIC (Telecom Lille1). J'ai pendant ces trois années accompagné les équipes pédagogiques dans le montage et la réalisation des nouvelles maquettes destinées à l'enseignement EEA. En parallèle, j'ai bénéficié de plusieurs semaines de formation pour la préparation au métier de l'enseignement organisées par le CIES (centre d'initiation à l'enseignement supérieur).

# IUT A de Lille

Au Département Génie Mécanique et Productique, niveau D.U.T :

De 2001 à 2007 : Responsable du module d'Electronique 2<sup>nd</sup> année pour l'automatisme et l'instrumentation. Création d'enseignement (20h cours et de TD). L'objectif est de donner aux étudiants des compétences leur permettant d'utiliser, interconnecter et paramétrer des équipements d'électronique industrielle, de mesure ou de commande.

Depuis 2001 : Responsable du module d'électricité et d'électrotechnique 1<sup>ere</sup> année. Montage et réalisation de travaux pratiques. Ces enseignements n'ont de cesse de se renouveler à chaque nouveau PNN (Programme Pédagogique National). J'ai systématiquement monté de nouveaux cours allant de l'apprentissage des bases de l'électricité aux notions de motorisation. Les cours mis en œuvre concernent l'électrocinétique, les lois de Kirchhoff, les théorèmes de Norton, Thevenin et Millmann, les réseaux triphasés, les machines tournantes, les transformateurs... Au travers des thèmes abordés, les étudiants acquièrent des connaissances dans l'analyse de circuits en cours et en travaux dirigés et dans le domaine de l'instrumentation en travaux pratiques.

Depuis 2008 : Responsable de l'enseignement de Base de données 2<sup>nd</sup>. J'assure la totalité de cet enseignement (Cours–TD–TP) pour l'ensemble des étudiants du semestre 4, ce qui représente un volume horaire annuel d'environ 50 heures. L'objectif de ce cours n'est pas simplement de permettre aux étudiants d'écrire un logiciel en utilisant un langage de programmation spécifique, mais de leur apprendre à raisonner, à solutionner un problème complexe en utilisant les méthodes de conceptions basées sur la méthode MERISE (modèles conceptuel et logique de données relationnelles). Les étudiants ont ensuite comme projet de réaliser des Bases de données concrètes avec des logiciels spécifiques. Ces outils leur sont très utiles notamment dans le cadre de leur stage en entreprise.

Licence SPI : Mise en place de cours d'automatique linéaire en licence SPI. J'ai dispensé ces cours (environ 20h cours/TD) pendant 4 ans. Le public est constitué en moyenne d'un groupe de 24 à 32 étudiants. L'objectif à atteindre était de permettre aux étudiants d'être en mesure de modéliser en régime statique et dynamique un système en boucle ouverte (et en boucle fermée), depuis la grandeur physique à mesurer jusqu'à l'actionneur. Pour cela, nous introduisons les notions de « Capteur », et des notions classiques de l'électronique (amplification, offset, linéarité, saturation, temps de réponse...). Ce système est décrit à l'aide d'un ensemble d'équations différentielles qui sont ensuite résolues à l'aide de la transformée de Laplace. Les cours ont ainsi concerné les notions de bases de la régulation, asservissement de systèmes, transformée de Laplace, description mathématiques des systèmes physiques, réponses des systèmes du premier et du second ordre...

<u>IUP QEPI</u>: Pendant 3 ans, je suis intervenu en IUP QEPI pour enseigner des cours sur les capteurs industriels (20h cours-TD). Les notions physiques régissant le fonctionnement de ces capteurs ont été introduites. L'importance de la métrologie a été mise en avant dans ces cours. Les capteurs, composants essentiels, de la chaine d'acquisition dans une chaine fonctionnelle permettent de prélever une information sur le comportement de la partie opérative et la transformer en une information exploitable par la partie commande. La notion de signal électrique a de ce fait, fait partie intégrante de ce cours.

#### <u>A l'université de Lille 1</u>

<u>Master Protéomique du vivant :</u> Pendant 2 ans, je suis intervenu dans ce master (10h cours). Mes cours avaient comme objectifs l'ouverture sur les nanotechnologies. L'idée était de faire prendre connaissance et conscience à des étudiants ayant un cursus dans la biologie du potentiel important de ces nouvelles technologie notamment dans le développement de microsystèmes destinés à l'analyse biologique (Lab on chip).

### <u>A l'université de Lille 2</u>

<u>ILIS</u>: Depuis 2005, je suis responsable du module électronique à l'Institut Lillois de l'ingénierie de la sante (20h cours en 3<sup>eme</sup> année). L'objectif de ce cours est de donner les bases de l'électrocinétique et de l'électronique aux étudiants destinés à travailler dans le domaine médical. Ces notions permettent aux étudiants de comprendre les grandeurs caractéristiques des différents appareillages et équipements utilisés dans le monde médical.

#### Responsabilités administratives :

- Montage de nombreux projets d'investissement pour la réalisation de banc de travaux pratiques spécifiques avec les enseignements de DUT GMP (automatisme, motorisation, maintenance électrique, asservissement...).

- Responsable des Poursuites d'études du département GMP de 2000 à 2007. J'ai accompagné, informé, suivi les étudiants pendant leurs cursus au département GMP de l'IUT A. Durant toutes ces années, j'ai eu la responsabilité de collecter les informations des différentes formations accessibles à nos étudiants et j'ai été en relation avec les responsables des admissions de chacune d'entre elle. J'ai animé les réunions de département pour définir l'orientation la plus adéquate pour chacun des étudiants et ensuite motivé les avis dans les différents dossiers de poursuite d'étude.

- Porteur de la nouvelle licence Mesure Contrôle Instrumentation Vision Industrielle (MICVI) qui a eu son accréditation et qui ouvrira en septembre 2015. J'ai monté un nouveau module entièrement orienté maintenance industrielle.

- Suivi de nombreux étudiants dans le cadre de leurs projets tuteurés et de leurs stages de fin d'études en entreprise.

# III Encadrement doctoral et scientifique

<u>Co-encadrement sous la direction du Professeur Didier Leclercq</u>. Les travaux de thèse réalisés dans notre équipe de recherche ont nécessité de nombreuses études pour la réalisation et la caractérisation des différents composants fabriqués en technologie silicium. Dans le cadre de toutes les thèses énumérées dans la suite, j'ai encadré, formé et accompagné les doctorants de l'équipe en centrale de technologie.

# \* <u>THESES</u>

• <u>Mohamed BOUTCHICH</u> : Thèse soutenue le 13 décembre 2002, taux d'encadrement à 30% : « Microcapteur de rayonnement infrarouge en technologie silicium ». Dans le cadre de sa thèse M. Boutchich a intégré la technologie planaire de thermopile sur des structures de membranes suspendues à résistance thermique planaire optimale. Son travail a donné lieu à la réalisation de  $\mu$ CIR à structure symétrique équilibrée ne nécessitant aucune encapsulation et a des publications internationales.

• <u>Malika YALA AIT HAMMOUDA</u>: Thèse soutenue le 28 Juin 2007, taux d'encadrement à 50% : « Etude et réalisation de microcapteur de flux thermique en technologie silicium ». Les travaux de M. YALA AIT HAMMOUDA a permis la réalisation de la première

génération de fluxmètre thermique intégré en technologie silicium. Ce nouveau concept de microcapteur de flux thermique a fait l'objet d'un BREVET international sur le point d'être exploité et a donné lieu à la réalisation de nombreux démonstrateurs industriels. Des publications ont fait suite à ces travaux.

• <u>Mehdi HAFFAR</u>: Thèse soutenue le 29 Novembre 2007, taux d'encadrement à 30% : « Etude et réalisation de matrices de microcapteurs infrarouges en technologie silicium pour imagerie basse résolution ». L'objectif du travail de M. HAFFAR a été de développer des réseaux de microcapteurs de rayonnement infrarouge de quelques pixels pour réaliser des matrices imageantes basse résolution à faible cout de fabrication. Cette thèse de doctorat a nécessité de nombreuses modélisations et adaptations technologiques et a donné lieu à des communications internationales. Elle s'est inscrite dans le cadre d'une Action Régionale Concertée financée par la région Nord Pas de calais.

• <u>Charles SION</u>: Thèse soutenue le 16 Novembre 2011, taux d'encadrement à 30% : « Réalisation d'une caméra infrarouge à bas cout pour application grand public ». Dans la suite des travaux de l'équipe, C. SION a développé des modèles analytique et numérique ayant permis l'optimisation de  $\mu$ CIR de très petite dimension avec une bonne sensibilité et une bonne détectivité. Son travail a permis la conception et la réalisation d'un système de vision infrarouge intégrant un capteur thermique matriciel et a donné suite à des communications internationales.

• Zheng YUAN : Thèse soutenue le 21 décembre 2012, taux d'encadrement à 50% : « Etude et réalisation de microgénérateurs thermoélectriques planaires en technologies silicium ». Z. YUAN a intégré une technologie de fluxmètre thermique à double déflection de flux adapté pour la récupération d'énergie thermique. Les nombreuses études réalisées ainsi que les nombreuses modélisations ont permis la réalisation d'une structure de microthermogénérateurs thermoélectriques ( $\mu$ TEG) originale à résistance thermique élevée ajustable qui permet l'adaptation du  $\mu$ TEG à son environnement. Les travaux de l'équipe dans la thématique récupération d'énergie ont donné lieu à des communications internationales.

• <u>Oussama BENZAIM</u>: Suivi et formation de Oussama en centrale de technologie. Son travail consistait en la réalisation de micropointes pour la caractérisation en champ proche dans le cadre d'une thèse de doctorat dirigée par M. le Professeur LASRI.

#### \* MASTERS RECHERCHE Micro et Nanotechnologies / DEA/ Ingénieurs

J'ai par ailleurs suivi et encadré les étudiants suivants dans le cadre de leur stage de fin de cycle ingénieur ou master :

• <u>Malika YALA :</u> « Etude de faisabilité d'un micromoteur de Stirling en technologie silicium », 2002.

• Mehdi HAFFAR : « Détection de présence par matrice de microradiomètres IR », 2004

• <u>S. M'HAMED :</u> « Mesure de la température d'un fil en mouvement par thermométrie IR », 2004

• <u>Clément PLAIGNAUD :</u> « Etude et réalisation d'une source monochromatique IR », 2007, (Stage 3<sup>ème</sup> année cycle ingénieur, Centrale Lille)

• <u>Charles. SION</u>: « Etude de faisabilité d'un dispositif permettant la mesure du taux d'alcool contenu dans un volume d'air », 2008 (Stage 3<sup>ème</sup> année cycle ingénieur, Centrale Lille)

• <u>Gilles SCHEEN :</u> « Etude de fonctionnalisation de couches de polyimide», 2008 – Stage qui a donné lieu à une communication internationale.

#### **\* <u>POST DOC ET ATER</u>**

• <u>Mohamed ACHANI</u> : J'ai accompagné et suivi M. ACHANI pendant son année d'ATER dans notre équipe (2002/2003). Celui-ci a étudié les propriétés absorbantes de couches fines déposées en centrale de technologie dans l'infrarouge et dans l'ultraviolet.

• <u>Zheng YUAN</u>: Dans la continuité de ses travaux de thèse, Z. YUAN a, pendant 18 mois continué, sa recherche post doctorale dans notre équipe de recherche (2013-2014). Ses travaux ont principalement consisté à améliorer les procédés de fabrication des  $\mu$ TEG et leurs performances.

#### ♦ <u>CONTRACTUELS</u>

J'ai par ailleurs suivi et encadré les contractuels dans le cadre de différents contrats :

• JOORIS Romain : (Assistant Ingénieur CDD 36 mois) chargé de l'intégration de nos capteurs dans de nombreux démonstrateurs dans le cadre du Labo CARNOT.

• <u>LANDAT Loic</u>: (Technicien CDD 6 mois) chargé de réaliser l'électronique destinée à gérer et à stocker l'énergie électrique générée avec nos microgénérateurs thermoélectriques.

• <u>VANDERBERCK Benjamin</u>: (Technicien CDD 36 mois) chargé de l'instrumentation de nos microfluxmètres dans les fours SEB dans le cadre du projet Opticook.

#### ♦ <u>STAGIAIRES</u>

• Accompagnement et suivi de nombreux étudiants dans le cadre de leurs stages de fin de cycle DUT.

• Depuis 2012, suivi chaque année de plusieurs étudiants de l'école centrale de Lille dans le cadre d'étude de cas. Les étudiants sont en immersion dans notre équipe de recherche et sont accompagnés et formés dans des méthodes de caractérisation en lien avec nos activités de recherche.

#### IV Responsabilités scientifiques et administratives

#### **IV.a Contrats industriels**

- Co-responsable Scientifique : Suite Contrat ANVAR A 94 10132 NAT. « Etude et réalisation d'une famille de microcapteurs thermiques », Rapports annuels n°8 – 1999-2007

- Co-responsable scientifique : Contrat industriel Captec- IEMN «Etude et mise au point d'un élément sensible au débit massique », 2001

- Co-responsable scientifique : Contrat industriel IEMN Transfert - Société "Créafibres" – Jessica, « Développement d'un système de mesure pour caractériser thermiquement un textile à haute technicité à base de fibres métalliques micrométriques », 2002

- Co-responsable scientifique : Action Régionale Concertée Ingénierie Urbaine « Mesure d'émissivités de revêtements polyimides », en collaboration avec l'Université d'Artois, 2003

- Co-responsable scientifique : Action Régionale Concertée Ingénierie Urbaine pour le développement d'un habitat social à faible coût et haute qualité – « Recherche sur de nouveaux

concepts et procédés d'usage », en collaboration avec l'Université d'Artois et "Pas de Calais Habitat", 2004-2006

- Co-responsable scientifique : Contrat ANVAR d'aide au Transfert de Technologie – Aide à l'innovation : « Microcapteurs Thermiques », en collaboration avec SARL ODISS , IEMN Transfert, Cellule Valorisation USTL , 2004-2007

- Co-responsable scientifique : Contrat industriel IEMN Transfert - Société "BERNARDT ", Développement d'un système de régulation des machines industrielles de soudage de sacs en matière plastique haute fiabilité, Mars 2006

- Co-responsable scientifique : Société "Phorexy" « Aide au développement d'un système compact d'analyse d'ADN sur gel pour laboratoires », Novembre 2007, financement PTR et Jessica.

- Co-responsable Scientifique de 4 démonstrateurs par les Ingénieurs et techniciens de l'équipe Carnot de l'IEMN. (2007-2009)

- Co-responsable scientifique : Contrat industriel IEMN-Société "KSB" – « Développement d'un dispositif de détection de présence d'eau à travers une paroi opaque, basée sur l'utilisation de microfluxmètre thermique », Mai 2008 – Mai 2009

- Co-responsable scientifique : Contrat industriel IEMN avec le Groupe ZENDHER – « Développement d'un dispositif mettant en œuvre les microcapteurs de flux thermique développés au laboratoire destiné à assurer la commande automatique d'un sèche serviette par mesure de l'enthalpie d'évaporation du linge humide », Juin 2008-Juin 2009

- Co-responsable scientifique pour l'IEMN : Appel à projet de recherche ADEME /Région Nord-Pas-de-Calais : « Lutte contre le changement climatique : habitat, urbanisme et services urbains », Proposition soumise en collaboration avec l'Université d'Artois et "Pas de Calais Habitat», 2009

- Co-responsable scientifique : Projets Exploratoires Pluridisciplinaires (PEPS 2009, ST 21, CNRS) « Microréacteur fluxmétrique de laboratoire pour estimation rapide, in situ, du diamètre et de la surface efficace de nanopoudres de composition connue. » - Proposition soumise en collaboration avec le laboratoire de dynamique des transferts aux interfaces (LACM-DTI) de l'université de Reims.

#### IV.b Collaborations industrielles et expertises

2009-2012 : Société AKANTIS : Etude d'un dispositif permettant la commande de volet roulant à partir de la mesure et l'analyse des échanges thermiques à l'aide des microfluxmètres développés au laboratoire. L'objectif final de ce dispositif est de permettre des économies d'énergie en favorisant les apports solaires.

2007-2009 : Société RAYFLECTIS : Etude d'un dispositif permettant la mesure directe du flux radiatif net échangé entre une baie vitrée protégée par un rideau et un objet cible présent dans le local.

2006-2009 : Société KSB : Etude et fourniture de microfluxmètres réalisés à l'IEMN pour assurer la détection de présence d'eau pour des pompes de relevage de 10 à 30 KW

2007 : Cd2E : Création Développements Eco-Entreprises : Réunions de travail pour évaluer le potentiel induit par les microcapteurs thermiques dans l'Eco-Conception ou les produits commercialisés par les entreprises. (Juillet 2007)

2006 Société A.M.I : Applications potentielles des mesures de flux thermique et radiomètriques infrarouge pour la surveillance des engrais agricoles stockés en silos

2006 Société DYLCO (tricots techniques): Détection de surchauffe des toiles de chapiteaux par intégration de microfluxmètres ou radiométrie infrarouge

2006 Société OSYRIS : Réponse commune à un appel d'offre du CNES en vue de réaliser un microsystème de mesure du rayonnement infrarouge dans la bande 35-150  $\mu$ m, destiné à être embarqué sur satellite.

2006 Groupe Auchan – ISA dans le cadre du pôle de compétitivité Industries du Commerce

2005 Société SEB : Etude et fourniture de microcapteurs de rayonnement fabriqués à l'IEMN

2005 Société SOMFY : Etude et fourniture de microcapteurs de rayonnement fabriqués à l'IEMN

2005 Société Yole Développement : Etude de marché « microcapteurs thermiques »

2005 CHRU de Lille, Hopital Jeanne de Flandres "Mesures de flux thermique sur l'humain"

De 2001 à 2004 : SARL ODISS, Société RUBANS GALLANT, SA DUBAR WARNETON, Société HOLDAM, Société S.E.B. , Société CAPTEC, C.E.A , COGEMA .

#### IV.c Collaborations avec d'autres Laboratoires de Recherche

2014 - présent : Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen

2008 - présent : HEI (D. Dupont, Textiles innovants)

2003-présent : Laboratoire Dynamique des Transferts aux Interfaces (DTI), Université de REIMS, UMR 6107

2002-présent : Laboratoire d'Artois de Mécanique de l'Habitat. (LAMH) : Université d'Artois

2012-2013 : Le Laboratoire d'Innovation pour les Technologies des Energies Nouvelles et les nanomatériaux (LITEN-CEA Grenoble)

2002-2006 : Ecole Supérieure des Techniques Industrielles et des Textiles (ESTIT)

2005 Engineering Mechanics Unit, Jawaharlal Nehru Centre for Advanced Scientific Research, (India)

2002 Muséum National D'Histoire Naturelle de PARIS, Lab. de Physiologie Gén. et Comparée UMR CNRS 8572

1998-2001 LAAS, Toulouse: Projet CNRS "INTERLAB"

1998-2001 I.E.F, Paris : Projet CNRS "INTERLAB"

#### Autres responsabilités scientifiques

Expert ANR

Membre élu de la CSE 63<sup>ème</sup> section de l'USTL, 2007

Membre désigné de façon récurrente commission mixte 63<sup>ème</sup> section de l'IUT A, USTL

Rapporteur pour les journaux internationaux : Sensor and materials, Sensor and actuators, Spectroscopy letters, Langmuir

Responsable technologique en salle à empoussièrement contrôlée du groupe « MITEC » de l'IEMN.

Membre du comité de lecture pour le workshop, "North African workshop on dielectric Materials for Photovoltaic Systems," (NAWDMPV14) October 2014

### IV.d Projets de recherche

#### Participation au montage de 4 ANR non retenues et une en cours de soumission :

1/ *Programme Nano–Innov SYRANO*, "Système de Récupération d'énergie à base de nanostructures" en collaboration avec le CEA–Leti et le LAAS : Le projet avait pour objectif la réalisation d'un microthermogénérateur thermoélectrique planaire à rendement amélioré par l'utilisation de superréseaux de boites quantiques SiGe/Si. Cette réalisation du thermogénérateur aurait été effectuée au moyen de matériaux compatibles avec un environnement durable en technologie CMOS.

2/ *MIAthénée*, "Microsystèmes à microcapteurs thermoélectriques nanostructurés pour la détection thermique au service de l'aide à la personne et de l'efficacité Energétique des bâtiments" en collaboration avec le CEA–Liten et l'entreprise Delta–Dore, dans le cadre de PNANO-ANR 2010, certifié par "Minalogic" et le pôle de compétitivité "S2E2".

3/ *ADREAM*, Programme Villes et Bâtiments durables : Déploiement de capteurs sans fil sur la plateforme énergétique du bâtiment. Partenaires : LAAS, FEMTO-ST, IM2NP, IEMN, IMS. L'objectif est le contrôle du système de refroidissement de la façade photovoltaïque biverre qui est couplée avec un puits canadien. Les besoins en capteurs : température, illumination, vitesse de flux d'air. L'intégration de nos fluxmètres thermiques devait permettre l'optimisation du contrôle du système en anticipant les variations de températures

4/ FENOTIP (Programme Pnano), Dans le cadre d'une collaboration avec Monsieur le Professeur Bertrand BOCQUET, j'ai été associé fin 2006 au projet FENOTIP inscrit dans un programme national en nanosciences et nanotechnologies (responsabilité dans le projet 30%). L'objectif était de fabriquer et tester un bioMEMS dédié à la microscopie électromagnétique du continu au THz pour l'analyse de cellules vivantes.

5/ **REtINA**, L'objectif de cet ANR portée par Kamel HADDADI (chercheur IEMN) est de réaliser un robot pour l'imagerie hyperfréquence à l'échelle nanométrique.

#### Projets montés et retenus - Contrats

1/ Associé au montage et responsable technologique pour l'IEMN d'un workpackage dans le cadre du projet **PSPC Open Food System (2013-2016)**. (Investissement d'Avenir - Développement de l'Economie Numérique : PROJETS DE RECHERCHE ET DEVELOPPEMENT STRUCTURANTS DES POLES DE COMPETITIVITE).

Ce projet OPEN FOOD SYSTEM de type « PSPC » fait partie du programme « **Investissements d'Avenir » comme les « Labex » ou « Equipex »** plus connus. Certifié par 6 pôles de compétitivité (Microtechniques Besançon, Vitagora, Cap Digital, Aquimer, Agrimip et Imagino), porté par deux multinationales (SEB et TGCP), 9 PME et 13 laboratoires, il est actuellement le plus grand projet de recherche français dédié à l'alimentation. **Le budget global du projet est de 21 M€.**  Ce programme vise à développer des solutions numériques ainsi que de nouveaux appareils de cuisson intelligents pour la cuisine et l'alimentation au quotidien. Il permettra de faciliter la préparation des repas grâce à la mise à disposition de contenus, d'appareils et de services innovants.

**Piloté par SEB, les autres partenaires sont :** Tefal, TGCP, Alpha Mos, Bearstech, Bioparhom, Kxen, Mondeca, Temis, Wizarbox, ANSES, Institut MINES – Telecom, Institut Paul Bocuse, Université Lyon 1, Université de Bourgogne (PAM/PAPC, LE2I), Université de Paris 8 (LUTIN, LAPPS), Université de Paris 13 (UREN, LIM&BIO, L2TI), CNRS (FEMTO, LCSE, LAAS, IEMN LAGIS).

D'une durée de 42 mois, de janvier 2013 à mi-2016, il regroupe 25 partenaires, 200 annéeshomme sur 3 ans et demi, et 150 livrables à réaliser au travers de 16 lots de R&D

Le budget du workpakage dont nous sommes co-responsable avec le Laboratoire LAGIS de Lille1 est de 1,2 M€, il est géré par le CNRS. Il s'agit de développer et mettre en œuvre une nouvelle famille de capteurs infrarouges low-cost capables de fonctionner dans un four à 250°C et de supporter la salissure et les produits de nettoyage. Il n'existe pas de tels capteurs à l'échelle mondiale. Le concept est protégé par un brevet européen dont nous sommes co-inventeur, détenu par Lille1 et le CNRS.

Cette collaboration ambitieuse et structurante, ayant de fortes potentialités, devrait à moyen terme permettre de nombreuses retombées économiques et un rayonnement de notre laboratoire.

2/ Participation au **CPER 2011-2013** Campus Intelligence Ambiante n° 20 (dossier Région 2011) MESYA « Microsources d'Energie pour SYstèmes Autonomes ».

Nous avons développé une nouvelle famille de microgénérateurs, en technologie silicium, basée des structures périodiques 3D (Direction thèse de doctorat soutenue) et avons la charge de mettre au point un démonstrateur permettant de valoriser et « vulgariser » l'intérêt de la récupération d'énergies ambiante.

3/ Participation au **projet INTERREG IV A** (European Regional Development Fund-Investing in your Future –PN : 7-022-BE\_i-MOCCA, Interregional MObility and Competence Centres in Automation, Interreg IVa 2 Mers Seas Zeeën, 2011-2014).

Notre travail principal était d'écrire des cours et développer des applications utilisant L'intelligence ambiante afin de contribuer aux économies d'énergie dans l'habitat.

**Séminaire :** Organisation of one day meeting between several specialized companies in the field of the sensors for energy efficiency in the building and potential users: SME, Master and schools engineer students, researchers. INTERREG iMocca was the financial support. (Université de Lille, 2013)

# V Liste des publications

### Propriété Intellectuelle : Brevets et enveloppes Soleau

1/K. ZIOUCHE, P. GODTS, D. LECLERCQ, "Microsensor for Thermal Flux on a Conducting substrate with Porous Sections", European Patent EP1767913 B1 (2011).

2/ K. ZIOUCHE, P. GODTS, D. LECLERCQ, T. LASRI. « Microgénérateur de tension utilisant la chaleur latente de changement de phase d'un liquide ». Patent n° : FR2955708 (A1). 2011.

3/ K. ZIOUCHE, P. GODTS, D. LECLERCQ, enveloppe Soleau n°57951 enregistrée le 08/11/99 « Principe de fonctionnement, procédé de réalisation et performances d'un nouveau capteur de rayonnement unltraviolet à différentiel d'absorption »

4/ K. ZIOUCHE, P. GODTS, D. LECLERCQ, enveloppe Soleau déposée le 8 février 2008 « Optimisation des thermopiles planaires, « plaquées » ou « bout à bout » par variation de largeur des thermoéléments »

5/ D. LECLERCQ, P. GODTS, K.ZIOUCHE, T. LASRI, enveloppe Soleau déposée le 8 février 2008 « Micro-oscillateur thermodynamique pour génération d'énergie électrique »

### Publications

### Revues Internationales à comité de lecture

1/ E. GAVIOT, F. POLET, F. RAUCOULES, F. BRACHELET, and K. ZIOUCHE, "Planar differential radiometers: a quantitative approach to designing enhanced units," Measurement Science and Technology, vol. 10, no. 2, pp. 84–92, 1999.

2/ K. ZIOUCHE, P.GODTS and D.LECLERCQ, "Polyimid resist as infrared absorbing layer for radiation microsensors," Sensors and Materials, Vol. 12, n°8, pp. 445-454, 2000

3/ M. BOUTCHICH, K. ZIOUCHE, P. GODTS and D. LECLERCQ, "Characterisation of Phosphorus and Boron Heavily Doped LPCVD Polysilicon films in the Temperature Range 293-373K," IEEE Electron Device Letter, Vol. 23, n° 3, pp. 139-141, March 2002

4/ M. BOUTCHICH, K. ZIOUCHE, M. AIT-HAMMOUDA YALA, P. GODTS and D. LECLERCQ, "Package- free infrared micro sensor using polysilicon thermopile," Sensors and Actuators A Physical, A 121, pp. 52-58, 2005

5/ K. ZIOUCHE, P. GODTS, Z. BOUGRIOUA, C. SION, T. LASRI and D. LECLERCQ, "Quasi-monolithic heat flux microsensor based on porous silicon boxes," Sens. Actuator A-Phys., 164, pp. 35-40, 2010

6/ G. SCHEEN, K. ZIOUCHE, Z. BOUGRIOUA, P. GODTS, D. LECLERCQ and T. LASRI, "Simultaneous fabrication of superhydrophobic and superhydrophilic polyimide surfaces with low hysteresis," Langmuir, American Chemical Society, 27, pp.6490-6495, 2011.

7/ C. SION, P. GODTS, K. ZIOUCHE, Z BOUGRIOUA, T. LASRI and D. LECLERCQ, "Unpackaged infrared thermoelectric microsensor realized on suspended membrane by silicon technology," Sensors and Actuators A-Physical, 175, pp.78-86, 2012

8/ K. ZIOUCHE, G. SAVELLI, Z. BOUGRIOUA, D. HAUSER, P. LEJEUNE, P.M. MICHON, T. LASRI and D. LECLERCQ, "Thermoelectric infrared microsensors based on a periodically suspended thermopile integrating nanostructured Ge/SiGe quantum dots superlattice,"J. Appl. Phys., 116, 4, 043701, 2014

9/Z. YUAN, K. ZIOUCHE, Z. BOUGRIOUA, P. LEJEUNE, T. LASRI and D. LECLERCQ, "A planar micro thermoelectric generator with high thermal resistance," Sensors and Actuators A-Physical, 221, pp. 67-76, 2015

10/ K. ZIOUCHE, Z. BOUGRIOUA, P. LEJEUNE, T. LASRI and D. LECLERCQ, "Probing Technique for Localized Thermal Conductivity Measurement," Measurement Science and Technology, 2015

#### Revues Nationales à comité de lecture, livre, mémoires

1/ K. ZIOUCHE, « Elaboration de nouveaux procédés de fabrication de capteurs de rayonnement, » thèse de doctorat, 1999

2/ P.GODTS, K.ZIOUCHE, D.LECLERCQ : Microcapteur de rayonnement infrarouge en technologie silicium, Microsystèmes, n°27, Juillet 2001

#### Congrés Internationaux avec actes et comité de lecture

1/ E. GAVIOT, P. GODTS, F. POLLET, K. ZIOUCHE, D. LECLERCQ, "Distributionpatterned radiometers : a new paradigm for irradiance measurement," Congrès avec actes, Aerosense, SPIE Annual International Symposium on Aerospace/Defense sensing, Simulation and Controls, Infrared Technology and Applications, Orlando, USA, Avril 1997

2/ P. GODTS, K. ZIOUCHE, D. LECLERCQ, "Thermoelectric infrared microsensor using suspended membranes made by silicon micromachining," Congrès avec actes, Aerosense, SPIE 15th Annual International Symposium on Aerospace/Defense sensing, Simulation and Controls, Infrared Technology and Applications, Orlando, USA, Avril 2001

3/D. LECLERCQ, K. ZIOUCHE, P. GODTS, "New developments on IR distribution-patterned microradiometers family," Congrès avec actes, Aerosense, SPIE 15th Annual International Symposium on Aerospace/Defense sensing, Simulation and Controls, Infrared Technology and Applications, Orlando, USA, Avril 2001

4/ K. ZIOUCHE, M. BOUTCHICH, D. BERNARD, P. GODTS, D. LECLERCQ, "A New Ultra-Violet Microradiometer," Congrès international avec actes, Sensors 2001, Nuremberg, Allemagne, Mai 2001

5/ K. ZIOUCHE, M. BOUTCHICH, M. ACHANI, P. GODTS, D. LECLERCQ, "A New Infrared Microsensor," Congrès avec actes , Sensors 2003, Nuremberg, Allemagne, Mai 2003

6/ M. AITHAMMOUDA, M. HAFFAR, K. ZIOUCHE, P. GODTS, D. LECLERCQ, "Development of new thermal systems of human presence detection intended to introduce innovating functionalities into housing," Conférence internationale avec actes : Innovatives Technologies For Infrastructure and Housing, 12-13 Octobre 2005, LILLE

7/ M. HAFFAR, M. YALA, K. ZIOUCHE, P. GODTS, D. LECLERCQ, "Réseau de microcapteurs infrarouges faible coût pour la détection de présence dans les zones à risque," Congrés international en langue Francaise, avec actes, PENTOM 2005, 18-20 Avril 2005, Marrakech, Maroc

8/ M. HAFFAR, M. AIT-HAMMOUDA YALA, K. ZIOUCHE, P. GODTS and D. LECLERCQ, "New package-free silicon microsensors for infrared and thermal flow measurements. Potential Automotive Applications," Congrés international avec actes, SENSACT 2005, 7-8 Décembre 2005, ESIEE Noisy-Le-Grand

9/ M. HAFFAR, M. AIT-HAMMOUDA YALA, K. ZIOUCHE, P. GODTS and D. LECLERCQ, "Développement de réseaux de microcapteurs infrarouge pour la détection de présence humaine dans l'habitat," Congrés international en langue Française, avec actes Télécom 2007 & 5ème JFMMA, Fès Maroc, Mars 2007

10/ K. ZIOUCHE, M. HAFFAR, M. AIT-HAMMOUDA YALA, P. GODTS and D. LECLERCQ, "Procédés de fabrication d'un microcapteur de température et de flux thermique," Congrés international en langue Française, avec actes Télécom 2007 & 5ème JFMMA, Fès Maroc, Mars 2007

11/ M. HAFFAR, M. AIT-HAMMOUDA YALA, K. ZIOUCHE, P. GODTS and D. LECLERCQ, "New Package-Free Infrared Microsensors array for a Low Cost and Low Resolution Thermal Imager for Indoor Presence Detection," SENSOR Conference 2007, Nuremberg, May 2007

12/ C. SION, K. ZIOUCHE, P. GODTS, T. LASRI, D. LECLERCQ, « Thermal microsensors and applications, » International Contactless Technologies Forum, ICTF 2008, Lille, France, 2008

13/ K. HADDADI, M.M. WANG, D. GLAY, K. ZIOUCHE, T. LASRI, "Analyseur de réseaux millimétrique six-port et calibrage associé," TELECOM'2009 & 6èmes Journées Franco-Maghrébines des Micro-ondes et leurs Applications, Agadir, Maroc, mars 2009

14/ K. HADDADI, M. WANG, K. ZIOUCHE, D. GLAY, T. LASRI, "Miniature dual six-port millimeter-wave network analyzer on alumina ceramic substrate," 40th European Microwave Conference, EuMC, Paris France, September 2010

15/ K. ZIOUCHE, P. GODTS, Z. BOUGRIOUA, C. SION, T. LASRI, D. LECLERCQ, « New unpackaged infrared microsensors for house automation, » TELECOM'2011 & 7èmes Journées Franco-Maghrébines des Micro-ondes et leurs Applications, Tanger, Maroc, mars 2011

16/Z. YUAN, K. ZIOUCHE, Z. BOUGRIOUA, P. LEJEUNE, T. LASRI and D. LECLERCQ, "A new method to improve the efficiency of the heat flow path of a micro thermoelectric generator," 9th European Conference on Thermoelectrics, ECT 2011, Thessaloniki, Greece, September 2011

17/ K. ZIOUCHE, P. LEJEUNE, T. LASRI, D. LECLERCQ, « Mesure sans contact de la température de surface d'aliments en cours de cuisson dans un four en mode vapeur et mode chaleur tournante, » XII<sup>ème</sup> Colloque Interuniversitaire Franco-Québécois, Sherbrooke, Canada, Juin 2015

#### Congrés Nationaux avec actes et comité de lecture

1/ P. GODTS, E. GAVIOT, K. ZIOUCHE, D. LECLERCQ, "Microcapteurs thermiques, Microfluxmètres à micropiles, mesure de conductivité thermique," Congrès avec actes, Société Française de Thermique, Journée Microthermique pour le vivant, Paris, Décembre 1996

2/ K. ZIOUCHE, M. BOUTCHICH, P. GODTS, D. LECLERCQ, "Méthode de mesure de l'absorptivité différentielle de 2 matériaux. Application en UV et IR," Conférence Métrologie 2001, Saint-Louis, France, Octobre 2001

3/ M. AITHAMMOUDA, M. HAFFAR, K. ZIOUCHE, P. GODTS, D. LECLERCQ, "Etude du pouvoir thermoélectrique de couches de polysilicium dopées N et P de 20 à 450°C," Congrés National avec actes MAJESTIC 2005, Rennes, Novembre 2005 (Mme AITHAMMOUDA, Doctorante, a obtenu le prix du meilleur article court)

4/ M. HAFFAR, M. AIT-HAMMOUDA YALA, K. ZIOUCHE, P. GODTS, D. LECLERCQ, "Nouveaux microcapteurs thermiques en technologie silicium pour des applications en automobile," Exposé filmé en Vidéo, affiche et démonstration. La vidéo de l'exposé sera disponible sur le site de l'USTL (USTL-TV) et constitue l'acte de ce congrès. Galerie de la Recherche et de l'Innovation, Marcq en Baroeul, Février 2005

5/K. ZIOUCHE, M. HAFFAR, M. AIT-HAMMOUDA YALA, P. GODTS, D. LECLERCQ, "Microcapteur de flux thermique en technologie Silicium," Congrès avec actes, Société Française de Thermique, SFT2006, Ile de Ré, Mai 2006

6/ P. GODTS, M. HAFFAR, M. YALA, K. ZIOUCHE, D. LECLERCQ, "Mesure de chaleur latente d'évaporation de gouttelettes," Congrès avec actes, Société Française de Thermique, SFT2007, Ile des Embiez, Var, 2007

7/ K. ZIOUCHE, M. YALA, M. HAFFAR, P. GODTS, D. LECLERCQ, "Mesure de température sans contact en milieu sale," Congrès avec actes, Société Française de Thermique, SFT2007, Ile des Embiez, Var, 2007

8/ P. GODTS, M. HAFFAR, K. ZIOUCHE, Z. BOUGRIOUA, D. LECLERCQ, "Nouveaux microcapteurs de flux thermique et de rayonnement infrarouge planaires à faible coût en technologie silicium pour applications domotiques," 6em Colloque Capteurs, Bourges, mars 2008

9/ K. HADDADI, M.M. WANG, D. GLAY, K. ZIOUCHE, T. LASRI, "Double réflectomètre millimétrique six-port," 16èmes Journées Nationales Microondes, JNM 2009, Grenoble, France, mai 2009

10/ C. SION, K. ZIOUCHE, P. GODTS, Z. BOUGRIOUA, T. LASRI, D. LECLERCQ, « Nouveaux microcapteurs de flux thermique en technologie silicium - Application à la détermination rapide de la température de rosée, » Colloque National de la Recherche en IUT, CNRIUT'09, Villeneuve d'Ascq, France, juin 2009

11/ C. SION, K. ZIOUCHE, P. GODTS, Z. BOUGRIOUA, T. LASRI, D. LECLERCQ, « Imageur infrarouge faible coût, faible résolution pour applications grand public », Congrès avec actes, Société Française de Thermique, SFT 2010, Le Touquet, France, mai 2010

12/ K. ZIOUCHE, P. GODTS, D. LECLERCQ, « Intégration de nouveaux microfluxmètres et élaboration d'une méthode innovante de contrôle de systèmes thermiques par mesure de flux de chaleur, » Colloque National de la Recherche en IUT, CNRIUT'13, Corte, France, juin 2013

#### Congrés Nationaux, Posters

1/P. GODTS, K. ZIOUCHE, D.LECLERCQ, « Microcapteur de Rayonnement en Technologie Silicium - Projet Interlab, » journée CNRS « MICROSYSTEMES », Auditorium du CNRS, Paris, Novembre 1998

2/ K. ZIOUCHE, P. GODTS, D. LECLERCQ, « Microradiomètre thermique, » Journée CNRS Microsystème, Auditorium du CNRS, Paris, décembre 1999

3/ K. ZIOUCHE, M. BOUTCHICH, D. BERNARD, P. GODTS, D. LECLERCQ, « Nouveau Microcapteur de rayonnement ultraviolet à absorption différentielle, » Journées CNRS Micro et Nano Technologies, Paris, novembre 2000

4/ K. ZIOUCHE, M. BOUTCHICH, P. GODTS, D. LECLERCQ, « Réalisation de nouveaux microradiomètres sur Silicium. Etude des propriétés thermoélectriques du Polysilicium dopé N et P, » 8<sup>eme</sup> Journées Nationales Microélectronique et Optoélectronique, Aussois, Janvier 2000

5/ D. LECLERCQ, K. ZIOUCHE, P. GODTS, « Développement de modules électroniques permettant de détecter la présence d'une personne ou d'une partie de corps humain, » Action de Recherche concertée en Ingénierie urbaine, CNRS, Lille, avril 2004

6/ D. LECLERCQ, K. ZIOUCHE, P. GODTS, « Capteurs de flux thermique et de rayonnement infrarouge : principe et application à la mesure des hautes températures », Club Pionnier de l'Electronique, Société ARC- INTERNATIONAL, Arques, Septembre 2004

7/ D. LECLERCQ, K. ZIOUCHE, P. GODTS, « Capteurs de flux thermique et de rayonnement infrarouge: principe et applications à la mesure de hautes températures, » Exposé Direction de l'Ingénierie des matériaux, RENAULT Guyancourt, 28 Juin 2005

8/ D.LECLERCQ, P. GODTS, K. ZIOUCHE, « Low Cost thermal microsensors for wide temperature range applications », Diaporama transmis à plus de 50 entreprises pour étude de marché en collaboration avec Yole Développement, Juin 2005

9/ M. HAFFAR, M. AIT-HAMMOUDA YALA, K. ZIOUCHE, P. GODTS, D. LECLERCQ, « Nouveaux microcapteurs thermiques en technologie silicium et applications possibles dans l'industrie, » Club Pionnier de l'Electronique, Université d'Artois-Hainault, Mai 2006

10/ K. ZIOUCHE, P. GODTS, D. LECLERCQ, « Microcapteurs thermiques, état de l'art et prospectives, » Séminaire IEMN-DHS, Septembre 2006

11/ M. HAFFAR, K. ZIOUCHE, P. GODTS, D.LECLERCQ, « Les microcapteurs thermiques silicium et applications industrielles, » Club Pionnier de l'Electronique, IEMN, Villeneuve d'Ascq, 22 Juin 2006

12/ M. HAFFAR, K. ZIOUCHE, P. GODTS, D. LECLERCQ, « Les microcapteurs thermiques silicium – Principes et applications industrielles, » Club Pionnier de l'Electronique, Maison de la recherche, Calais, 27 Juin 2006

13/ K. ZIOUCHE, Z. BOUGRIOUA, P. GODTS, D. LECLERCQ, « Microcapteurs thermoélectriques en technologies silicium, » GDR thermoélectrique, Montpellier, Novembre 2008

14/ K. ZIOUCHE, P. GODTS, D. LECLERCQ, « Transférabilité des capteurs thermoélectriques, » CEA LETI Grenoble, mars 2009

15/ K. ZIOUCHE, P. GODTS, Z. BOUGRIOUA, T. LASRI, D. LECLERCQ, « Microradiomètres thermoélectriques, » Journée de rencontre institut Néel, IEMN, Mai 2009

16/ K. ZIOUCHE, « Dispositifs Thermoélectriques en technologie planaire, » Séminaire organisé à l'université de Tlemcen, Juin 2014

17/ Z. BOUGRIOUA, K. ZIOUCHE, « Importance du Seebeck dans des modules thermoélectriques planaires - Cas concrets, » Séminaire CERTeM, GREMI Orléans, Janvier 2015

18/ K. ZIOUCHE, Z. BOUGRIOUA, P. GODTS, T. LASRI, D. LECLERCQ, « De la fluxmètrie à la récupération d'énergie, » Workshop nanothermique, IEMN, mars 2015.

# SYNTHESE DES ACTIVITES DE RECHERCHE

### I La thermoélectricité

### I.1 Historique de la thermoélectricité

Ce fut Alessandro Volta<sup>1</sup> en 1794, qui mit en évidence le premier l'apparition de phénomènes électriques sous l'influence de la différence de température.

En 1823, un physicien allemand Thomas Johann Seebeck fut le premier à observer le phénomène de conversion thermoélectrique sans toutefois le comprendre dans les premiers temps<sup>2</sup>. La déflection d'une boussole placée à proximité d'un couple formé de deux conducteurs différents et chauffés à leur jonction (Figure 1) lui fit penser, à tort, qu'il était possible de relier le magnétisme terrestre à la différence de température entre l'équateur et les pôles.

Il étudia l'association de nombreux matériaux métalliques et semi-conducteurs et les classa en fonction du produit de leur pouvoir thermoélectrique  $\alpha$  ( $\mu$ V/K) et de leur conductivité électrique ( $\Omega^{-1}$ .m<sup>-1</sup>). A cette époque, il put même convertir de l'énergie thermique en électricité avec un rendement de 3%, meilleur que celui des machines à vapeurs d'alors.



Figure 1 Expérience originale de T. J. Seebeck

A cette époque, la thermoélectricité connut un intérêt croissant avec le développement de la thermodynamique avec notamment l'intérêt porté pour toutes les formes de conversion de l'énergie.

Quelques années plus tard, en 1834, Jean-Charles Peltier observa le phénomène inverse à celui découvert par Seebeck. Il découvre que la circulation d'un courant électrique peut soit produire soit absorber de la chaleur à la jonction de deux matériaux différents<sup>3</sup>. L'effet Peltier fut démontré, par la suite en 1838, par Lenz. Celui-ci a expliqué le phénomène en concluant que le refroidissement ou le chauffage dépendaient du sens du courant. Pour se faire, il a cristallisé de l'eau au niveau d'une jonction de bismuth-antimoine en la gelant à l'aide d'un courant électrique, et en inversant le sens de celui-ci fit fondre la glace qu'il avait obtenue.

Ce fut ensuite, dans les années 1840, James Prescott Joule qui démontra l'existence d'un phénomène irréversible lié au passage du courant dans un matériau et indique que la quantité de chaleur produite par la circulation du courant est proportionnelle au carré de son intensité.

En 1851, Sir William Thomson, anobli Lord Kelvin, établit une relation entre les phénomènes de Seebeck et de Peltier et mit en évidence l'existence d'un troisième effet thermoélectrique, connu sous le nom d'effet Thomson.

Au siècle suivant, en 1909, Edmund Altenkirch, Thermodynamicien allemand, calcule pour la première fois correctement l'efficacité énergétique d'un générateur thermoélectrique fondé sur l'effet Seebeck<sup>4</sup>. Il étend ensuite son modèle au refroidissement et décrit les conditions optimales de fonctionnement. Les études qui suivirent concernant les propriétés thermoélectriques des matériaux permirent de démontrer qu'un bon matériau thermoélectrique se devait de posséder un pouvoir thermoélectrique  $\alpha$  ( $\mu$ V/K) élevé, une faible résistivité électrique  $\rho$  (en  $\Omega$ .m ou conductivité électrique  $\sigma$  élevée) pour minimiser l'effet joule et ne pas être bon conducteur thermique avec une valeur faible de conductivité thermique  $\kappa$  (W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>) pour bien isoler thermiquement les deux jonctions du thermocouple. Les notions de facteur de mérite Z (K<sup>-1</sup>) et de facteur de mérite adimensionnel ZT furent introduites pour qualifier les thermocouples.

Jusque dans le milieu du vingtième siècle les études sur la thermoélectricité se concentrèrent essentiellement sur les métaux et les semi métaux en délaissant les semi-conducteurs. L'invention du transistor dans les années 1950, permit un essor important pour les semi-conducteurs et c'est dans ce contexte qu'Ioffe<sup>5</sup> développa une théorie sur les thermocouples semi-conducteurs entrainant la découverte de quelques matériaux avec ZT très élevé approchant 1.

Par la suite, le tellure de Bismuth et ses alliages furent largement utilisés pour la réfrigération avec des températures maximales de fonctionnement de 450K. Les alliages à base de tellures de plomb et de silicium de germanium (avec des températures de fonctionnement supérieures à 1300K) sont utilisés dans la génération d'énergie pour les applications spatiales.

En 1993, Hicks et Dresselhaus mettent en avant l'effet que pourrait avoir la basse dimensionnalité de la matière sur la thermoélectricité et ainsi permettre d'augmenter l'efficacité énergétique des générateurs thermoélectriques<sup>6,7</sup>.

Ces dernières années ont connu un autre regain d'intérêt pour la thermoélectricité avec notamment la nécessité de développer des sources d'énergies alternatives « eco compatibles ». Nombreuses sont les études qui ont démontré l'intérêt d'utiliser des matériaux nanostructurés, des systèmes à basse dimension ou encore des nanomatériaux composites pour l'amélioration du facteur de mérite. L'élaboration de tels matériaux a permis de confiner le transport de la chaleur par les phonons dans des quasi-2D, 1D, ou même 0D réduisant ainsi considérablement la conductivité thermique d'un facteur parfois supérieur à dix<sup>8, 9, 10, 11, 12</sup>.

Cependant, l'augmentation du facteur de mérite, due à la seule diminution de la conductivité thermique, ne permet pas d'améliorer sensiblement les performances de tous les dispositifs thermoélectriques. En général, la thermique de l'ensemble de la structure du composant doit être prise en compte.

Dans la suite, nous rappellerons les notions élémentaires caractérisant les phénomènes thermoélectriques et nous décrirons les caractéristiques de différents dispositifs réalisés à l'institut (capteurs ou thermogénérateurs) pour comprendre les nombreuses études d'optimisation décrites dans les parties suivantes qui ont fait l'objet de nombreuses recherches durant ces dernières années.

#### I.2 Effets et efficacité thermoélectriques

#### I.2.a L'effet Seebeck

La physique couplant la thermique à l'électricité nécessite très souvent l'utilisation de thermopiles associant de nombreux thermocouples en série et qui trouvent de nombreuses applications dans le domaine des capteurs ou de la récupération d'énergie. Chacun des thermocouples est constitué de la jonction entre deux matériaux présentant des propriétés thermoélectriques différentes (métaux, semi-métaux ou semi-conducteurs).

Considérons une association de deux matériaux conducteurs comme le montre la figure 1 et qui constitue un thermocouple différentiel. L'effet Seebeck traduit l'apparition d'une force électromotrice entre les extrémités du thermocouple ainsi formé, si une différence de température  $\Delta T$  est appliquée entre les jonctions de celui-ci<sup>13</sup>. L'agitation thermique des porteurs est plus importante pour ceux situés dans la zone de température la plus chaude. Un phénomène de thermodiffusion prend place pour rétablir l'équilibre thermique<sup>14</sup>. La vitesse de déplacement des porteurs plus élevée pour les porteurs chauds entraîne un accroissement de la densité électronique dans la zone froide générant un champ thermo-électromoteur proportionnel au gradient thermique  $(\vec{E} = \alpha. \ \overline{grad T})$ . La force thermo-électromotrice ou tension Seebeck ainsi générée est obtenue

 $(E = \alpha. grad T)$ . La force thermo-electromotrice ou tension Seebeck ainsi générée est obtenue par intégration du champ (selon la direction xx') sur l'ensemble du circuit entre les extrémités A et D :

$$V_D - V_A = \int_{T_A}^{T_B} \alpha_N(T) \, dT + \int_{T_B}^{T_C} \alpha_P(T) \, dT + \int_{T_C}^{T_D} \alpha_N(T) \, dT \qquad (V) \qquad \acute{eq. 1}$$

Si on considère que les extrémités du thermocouple (figure 1) sont identiques, soit  $T_A=T_D$ , on a alors :



Figure 2 Schéma d'un thermocouple en bout à bout

Dans de nombreux cas où la température absolue n'excède pas 200 °C, le pouvoir thermoélectrique absolu de chaque thermoélément  $\alpha_{N/P}$  ( $\mu$ V/K) peut être une fonction du premier ordre linéaire ( $\alpha_{N/P}(\theta) = a_{N/P} + b_{N/P}.\theta$ ) de la température (en Celsius). Le pouvoir thermoélectrique peut ainsi être calculé pour une température moyenne entre les deux jonctions  $T_{moy} = \frac{T_B + T_C}{2}$ , l'équation 2 s'écrit :

$$\Delta V = [\alpha_N (T_{moy}) - \alpha_P (T_{moy})]. (T_C - T_B) \qquad (V) \qquad \acute{eq}. 3$$

Quand N thermocouples sont connectés en série pour constituer une thermopile, la différence de potentiel totale devient :

$$\Delta V = N. \,\Delta \alpha_{NP}. \,\Delta T \qquad (V) \qquad \acute{eq}. 4$$
où  $\Delta T = T_C - T_B$  est la différence de température entre les jonctions, et  $\Delta \alpha_{NP}$  le pouvoir thermoélectrique du thermocouple.

Dans la suite de ce travail, une configuration particulière de thermocouple sera constamment utilisée pour la fabrication de nos dispositifs. L'utilisation de celle-ci s'explique surtout par une facilité de mise en œuvre d'un point de vue technologique qui garantit une meilleure reproductibilité et un coût de fabrication moins élevé. Le principe simple consiste à plaquer les thermoéléments, les uns sur les autres, comme le montre la figure 2 (ce qui permet d'éviter les ruptures de liaisons électriques qui pourraient être dues à un mauvais recouvrement des matériaux TE dans le cas par exemple du contraste important entre leur épaisseur).



#### Figure 3 Schéma d'un thermocouple plaqué

De nombreuses études<sup>15, 16</sup> montrent que dans ces conditions, la conductance électrique et le pouvoir thermoélectrique équivalents au couple plaqué sont donnés par :

$$\sigma_{\acute{e}q} = \frac{\sigma_N \cdot e_N + \sigma_P \cdot e_P}{e_N + e_P} \qquad \acute{e}q. 5$$

et

$$\alpha_{\acute{e}q} = \frac{\alpha_{N.}\sigma_{N.}e_{N} + \alpha_{P.}\sigma_{P.}e_{P}}{\sigma_{P}e_{P} + \sigma_{N.}e_{N}} \acute{e}q. \ \acute{e$$

Dans le cas où le second matériau choisi est meilleur conducteur électrique, les propriétés électriques et thermoélectriques équivalentes à la bicouche plaquée sont les mêmes que celles de la seconde couche (i.e.  $\sigma_{P.eP} >> \sigma_{N.eN} \Rightarrow \alpha_{eq} \cong \alpha_P$  et  $\sigma_{eq} \cong \sigma_P$ ). Cependant, l'inconvénient de ce type d'association est l'augmentation dans tous les cas de la conductance thermique globale qui peut dans certains cas fortement impacter la thermique du thermocouple.

#### I.2.b Autres effets thermoélectriques

Comme nous venons de le voir, l'effet Seebeck met en évidence le lien entre la température et le potentiel électrique pour chaque matériau. Le coefficient Seebeck ou pouvoir thermoélectrique de chaque matériau (exprimé généralement en  $\mu$ V/K) permet de quantifier le rapport entre le potentiel thermique et le potentiel électrique. Cependant, les autres effets doivent être considérés dans les phénomènes physiques mis en jeu dans la conversion thermoélectrique<sup>13, 17</sup>:

- L'effet Peltier, qui se produit dans les thermocouples parcourus par un courant électrique, traduit un déplacement de chaleur entraînant le léger refroidissement d'une des jonctions pendant que l'autre se réchauffe. En effet, si on considère la section de chaque thermoélément homogène constituant le thermocouple, comme

isotherme, les quantités  $\overline{q_N}$  et  $\overline{q_P}$  (W/m<sup>2</sup>) représentant les flux surfaciques transversaux de chaleur transportés par la densité de courant électrique  $\vec{j}$  (A/m<sup>2</sup>):

$$\overrightarrow{q_N} = \pi_N . \vec{j}$$
 et  $\overrightarrow{q_P} = \pi_P . \vec{j}$ 

Où  $\pi_N$  et  $\pi_P$  (W/A) sont les coefficients Peltier des thermoéléments. Dans le cas où l'un des deux thermoéléments est affecté d'une plus forte densité de flux de chaleur ( $\pi_N \neq \pi_P$ ), l'une des jonctions absorbera de la chaleur pour compenser l'excès de flux dans le conducteur ayant la plus grande quantité  $\pi$ , tandis que l'autre jonction en rejettera. Les quantités de chaleur absorbée et rejetée ( $Q_N$  et  $Q_P$ ), appelées chaleur de Peltier sont caractérisées par le coefficient  $|\Delta \pi_{NP}| = |\pi_N - \pi_P|$  (en W/A) : celuici représente la quantité de chaleur transférée entre les jonctions et l'environnement par unité de courant électrique ( $|Q_N| = |Q_P| = |\Delta \pi_{NP}|$ .I).

Thomson a montré que les effets Peltier et Seebeck sont liés, la relation entre les deux coefficients étant :

$$\Delta \pi_{NP} = \Delta \alpha_{NP}.T_J \qquad \qquad \acute{eq}. 7$$

avec T<sub>J</sub> la température en Kelvin de la jonction considérée. L'effet Peltier est fréquemment utilisé dans les techniques de réfrigération.

L'effet Thomson est celui qui permet de rendre compte du bilan thermique dans un matériau thermoélectrique lorsque ce dernier est simultanément soumis à un gradient de température et à un courant électrique. Il peut exister pour un seul matériau et ne nécessite pas la présence d'une jonction. Le coefficient de Thomson, mis en œuvre, τ (V/K)est généralement considéré comme la quantité de chaleur générée par Ampère et par degré d'écart de température entre deux points du conducteur. Alors que l'effet joule est toujours positif (expression quadratique du courant traduisant un échauffement), la contribution liée à l'effet Thomson peut être négative (le coefficient τ peut être positif ou négatif). Un coefficient τ positif traduirait un dégagement de chaleur lorsque le courant électrique circulerait dans le sens de l'augmentation de la température.

En considérant l'association de deux matériaux dotés de coefficients respectifs  $(\tau_1, \alpha_1)$  et  $(\tau_2, \alpha_2)$ , la relation de Thomson est :

$$\Delta \tau = T. \frac{d(\Delta \alpha)}{dT} \qquad \qquad \acute{eq. 8}$$

où  $\Delta \tau = \tau_1 - \tau_2$  et  $\Delta \alpha = \alpha_1 - \alpha_2$ 

Cette relation montre clairement que l'effet Thomson n'est présent que dans des matériaux pour lesquels le coefficient Seebeck dépend significativement de la température. Ceci ne sera pas le cas pour les matériaux utilisés et décrits dans la suite de ce travail, nous permettant ainsi de négliger cet effet thermoélectrique.

- L'effet Joule traduit la création d'un flux surfacique de chaleur  $q_J$  (W/m<sup>2</sup>) lié à la circulation d'un courant électrique à travers un matériau de résistivité  $\rho$ 

 $(\vec{q}_J = \rho, \vec{j}^2)$ . Contrairement aux deux effets précédents, l'effet Joule est irréversible et ne peut que créer de la chaleur (q<sub>J</sub> >0) et non l'absorber.

Il est à noter que bien que les effets Peltier, Thomson et Joule mettent en œuvre des unités propres à l'électricité, ces trois phénomènes sont purement thermiques dans leur manifestation.

### I.2.c Rendements thermoélectriques des systèmes TE

Comme nous l'avons vu précédemment, les phénomènes thermoélectriques permettent de comprendre le fonctionnement d'un thermocouple selon deux modes : réfrigération ou génération d'électricité. Dans les deux cas, il est possible de calculer l'efficacité énergétique (ou rendement de conversion énergétique) d'un tel système<sup>17, 18</sup>, <sup>19</sup>, <sup>20</sup>.

Pour ce faire, il est essentiel de tenir compte des différents effets thermoélectriques Seebeck, Peltier et Thomson mais aussi de l'effet Joule ainsi que des lois de propagation de la chaleur. Si l'on considère un thermocouple constitué de deux éléments N et P (figure ci-dessous), en première approximation si on suppose que les dimensions longitudinales sont beaucoup plus importantes que leurs dimensions transversales (largeurs et épaisseurs), il est possible de modéliser le champ de température de façon unidimensionnelle (la température moyenne en chaque point de la piste thermoélectrique ne dépend que de la position axiale suivant la longueur de chaque thermoélément, *i.e.* considération de transfert de chaleur mono directionnel selon la direction 0x).

Ainsi, le flux d'énergie caractérisant le flux thermique se traduit dans chaque thermoélément N et P suivant la loi de Fourier par :

$$\Phi = -\kappa. \text{grad } T \tag{W/m2}$$

avec  $\kappa$  la conductivité thermique des matériaux (en W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>), soit dans notre cas :

$$\Phi(x) = -\kappa. A. \frac{dT(x)}{dx} \qquad \qquad \acute{eq. 9}$$

où A est la section du thermoélément.



Figure 4 Bilan thermoélectrique

Si la cellule thermoélectrique est parcourue par un courant électrique I, le flux de chaleur généré par effet Peltier s'oppose à la conduction thermique selon la direction x. Les flux dans chacune des branches sont :

et

$$\Phi_N(x) = \alpha_N . I.T - \kappa_N . A_N . \frac{dT(x)}{dx}$$
 éq. 11

où  $\kappa_P$  et  $\kappa_N$  sont les conductivités thermiques des matériaux constituants le thermocouple et  $A_P$  et  $A_N$  leurs sections.

La chaleur QF extraite de la source froide est donc

$$\boldsymbol{\Phi}_{F} = (\boldsymbol{\Phi}_{N} + \boldsymbol{\Phi}_{P})_{x=0} \qquad \qquad \acute{eq. 12}$$

Le courant injecté dans le thermocouple est à l'origine d'un dégagement de chaleur par effet Joule. En considérant que le pouvoir thermoélectrique de chaque élément est indépendant de la température, nous pouvons négliger l'effet Thomson et dans ces conditions le flux de chaleur à travers une cellule élémentaire de longueur dx intégrant la dissipation due à l'effet joule (cf. figure ci-dessus), peut s'écrire dans le cas l'élément P :

$$\Phi_{\rm P}({\rm x}+{\rm d}{\rm x})=\Phi_{\rm p}({\rm x})+\frac{\rho_{\rm P}.\,{\rm I}^2.\,{\rm d}{\rm x}}{{\rm A}_{\rm P}}$$

soit avec l'équation 9 :

et dans le cas du second élément :

Si on considère que les jonctions sont aux mêmes températures que les sources froides et chaudes, respectivement  $T_F(x=0)$  et  $T_C(x=L)$ , et que les deux thermoéléments sont de même longueur L=L<sub>p</sub>=L<sub>N</sub>. Le flux de chaleur  $\Phi_F(équation 12)$  s'écrit :

$$\Phi_F = (\alpha_P - \alpha_N). I. T_F - K. \Delta T - \frac{1}{2}. I^2. R \qquad \text{éq. 15}$$

avec  $\Delta T = T_C - T_F$  la différence de température entre les deux jonctions, K la conductance thermique totale du thermocouple  $K = \frac{\kappa_P \cdot A_P}{L_p} + \frac{\kappa_N \cdot A_N}{L_N}$  (les thermoéléments sont associés thermiquement en parallèle) et R sa résistance électrique totale  $R = \frac{L_P \cdot \rho_P}{A_p} + \frac{L_N \cdot \rho_N}{A_N}$  (les thermoélément sont associés électriquement en série).

Le phénomène électrique mis en jeu intègre l'effet Seebeck et l'effet Joule, la puissance électrique est donc :

$$P = [(\alpha_P - \alpha_N).\Delta T + I.R].I \qquad \text{éq. 16}$$

L'efficacité énergétique (ou rendement de conversion énergétique) d'un thermocouple dans le cas d'un fonctionnement en *mode réfrigération thermoélectrique* correspond alors au rapport entre la chaleur extraite de la source froide et la puissance dissipée électriquement, soit :

$$\eta_R = \frac{\Phi_F}{P} = \frac{(\alpha_P - \alpha_N).I.T_F - K.\Delta T - \frac{1}{2}.I^2.R}{(\alpha_P - \alpha_N).I.\Delta T + I^2.R} \qquad \qquad \acute{eq. 17}$$

Un raisonnement similaire permet de déterminer le rendement de conversion énergétique du même thermocouple en mode génération d'électricité. Celui-ci est donné par le rapport de la puissance utile de sortie  $P_U$  délivrée dans une résistance au flux thermique traversant le thermocouple  $Q_C$  (extraite de la source chaude) :

$$\eta_G = \frac{P_U}{\Phi_A} = \frac{(\alpha_P - \alpha_N).I.\Delta T + I^2.R}{(\alpha_P - \alpha_N).I.T_C - K.\Delta T - \frac{1}{2}.I^2.(R + R_{charge})} \qquad \qquad \acute{eq. 18}$$

La maximisation de ses deux rapports montre qu'ils dépendent uniquement des températures  $(T_C \text{ et } T_F)$  de chacune des sources et d'un nombre adimensionnel Z.T<sub>M</sub> (où T<sub>M</sub> est la température moyenne du système,  $T_M = (T_C + T_F)/2$ ) et Z le facteur de mérite du dispositif thermo-électrique :

$$\eta_{Rmax} = \frac{T_F}{T_C - T_F} \cdot \frac{\sqrt{1 + Z.T_M} - T_C/T_F}{\sqrt{1 + Z.T_M} + 1} \qquad \acute{eq. 19a \ et \ \eta_{Gmax}} = \frac{T_C - T_F}{T_C} \cdot \frac{\sqrt{1 + Z.T_M} - 1}{\sqrt{1 + Z.T_M} + T_F/T_C} \qquad \acute{eq. 19b}$$

avec

$$Z = \frac{(\alpha_P - \alpha_N)^2}{R.K} \qquad (en \ K^{-1}) \qquad \acute{eq. 20}$$

Ces deux équations montrent que les rendements maximaux (en mode réfrigération et en mode génération) seront toujours inférieurs au rendement de Carnot ( $\eta_{carnot} = 1 - \frac{T_F}{T_c}$ ) même dans le meilleur des cas. La condition idéale pour atteindre ce rendement de Carnot ( $Z \rightarrow \infty$ ) est en fait physiquement impossible. La figure ci-dessous montre l'évolution du rendement de conversion d'un système thermoélectrique. Elle montre que même pour des matériaux à fort  $ZT_M$  (proche de 1) et d'importants gradients de température, le rendement maximal excède à peine les 10 %.



*Figure 5 Evolution du rendement maximal de conversion thermoélectrique en fonction du facteur de mérite* 

#### I.2.d Matériaux thermoélectriques

#### I.2.d.1 Facteurs de mérite des matériaux thermoélectriques

Cette notion de *Facteur de mérite* Z permet de rendre compte de l'efficacité des *dispositifs thermoélectriques*, c'est-à-dire leur capacité à convertir de façon plus réversible une énergie thermique en énergie électrique. La valeur de Z n'est pas une quantité intrinsèque des matériaux thermoélectriques et dépend des dimensions structurales des branches constituant le thermocouple. Cependant, les équations (éq. 19a, éq. 19b) montrent que les rendements peuvent être maximums pour une valeur maximale de Z<sub>Max</sub>, condition obtenue en minimisant le produit (*R.K*) :

et

$$Z^* = Z_{Max} = \frac{(\alpha_P - \alpha_N)^2}{\left[(\rho_{P} \cdot \kappa_P)^{1/2} + (\rho_N \cdot \kappa_N)^{1/2}\right]^2} \qquad \qquad \acute{eq. 22}$$

Ce facteur de mérite intrinsèque  $Z^*$  est fonction uniquement des paramètres spécifiques des matériaux TE utilisés.

C'est ainsi que de nombreuses études ont principalement été focalisées sur l'optimisation des matériaux TE constituant les thermocouples indépendamment les uns des autres (amélioration du facteur de mérite unitaire  $\frac{\alpha^2 \cdot \sigma}{\kappa}$  - *i.e.* optimisation des propriétés de transports électriques et thermique afin de maximiser le facteur de mérite intrinsèque)<sup>17, 18, 19, 20</sup>.

#### I.2.d.2 Amélioration des matériaux TE depuis les années 1950

Nombreuses furent les premières études sur les propriétés thermoélectriques des métaux. Cependant, leur utilisation présentait un caractère doublement défavorable du fait d'une part de leur faible pouvoir thermoélectrique et d'autre part de l'évolution corrélée de leurs conductivités thermiques et électriques comme le montre la loi de Wiedermann-Franz (pour des températures entre 100K et 350K) :

$$\kappa(T) = L_0. T. \sigma(T) \qquad \qquad \acute{eq. 23}$$

avec  $L_0 = 2,45 .10^{-8} V^2.K^{-2}$ , le nombre de Lorentz.

En fait, la conductivité thermique, décrite dans l'équation 23, n'est relative qu'à la composante électronique du processus de conduction thermique. A température ambiante, la contribution liée à la vibration du réseau cristallin (agitation des phonons) reste négligeable par rapport à celle des électrons dans le cas des métaux. Kittel<sup>21</sup> a même montré que dans les métaux purs, la contribution électronique reste dominante à toutes températures ( $Z_{métal} = \frac{\alpha^2}{L_0 T}$ ).

Pour ce qui est des isolants (ou les semi-conducteurs faiblement dopés) même si ils présentent des pouvoirs thermoélectriques importants et de faibles conductivités thermiques électroniques, leur densité de porteurs est trop faible résultant en une résistivité électrique trop importante et donc un mauvais facteur de mérite.



Figure 6 Coefficients  $\sigma$ ,  $\alpha$ , ( $\alpha^2 \sigma$ ), Z et  $\kappa$  en fonction de la concentration de porteurs libres

En fait, le meilleur compromis se situe pour des concentrations de l'ordre de  $10^{18}$ - $10^{19}$  cm<sup>-3</sup>, valeurs que l'on retrouve dans les semi-conducteurs fortement dégénérés ou les semi métaux. C'est ainsi, que dans les années 1950, le regain d'intérêt pour les semi-conducteurs permit le développement de matériaux à base de Tellure de Bismuth (Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>) à ZT proche de 1. Cependant peu progrès furent faits dans l'amélioration du ZT des matériaux TE. L'interdépendance des caractéristiques thermique, électrique et thermoélectrique des matériaux TE, comme le montre la figure 7<sup>22</sup>, ne permet pas une optimisation facile du ZT.



Figure 7 Amélioration du ZT de matériau TE depuis les années 1950

Ce n'est qu'en 1993, que Hicks et Dresselhaus établirent un modèle théorique prédisant une forte hausse du facteur de puissance  $\sigma.\alpha^2$  grâce aux effets quantiques dans les structures à basse dimensionnalité tels les supers réseaux à puits quantiques et les nanofils<sup>6, 7</sup>. Divers travaux,

principalement théoriques sont venus appuyer ces prédictions. En outre, de nombreuses études, théoriques et expérimentales, ont permis de démontrer que la nanostructuration permettait de réduire significativement la conductivité thermique. C'est ainsi que Harman et al. <sup>23, 24</sup> développèrent des structures à multi-puits quantiques à base de tellure de plomb (nouveaux matériaux semi-conducteurs de type N) permettant d'aboutir à une percée depuis de nombreuses décennies avec un  $Z_{2D}T > 1.2$ . Ce fut ensuite, Venkatasubramanian et al.<sup>25</sup> qui développèrent des super réseaux de type P à base de Bi2Te3/Sb2Te3 ouvrant la voie à de nombreuses autres études comme le montre la Figure 7.

Ainsi nombreuses sont les recherches qui portent à présent sur l'amélioration des performances des matériaux éprouvés (diminution de la conductivité du réseau et amélioration des propriétés électriques<sup>26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33</sup> sur l'étude d'autres matériaux (Zintl, skutterudites, clathrates, oxydes), ainsi que leurs combinaisons par segmentation <sup>34, 35, 36</sup>. Cependant l'emploi de la basse dimensionnalité dans la structuration des matériaux TE n'a la plupart du temps permis que la réduction de la conductivité thermique liée au transfert des phonons.

## I.2.d.3 Super-réseaux de boîtes quantiques à base de Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub>

Comme nous venons de le voir, il existe une grande variété de matériaux thermoélectriques nanostructurés. Dans le cadre de nos travaux, nous nous sommes intéressés aux super-réseaux de boîtes quantiques (SRBQ) à base de Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> développés au CEA-LITEN<sup>11, 12, 37, 38</sup>. Ces SRBD font partie de la famille des films minces et présentaient l'avantage d'une part d'être non toxiques et d'autre part d'être compatibles avec les techniques de la microélectronique et donc avec les technologies des dispositifs thermoélectriques réalisés dans notre équipe.



Figure 8 Schémas (a) Super réseau Si/Ge (structure périodique en couche mince) et (b) Super réseau de boîtes quantiques Si/Ge (couches Ge remplacées par des boîtes)

Le SiGe présente en général un facteur de mérite de 0.1 à 300K. La nanostructuration permet en théorie d'augmenter le facteur de puissance et de diminuer la conductivité thermique. La Figure 8 (a) et (b), illustre la structuration en super-réseau et en super-réseau de boîtes quantiques du SiGe. Minko<sup>38</sup> a montré que la nanostructuration en SRBQ n'altérait pas le facteur de puissance  $\sigma.\alpha^2$  et que pour des rayons de boites inférieurs à 10 nm, la conductivité thermique pouvait être diminuée d'un ordre de grandeur. Les photos Figure 9 (a et b) montrent des SRBQ SiGe élaborés au LITEN. La croissance des couches réalisées par CVD (Chemical Vapor Deposition) permet un empilement vertical des boîtes de Ge avec un contrôle des épaisseurs et dimensions latérales.



(a) (b) Figure 9 Photographies de SRBQ : (a) Matrice SiGe monocristalline dopée P<sup>+</sup> et (b) Croissance verticale de boîte de Ge

Dans la suite, nous présentons les améliorations obtenues en termes de performances sur certains de nos dispositifs TE dans lesquels nous avons intégré des SRBQ SiGe polycristallins.

## I.3 Technologies planaires développées à l'IEMN

I.3.a Thermopile planaire distribuée

## I.3.a.1 Intégration sur substrat souple

Les premières intégrations en microtechnologies de dispositifs thermoélectriques au laboratoire furent réalisées dans le milieu des années 90. A cette époque, l'objectif de notre équipe de recherche était de miniaturiser une famille de capteurs infrarouges réalisés jusqu'alors en technologie feuilles minces et qui avait fait l'objet d'un brevet<sup>39</sup>. Toute l'originalité du concept reposait sur l'utilisation d'une thermopile planaire distribuée (TPD) associant en série un grand nombre de thermocouples (comme le montre la figure ci-dessous).



Figure 10 (a) Illustration et (b) photographie d'une thermopile planaire

Les microcapteurs IR furent d'abord développés sur substrat de verre Corning<sup>®</sup> puis sur polymère Kapton<sup>® 16, 40, 41, 42</sup>. Le choix de ces matériaux avait été fait principalement pour leurs propriétés thermiques (conductivité thermique faible, respectivement 1 et 0.2 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>) mais aussi pour leurs propriétés d'absorption du rayonnement infrarouge (avec de nombreux pics d'absorption dans la bande spectrale 5-10  $\mu$ m offrant un champ d'application notamment dans la détection de présence humaine<sup>16</sup>).

Même si l'utilisation des métaux présentait un caractère thermoélectriquement défavorable, comme nous avons pu le voir dans la partie I.2.d.2, les premières thermopiles furent réalisées à l'époque en associant des matériaux métalliques en technologie plaquée (cf. figure 10) avec de

faibles pouvoirs thermoélectriques de l'ordre de quelques dizaines de  $\mu$ V/K (constantan, nickel, chromel, or...). Elles permirent d'obtenir des sensibilités de 1.2  $\mu$ V/(W/m<sup>2</sup>) avec des microcapteurs IR de 3x3 mm<sup>2</sup> de surface (sur substrat de verre avec  $\kappa_{verre} = 1$  W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>) associant des couples constantan et or ( $\Delta \alpha_{Cn/Au} = 37.8 \mu$ V/K et ZT<sub>Cn/Au</sub> = 3,6.10<sup>-3</sup> à 300K). L'utilisation de couples de semi-métaux bismuth et antimoine ( $\Delta \alpha_{Bi/Sb} = 93.4 \mu$ V/K et ZT=2.10<sup>-2</sup> à 300K) pour les fabrications de cette même configuration capteurs n'avait permis d'améliorer les sensibilités qu'à 2.8  $\mu$ V/(W/m<sup>2</sup>), augmentation principalement due aux pouvoirs thermoélectriques plus élevés des thermocouples utilisés<sup>16</sup>. Les performances furent nettement améliorées (multipliée par 4) avec les réalisations sur substrat Kapton ( $\kappa_{Kapton} = 0.2$  W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>) montrant l'importance prépondérante de la thermique d'ensemble du composant.

## I.3.a.2 Transferts thermiques dans le plan de la thermopile

La figure suivante illustre un exemple de thermocouples planaires plaqués réalisés à l'IEMN et associés en parallèle avec plusieurs autres couches de matériaux qui constituent soit la structure de support mécanique de la thermopile soit la couche sensible (absorbant IR, collecteur de flux thermique...). Dans ce cas de figure, les résistances thermiques parasites des autres couches associées thermiquement en parallèles avec les thermocouples doivent être prises en considérations (SiO<sub>2</sub>, Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, polyimide...).



Figure 11 Illustration d'un exemple de thermopile réalisée à l'IEMN

Si on néglige les intervalles entre les pistes des thermocouples, il est possible de déterminer la conductivité thermique équivalente de l'ensemble qui caractérise la conduction thermique entre les jonctions des thermocouples :

$$\kappa_{Neq} = \frac{\kappa_{N} \cdot e_N + \kappa_{SiO_2} \cdot e_{SiO_2} + \kappa_{Si_xN_y} \cdot e_{Si_xN_y} + \kappa_{poly} \cdot e_{poly}}{e_N} \qquad \qquad \acute{eq. 24}$$

Les grandeurs  $\kappa_{SiO2}$ ,  $\kappa_{SixNy}$  et  $\kappa_{poly}$  sont respectivement la conductivité thermique de la couche de SiO<sub>2</sub>, de la couche de Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub> et de la couche de polyimide :  $e_{SiO2}$ ,  $e_{SixNy}$  et  $e_{poly}$  sont les épaisseurs correspondantes.

Dans ces conditions, nous ne pouvons plus tenir compte de la seule thermique du thermocouple mais il faut intégrer celles de toutes les couches associées en parallèle. Le facteur de mérite équivalent (éq.22) devient alors :

$$Z_{plaqu\acute{e}} = \left(\frac{(\alpha_N - \alpha_P)}{\left(1 + \frac{\sigma_N \cdot e_N}{\sigma_P \cdot e_P}\right) \cdot \left(\sqrt{\frac{\kappa_N e_q}{\sigma_N}} + \sqrt{\frac{\kappa_N e_q \cdot e_N + \kappa_P \cdot e_P}{\sigma_N \cdot e_N + \sigma_P \cdot e_P}}\right)}\right)^2 \qquad \acute{eq. 25}$$

L'équation éq.25 montre que le facteur de mérite équivalent, dans le cas de notre configuration, est une fonction décroissante de  $\kappa_{Neq}$  et de  $\kappa_P$ . Il apparait que l'influence de la conductivité thermique du thermoélément sur le facteur de mérite est diluée par les résistances thermiques des autres couches « parasites ». La pondération de la conductivité thermique des matériaux TE dès lors qu'ils sont associés en technologie planaire montre la prépondérante importance des deux autres caractéristiques (pouvoir thermoélectrique  $\alpha$  et conductivité électrique  $\sigma$ ) et donc du facteur de puissance  $\alpha^2.\sigma$  qui est le paramètre essentiel à optimiser pour les structures planaires<sup>43</sup>.

## I.3.a.3 Contingences technologiques

Les premiers résultats obtenus sur substrats de verre et polymères étaient encourageants. Cependant, comme nous l'avons vu précédemment l'importance de la conductivité thermique des matériaux TE est amoindrie dès lors qu'ils sont associés en parallèle avec des multicouches d'épaisseurs de de conductivités thermiques plus élevées. Par ailleurs, les matériaux TE (alliages Tellure/Bismuth/Antimoine) furent rapidement abandonnés à l'IEMN du fait de leur complexité d'utilisation sur le plan technologique :

- Stabilité chimique médiocre,
- Tenue en température limitée (<150°C en usage continu),
- Dispersion des caractéristiques,
- Toxicité importante et incompatibilité avec la problématique environnementale liée au traitement et au recyclage des déchets électroniques,
- Pouvoir polluant important et incompatibilité avec les autres technologies développées au laboratoire...

Les contingences du laboratoire n'ont pas permis l'utilisation de ces matériaux TE (à fort ZT), incompatibles avec les équipements mutualisés dédiés au développement de composants microélectroniques. La démarche adoptée a été autant scientifique à travers l'ingénierie des matériaux des couches thermoélectriques pour obtenir les meilleures propriétés, que technologique à travers leur intégration dans des microsystèmes et l'optimisation de leurs géométries exploitant des structures de thermopiles planaires distribuées intégrées en technologie silicium compatible CMOS. L'originalité et la force des concepts développés reposent sur la canalisation et la distribution de la chaleur pour exploiter de façon optimale des gradients de température élevés dans le plan de la thermopile.

## I.3.b Thermopile planaire réalisée en technologie Silicium

De manière générale, il existe de nombreux dispositifs TE développés en microtechnologies qui permettent la récupération d'énergie<sup>44, 45, 46, 47, 48</sup>, la réfrigération<sup>49, 50, 51</sup> ou même la mesure de grandeurs physiques<sup>52, 53, 54</sup> (capteurs de rayonnement IR, capteurs chimiques, débitmètres,...).

Pour la génération d'énergie ou la réfrigération, nombreuses sont les structures thermoélectriques verticales qui permettent d'exploiter de façon optimale les propriétés TE des matériaux<sup>49, 55</sup>. L'amélioration des performances de ces  $\mu$ TEGs nécessitent l'association d'un nombre important de thermocouples en série électriquement mais thermiquement en parallèle, réduisant fortement la résistance thermique de ces  $\mu$ TEGs.



# Figure 12 µTEG Vertical et Micropelt

Les technologies de microcapteurs thermoélectriques utilisent, quant à elles, fréquemment des thermocouples exploités dans le plan des structures suspendues qui les supportent (membranes ou poutres), comme le montrent les exemples des figures (13a) et (13b). Les jonctions chaudes étant à proximité d'une zone sensible (absorbant infrarouge ou résistance chauffante). Ces capteurs sont souvent réalisés sur silicium et exploitent dans le plan les gradients de température importants obtenus grâce à la forte résistance thermique de la structure suspendue, leur conférant ainsi de très bonnes sensibilités. Néanmoins, la surface sensible est relativement restreinte et elle n'autorise pas l'association de plus de quelques dizaines de thermocouples en série ne permettant pas d'utiliser cette configuration pour la récupération d'énergie.



Figure 13 Microcapteurs thermoélectriques (a) de flux de gaz<sup>56</sup> et (b) de rayonnement infrarouge<sup>57</sup>

La topologie particulière des thermopiles planaires développées à l'IEMN permet de distribuer avec une grande souplesse les jonctions des thermocouples et son caractère extensible présente l'avantage de permettre en associer d'un très grand nombre. L'intégration de ces thermopiles planaires en technologie silicium compatible CMOS a permis de développer différentes familles de dispositifs TE. Plusieurs configurations de microcapteurs (microcapteurs IR  $\mu$ CIR et microcapteurs de flux thermiques  $\mu$ CFT) et microthermogénerateurs ( $\mu$ TEG) ont ainsi fait l'objet de nombreuses études (conception, intégration, optimisation, caractérisation)<sup>43, 58, 59, 60</sup>. Pour chacun de ces dispositifs TE, la chaleur a été collectée et canalisée de sorte que le flux de chaleur traverse, localement dans le plan de la thermopile, générant ainsi les différences de températures nécessaires à la création de la tension Seebeck. Les dissipateurs thermiques sont judicieusement disposés selon les dispositifs afin de maintenir froides systématiquement certaines des jonctions. La problématique majeure a été de contourner la forte conductivité thermique du substrat de silicium, matériau inadéquat pour la fabrication de systèmes thermiques thermoélectriques. Les solutions mises en œuvre ont consisté : soit à creuser le silicium pour libérer des membranes<sup>61, 62</sup>, soit en la nanostructuration du silicium par procédé électrochimique (anodisation du silicium mésoporeux)<sup>63</sup>.

La disposition et l'agencement de la thermopile (au-dessus des membranes ou au-dessus des zones de silicium nanostructuré ont été essentiels pour l'optimisation des performances et dans tous les cas la thermopile a été intégrée en « sandwich » entre les autres couches de matériaux constituant le dispositif TE (matériaux diélectriques, polymères, silicium, ou silicium nanostructuré).

## I.3.c Matériaux thermoélectriques conventionnels utilisés

La Figure 6 montre que les propriétés de transport des semi-conducteurs peuvent varier dans une très grande gamme de valeurs. Ainsi, le silicium dopé (~ $10^{19}$  cm<sup>-3</sup>) a un pouvoir thermoélectrique d'environ 290 µV.K<sup>-1</sup>, une résistivité de 25 µΩ.m, une conductivité thermique d'environ 140 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> lui conférant un facteur de mérite ZT à température ambiante de 0,01. Les alliages à base de tellure et de bismuth ont un pouvoir thermoélectrique d'environ 200 µV.K<sup>-1</sup>, une résistivité de 7 µΩ.m et une conductivité thermique de 1,5 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> soit un ZT de l'ordre de 1 pour une concentration de porteurs de  $10^{18}$ - $10^{19}$  cm<sup>-3</sup>.

Comme nous le verrons dans la suite, les différents dispositifs TE réalisés au laboratoire utilisent des thermopiles planaires nécessitant d'être électriquement isolées du substrat de silicium. Celles-ci reposent sur des couches diélectriques en nitrure de silicium Si<sub>3x</sub>N<sub>y</sub> ou en oxyde de silicium SiO<sub>2</sub>. Notre choix s'est naturellement orienté vers l'utilisation de silicium polycristallin, comme matériau TE, déposé facilement par technique LPCVD sur matériau diélectrique. Même si ce matériau présente de faibles performances thermoélectriques, il possède de nombreux avantages : élaboration facile et à faible cout, parfaitement compatible avec la technologie CMOS, non polluant et « éco-friendly »,... L'emploi du polysilicium permet, par ailleurs, d'envisager un champ d'application plus large que les matériaux tels que le Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>, avec par exemple le développement de nœuds de réseaux autonomes<sup>64, 65</sup> (la dissémination dans la nature de matériaux à base de tellure de bismuth étant irrecevable). Les nombreuses études d'implantations (Bore, Arsenic, Phosphore) et de recuit réalisées par notre équipe de recherche ont permis d'améliorer sensiblement les performances thermoélectriques du polysilicium avec des valeurs de ZT approchant celle du silicium .

Néanmoins, nous nous sommes aussi intéressés à l'intégration dans nos dispositifs planaires de matériaux thermoélectriques SRBQ en SiGe polycristallin, (superréseaux de boîtes quantiques SiGe), élaborés au LITEN-CEA, ayant des propriétés électriques et thermoélectriques sensiblement identiques à celles du polysilicium (de l'ordre de  $200\mu$ V/K et  $10^{-4}$  Ω.m) et des conductivités thermiques améliorées d'un ordre de grandeur (3 à 4 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> contre environ 35 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> pour le polysilicium). Comme nous le verrons dans la suite, les études d'intégration de ces SRBQ dans nos dispositifs TE réalisés sur membranes suspendues (où la conductivité thermique des matériaux TE a un poids plus important) n'ont permis qu'une faible amélioration des performances malgré l'utilisation de ces matériaux à ZT augmentés.

# II Du radiomètre infrarouge à l'imagerie basse résolution

## **II.1 Introduction**

La radiométrie infrarouge revêt une importance fondamentale dans la compréhension de certains phénomènes physiques, chimiques ou même biologiques<sup>66, 67</sup>. Elle offre la possibilité de déterminer sans contact des grandeurs essentielles telle la température d'un corps à distance<sup>68</sup>, et elle trouve un intérêt considérable pour des secteurs d'applications comme l'automobile, l'industrie des machines, la sécurité, la médecine ou encore la domotique<sup>69, 70, 71</sup>.

Différent procédés permettent la mesure de rayonnement infrarouge (pyroélectricité, bolomètrie, piézoélectricité...)<sup>72, 73, 74, 75, 76, 77, 78, 79</sup>, mais le plus couramment utilisé pour la détection IR en continu est sans conteste la thermoélectricité. Dans les années 2000, de nombreux articles présentaient différentes technologies de thermopiles suspendues sur membranes ou sur poutres. A cette époque, la configuration des principaux capteurs thermoélectriques existants en technologie silicium consistait à regrouper toutes les jonctions chaudes à proximité d'une zone absorbante suspendue sur membrane isolante thermiquement pour minimiser les déperditions de chaleur<sup>56</sup> (figure 14a.). Le puits thermique sur lequel reposait les jonctions froides étant le substrat silicium. Cette disposition permet de maintenir d'importants gradients thermiques avec ainsi une bonne sensibilité : cependant, elle limitait le nombre de thermocouples pouvant être associés mais surtout la dissymétrie thermique entre les jonctions induit une forte sensibilité à la conduction et à la convection gazeuses obligeant à les encapsuler.



Figure 14 Thermopiles suspendues en technologies CMOS à la fin des années 1990

Cette contrainte d'encapsulation accroît encore aujourd'hui fortement le coût de fabrication de ces capteurs IR thermoélectriques (Dexter<sup>®</sup>, Heimann<sup>®</sup>,...)<sup>70, 71</sup>. C'est dans ce contexte que, depuis plus d'une décennie, notre équipe de recherche s'est considérablement investie dans l'intégration et la miniaturisation de thermopiles planaires en technologie silicium pour la fabrication de microcapteurs IR sans encapsulation (concept original ayant fait l'objet d'un brevet<sup>80</sup>).

Dans la suite, nous décrirons l'évolution de cette famille de  $\mu$ CIR IEMN développée sur membranes suspendues<sup>81, 82</sup>. Celle-ci a nécessité de nombreuses études dans le cadre de plusieurs thèses et a abouti à la réalisation de  $\mu$ CIRs performants et miniatures ainsi qu'au développement de matrices de thermopiles imageantes IR non encapsulées et de caméra IR basse résolution très peu onéreuse.

### II.2 Microradiomètre infrarouge - Intégration en technologie CMOS

### II.2.a Description et principe de fonctionnement

Comme nous l'avons vu précédemment, les premiers prototypes de microcapteurs infrarouges IEMN ont été réalisés en 1996 sur substrat de verre Corning<sup>®</sup> puis sur substrat Kapton<sup>®16, 40, 41, 42</sup>. La configuration de thermopile planaire distribuée présentait une topologie souple et ajustable associant un nombre important de thermocouples. Son intégration sur substrat silicium a nécessité de contourner le problème de la forte conductivité thermique du substrat. La solution qui fut retenue, à cette époque, a été de suspendre celle-ci sur structure à multi membranes (figure 15) réalisées par micro usinage afin d'obtenir d'importantes résistances thermiques entre les jonctions chaudes et froides des thermocouples. Le procédé de fabrication a été mis au point et validé en technologie silicium avec le concours du LAAS (Toulouse) et de l'IEF (Orsay) dans le cadre d'un regroupement de plateformes technologiques mises en place par le CNRS sous la dénomination INTERLAB. De nombreux capteurs de ce type ont été étudiés et réalisés dans le cadre de la thèse de doctorat de Mohamed Boutchich en 2002<sup>58</sup>. Sur les directives de fonctionnement d'INTERLAB, seuls les procédés de fabrication standards compatible CMOS ont été utilisés.



Figure 15 Premiers µCIR multimembranes réalisés sur silicium à l'IEMN

Les microcapteurs de rayonnement IEMN sont de manière générale constitués de trois parties fonctionnelles : une partie radiative collectant le flux de rayonnement, un système de détection par thermopile et un substrat reposant sur un puits thermique assurant la stabilité thermique en uniformisant la température de la face arrière du capteur. L'originalité du concept développé repose sur une distribution périodique des zones chaudes et froides au-dessus de membranes présentant ainsi une structure symétrique quasi équilibrée thermiquement permettant d'immuniser le capteur aux grandeurs parasites.

Le gradient thermique est généré à l'aide d'une partie supérieure radiative à différentiel d'absorption combinant une résine polyimide ayant des propriétés spectrales adaptées pour absorber l'énergie radiative dans le domaine infrarouge et un revêtement constitué d'or rejetant cette même énergie radiative<sup>83, 84</sup>. La thermopile a été réalisée en polysilicium dopé N et P afin de bénéficier de pouvoirs thermoélectriques importants (quelques centaines de  $\mu$ V/K)<sup>85</sup>.

#### II.2.b Grandeurs caractéristiques des capteurs infrarouges

#### II.2.b.1 Définitions des principales caractéristiques à optimiser

Le microcapteur IR décrit précédemment est principalement sensible aux énergies radiatives qui l'éclairent. La thermopile qui constitue leur élément de détection délivre une tension Seebeck (éq.4) qui est fonction de l'éclairement énergétique  $\mathbf{E}$  (W/m<sup>2</sup>), mais aussi des autres grandeurs d'influence telles la température de l'air **Ta** (K) environnant le capteur, le coefficient d'échange thermique (**h**) représenté par la vitesse de l'air (**u**) circulant à proximité du capteur et enfin sa température de surface que nous supposerons voisine de celle du substrat (**T**<sub>sub</sub>).

La variation de la f.é.m. s'écrit :

$$dV = \left(\frac{\partial V}{\partial E}\right)_{\substack{T_{sub}, \\ T_a, u}} dE + \left(\frac{\partial V}{\partial T_{sub}}\right)_{\substack{T_a \\ E, u}} dT_{sub} + \left(\frac{\partial V}{\partial T_a}\right)_{\substack{T_{sub}, \\ E, u}} dT_a + \left(\frac{\partial V}{\partial u}\right)_{\substack{T_{sub}, \\ T_a, E}} du \qquad \acute{eq. 26}$$

La grandeur que l'on souhaite mesurer avec notre radiomètre IR étant l'éclairement énergétique, l'expression précédente peut se mettre sous la forme :

$$dV = S_E \cdot \left( dE + C_{T_a} \cdot dT_a + C_{T_{sub}} \cdot dT_{sub} + C_u \cdot du \right) \qquad \acute{eq. 27}$$

avec :

• S<sub>E</sub>, la sensibilité à l'éclairement énergétique en  $\mu V/(W/m^2)$ :

•  $C_{Ta}$ , le coefficient d'influence de la température ambiante en W/(m<sup>2</sup>.K) :

$$C_{T_a} = \frac{1}{S_E} \cdot \left(\frac{\partial V}{\partial T_a}\right)_{\substack{T_{sub}\\E,u}}$$
 éq. 29

•  $C_{Tsub}$ , le coefficient d'influence de la température du substrat en W/(m<sup>2</sup>.K) :

• C<sub>u</sub>, le coefficient d'influence de la vitesse de l'air en W.s/m<sup>3</sup> :

$$C_u = \frac{1}{S_E} \cdot \left(\frac{\partial V}{\partial u}\right)_{\substack{T_{sub}\\T_a,E}}$$
 éq. 31

De manière générale, les radiomètres IR fonctionnent à température ambiante. Néanmoins dans les dernières générations de  $\mu$ CIR IEMN, nous avons intégrés une sonde de température au cœur des thermopiles. La mesure précise de leur température permet d'une part de s'affranchir de l'influence de la température du substrat (et donc du coefficient C<sub>Tsub</sub>) et d'autre part, de réaliser des mesures de température à distance<sup>68</sup>.

L'évolution de nos technologies pour la fabrication des différentes générations de  $\mu$ CIRs mais aussi du choix des matériaux utilisés pour leurs élaborations, nous ont amené à modéliser mathématiquement la thermique des différentes structures développées pour optimiser les dimensions structurales des couches qui les constituent, afin d'améliorer leurs performances (épaisseurs des couches diélectriques, largeurs des pistes thermoélectriques,...). Les modélisations couplées aux études matériaux, nous ont affranchis de l'encapsulation en minimisant l'influence de la vitesse de l'air C<sub>u</sub> et en annulant quasiment celle de la température de l'air C<sub>Ta</sub> tout en garantissant une sensibilité S<sub>E</sub> maximale<sup>58, 60</sup>.

#### II.2.b.2 Critères de qualification en termes de bruit

La sensibilité est la caractéristique principale d'un  $\mu$ CIR, cependant elle ne suffit pas pour évaluer ses performances car elle ne prend pas en compte sa résistance électrique interne. En effet, la valeur minimale de densité de puissance susceptible d'être mesurée par un capteur doit être rapportée à la tension de bruit de Johnson caractérisant la thermopile<sup>86</sup> :

$$U_B = \sqrt{4.k.T.\Delta f.R} \qquad \qquad \acute{eq. 32}$$

où k désigne la constante de Boltzmann (1,38.10<sup>-23</sup> J.K<sup>-1</sup>), T la température absolue, R la résistance électrique interne de la thermopile et  $\Delta f$  la bande passante (souvent choisie  $\Delta f=1$ Hz).

Dans la littérature, on rencontre parfois une formulation du NETD (noise equivalent temperature difference) qui représente la plus petite différence de température détectable par la thermopile  $\left(\frac{U_B}{N.\alpha}\right)$ . Cependant, la détectivité effective  $D^*$  définie par le rapport de la sensibilité du capteur (indépendamment de sa surface active en V/(W/m<sup>2</sup>)) et de la tension de bruit délivrée par la thermopile  $(V/\sqrt{Hz})$  a été privilégiée pour évaluer la qualité des capteurs thermoélectriques et s'écrit :

$$D^* = \frac{S_E}{\sqrt{4.k.T.S_{Surf}.\Delta f.R}} \qquad (m.Hz^{1/2}.W^{-1}) \qquad \acute{eq}. 33$$

Comme nous le verrons dans les parties qui suivent, ce paramètre a systématiquement fait l'objet d'études d'optimisation.

#### II.2.c Technologies de fabrication de la 1<sup>ère</sup> génération de µCIR multimembranes

La Figure 16 présente une illustration d'une vue éclatée du microcapteur de rayonnement réalisé sur structure à multimembranes. La disposition de la thermopile est symétrique de sorte que toutes les jonctions des thermocouples (et non pas seulement les jonctions chaudes) reposent sur des membranes suspendues permettant l'obtention d'une structure équilibrée thermiquement, contrairement aux autres structures existantes. La première génération de  $\mu$ CIR IEMN a fait l'objet de nombreuses études et un modèle mathématique a permis d'optimiser les dimensions structurales en tenant compte des contingences technologiques.



Figure 16 Vue éclatée d'un µCIR multimembranes

## II.2.c.1 Membranes à contraintes compensées

La première difficulté rencontrée pour fabriquer des structures de membranes suspendues devant supporter la thermopile était de trouver les matériaux adéquats. Ceux-ci devaient répondre à de nombreux critères :

- avoir de faibles conductivités thermiques pour garantir une bonne isolation entre les jonctions chaudes et froides,
- résister à des traitements thermiques de plusieurs centaines de degrés pour permettre l'élaboration du polysilicium, matériau thermoélectrique,
- résister aux traitements chimiques liés aux différentes étapes technologiques,
- avoir une bonne tenue mécanique pour supporter la thermopile...

N'ayant pas l'expertise nécessaire à cette époque, pour réaliser ces membranes suspendues, nous avons utilisé pour les premières fabrications des bicouches à contraintes mécaniques compensées réalisées par le LAAS<sup>87, 88, 89</sup>. Celles-ci étaient constituées d'une couche de 1.4  $\mu$ m d'oxyde de silicium humide (SiO<sub>2</sub>) et d'une couche de 0.55  $\mu$ m de nitrure de silicium non stœchiométrique à base de silane et faiblement contraint (Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub>). La contrainte en compression du SiO<sub>2</sub> compensant celle en tension du Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub> a permis une contrainte en tension d'environ 85 Mpa.

Par la suite, les études d'élaborations et de caractérisations (mécaniques, traitements thermiques, structurations...) de ces couches réalisées par dépôts LPCVD (Low Pression Chemical Vapor Deposition) à l'IEMN à l'aide de fours TEMPRESS<sup>®</sup> permirent à notre équipe d'acquérir le savoir-faire dans la fabrication de ces structures suspendues à contraintes compensées. Les membranes que nous avons alors mises en œuvre associaient une couche de  $0.8 \ \mu m$  d'oxyde de silicium humide SiO<sub>2</sub> et une couche de nitrure de silicium peu contraint Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub> d'épaisseur  $0.6 \ \mu m$  (respectivement -300 Mpa et 500 Mpa pour une couche de  $1 \ \mu m$ ). La combinaison des deux couches permet la réalisation de membrane avec une faible contrainte résiduelle inférieure à 50 Mpa (essentielle notamment pour les membranes de grandes dimensions 5x5 mm<sup>2</sup>)<sup>16, 60</sup>.

Il est à noter l'importance du nettoyage des wafers de silicium afin d'éviter les pollutions avant le début des processus de fabrication. Les dépôts LPCVD nécessitent des températures élevées. Le risque des polluants organiques et des contaminations ioniques du wafer est d'engendrer des pollutions de l'enceinte de l'équipement ce qui ne permettrait plus de garantir la qualité des couches déposées.

L'avantage de la technique LPCVD, outre le fait qu'elle garantit une grande qualité des couches obtenues (denses et homogènes), est qu'elle permet le dépôt des matériaux sur les deux faces de plusieurs wafers simultanément et ainsi de réduire considérablement le coût de fabrication. En outre, la densité des couches (SiO<sub>2</sub>/Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub>) permet leur utilisation comme masque de gravure en face arrière (chimique par voie humide ou physico chimique par voie sèche).

## II.2.c.2 Elaboration de la piste thermoélectrique polysilicium

Le silicium polycristallin, matériau thermoélectrique, est déposé, sur la bicouche  $SiO_2/Si_xN_y$ , en phase vapeur et sous basse pression par la technique LPCVD dans un réacteur à lampes halogènes dans un autre four TEMPRESS<sup>®</sup> identique à celui utilisé pour la fabrication de la bicouche. Les dépôts ont été effectués par décomposition thermique de silane dilué SiH<sub>4</sub> à basse pression (quelques mbar) et à température variable (600-850°C).

Les propriétés électriques et thermoélectriques sont, par ailleurs, très sensibles à la nature et à la concentration des atomes dopants introduits dans les couches de polysilicium<sup>90</sup>. Nous

disposons au laboratoire de deux méthodes pour doper ces couches de polysilicium : soit par implantation ionique (implanteur EATON-AXCELIS GA 3204) ; soit par introduction de gaz dans l'enceinte de dépôt LPCVD pendant la fabrication de la couche polysilicium.

Nos premières études des cinétiques de dépôt sur des échantillons de différentes dimensions ont révélé un phénomène de déplétion radiale du gaz réactif inhérent à la géométrie d'injection et d'extraction des gaz du réacteur utilisé. Des analyses SIMS ont révélé la présence de contaminants (O, C) dans les couches, attribuées au dégazage des parois internes du réacteur en cours de dépôt<sup>58</sup>. Néanmoins, l'abaissement de la pression et l'introduction préalable d'un cycle thermique de dégazage ont permis de réduire sensiblement ces contaminations. Par la suite, les analyses par microscopie électronique, ainsi que les mesures de résistance carrée ont montré que les propriétés cristallographiques (rugosité, texture, taille des grains), mécaniques (contraintes résiduelles), et électriques des couches de polysilicium dépendent des paramètres de dépôt (pression dans l'enceinte, température, débit de gaz...) et sont fortement corrélées au niveau de contamination. La Figure 17b illustre un exemple de couche de polysilicium obtenue.



Figure 17 Images typiques d'une couche polysilicium déposée par LPCVD : (a) en vue sur la tranche ; et (b) vue plane (image de la surface des grains colonnaires nanocristallins)

Nombreuses sont les études, réalisées par notre équipe, qui ont montrées que la structuration du polysilicium (liée à ces conditions de dépôt) influait directement sur les propriétés électriques (conductivité électrique, mobilité, niveau de dopant), thermoélectrique et sans doute thermique du polysilicium.

L'objectif des premières études d'implantations du silicium polycristallin [...] était d'établir de manière quantitative les propriétés électriques et thermoélectriques du polysilicium dopé N et P pour des températures comprises entre 20°C et 100 °C correspondant à la plage de fonctionnement des radiomètres IR. Un banc spécifique pour la mesure du pouvoir thermoélectrique du polysilicium a été mis au point<sup>58</sup> et les mesures des résistivités électriques ont été faites par méthode TLM (Transmission Line Method) et des motifs de Van der Pauw<sup>91, 92</sup>. Les études ont consisté à mesurer le coefficient Seebeck et la résistivité du polysilicium respectivement dopé Bore et Phosphore pour différentes doses d'espèces implantées (2.10<sup>15</sup>, 5.10<sup>15</sup>, 8.10<sup>15</sup>, 10<sup>16</sup> at/cm<sup>2</sup>), doses correspondant aux concentrations d'impuretés de l'ordre de  $10^{19}$  à  $10^{20}$  at.cm<sup>-3</sup> pour des épaisseurs de couche de l'ordre de 0.5 µm. L'implantation des espèces a été faites à l'aide d'un bâti moyen courant (1.5mA) EATON GA3204 avec des énergies de 70 keV et 180 keV respectivement pour le Bore et le Phosphore. De nombreux recuits thermiques essentiels, pour le procédé de dopage par implantation ionique d'activation, ont été nécessaires pour l'activation électrique et la diffusion des dopants<sup>93, 94</sup>. Les analyses

SIMS (secondary ion mass spectroscopy) ont montré que des recuits à hautes températures (1000°C pendant 1 heure puis 1100°C pendant 10 min sous atmosphère neutre azote) permettaient la meilleure distribution des espèces implantées à travers la couche de polysilicium. Les caractéristiques suivantes illustrent des résultats de mesures obtenues.



Figure 18 Evolution de résistivité du polysilicium dopé en fonction de la température pour différentes doses : (a) implantations Bore et (b) implantations Phosphore



Figure 19 Evolution du pouvoir thermoélectrique du polysilicium dopé bore et phosphore en fonction de la température pour différentes doses.

Ces résultats ont montré que le polysilicium permet, malgré des concentrations d'espèces élevées dans les deux cas, d'avoir des pouvoirs thermoélectriques importants qui s'étendent de 192  $\mu$ V/K à 232  $\mu$ V/K pour le dopage Bore et de 155  $\mu$ V/K à 336  $\mu$ V/K pour le dopage Phosphore. Néanmoins les résistivités électriques restent relativement élevées. Les facteurs de puissance  $\alpha^2.\sigma$  maximums sont obtenus pour le polysilicium dopé phosphore (dose 8.10<sup>15</sup> at/cm<sup>2</sup>) à 1,5 10<sup>-3</sup> m.K.W<sup>-1</sup> et pour le polysilicium dopé Bore et dopé Phosphore données dans la littérature<sup>95, 96, 97</sup> étant respectivement à 19 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> et 35 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>, le facteur de mérite adimensionnel de ces couches est évalué à environ 0,01 à la température ambiante.

Pour la fabrication de nos thermopiles planaires, le procédé d'implantation ionique décrit précédemment s'avère cependant pénalisant. En effet, l'accélération des ions à implanter ne

permet pas d'atteindre des énergies supérieures à quelques centaines de keV et limite la profondeur de pénétration des espèces dans la couche<sup>98</sup> (dans notre cas l'épaisseur maximale de polysilicium permettant un dopage correct et homogène ne doit pas excéder  $0.45\mu m$ ). Il n'est alors pas possible de minimiser la résistance électrique de la thermopile.

Les travaux réalisé, par la suite, dans le cadre de la thèse de M. Yala Ait Hammouda ont permis de simplifier considérablement le procédé d'élaboration du silicium polycristallin dopé N. Le principe simple consistant à doper *in situ* la couche de polysilicium pendant son élaboration en introduisant de la phosphine (PH<sub>3</sub>) dans le réacteur. Des débits de 15sccm de PH<sub>3</sub> (dilué à 1% dans du dihydrogène H<sub>2</sub>) et de 45 sccm de SiH<sub>4</sub> à 100 mTorr ont permis d'obtenir des épaisseurs pouvant aller jusqu'au micron avec une résistivité de 0.022  $\Omega$ .cm et un pouvoir thermoélectrique à l'ambiante de 266  $\mu$ V/K. L'avantage non négligeable de cette technique est qu'elle réduit considérablement le coût de fabrication des couches de polysilicium.

De nombreux autres travaux, réalisés en collaboration avec Madame Zahia Bougrioua, d'élaboration du polysilicium dopé *in situ* et de traitements thermiques ont sensiblement amélioré les performances thermoélectriques<sup>43, 99</sup>.

La dernière étape pour la réalisation de la piste thermoélectrique suivant les paramètres liés à la topologie choisie consiste à graver le polysilicium par gravure ionique réactive (attaque RIE dans un bâti Oxford Plasmab 80<sup>+</sup>). Le procédé d'attaque utilisé repose sur la réactivité chimique de la surface à attaquer avec des espèces gazeuses qui sont plus ou moins énergétiquement activées par un bombardement ionique. De manière générale, la gravure du polysilicium nécessite l'utilisation de gaz fluorés. L'attaque physico-chimique est effectuée par le bombardement ionique d'un plasma composé d'hexafluorure de soufre SF<sub>6</sub>, de tétrafluorométhane CF4 et de trifluorométhane CHF3<sup>16</sup>. De nombreuses études ont été nécessaires pour trouver les concentrations de gaz nécessaires, les pressions d'enceinte et les puissances à utiliser pour graver le polysilicium en minimisant les phénomènes de sous gravure. En effet, l'utilisation seule de SF<sub>6</sub> entraîne une isotropie et une vitesse de gravure trop importante dégradant fortement les qualités des pistes TE et de la résistance de la thermopile. L'ajout de CF<sub>4</sub> a permis de générer des polymères de faible volatilité qui protègent la paroi latérale des pistes polysilicium. Par ailleurs, les atomes d'hydrogène contenus dans le gaz CHF<sub>3</sub> réagissent avec les atomes de fluor pour diminuer leur densité ce qui permet de réduire la sous gravure. Cependant, la sélectivité de gravure entre le polysilicium et le nitrure de silicium (couche située sous le polysilicium) n'étant pas importante, la fin de gravure du polysilicium est contrôlée précisément par interférométrie laser<sup>16</sup>. La Figure 20 illustre un exemple de thermopile réalisée en polysilicium.

## II.2.c.3 Contacts métalliques de jonctions

L'association des thermoéléments en polysilicium dopés N et P en série a nécessité quelques précautions. En effet, à chaque jonction de thermocouples des zones de déplétion apparaissaient dues aux diffusions des porteurs libres de chacune des régions. Pour minimiser ces résistances parasites et garantir la bonne continuité électrique de la thermopile des contacts métalliques court-circuitant chaque jonction P-N ont été nécessaires (cf. Figure 20).



Figure 20 Photo d'une thermopile planaire constituée de thermoéléments de type polysilicium N et P associés en série

La séquence métallique Ti (10nm)/Al (150nm)/Ni (40nm)/Au (100nm) a donné les meilleures résultats. La couche de Ti dont le travail de sortie est supérieur à l'affinité électronique du polysilicium a nécessité de recuire thermiquement la thermopile à une température de 550°C proche de l'eutectique Aluminium/Silicium pour permettre la diffusion des métaux et créer l'alliage qui garantissent le bon contact métallique à chaque jonction (résistance de contact inférieure au ohm)<sup>58</sup>. Une couche de nitrure PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) de quelques centaines de nanomètres, encapsulant les contacts, déposée avant le recuit permet de contenir les métaux et améliore leurs morphologies.

#### II.2.c.4 Réalisation de la partie radiative

La structure de thermopile planaire sur membranes suspendues, décrite précédemment, est parfaitement symétrique d'un point de vue thermique. Pour générer, un gradient de température entre les jonctions sous éclairement énergétique, les µCIR utilisent un revêtement à différentiel d'absorption<sup>16, 84</sup>. Celui-ci associe un matériau polymère bon absorbant infrarouge dans la gamme 5-12µm et un réflecteur (constitué en or) rejetant les infrarouges dans cette même plage de longueur d'onde. Différents polyimides thermostables (Dupond, HD microsystems...), concus pour la fabrication de composants microélectroniques, ont été élaborés et caractérisés depuis plus d'une décennie à l'IEMN<sup>16, 100</sup>. Ces polymères photosensibles permanents présentent le double avantage d'être d'une part faiblement conducteur thermique (convient pour minimiser la conductance thermique planaire) et d'autre part leurs résistances aux acides et solvants en font des matériaux de choix pour passiver la surface des capteurs. En outre, son utilisation permet d'isoler électriquement la thermopile en la passivant. Par ailleurs, des études mécaniques ont montré un faible niveau de contrainte de ces couches compatibles avec notre technologie de membranes suspendues<sup>16</sup>. Dans tous les cas, ceux-ci ont été utilisés comme les résines et déposés sur le wafer à l'aide de systèmes d'enduction avec l'emploi de promoteur d'adhérence adéquat. La viscosité du polyimide relativement élevée a nécessité de nombreux tests de dépôts avec des étapes de pré-étalement à faible vitesse pour assurer l'homogénéité de la couche déposée. La quantité de polyimide nécessaire pour chaque dépôt a ainsi été évaluée de façon précise pour éviter les effets de « boursouflure » à la périphérie du wafer (pouvant atteindre plusieurs dizaines voire centaines de microns), phénomène critique pour les étapes technologiques suivantes<sup>16</sup>.

Le polyimide de dernière génération HD-4110 est un polymère photonégatif qui permet de libérer facilement par photolithographie les plots de contacts électriques. La polymérisation après dépôt à la tournette, insolation et révélation se fait dans un four tubulaire à atmosphère contrôlée avec un cycle de traitement thermique présentant des températures maximales de 360°C.



(a) (b) Figure 21 Photographies d'un  $\mu$ CIR 1<sup>ère</sup> génération : (a) au MEB des différentes couches du µCIR et (b) au microscope optique après réalisation de la partie radiative

Un bon compromis est obtenu avec une épaisseur après polymérisation de l'ordre de 10µm permettant une absorptivité dans l'infrarouge proche de 0.9<sup>16,100</sup>. Le réflecteur est réalisé avec un dépôt métallique Ti (10 nm) / Au (150nm), épaisseur suffisante pour rejeter 97% de l'infrarouge incident. Certaines de nos analyses en spectroscopie infrarouge par transmission ont montré qu'en deça de 100 nm, l'or avait un coefficient en transmission qui n'était plus négligeable.

#### II.2.c.5 Micro usinage du substrat par la face arrière

Le micro usinage du substrat de silicium a pour but de creuser les membranes par la face arrière sous chacune des zones chaudes et froides de manière à augmenter la résistance thermique transversale et ainsi augmenter la différence de température aux extrémités de chacun des thermocouples.

D'un point de vue thermique, compte tenu de la forte conductivité du silicium, l'épaisseur du wafer a peu d'importance. Néanmoins, ne disposant à l'époque que de procédés de gravure chimique pour creuser le silicium et libérer les membranes, notre choix avait été conditionné par la cristallographie des wafers de silicium en privilégiant des substrats orientés  $\langle 110 \rangle$  en surface. La sélectivité de gravure (~ 400) entre les plans (110) et  $\langle 111 \rangle$ , permettait d'utiliser les plans perpendiculaires (111) comme des plans d'arrêts pour réaliser des flancs droits (cf. photo ci-contre).



Figure 22

La gravure chimique humide anisotrope utilisant de l'hydroxyde de potassium à une température de 80 °C permettait des gravures avec des vitesses d'environ 1 à 2µm/min, adéquates avec notre process. La bicouche SiO<sub>2</sub>/Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub> utilisée pour maintenir les structures de membranes suspendues a été déposée sur les deux faces du substrat, et est utilisée comme masque physique lors de la gravure chimique du substrat de silicium. Ce masque est réalisé sur la face arrière en dégageant les motifs représentant les membranes par gravure RIE de la bicouche à l'aide de gaz fluorés (trifluorométhane CHF<sub>3</sub> et tétrafluorométhane CF<sub>4</sub>).



Figure 23 Photographies face arrière du  $\mu$ CIR

Les photos (Figure 23) montrent des exemples de µCIR réalisés sur multi membranes.

## II.2.d Modélisation de la 1<sup>ère</sup> génération de µCIR multimembranes

La première modélisation analytique, mise en œuvre pour optimiser les  $\mu$ CIR sur multi membranes, a permis de prévoir le profil en température sur les zones absorbantes et réflectrices afin d'évaluer la tension délivrée par la thermopile et les différentes caractéristiques telles que la sensibilité, les coefficients d'influence à la convection et à la température de l'air. L'objectif a été de calculer ces paramètres en fonction des dimensions structurales et des propriétés physiques des matériaux constituant les  $\mu$ CIRs telles que le pouvoir thermoélectriques, les conductivités thermiques, les absorptivités<sup>101</sup>.



#### Figure 24 Elaboration de la couche équivalente au niveau d'un réflecteur

Le transfert de chaleur dans ces  $\mu$ CIR multi membranes périodiques a été modélisé en utilisant un modèle de membrane unique qui suppose que chaque structure suspendue de membrane est thermiquement indépendante. La cellule élémentaire correspond à une membrane supportée par deux piliers de silicium représentée sur la figure 24a. Une structure équivalente simple est représentée sur la même figure, où  $\kappa_{eq}$  est la conductivité thermique équivalente de la membrane. La conductance thermique de la membrane équivalente, sous la zone avec réflecteur, est donnée par l'équation 24 :

$$\kappa_{eq} \cdot e_t = \kappa_1 \cdot e_1 + \kappa_2 \cdot e_2 + \kappa_3 \cdot e_3 + \kappa_4 \cdot e_4 + \kappa_5 \cdot e_5 \cdot p/p + i \quad (W/K) \qquad éq. 34$$

Où  $\kappa_1 = 1.4$ ,  $\kappa_2 = 20$ ,  $\kappa_3 = 0.2$ ,  $\kappa_4 = 318$ ,  $\kappa_5 = 35$  W/(m.K) et e<sub>1</sub>, e<sub>2</sub>, e<sub>3</sub>, e<sub>4</sub>, e<sub>5</sub> représentent les conductivités thermiques et les épaisseurs respectives des couches de SiO<sub>2</sub>, Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, polyimide, réflecteur métallique et polysilicium. De plus, e<sub>t</sub> représente l'épaisseur totale de la membrane, p la largeur de la ligne de polysilicium et i celle de l'interligne séparant les pistes de polysilicium. Dans le cas de la zone absorbante l'expression est identique mais le terme correspondant au métal réflecteur s'annule ( $\kappa_4.e_4 = 0$ ).

Bien que la géométrie des microcapteurs soit tridimensionnelle, l'étude a pu être réduite à une dimension. Les membranes supportant les thermocouples étant suspendues et extrêmement fines, le flux transversal peut être négligé. Par ailleurs la grande densité des pistes thermoélectriques en polysilicium ayant une forte conductivité thermique, on peut négliger les fluctuations le long de l'axe y (fig 25).



Figure 25 Bilan thermique sur une membrane

Les trois mécanismes de transfert de flux de chaleur : conduction, convection et rayonnement doivent être prises en compte<sup>102</sup>. Compte tenu de l'élément, dx, sur la couche unique équivalente (Figure ci-dessous), le bilan thermique peut être exprimé comme suit:

$$\Phi(x + dx) = \Phi(x) - \Phi_{Csup}(x) - \Phi_{Cinf}(x) + \Phi_R(x) \qquad \text{éq. 35}$$

Où :

- $\Phi(x)$  représente la flux de chaleur par conduction circulant dans la couche unique équivalente,
- $\Phi_{Cinf}(x)$  et  $\Phi_{Csup}(x)$  les flux de chaleur de convection échangés avec l'environnement :

$$\Phi_{Csup}(x) = h. (T(x) - T_a). w. dx \qquad \qquad \acute{eq. 36}$$

$$\Phi_{Cinf}(x) = h' \cdot (T(x) - T_{sub}) \cdot w \cdot dx \qquad \qquad \acute{eq. 37}$$

avec h le coefficient d'échange par convection au-dessus de la membrane estimé à  $35W/(m^2.K)^{103,\ 104}$ , h' le coefficient d'échange par conduction en dessous de la membrane correspondant à la conductance thermique de la lame d'air entre la membrane et le support sur lequel repose le capteur (h'=  $\kappa_{air} / e_{air} \sim 63W/(m^2.K)$ ,

avec  $\kappa_{air} = 0.024$  W/(m.K) et  $e_{air} = 380 \ \mu$ m), T<sub>a</sub> et T<sub>sub</sub> les températures de l'air et du substrat.

-  $\Phi_R(x)$  le flux thermique net échangé par le rayonnement infrarouge sur chacune des zones<sup>105</sup> :

$$\Phi_{R_{NETabsorbant}} = \varphi_{R_{NETabsorbant}} \cdot w \cdot dx = a_1 \cdot (E - \sigma_0 \cdot T_{sub}^4) \cdot w \cdot dx \quad \acute{eq} \cdot 38$$

$$\Phi_{R_{NETréflecteur}} = \varphi_{R_{NETréflecteur}} \cdot w \cdot dx = a_2 \cdot (E - \sigma_0 \cdot T_{sub}^4) \cdot w \cdot dx \quad éq. 39$$

avec  $a_1 = 0.9$  l'absorptivité du polyimide et  $a_2 = 0.05$  absorptivité du réflecteur en or<sup>16</sup>,  $\varphi_{R_{NET}}$  caractérise la densité de flux net échangée pour chacune des zones.

La variation de flux à travers l'élément dx est obtenue en dérivant l'équation éq.35 :

$$\frac{d\Phi}{dx} = \frac{\Phi(x+dx) - \Phi(x)}{dx} = w. \left[ -h. \left( T(x) - T_a \right) - h'. \left( T(x) - T_{sub} \right) + \varphi_{R_{NET}} \right] \quad éq. \ 40$$

La loi de Fourier liant la densité de flux à travers la membrane à la variation de température donne :

$$\varphi(x) = -\kappa_{eq} \cdot \frac{dT}{dx} \qquad \qquad \acute{eq}. \ 41$$

La distribution de la température le long de la membrane (largeur élémentaire w = 1m) est régie par l'équation différentielle suivante pour chacune des zones :

$$\frac{d^2T(x)}{dx} - \gamma^2 \cdot T(x) = K \qquad \qquad \acute{eq. 42}$$

où  $\gamma^2 = \frac{h+h'}{\kappa_{eq} \cdot e_t}$  représente la constante de propagation le long de la couche équivalente et  $h.T_a+h'.T_{sub}+\varphi_{R_{supp}}$ 

$$K = \frac{\kappa_{NET}}{\kappa_{eq} \cdot e_t}$$
 caractérise les échanges de chaleur entre la membrane et son environnement.

La résolution de l'équation éq.42 a permis d'obtenir l'évolution du profil de température le long de la membrane pour chacune des zones<sup>58</sup> :

$$T(x) = \left(T_{sub} + \frac{\kappa}{\gamma_i^2}\right) \cdot \left[ch\gamma_i x - th\left(\gamma_i \cdot \frac{l_i}{2}\right) \cdot sh(\gamma_i \cdot x)\right] - \frac{\kappa}{\gamma_i^2} \qquad \acute{eq. 43}$$

Ainsi, chaque zone présente une constante de propagation et une longueur de zone considérée (l'indice i caractérisant la zone absorbante ou réflectrice). L'évolution du profil de température sur chacune des zones a pu être traitée de manière indépendante.

Les modélisations ont montré que pour obtenir le gradient de température maximal (sous un éclairement énergétique  $E(W/m^2)$ ) tout en minimisant l'influence de la convection, les jonctions chaudes et froides des microthermocouples devaient être respectivement situées au centre de chaque zone absorbante ou réflectrice (x=L<sub>i</sub>/2). La tension Seebeck (éq. 4) s'écrit alors :

$$V = N. \alpha_{NP} \left[ \frac{h}{h+h'} (k_1 - k_2) (T_a - T_{sub}) + \frac{E - \sigma. T_{sub}^4}{h+h'} ((1 - k_1). a_1 - (1 - k_2). a_2) \right] \dot{e}q. 44$$

où  $k_i = \frac{1}{ch(\gamma_i, L_i/2)}$  sont des constantes caractérisant les zones absorbantes et réflectrices, L<sub>i</sub> les longueurs de ces zones et a<sub>i</sub> les coefficients d'absorptivité de ces deux zones.

#### II.2.e Caractéristiques des µCIRs multimembranes

#### II.2.e.1 Méthodes de caractérisation

L'équation (éq. 44) montre que la f.e.m. (V) délivrée par le  $\mu$ CIR est proportionnelle au flux net d'origine radiative absorbé par son revêtement constitué alternativement de zones absorbantes et réflectrices et par suite à l'éclairement énergétique E(W/m<sup>2</sup>) (*V*=*f*(*E*)). La sensibilité S<sub>E</sub> est directement déduite de cette courbe (éq.28).

La sensibilité à l'éclairement énergétique dépend des propriétés thermiques et spectrales du  $\mu$ CIR et est déduite des équations éq.28 et éq. 36 :

$$S_E = \frac{N.\alpha_{NP}}{h+h'} \cdot \left[ (1-k_1) \cdot a_1 - (1-k_2) \cdot a_2 \right] \qquad \text{éq. 45}$$

Le coefficient d'influence à la température du gaz environnant, est déduit à partir des équations éq.29 et éq.36 :

$$C_{T_a} = N. \alpha_{NP}. \frac{h}{h+h'}. (k_2 - k_1)$$
 éq. 46

Un banc de mesure spécifique a été réalisé au laboratoire pour caractériser les capteurs infrarouges<sup>106</sup>. Celui-ci est constitué d'une plaque cible de  $20x20 \text{ cm}^2$  régulée en température  $T_{cible}$  entre 20 et 100°C d'émissivité proche de 0.95. Le capteur à caractériser est disposé sur une plaque en aluminium, de même surface et d'émissivité voisine de 0.1, maintenue à température constante grâce à un circuit de refroidissement à eau. Les deux plaques sont disposées l'une en regard de l'autre sur des axes parallèles à une distance d de sorte que le capteur soit en influence quasi-totale face à la cible (facteur de forme proche de 1)<sup>58</sup>.



Figure 26 Exemple de caractérisation d'un µCIR multimembranes de 3x3mm<sup>2</sup>

Dans ces conditions, l'éclairement issu de la plaque chauffante est directement fonction de la puissance quatrième de sa température. Un exemple de réponse du  $\mu$ CIR est donné sur la Figure 26. La pente de la caractéristique V(E) linéaire donne la sensibilité S<sub>E</sub> du  $\mu$ CIR (éq. 28).

Pour évaluer l'influence de la température de l'air sur les  $\mu$ CIR, une méthode consiste à élever la température de la lame d'air entre le capteur est la plaque cible, dont la température est fixée à 100°C, en faisant varier la distance d qui les sépare. La température moyenne T<sub>a</sub> de la lame de l'air emprisonnée est mesurée par thermocouple (celle-ci varie de 40°C à 70 °C pour des distances d de 2.5cm et de 1.5cm). La tension délivrée est relevée dans chaque position de plaques et la valeur  $\Delta V/\Delta T_a$  est calculée <sup>60</sup>. Le facteur de forme varie très peu (de 0.98 à 0.95) <sup>58</sup>. Dans ces conditions, le coefficient C<sub>Ta</sub> est déterminé à partir de l'équation éq. 29.

Par la suite, pour la  $2^{ime}$  génération de  $\mu$ CIR la mesure du coefficient d'influence de l'air à l'aide d'un ventilateur qui a permis de faire varier la vitesse de l'air. Celle-ci étant mesurée à proximité du capteur par un anémomètre. Les f.é.m. du  $\mu$ CIR ont été relevées en fonction de la température de la cible et de la vitesse de l'air. Le coefficient C<sub>u</sub> est calculé à l'aide de l'équation éq. 31.

# II.2.e.2 Performances des µCIRs sur multi membranes

Le modèle décrit précédemment reposant sur la résolution unidimensionnelle de l'équation de la chaleur a permis la détermination de la tension délivrée par le  $\mu$ CIR soumis à un rayonnement énergétique infrarouge E(W/m<sup>2</sup>). A partir de l'équation éq.36, les performances des  $\mu$ CIR 1ère génération identifiées ont pu être déterminées mathématiquement afin de minimiser les perturbations introduites par différentes grandeurs d'influence, telles que la température du gaz environnant et les mouvements de convections représentées par les coefficients C<sub>Ta</sub> et C<sub>u</sub>.

L'influence de ce coefficient parasite n'apparaît que si la température de l'air est différente de la température du capteur. Un ajustement des longueurs de l'absorbant et du réflecteur permet d'annuler ce terme (éq. 46, condition à réaliser k1=k2).

Surface active (mm <sup>2</sup> )	Nombre de membranes	Longueur des membranes (µm)	Résistance électrique (kΩ)	Sensibilité S <sub>E</sub> (µV/(W/m²))	C <sub>Ta</sub> (mV/K)	NETD à 300 K (mK)
5 x 5	5	970	398	72	2.8	0.18
5 x 5	4	635	500	47	1.5	.32
3 x 3	3	220	93	17	0.9	.38

Les performances des  $\mu$ CIR réalisés dans le cadre de la thèse de doctorat de M. Boutchich<sup>58</sup> sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau 1 Résultats obtenus avec 3 µCIR de dimensions différentes

Le modèle analytique avait permis de prédire une valeur optimale de la sensibilité  $S_E$  et une insensibilité à la température de l'air pour des  $\mu$ CIR associant 5 membranes. Les capteurs optimisés de surface 6x5 mm<sup>2</sup> étaient constitués de 144 thermocouples de pouvoirs thermoélectriques équivalents de 350 $\mu$ V/K (association de thermoéléments dopés Phosphore et Bore). La sensibilité à l'éclairement maximale atteignant 109  $\mu$ V/(W/m<sup>2</sup>) avec une résistance de 341 k $\Omega$  et un NETD de 0,12 mK. L'ouverture de la membrane absorbante étant de L<sub>1</sub> = 942  $\mu$ m et celle de la membrane réflectrice étant de L<sub>2</sub> = 1212  $\mu$ m en maintenant une largeur de pilier de 200  $\mu$ m (limite liée à la gravure du silicium par voie humide).

La technologie de fabrication mise en œuvre a permis une très bonne reproductibilité des  $\mu$ CIRs avec un facteur de dispersion de la sensibilité très faible et des valeurs prévues par la modélisation présentant une erreur inférieure à 5%.

Cependant, cette technologie ne permet pas de réduire fortement la dimension des  $\mu$ CIR. En effet, lorsque la membrane devient très courte il n'est plus possible de creuser totalement le substrat. La solution de gravure humide (KOH) ne peut plus circuler entre les fentes inter-piliers (cf. photographie face arrière Figure 23a). Par ailleurs, l'arrangement des plans cristallins dans le silicium (angle de 54.7°) ne permettait pas d'obtenir, par voie de gravure chimique humide, des flancs de gravure verticaux sur les côtés latéraux des membranes (cf. Figure 23b – ainsi une ouverture de membrane de largeur 1mm entraine une sous gravure totale latérale de 2 x 578  $\mu$ m). Le problème de gravure des fentes très étroites à travers tout le substrat et l'anisotropie de la gravure KOH resteront toujours des facteurs très limitant notamment pour la densité d'intégration et la miniaturisation des  $\mu$ CIR.

## II.3 Microradiomètre infrarouge de 2<sup>nd</sup> génération - imagerie basse résolution

## II.3.a Miniaturisation des µCIRs - réalisation sur monomembrane

Par la suite, l'acquisition d'un bâti de gravure profonde et sèche de la société STS (Surface Technology System) par ICP (Inductive Coupled Plasma) a permis de lever un verrou technologique en autorisant la gravure sèche anisotropique du substrat de silicium suivant des flancs droits, ouvrant de nouvelles perspectives et notamment la miniaturisation maximale des capteurs. S'en suivit rapidement le développement d'une nouvelle génération de capteurs radiatifs IR mono-membrane de très petites dimensions<sup>60</sup>. Cette nouvelle famille de µCIR a été réalisée dans le cadre d'une ARC en ingénierie urbaine (action régionale concertée en partenariat avec la région Nord-Pas de calais et les laboratoires régionaux LML et LAMH) qui avait comme objectif « la réalisation de réseaux de micro-capteurs thermoélectriques en technologie Silicium destinés à introduire des fonctionnalités innovantes à faibles coûts dans l'habitat social ». Il s'agissait, alors, de développer des systèmes de détection de présence intelligents capables de discriminer un adulte d'un enfant, ou même d'un animal domestique, sans qu'ils soient trop intrusifs dans l'intimité des personnes. L'analyse d'image IR basse résolution utilisant l'association de plusieurs capteurs radiatifs IR mono-membranes a été une solution innovante qui, par ailleurs, permettait de faire sauter le verrou technologique du coût des matrices imageantes classiques.

La Figure 27 ci-dessous illustre un exemple du  $\mu$ CIR réalisé sur monomembrane. L'idée est d'aligner les deux jonctions de chaque thermocouple sur la même membrane suspendue. Plusieurs configurations de  $\mu$ CIR comportant une partie réflectrice et une partie absorbante ou comportant plusieurs zones absorbantes et réflectrices ont été étudiées en vue d'avoir les meilleures performances et notamment une détectivité D<sup>\*</sup> améliorée.

Un modèle mathématique établi sous « *mathcad* », développé dans le cadre de la thèse de doctorat de Mehdi Haffar<sup>60</sup>, a permis d'optimiser le positionnement des jonctions des thermocouples afin d'obtenir à la fois les meilleures performances et garantir l'insensibilité aux grandeurs parasites. Comme pour les travaux de M. Boutchich, l'étude a été amenée à un modèle unidimensionnel justifié par la périodicité de la thermopile planaire et au grand rapport d'aspect entre l'épaisseur de la membrane et ses dimensions latérales. La modélisation mise en œuvre repose sur les mêmes lois qui régissent l'évolution de la température le long de la membrane suspendue selon l'axe x.



Figure 27 (a) Vue éclatée du µCIR monomembrane et (b) Vue en coupe

#### II.3.b Modélisation et optimisation des µCIR monomembrane

#### II.3.b.1 Immunisation contre influence de l'air

Réaliser les  $\mu$ CIRs en disposant toutes les jonctions des thermocouples sur une même membrane a nécessité de nombreuses modélisations pour trouver les équilibres thermiques de la structure toujours afin de s'affranchir de l'encapsulation<sup>107</sup>. Une grande partie du travail de modélisation a été d'une part de déterminer de façon optimale les longueurs des zones absorbantes et réflectrices (ainsi que le nombre) pour une ouverture de membrane donnée et d'autre part de positionner les jonctions des thermocouples pour équilibrer les effets de l'environnement sur chacune d'entre elles afin de les annuler par compensation.



Figure 28 Schéma équivalent du µCIR monomembrane : (a) section transversale le long d'une ligne d'une bande de thermopile avec une épaisseur de membrane élargie, (b) coupe transversale schématique équivalente utilisée pour la modélisation, (c) zoom sur deux lignes de la bande de la thermopile.

La Figure 28 illustre le schéma équivalent du  $\mu$ CIR monomembrane. Si on considère que les conditions limites sont connues en un point  $x_0$  de la membrane, il est possible de résoudre l'équation éq. 42, ainsi :

Quel que soit  $x > x_0$ :

$$T(x) = \left(T(x_0) + \frac{\kappa}{\gamma^2}\right) \cdot ch\left(\gamma(x - x_0)\right) - \frac{\Phi(x_0)}{\kappa_{eq} \cdot e_t \cdot \gamma} \cdot sh\left(\gamma(x - x_0)\right) - \frac{\kappa}{\gamma^2} \qquad \qquad \acute{eq. 47}$$

et avec l'équation éq. 41, le flux thermique à travers la membrane est :

$$\Phi(x) = \kappa_{eq} \cdot e_t \cdot \gamma \cdot \frac{dT(x)}{dx} = -\kappa_{eq} \cdot e_t \cdot \gamma \cdot \left(T(x_0) + \frac{\kappa}{\gamma^2}\right) \cdot sh\left(\gamma(x - x_0)\right) + \Phi(x_0) \cdot ch\left(\gamma(x - x_0)\right) \acute{eq} \cdot 48$$

Les deux équations (éq. 46 et éq. 47) peuvent être écrites pour une membrane composée de plusieurs absorbants et de plusieurs réflecteurs. La figure donne l'exemple le plus simple qui correspond à une membrane composée d'un seul absorbant et d'un seul réflecteur. L'évolution spatiale de la température est totalement différente suivant que la zone est absorbante ou réflectrice.

Pour la zone absorbante, les conditions limites sont :

$$x_0 = 0$$
$$T(x_0) = T_1 = T_{sub}$$
$$\Phi(x_0) = \Phi_1$$

En x =  $L_{abs}$  (longueur de l'absorbant) les équations éq.46 et éq.47 deviennent :

$$T_{2} = \left(T_{sub} + \frac{K_{abs}}{\gamma_{abs}^{2}}\right) \cdot ch(\gamma_{abs}, L_{abs}) - \frac{\Phi_{1}}{\kappa_{eq_{abs}} \cdot e_{t_{abs}} \cdot \gamma_{abs}} \cdot sh(\gamma_{abs}, L_{abs}) - \frac{K_{abs}}{\gamma_{abs}^{2}} \qquad \acute{eq}. 49$$

$$\Phi_2 = -\kappa_{eq_{abs}} \cdot e_{t_{abs}} \cdot \gamma_{abs} \cdot \left( T_{sub} + \frac{\kappa_{abs}}{\gamma_{abs}^2} \right) \cdot sh(\gamma_{abs} \cdot L_{abs}) + \Phi_1 \cdot ch(\gamma_{abs} \cdot L_{abs}) \qquad \acute{eq. 50}$$

avec

$$\gamma_{abs}^{2} = \frac{h+h'}{\kappa_{eq_{abs}} \cdot e_{t_{abs}}}$$
 et  $K_{abs} = \frac{h \cdot T_a + h' \cdot T_{sub} + \varphi_{R_{NETabsorband}}}{\kappa_{eq_{abs}} \cdot e_{t_{abs}}}$ 

Pour la zone réflectrice, les conditions limites sont :

$$\begin{split} x_0 &= L_{abs} \\ T(x_0) &= T_2 \\ \Phi(x_0) &= \Phi_2 \\ T(L_{abs} + L_{refl}) &= T_3 = T_{sub} \end{split}$$

En x =  $L_{abs}+L_{refl}$  ( $L_{refl}$  longueur du réflecteur) les équations éq. 46 et éq. 47 deviennent :

$$T_{sub} = \left(T_2 + \frac{K_{refl}}{\gamma_{refl}^2}\right) \cdot ch(\gamma_{refl}, L_{refl}) - \frac{\Phi_2}{\kappa_{eq_{refl}} \cdot e_{t_{refl}} \cdot \gamma_{refl}} \cdot sh(\gamma_{refl}, L_{refl}) - \frac{K_{refl}}{\gamma_{refl}^2} \qquad \qquad \acute{eq. 51}$$

$$\Phi_3 = -\kappa_{eq_{refl}} \cdot e_{t_{refl}} \cdot \gamma_{refl} \cdot \left(T_2 + \frac{\kappa_{refl}}{\gamma_{refl}^2}\right) \cdot sh(\gamma_{refl} \cdot L_{refl}) + \Phi_1 \cdot ch(\gamma_{refl} \cdot L_{refl}) \qquad \qquad \acute{eq. 52}$$

avec

$$\gamma_{refl}^{2} = \frac{h+h'}{\kappa_{eq_{refl}} \cdot e_{t_{refl}}} \qquad \text{et} \qquad K_{abs} = \frac{h \cdot T_a + h' \cdot T_{sub} + \varphi_{R_{NET}réflecteur}}{\kappa_{eq_{refl}} \cdot e_{t_{refl}}}$$

La résolution du système d'équations (éq. 48, éq. 49, éq. 50 et éq. 51) permet de déterminer les flux thermiques  $\Phi_1$ ,  $\Phi_2$ ,  $\Phi_3$  et la température T<sub>2</sub>.

Connaissant ces valeurs, il est alors possible, à partir de l'équation éq. 46 de déduire l'évolution de la température en fonction de x pour la zone absorbante ( $0 < x < L_{abs}$ ) :

$$T(x) = \left(T_{sub} + \frac{K_{abs}}{\gamma_{abs}^2}\right) \cdot ch(\gamma_{abs} \cdot x) - \frac{\Phi_1}{\kappa_{eq_{abs}} \cdot e_{t_{abs}} \cdot \gamma_{abs}} \cdot sh(\gamma_{abs} \cdot x) - \frac{K_{abs}}{\gamma_{abs}^2} \qquad \qquad \acute{eq. 53}$$

De la même façon, l'évolution de la température en fonction de le long de la zone réflectrice  $(L_{abs} < x < L_{abs} + L_{refl})$  est :

$$T(x) = \left(T_2 + \frac{K_{refl}}{\gamma_{refl}^2}\right) \cdot ch\left(\gamma_{refl} \cdot (x - L_{abs})\right) - \frac{\Phi_2}{\kappa_{eq_{refl}} \cdot e_{t_{refl}} \cdot \gamma_{refl}} \cdot sh\left(\gamma_{refl} \cdot (x - L_{abs})\right) - \frac{K_{refl}}{\gamma_{refl}^2} \acute{eq}. 54$$

Les équations éq. 52 et éq. 53 permettent de déterminer la différence de température entre deux jonctions successives de la thermopile. Pour compenser l'influence de la température ambiante et optimiser la sensibilité, une méthode numérique de positionnement des jonctions a été développée. Si on suppose que celles-ci sont localisées à  $J_1$  et à  $J_2$  sous respectivement la zone absorbante et la zone réflectrice le long de l'axe x, nous avons :

$$\Delta \theta = \theta(J_1) - \theta(J_2) \qquad \qquad \acute{eq. 55}$$

Pour obtenir une valeur maximale de la tension délivrée qui ne dépende que de l'éclairement énergétique, cette différence de température  $\Delta \theta$  doit être maximale pendant l'annulation de l'influence l'air. Il s'agit en effet d'obtenir un écart de température entre la jonction chaude et froide essentiellement généré par la variation de l'éclairement énergétique et non par la variation de la température d'air.

Les dispositions optimales des jonctions des thermocouples  $(J_1, J_2)$  doivent être déterminées par deux conditions lorsque la température de l'air est différente de la température du substrat  $(T_a \neq T_{sub})$ :

- $\Delta \theta$  doit être maximale lorsque le bilan radiatif entre le  $\mu$ CIR et son environnement est non nul. Celui-ci est représenté par les flux nets échangés par chacune des zones  $\phi_{\text{Netabsorbant}} > 0$  et  $\phi_{\text{Netreflecteur}} > 0$  (cf. éq. 38 et éq. 39).
- $\Delta \theta$  doit être nulle lorsque le bilan radiatif entre le  $\mu$ CIR et son environnement est nul ( $\varphi_{Netabsorbant} = 0$  et  $\varphi_{Netreflecteur} = 0$ ).

Le programme établi sous mathcad a permis de calculer  $\theta(x)$  le long de la membrane et d'extraire les données résultantes des emplacements précis des jonctions (J<sub>1</sub>, J<sub>2</sub>) correspondants aux deux conditions optimales. A titre d'exemple de cette procédure d'optimisation, la figure 29 représente les résultats pour deux cas d'éclairement énergétique : la courbe supérieure correspond à un bilan radiatif non nul et la courbe inférieure à un bilan radiatif nul. Les températures de l'air et du substrat étant respectivement à 298K et 293K. La position des

jonctions est choisie en vue d'obtenir un gradient de température  $\Delta \theta$  maximal pour un flux net échangé positif et un gradient de température  $\Delta \theta$  nul pour un flux net échangé nul.



Figure 29 Exemple d'évolution de la température  $\theta(x)$  le long d'une membrane de 3 mm de longueur pour  $E = 1000 \text{ W/m}^2$  et  $E = 420 \text{ W/m}^2$  avec  $T_a = 298K$  et  $T_{sub} = 293K$ 

Il est a noter que le rapport entre la longueur de la zone absorbante et celle de la zone réflectrice joue un rôle important. Pour des longueurs extrêmes de la zone absorbante (20 % ou 80 % de la longueur totale), la sensibilité est très faible. Les calculs ont montré que quelle que soit la longueur de la membrane, la configuration optimale est obtenue lorsque la longueur de la zone réflectrice est égale à celle de la zone absorbante<sup>107</sup>.

Longueur de la membrane (mm)	1	2	3	4	5	6	10	15	20
Sensibilité S <sub>E</sub> /piste (µV/(W.m <sup>-2</sup> )	0,12	0,43	0,79	1,12	1,38	1,59	1,96	2,07	2,09
C <sub>Ta</sub> /piste (W/m <sup>2</sup> .K)					< 0,1				

Tableau 2 Caractéristiques d'un microcapteur avec une zone absorbante et une zone réflectrice

Le Tableau 2 résume les résultats du modèle avec des longueurs de zones égales pour une piste thermoélectrique présentant un thermocouple plaqué (pouvoir thermoélectrique équivalent ~  $260\mu$ V/K). Celui-ci montre que la sensibilité à l'éclairement pour une piste thermoélectrique tend vers  $2.1\mu$ V/(W.m<sup>-2</sup>) et dans tous les cas il est possible d'ajuster les positions des jonctions pour avoir un coefficient C<sub>Ta</sub>/piste inférieur à 0.1W/(m<sup>2</sup>.K). Cette valeur traduit le fait qu'une variation de la température d'air de 1°C provoque la même variation de f.e.m. qu'une variation d'éclairement énergétique extrêmement faible de 0,1 W/m<sup>2</sup> (relation éq. 27). En influence totale, cela représente par exemple une variation de température de cible de 0.016 °C autour de 27 °C.

# II.3.b.2 Microcapteurs monomembranes à multizones

Dans le cas d'un  $\mu$ CIR monomembrane constitué de n zones (n/2 zones absorbantes et n/2 zones réflectrices), nos simulations ont montré que pour annuler l'influence de la température de l'air le nombre de zones absorbantes et réflectrices devait être identique<sup>60</sup>. Les jonctions J<sub>2p+1</sub> et J<sub>2p+2</sub>

sont positionnées sous respectivement les zones absorbantes et réflectrices. Les jonctions froides extrêmes sont situées sur le substrat ( $T_{J_o} = T_{J_{n+1}} = T_{sub}$ ). La tension délivrée par une piste de la thermopile peut être exprimée par :

$$V = (\alpha_2 - \alpha_1) \sum_{p=0}^{n/2} \left( T_{J_{2p+1}} + T_{J_{2p}} \right)$$
 éq. 56

Comme précédemment, le logiciel recherche les positions optimales de n jonctions situées sur la membrane de manière à annuler l'influence de la température d'air tout en maximisant la sensibilité à l'éclairement énergétique. Les compensations en températures se font par paires et par zones. Le point  $J_1$  compensé par le point  $J_n$ , le point  $J_2$  compensé par le point  $J_{n-1}$ ,... La Figure 30 illustre un exemple avec le cas d'un microcapteur à 6 zones sur membrane de 3mm.



Figure 30 Détermination de la position optimale des jonctions pour une structure à six zones

Les résultats obtenus avec les modélisations des  $\mu$ CIRs monomembranes à multizones sont résumés sur la figure 31 représentant l'évolution de la sensibilité à l'éclairement énergétique par piste en fonction de la longueur de la membrane carrée.



Figure 31 Sensibilité totale des µCIRs en fonction de la surface de la monomembrane

Pour ces simulations, la largeur de piste de la thermopile a été fixée à 50  $\mu$ m et celle de l'interpiste à 20 $\mu$ m (ce qui correspond à un nombre de thermocouples allant de 14 pour la monomembrane de 1mm<sup>2</sup> à 2 zones à 512 pour la monomembrane de 36mm<sup>2</sup> à 12 zones). Dans les cas où le coefficient d'influence à la température d'air C<sub>Ta</sub> est choisi inférieur à 0.1 W/(m<sup>2</sup>.K), les résultats de simulations ont montré que pour des surfaces de membrane inférieures à 6x6 mm<sup>2</sup> la structure à deux zones est la plus performante en termes de sensibilité. Néanmoins, plusieurs configurations de capteurs monomembranes de surface (3x3 mm<sup>2</sup> et 5x5 mm<sup>2</sup>) comportant deux et quatre zones ont été réalisées afin de valider le modèle mathématique.

#### II.3.a Evolution de la technologie des microcapteurs monomembranes

## II.3.a.1 Gravure profonde et sèche du silicium par ICP

Pour fabriquer cette deuxième génération de  $\mu$ CIR plusieurs adaptations ont été nécessaires et de nombreuses études technologiques ont été réalisées. La principale innovation, qui a permis l'ouverture des membranes de très petite dimension, a été l'utilisation de la gravure du substrat par face arrière réalisée par ICP (Inductive Coupled Plasma) dans un bâti de gravure profonde et sèche STS (Surface Technology System)<sup>108, 109, 110, 111</sup>. La gravure plasma DRIE (Dry *reactive-ion etching*) générée par un puissant champ magnétique créé par radiofréquence (RF) permet la gravure anisotrope profonde du silicium avec des rapports d'aspects allant jusqu'à 100 :1. La haute densité de plasma et la faible pression de l'enceinte, ont offert une vitesse de gravure élevée (jusqu'à 5.4 µm/mn) et une belle uniformité. Deux sources (RF et DC) sont utilisées pour augmenter et contrôler la densité du plasma. Comme pour la gravure chimique la bicouche SiO<sub>2</sub>/Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub> déposée sur la face arrière permet de réaliser le masque physique nécessaire à la gravure profonde du silicium (cf. II.2.c.1). Cependant une épaisseur supplémentaire de résine 4562 de 3µm a été nécessaire pour permettre la gravure des 380µm de silicium due à la sélectivité de gravure du procédé STS-ICP.

L'oxygène est utilisé pour graver les résidus de résine AZ4562 qui peuvent se redéposer pendant la gravure. Les atomes de fluor sont utilisés comme éléments réactifs pour graver le silicium. L'hexafluorure (SF<sub>6</sub>) fournit suffisamment d'atomes de fluor. Cependant, la seule utilisation du SF<sub>6</sub> rend fortement isotropique la gravure. Pour obtenir des flancs droits (rapport d'aspect très élevé), la gravure est constituée d'une succession périodique d'alternances gravure/passivation de quelques secondes chacune (la passivation à base de polymérique isotropique de  $_nCF_2$  nécessite l'introduction d'octafluorocyclobutane C<sub>4</sub>F<sub>8</sub> dans l'enceinte pendant cette phase). La puissance mise en jeu pour ioniser le gaz pendant la gravure atteint 2200W et est de 1500W pendant la phase de passivation. La seconde source DC de 60W permet de concentrer le plasma vers le fond des trous creusés dans le silicium. La passivation polymérique de  $_nCF_2$  située au fond des trous est enlevée beaucoup plus rapidement que celle des flancs. Le silicium exposé au plasma est, à ce moment-là, gravé par des atomes de fluor <sup>60</sup>.

Les puissances d'ionisation et de bombardement ionique, ainsi que la durée de la gravure augmentent considérablement la température dans le bâti. Le wafer doit être refroidi pour garantir la réussite de cette étape. La température élevée du substrat augmente la vitesse de gravure et surtout la rend moins homogène. Pour remédier à ce problème, la température du plateau sur lequel il repose est abaissée à -10°C par un circuit de refroidissement. Le substrat est maintenu électrostatiquement en contact avec le support métallique sur lequel il est disposé et un système de contrôle permet de mesurer l'étanchéité entre le wafer et ce support. Cependant, des précautions particulières pour la protection de la face avant du wafer sont nécessaires pour éviter de détériorer les parties sensibles (en particulier les réflecteurs) pendant la gravure. Pour la couche de protection de la face avant, le juste compromis a été l'utilisation d'une relativement fine épaisseur de résine AZ1518 n'excédant pas 1.5µm pour éviter une résistance thermique de contact ne permettant pas de garantir le bon refroidissement du wafer.



Figure 32 Photographies (a) face arrière d'un  $\mu$ CIR momomembrane de 5x5 mm<sup>2</sup> et (b) face arrière d'une matrice de  $\mu$ CIR momomembrane de 3x3 mm<sup>2</sup>

# II.3.a.2 Intégration de la technologie plaquée à piste rétrécie

L'une des évolutions introduites dans la nouvelle génération de  $\mu$ CIRs monomembranes a été l'intégration de la technologie plaquée à piste rétrécie utilisant des thermocouples polysilicium N dopés *in situ* avec des contacts métalliques en or <sup>60</sup>. Bien que le facteur de mérite des matériaux polysilicium N/P implantés (ZT = 0.01 à 300K) est plus intéressant que celui des thermocouples plaqués polysilicium *in situ*/or (ZT = 0.033 à 300K), le procédé permet de réduire sensiblement le nombre d'étapes technologiques et donc les coûts de fabrication compensant largement cet inconvénient.

Par ailleurs, comme nous le verrons dans la suite, les performances ne seront que peu altérées par cette baisse de ZT. En effet, une réduction d'un facteur quasiment égal à deux de la résistance électrique de la thermopile a pu être possible grâce à la technologie plaquée. Le contraste très élevée de résistivité électrique entre le thermoélément plaqué métallique  $\rho_{plaq}$  (cf. éq. 5 avec  $\rho_{or} = 22.10^{-6} \Omega.$ cm) et celui du thermoélément polysilicium  $\rho_{poly}$  (dopé N in situ -2,2.10<sup>-3</sup>  $\Omega.$ cm) permet de réduire fortement la largeur de la piste métallique (réduction de 80µm à 10µm) tout en maintenant la résistance électrique à la même valeur (Résistance d'un thermocouple  $R_{TH} = \frac{\rho_{Poly}.L_{Poly}}{e_{poly}.l_{poly}} + \frac{\rho_{Plaq}.L_{Plaq}}{e_{plaq}.l_{plaq}} \approx \frac{\rho_{Poly}.L_{Poly}}{e_{poly}.l_{poly}}$ , avec respectivement L, e et 1 les longueurs, épaisseurs et largeurs des thermoéléments polysilicium et plaqués).



Figure 33 Thermocouples plaqués à piste rétrécie P déposés sur matériau N
La Figure 33 illustre la technologie de thermocouples plaqués. Cette technologie à piste rétrécie a permis d'améliorer sensiblement les performances des  $\mu$ CIRs pour une même surface (sensibilité S<sub>E</sub> et détectivité spécifique D<sup>\*</sup>, *cf.* éq. 28 et éq. 33).



Figure 34 Photographies : (a) Microcapteur 3x3mm<sup>2</sup> et (b) Thermojonction polysilicium N/or

La Figure 34 montre une réalisation de thermopile plaquée à piste rétrécie correspondant à un  $\mu$ CIR momomembrane de 3x3mm<sup>2</sup>. Le nombre de pistes a été augmenté de 70% par rapport à la configuration non rétrécie (N=17 contre N=30).

# II.3.a.3 Réalisation de la sonde de température Pt<sub>1000</sub>

Connaître la température de surface du  $\mu$ CIR s'avère d'une très grande utilité, notamment pour la mesure de température de cible sans contact <sup>68</sup>. En outre, la connaissance de cette température permet de s'affranchir de l'influence de la température du substrat et donc du coefficient  $C_{T_{sub}}$  (*cf.* II.2.b.1). Pour ce faire, une sonde platine Pt<sub>1000</sub> est réalisée au cœur de certains microcapteurs. Un serpentin de quelques microns de largeur et de quelques millimètres permet avec une métallisation de 10 nm de Ti et de 100 nm de Pt d'ajuster la valeur de la résistance de platine à 1000  $\Omega$  ( $\pm$  2%) avec un coefficient de température de 3,1.10<sup>-3</sup> °C<sup>-1</sup>.



(a) (b) Figure 35 Photographies : (a) Agencement de thermopile pour intégration de Pt<sub>1000</sub> et (b) Sonde platine

# II.3.b Performances des µCIRs sur monomembranes

Plusieurs configurations de  $\mu$ CIRs monomembranes de différentes dimensions (3x3 mm<sup>2</sup> et 5x5 mm<sup>2</sup>) associant deux ou quatre zones ont été réalisées <sup>60</sup>. Le tableau suivant résume les caractéristiques de ces  $\mu$ CIR.

	Microcapteurs non améliorés				Micro (p	éliorés es)	
Dimensions (mm <sup>2</sup> )	3 x 3	5 x 5	5 x 5		3 x 3	5 x 5	5 x 5
Type de microcapteurs	2 zones	2 zones	4 zones		2 zones	2 zones	4 zones
$S_E(\mu V/(W/m^2))$	32,00	92,40	78,00		20,25	36,25	31,61
$R_{\acute{e}lectrique} \left( k\Omega  ight)$	680	1760	1780		120	125	190
D* (cm.Hz <sup>1/2</sup> .W <sup>-1</sup> )	1,42.107	1,57.107	1,29.107		2,14.107	2,25.107	1,60.107
$C_{Ta} (W.m^{-2}.^{\circ}C^{-1})$	0,39	0,58	0,58		1,22	1,02	1,02
C <sub>u</sub> (W.s.m <sup>-3</sup> )	0,016	0,017	0,010		0,028	0,032	0,012

# Tableau 3 Caractéristiques des µCIRs monomembranes

Les  $\mu$ CIRs à pistes rétrécies ont montré une réduction de la résistance interne associée à une détectivité améliorée D<sup>\*</sup>. Néanmoins, ils présentent des sensibilités inférieures qui s'expliquent par la réduction de leur nombre de thermocouples liée à l'élargissement des pistes en polysilicium (réduction de leur résistance électrique interne d'un facteur 5 pour les capteurs de 3x3 mm<sup>2</sup> et d'un facteur 14 pour les capteurs de 5x5 mm<sup>2</sup>). Dans tous les cas ces microcapteurs présentent une légère dépendance à la température d'air avec des valeurs de C<sub>Ta</sub> comprises entre 0.39 et 1.22 W.m<sup>-2</sup>.°C<sup>-1</sup>.

Comme prévisible avec le modèle, les résultats montrent que les capteurs présentant le plus de zones subissent moins l'influence de la vitesse d'air. Ces différentes configurations de  $\mu$ CIRs présentent une grande souplesse de fabrication. Par ailleurs, le modèle mathématique mis en œuvre permet de prédire les performances avec une bonne précision (environ 3%) et ainsi d'adapter la géométrie en fonction des applications visées <sup>60, 107, 112</sup>.

# II.4 Du matriçage infrarouge à la caméra basse résolution

Le principal objectif de la miniaturisation des  $\mu$ CIRs était la réalisation de matrices IR basse résolution. Les premières matrices IR composées de quelques pixels (3x3 ou 5x2 pixels, comme le montre la Figure 36) associaient des  $\mu$ CIRs de 3x3 mm<sup>2</sup> à détectivité améliorée et avaient permis de réaliser de l'imagerie infrarouge très basse résolution avec discrimination (différenciation adulte-enfant, humain-animal).



Figure 36 (a) Illustration d'un pixel et (b) Photographie matrice de 10  $\mu$ CIR de 3x3 mm<sup>2</sup>

Par la suite, dans la continuité de l'ARC en ingénierie urbaine, nous nous sommes intéressés, dans le cadre de la thèse de doctorat de Charles SION<sup>112</sup>, à la fabrication d'un système de vision infrarouge à bas coût pouvant permettre de répondre à la problématique sociétale d'amélioration de la qualité d'ambiance et du cadre de vie de personnes maintenues à domicile. L'objectif recherché était l'installation de dispositifs infrarouges imageants permettant l'automatisation de l'habitat pour proposer une aide aux personnes (âgées ou à mobilité réduite) tout en respectant leur vie privée. C'est dans ce cadre que des matrices imageantes associant jusqu'à une centaine de pixels (inférieurs mm<sup>2</sup>) été réalisées au ont (Figure 37).



*Figure 37 Photographies (a) wafer de matrices (5x5, 7x7 et 10x10 pixels), (b) zoom sur thermopiles constituants les pixels, (c) matrice face avant, (d) matrice face arrière* 

Les photographies (Figure 38) montrent l'imageur infrarouge réalisé à l'IEMN. Celui-ci intègre toute l'électronique depuis le circuit imprimé jusqu'aux logiciels de pilotage et d'affichage des données implantés sur microcontrôleur. Le système de concentration utilise une lentille de Fresnel adaptée. Cette caméra IR est constituée d'une matrice 10x10 pixels de  $\mu$ CIRs monomembranes de surface inférieure au mm<sup>2</sup>.



*Figure 38 Photographies de la caméra IR réalisée à l'IEMN* II.5 Etude comparative Super-réseaux de boîtes quantiques SiGe – Polysilicium

# II.5.a Première intégration de SRBQ dans des µCIR

Nombreux sont les articles sur la thermoélectricité qui soulignent le bénéfice de la nanostructuration ou de la basse dimensionnalité dans l'amélioration des performances des

dispositifs thermoélectriques et en particulier de celle du figure de mérite (I.2.d). Pour ce qui concerne nos  $\mu$ CIRs, la prise en compte de toute la thermique de la couche planaire importe, comme nous avons pu le voir précédemment. Néanmoins, nous avons voulu évaluer l'impact sur les performances de nos  $\mu$ CIRs qu'apporterait l'intégration de matériaux thermoélectriques à ZT amélioré.

Dans ce cadre, une étude initiée et conduite par Zahia BOUGRIOUA, nous a permis de réaliser conjointement avec le CEA-LITEN, la première intégration de super-réseaux de boîtes quantiques (SRBQ) à base de SiGe polycristallin dans des microdispositifs TE planaires <sup>99</sup>. Ces SRBQ sont en général exploités pour des structures verticales (Figure 12). Ils présentent des facteurs de puissance ( $\sigma$ . $\alpha^2$ ) équivalents à ceux du polysilicium mais la nanostructuration de ces SRBQ permet de réduire nettement la conductivité thermique avec des valeurs jusqu'à dix fois moins élevées que celle du polysilicium (ZT amélioré d'un facteur 10 ~ 0.1 à 300 K).

Le choix de ces SRBQ s'est avéré d'autant plus intéressant du fait de la compatibilité de leur procédé d'élaboration avec nos technologies de fabrications des microcapteurs IR. En effet, la croissance des couches de SRBQ polycristallin peut être effectuée par technique une RECVD (Reduced Pressure Chemical Vapor Deposition) sur nos bicouches diélectriques SiO<sub>2</sub>/Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub> à une pression constante de 10 Torr et à une température de 750 °C <sup>113, 114, 115</sup>. Le silane (SiH<sub>4</sub>) et le germane (GeH<sub>4</sub>) dilués dans du dihydrogène (10% de silane ou de germane dans un débit de 10 L/min) sont utilisés respectivement comme source pour le silicium et le germanium. Les dopages *in situ* sont obtenus à partir d'un précurseur, le diborane (B<sub>2</sub>H<sub>6</sub>) pour le type P et la phosphine (PH<sub>3</sub>) diluée dans le dihydrogène pour le type N. Un tampon de SiGe polycristallin intrinsèque de 15nm a été réalisé au préalable pour favoriser la nucléation de la croissance. La stœchiométrie des boîtes de germanium est contrôlée par spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDS). Les SRBQ sont constitués de boîtes de SRBQ ont été élaborées pour réaliser une étude comparative avec deux couches de polysilicium de type N réalisées à l'IEMN. La Figure 39 montre des photographies MEB de SRBQ réalisés au LITEN sur nos couches diélectriques.



Figure 39 Photographies de SRBQ polycristallin réalisés au LITEN-CEA

Les SRBQ réalisés sont constitués de 15 ou 30 sous couches d'épaisseurs différentes et de boîtes de différentes tailles. Les analyses SIMS ont permis d'évaluer la proportion de germanium (x = 8%) dans les sous couches de Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> pour tous les SRBQ. La proportion de y a été évaluée à environ 25% avec l'analyse EDS. Le polysilicium standard *pSi* est réalisé par LPCVD à 100 mTorr en utilisant du silane SiH<sub>4</sub> dilué à une température de 700 °C. Le dopage *in situ* de type N est obtenu à partir de phosphine PH<sub>3</sub> diluée à 1% dans du H<sub>2</sub> (cf. II.2.c.2). La seconde couche de polysilicium *pSi<sub>R</sub>* est obtenue par recuit thermique RTA (Rapid Thermal Anneal) de 2 min

à 1000°C qui modifie les propriétés électriques et thermoélectrique de la couche de polysilicium. Le Tableau 4 résume les propriétés des couches thermoélectriques réalisées pour l'étude comparative. Les pouvoirs thermoélectriques et les propriétés électriques des couches ont été caractérisés à l'IEMN (cf. II.2.c.2). Les conductivités thermiques des SRBQ ont été mesurées par la méthode  $3\omega^{116, 117}$ .

	Couches thermoélectriques							
	pSi	pSi <sub>R</sub>	SRBQ <sub>1</sub>	SRBQ <sub>2</sub>	SRBQ <sub>3</sub>	SRBQ <sub>4</sub>	SRBQ <sub>5</sub>	
Epaisseurs (nm) - couche TE totale - monocouche SiGe - boites Ge	610 - -	570 - -	470 16 10-30	825 16 10-30	770 16 5-15	670 12 5-15	780 16 5-15	
Nombre de périodes	-	-	15	30	30	30	30	
Largeur boite Ge (nm)	-	-	100-300	100-300	150-200	150-200	150-200	
Type de dopage	N	N	N	N	N	N	Р	
Concentration de dopants (10 <sup>19</sup> cm <sup>-3</sup> )	3.9	4.6	2.3	2.6	3	1.5	7.8	
Mobilité $\mu$ (cm <sup>2</sup> .V <sup>-1</sup> .s <sup>-1</sup> )	10	20	9.5	17.5	17.2	17.1	21.9	
Résistivité ρ (mΩ.cm)	16	6.7	28.6	13.9	12.2	24.2	3.7	
Pouvoir thermoélectrique $\alpha (\mu V.K^{-1})$	-225	-190	-170	-170	-180	-210	110	
Conductivité thermique $\kappa$ (W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	35	35	4.8	5	4.4	3.4	4	

Tableau 4 Propriétés des couches de polysilicium IEMN et de SRBQ LITEN

II.5.b Amélioration liée à la thermique de la couche

Pour bien évaluer le bénéfice lié à l'amélioration de la thermique de la couche thermoélectrique, nous nous sommes intéressés à deux des grandeurs caractéristiques des  $\mu$ CIRs monomembranes, la sensibilité et le temps de réponse  $\tau_{90\%}$ <sup>106</sup>. Par rapport à la sensibilité S<sub>E</sub>, le temps de réponse thermique  $\tau_{90\%}$  est un paramètre qui peut sembler secondaire. Cependant, sa valeur a été intéressante pour notre étude car elle est principalement liée à la dissipation thermique à travers la structure globale. Une description phénoménologique et simplifiée a permis d'interpréter les différents comportements et tendances observées expérimentalement <sup>99</sup>.

Tous les  $\mu$ CIRs fabriqués pour cette étude avec les différents matériaux TE ont été réalisés sur des couches SiO<sub>2</sub>/Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub> identiques (les bicouches ont été élaborées simultanément sur plusieurs wafers de silicium par dépôt LPCVD). Les valeurs mesurées pour les différentes couches TE sont résumées dans le Tableau 5. Certaines données « \* » manquantes sont dues à des défauts technologiques.

Les résultats expérimentaux résumés dans le Tableau 5 montrent que les valeurs des sensibilités et des temps de réponse sont liés à la nature de la couche TE intégrée dans le  $\mu$ CIR quelle que soit la dimension de cette suite. Les différences ne sont pas notables entre les couches polysilicium et les SRBQ. Comme prévu par le modèle, les capteurs les plus sensibles sont ceux avec 2 zones ayant une plus grande membrane. La différence de temps de réponse entre les  $\mu$ CIRs deux zones et quatre zones s'expliquent aisément du fait des dimensions de chaque cellule élémentaire constituant ces différents  $\mu$ CIRs <sup>99</sup>. Néanmoins, Le Tableau 5 montre que les temps de réponse sont améliorés systématiquement avec les SRBQ du fait de leur conductivité thermique plus faible.

		Couches thermoélectriques						
		pSi	pSi <sub>R</sub>	SRBQ <sub>1</sub>	SRBQ <sub>2</sub>	SRBQ <sub>3</sub>	SRBQ <sub>4</sub>	SRBQ <sub>5</sub>
Microcapteur IR (S <sub>membrane</sub> 3x3mm <sup>2</sup> ) - 2 zones	Sensibilité (µV.W <sup>-1</sup> .m <sup>2</sup> )	15.6	14.6	15.3	14.9	15.3	18.6	10.1
	Temps de réponse τ <sub>90%</sub> (ms)	185	172	247	234	213	275	216
Microcapteur IR (S <sub>membrane</sub> 5x5mm <sup>2</sup> ) - 2 zones	Sensibilité (µV.W <sup>-1</sup> .m <sup>2</sup> )	*	28.2	*	*	25.4	31.2	17.4
	Temps de réponse τ <sub>90%</sub> (ms)	*	315	*	*	336	380	329
Microcapteur IR (S <sub>membrane</sub> 5x5mm <sup>2</sup> ) - 4 zones	Sensibilité (µV.W <sup>-1</sup> .m <sup>2</sup> )	*	22.2	*	24.2	24.5	27.9	15.3
	Temps de réponse	180	155	*	207	192	221	196

Tableau 5 Sensibilités et temps de réponse des µCIRs réalisés pour l'étude comparative

L'évolution de la sensibilité est à considérer en intégrant la valeur du pouvoir thermoélectrique de chacune des couches. Les sensibilités calculées (*cf.* modèle mathématique partie II.3.b) et données dans le Tableau 6 sont assez proches des valeurs expérimentales présentées dans le Tableau 5, en particulier pour les  $\mu$ CIR 3x3mm<sup>2</sup>. La légère différence pour les microcapteurs de 5x5mm<sup>2</sup> pour les SRBQ<sub>3</sub> et SRBQ<sub>4</sub> (S<sub>Eexpérimentale</sub> environ 10% plus faibles) est probablement due à des pertes de chaleur dans les dispositifs locaux réels.

	Couches Thermoélectriques							
	pSi	pSi <sub>R</sub>	SRBQ <sub>1</sub>	SRBQ <sub>2</sub>	SRBQ <sub>3</sub>	SRBQ <sub>4</sub>	SRBQ <sub>5</sub>	
$\begin{array}{l} Sensibilités calculées \\ \mu CIR \; S_{3x3mm^2} \\ (\mu V.W^{-1}.m^2) \end{array}$	16,8	14,4	15,1	14,9	15,9	18,7	9,6	
$\begin{array}{c} Sensibilités \ calculées \\ \mu CIR \ S_{5x5mm^2} \\ (\mu V.W^{\text{-1}}.m^2) \end{array}$	32.9	27.9	27.7	27.4	29.2	34.3	17.9	

Tableau 6 Sensibilités calculées avec le modèle pour les µCIRS 2 zones (3x3 mm<sup>2</sup> et 5x5 mm<sup>2</sup>)

L'intérêt de cette étude était de quantifier l'impact de la réduction drastique de la conductivité thermique de la couche TE, sur la sensibilité des µCIRs, lié à l'utilisation de ces SRBQ en substitution du polysilicium. Les résultats expérimentaux montrant que la réduction de la conductivité thermique d'un facteur environ 10 entre la couche de polysilicium standard ( $\kappa_{pSi}$  = 35 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> et S<sub>E, 3x3mm<sup>2</sup></sub> = 15,6  $\mu$ V.W<sup>-1</sup>.m<sup>2</sup>) et la meilleure couche de SRBQ (SRBQ4,  $\kappa$ <sub>SRBO4</sub>) = 3.4 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> et S<sub>E, 3x3mm<sup>2</sup></sub> = 18,6  $\mu$ V.W<sup>-1</sup>.m<sup>2</sup>) traduisait une légère amélioration (19%) de la sensibilité des µCIR 3x3mm<sup>2</sup> (en tenant compte de l'amélioration du pouvoir thermoélectrique de 7 %, cf. Tableau 4). En considérant le rapport  $S_E/\alpha$  qui permet de quantifier l'amélioration due à la résistance thermique de l'ensemble de la structure, l'amélioration de la sensibilité liée au seul transfert de chaleur est d'environ 28%. Cette augmentation modérée de la sensibilité peut être clairement corrélée à la contribution relative de la conductivité thermique de la couche thermoélectrique ( $\kappa_{TE}$ ) à la conductivité thermique globale de la couche équivalente ( $\kappa_{ea}$ ) qui comprend aussi les contributions de toutes les autres sous-couches qui constituent la structure du µCIR (cf. éq.24). Cette étude est un bon exemple illustrant la pertinence du facteur de mérite ZT en fonction de l'application et du dispositif thermoélectrique mis en œuvre. Dans notre cas, pour le SRBQ<sub>4</sub>, nous avons observé une amélioration de ZT d'un facteur 6 par rapport au pSi standard ( $ZT_{pSi \text{ standard}} = 2,71.10^{-3}$  et  $ZT_{SRBQ4} = 1,61.10^{-2}$  à 300K- amélioration de 2/3 du facteur de puissance  $\alpha^2 \cdot \sigma$  et d'un facteur 10 de la conductivité thermique  $\kappa$ ). Toutefois, le gain évalué pour ce qui est de la sensibilité n'est que de 19%. La nanostructuration ne permettant que l'amélioration de la conductivité thermique sans affecter sensiblement le facteur de puissance ne permettra un bénéfice que sur le seul ZT sans influencer fortement la sensibilité de nos structures à base de thermopiles planaires.

# IIIDe la fluxmètrie à la récupération d'énergie calorifique

## III.1 Notion de chaleur

La température d'un corps est une mesure indirecte du degré d'agitation des particules microscopiques et elle n'est que le reflet statistique de leurs énergies cinétiques permettant de décrire un état d'équilibre. Sa mesure semble, à tort, facile néanmoins il existe de nombreux procédés qui permettent de la réaliser. Cependant, bien qu'elle soit l'une des grandeurs physiques, les plus utilisées, pour comprendre ou évaluer un phénomène, elle ne suffit pas à elle seule. En effet, pour appréhender les phénomènes thermodynamiques il est essentiel d'évaluer le transfert de l'agitation thermique qui caractérise la notion de chaleur souvent confondue, dans le langage commun, avec la température. Ce phénomène de transport de l'énergie interne est dû à l'hétérogénéité de l'agitation thermique et il traduit les échanges d'énergies cinétiques microscopiques. Ainsi, deux corps de températures différentes en contact échangeront de l'équilibre thermique et il est parfois essentiel de quantifier la chaleur transmise lors de ces équilibres thermiques. Bien que cette mesure de chaleur présente un intérêt dans tous les domaines scientifiques, elle est sous exploitée et est peu répandue à l'heure actuelle du fait de l'absence de capteurs performants et à prix abordable.

A notre connaissance, il existe très peu de sociétés qui commercialisent des capteurs de flux thermique <sup>118, 119, 120, 121</sup> (Vatell, Rdf aux EU et Huseflux, Wuntronic et Captec en europe). Dans tous les cas, leur fabrication utilisant la technologie des circuits imprimés reste artisanale et il n'existe pas de fluxmètre de petites dimensions fabriqués en grande série et à faible coût. En outre, ceux-ci sont réalisés sur des substrats de faible conductivité thermique et présentent des résistances thermiques élevées qui se prêtent mal à la mesure de flux.

C'est dans ce contexte que l'intérêt porté à l'exploitation de la chaleur nous a orientés, dans un premier temps, vers le développement d'un nouveau type de microcapteur de flux thermique en technologie silicium basé sur l'utilisation de silicium poreux nanostructuré et qui a fait l'objet d'un brevet international. Par la suite, la chaleur caractérisant l'énergie sous sa forme la plus dégradée dans tous les domaines de la physique (frottements, effet joule, pertes électromagnétiques...), nous nous sommes attachés à réaliser une microsource pour exploiter cette énergie thermique abondante et disponible partout.

Dans la suite de ce mémoire deux dispositifs thermoélectriques réalisés à l'IEMN, permettant de quantifier l'énergie thermique ou de la convertir en électricité, sont décrits.

# III.2 La mesure du flux de chaleur

# III.2.a Etat de l'art des fluxmètres

Les fluxmètres thermiques sont conçus pour obtenir une lecture directe des transferts thermiques à travers une surface en termes d'énergie par unité de surface et de temps (J.m<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup> ou W.m<sup>-2</sup>) et fournissent des informations supplémentaires à la seule mesure de température. Cette mesure du flux de chaleur doit prendre en compte tous les phénomènes d'échange thermique qu'ils soient de nature conductive, convective ou radiative et même ceux liés aux changements de phases. Ainsi, l'équilibre énergétique représentatif de la quantité de chaleur reçue ou fournie par un système peut être déterminé à tout moment ce qui permet d'anticiper sa variation de température. De manière générale, les capteurs de flux de chaleur sont basés sur l'utilisation d'une thermopile à base de matériaux thermoélectriques métalliques<sup>118, 121</sup> qui

délivre une tension proportionnelle au flux thermique mesuré et qui ne nécessite pas d'alimentation extérieure.

Pour la plupart des capteurs de flux de chaleur classiques (à parois auxiliaires) <sup>119, 120</sup> toutes les jonctions successives de la thermopile sont séparées par une plaque dont la résistance thermique doit être connue avec précision. Quand un flux de chaleur traverse le capteur, une différence de température apparaît entre les deux côtés de la plaque, induisant une tension aux extrémités de chaque thermocouple constituant la thermopile. D'autres technologies de capteurs de flux utilisent une thermopile planaire et toutes les jonctions sont situées sur la même face du fluxmètre <sup>121, 122</sup>. Ces fluxmètres sont basés sur l'utilisation d'une technologie de circuits imprimés souples qui permet de réaliser des capteurs de surface allant de 1cm<sup>2</sup> à quelques dm<sup>2</sup>, avec des épaisseurs de l'ordre du millimètre.

La Figure 40 illustre quelques photos de fluxmètres réalisés sur substrats souples. Ces différents capteurs réalisés sur matériaux polymères (i.e. Kapton<sup>®</sup> avec  $\kappa_{Kapton} = 0.2 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) ne permettent pas la mesure de flux à des températures excédant les 200°C et coutent relativement cher (jusqu'à quelques centaines d'euros l'unité). Par ailleurs, leur résistance thermique est élevée.





Idéalement, le capteur de flux doit être infiniment mince et conducteur thermique afin d'être précis en ne perturbant pas les échanges de chaleur avec son environnement <sup>123</sup>. Par ailleurs le coût prohibitif des capteurs décrits précédemment ne permet pas de démocratiser ce type de mesures. Nous nous sommes alors orientés vers l'intégration de capteurs de flux de chaleur en technologie silicium compatible CMOS aux performances améliorées. La réalisation de fluxmètres sur silicium de faible épaisseur (typiquement inférieure à 400  $\mu$ m) et de conductivité thermique élevée (> 100 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>) permet de réduire considérablement la résistance thermique du capteur et son coût de fabrication. En outre, cette technologie autorise l'utilisation de matériaux semiconducteurs en polysilicium de coefficient Seebeck plus élevé.

# III.2.b Concept du microfluxmètre IEMN

# III.2.b.1 Intégration en technologie silicium

La première génération de fluxmètres thermiques réalisés à l'université des sciences de Lille date du milieu des années 1990. De nombreux brevets et publications <sup>39, 122, 124, 125</sup> décrivent abondamment ces dispositifs. Encore de nos jours, la société Captec (start-up issue de

l'université de Lille 1) commercialise des fluxmètres thermiques réalisés en technologie « feuilles minces ».

L'objectif de notre travail a été de développer une nouvelle famille de microcapteurs de flux thermiques basés sur cette première génération de fluxmètres<sup>59</sup>, et intégrés en technologie silicium. Celle-ci exploite le procédé de fabrication de thermopiles planaires maitrisé et décrit dans les parties précédentes. Le principe de fonctionnement du nouveau microfluxmètre IEMN consiste à capter la chaleur, à la canaliser et à générer des gradients de température superficiels  $\Delta T$  entre les jonctions des thermocouples constituants la thermopile. Chaque différence de température  $\Delta T$  est proportionnelle à la densité de flux thermique traversant le capteur constituant ainsi un fluxmètre thermique. Pour ce faire, des discontinuités surfaciques de conductivité thermique doivent être réalisées dans le silicium. La méthode classique consistant à creuser des membranes par voie chimique ou physique dans le silicium ne convient pas du fait de la fragilité mécanique des structures obtenues qui interdit la mesure de flux par contact.

Les études bibliographiques réalisées à l'époque ont permis de trouver une solution consistant à modifier localement et périodiquement les propriétés thermophysiques du silicium. Le transport thermique dans le silicium massif est principalement assuré par les phonons acoustiques dont le libre parcours moyen  $\Lambda_{Si}$  est d'environ 200-300 nm<sup>126</sup>. La nanostructuration du silicium poreux par gravure électrochimique nous a permis de réaliser des pores dans le silicium de tailles beaucoup plus petites que  $\Lambda_{Si}$  réduisant ainsi fortement la conductivité thermique du silicium. La Figure 41montre des photographies MEB de caisson de silicium poreux réalisés par anodisation sélective dans du silicium, la gravure électrochimique isotrope est conditionnée par les lignes de courant électrique traversant le substrat <sup>59</sup>. De manière générale, on évalue les sous gravures latérales des caissons équivalentes à leur épaisseur (e=2.s).



Figure 41 Photographies de caissons de silicium poreux

Le contraste de conductivité thermique entre le silicium et le silicium poreux est largement suffisant et le procédé de fabrication ne modifie pas l'état macroscopique de la surface du wafer qui conserve toutes ses qualités de planéité et de robustesse compatible avec les étapes technologiques qui suivent.

# III.2.b.2 Principe de fonctionnement

Par rapport au silicium massif, les caissons de silicium poreux ont une conductivité thermique jusqu'à 100 fois inférieure ( $\kappa_{silicium poreux} = 1.2-2 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )<sup>127, 128, 129, 130</sup>. Par conséquent, les flux de chaleur perpendiculaires traversant le substrat sont déviés préférentiellement vers les zones non poreuses générant des gradients thermiques à la surface du substrat. Le champ périodique de température superficielle est converti en tension Seebeck par la thermopile

planaire (technologie de thermocouples plaqués polysilicium/or). Contrairement à la technologie des  $\mu$ CIRs, où la symétrie thermique est essentielle pour rendre insensible les capteurs aux grandeurs parasites (convection et conduction gazeuses), dans le cas des fluxmètres thermiques il faut au contraire maximiser cette dissymétrie thermique.



Figure 42 Champ périodique de température généré par le flux thermique

De ce fait, pour recueillir les différences de température maximales, les jonctions des thermocouples sont disposées alternativement au-dessus des caissons de silicium poreux et des zones silicium, comme le montre la Figure 43. Une couche diélectrique de nitrure de silicium Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub> à faible contrainte isole électriquement la thermopile du substrat de silicium. Une couche de polyimide est déposée sur la piste thermoélectrique pour passiver le capteur, garantissant l'isolation électrique et la protection mécanique superficielle. La conductivité thermique du polyimide ( $\kappa_{polyimide} = 0.22 \text{ W.m}^{-1}$ .K<sup>-1</sup>) et son épaisseur importante de 8 µm permet d'obtenir des gradients thermiques entre la surface du polyimide et la thermopile. Une couche optionnelle de métal à haute conductivité thermique (i.e. couche d'or  $\kappa_{or} = 318 \text{ W.m}^{-1}$ .K<sup>-1</sup>) peut éventuellement être déposée pour blinder thermiquement le fluxmètre. Celle-ci permet d'éviter des variations de sensibilité provoquées par l'environnement thermique du microcapteur. Cependant l'étalonnage du fluxmètre permet de s'affranchir du blindage <sup>59</sup>.



Ces capteurs quasi-monolithiques ont une structure mince et sont composés de matériaux à forte diffusivité thermique (environ  $8.10^{-5}$  m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>). Ces caractéristiques garantissent un temps de réponse faible (typiquement 10 ms - cinquante fois plus faible que les capteurs classiques) et permettent de minimiser les perturbations dues à l'environnement thermique.

#### III.2.b.3 Performances et paramètres à optimiser

Le fluxmètre IEMN décrit dans cette partie (*cf.* Figure 43) délivre une tension proportionnelle au flux thermique le traversant. Celui-ci se comporte comme une source de tension dotée d'une résistance électrique interne. Il est important que la tension délivrée par le capteur soit maximale ce qui revient à maximiser la sensibilité au flux de chaleur S<sub> $\phi$ </sub>. De plus, la résistance électrique interne R<sub>él</sub> doit être la plus faible possible afin de minimiser le bruit. Ces deux paramètres sont couplés et dépendent de la géométrie de la structure et des propriétés électriques des matériaux TE. Une telle optimisation consiste donc à maximiser la détectivité spécifique D<sup>\*</sup>, *cf.* équation éq. 33.

En introduisant  $r_{th}$ , la résistance thermique surfacique (K.m<sup>2</sup>.W<sup>-1</sup>) équivalente d'une cellule représentative de la discontinuité thermique induite par les caissons de silicium poreux et de la densité de flux thermique traversant le capteur (W/m<sup>2</sup>) conformément à la loi de Fourier, l'équation éq. 4 devient :

$$\Delta V = N. \alpha. r_{th}. \varphi \qquad (V) \qquad \acute{eq}. 57$$

La sensibilité du microfluxmètre est donnée par :

$$S_{\varphi} = \frac{dV}{d\varphi} = N. \alpha. r_{th} = \frac{L_C}{L} \cdot \frac{W_C}{w+i} \cdot \alpha. r_{th} = \alpha. \frac{S_{capteur}}{(w+i)} \cdot \frac{r_{th}}{L} \qquad (W.m^2.W^{-1}) \qquad \acute{eq}. 58$$

Où  $L_C$  et L sont les longueurs respectives du capteur et d'un thermocouple,  $W_C$  et w les largeurs du capteur et d'une piste thermoélectrique,  $S_{capteur}$  la surface du capteur et i la largeur d'interpiste (*cf.* Figure 43).

La résistance électrique du fluxmètre est proportionnelle au nombre N et à la résistance d'un thermocouple élémentaire ( $r_{el}$ ). En considérant que la résistance électrique équivalente du thermoélément plaqué est négligeable par rapport à la partie polysilicium de chaque thermocouple, la résistance électrique peut en première approximation s'écrire :

$$R_{\acute{e}l} = N. r_{\acute{e}l} = \frac{S_{capteur}}{(w+i)} \cdot \frac{r_{\acute{e}l}}{L} = \frac{S_{capteur}}{(w+i)} \cdot \frac{\rho_{poly}}{2.e_{poly}.w} \qquad \acute{e}q. 59$$

où  $\rho_{poly}$  et  $e_{poly}$  sont respectivement la résistivité électrique et l'épaisseur du polysilicium.

La détectivité spécifique du microfluxmètre est déterminée, à partir des équations éq. 33, éq. 58 et éq. 59 :

Celle-ci prend en compte les paramètres structuraux et les caractéristiques physiques des thermocouples. Certains paramètres à ajuster apparaissent clairement découplés. Les propriétés électriques et thermoélectriques peuvent être fixées en fonction des conditions d'élaboration et de dopage du polysilicium.

Les limites technologiques permettent de fixer certaines dimensions telle par exemple la largeur d'interpiste i (idéalement nulle). Néanmoins, l'optimisation de la détectivité est liée à celle de la résistance thermique tridimensionnelle rth. Ce coefficient thermique est une fonction des dimensions structurales et des conductivités thermiques des différentes parties et couches constituant le capteur. Sa détermination complexe et sa maximisation ont été réalisées par modélisation numérique.

### III.2.b.4 Modélisation et optimisation du microfluxmètre

Les propriétés de périodicité et de symétrie du capteur nous affranchissent de modéliser numériquement l'ensemble de la structure tridimensionnelle. En négligeant l'influence des effets de bords du capteur (Figure 43, direction z), qui en réalité déforme localement le champ de température, nous pouvons considérer que le champ de température est identique le long de chaque piste thermoélectrique constituant la thermopile (cette influence est faible du fait de la conductivité thermique élevée du silicium et du nombre important de pistes associées). Dans ces conditions, un modèle 2D (directions x et y) peut être mis en œuvre pour l'optimisation du paramètre  $r_{th}/L$ .

La Figure 44 illustre la vue en coupe du capteur située le long d'une piste thermoélectrique. Les couches superficielles et la thermopile ont été remplacées par une couche équivalente (cf. II.2.d). Dans nos modélisations, le fluxmètre est soumis à une densité de flux thermique  $\varphi_0$  et sa face inférieure est en contact parfait avec un puits thermique.



Figure 44 (a) Vue en coupe du fluxmètre (direction x), (b) Cellule élémentaire 2D et (c) Cartographie thermique obtenue par modélisation numérique

Dans de telles conditions, il existe de nombreux axes de symétrie introduits par la périodicité de la structure, comme le montre la Figure 44a : ceux-ci correspondent à des plans adiabatiques (flux latéraux nuls). Il a été possible, dans ce cas de figure, de définir une cellule élémentaire simple comprise entre deux axes successifs (figure 44b) ce qui nous a permis de calculer la valeur de la différence de température  $\Delta T$  apparaissant entre deux jonctions successives de thermocouples et par suite  $r_{th}/L$  en fonction des dimensions géométriques et des matériaux constituant le fluxmètre, comme l'illustre l'exemple de la Figure 44c.

Les modélisations numériques ont été réalisées avec COMSOL 2D<sup>®</sup>. Les valeurs des conductivités thermiques des différents matériaux constituant le capteur correspondent à celles décrites dans les parties précédentes (cf. II.2.d). La conductivité thermique de la couche équivalente calculée est de 52 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>. La conductivité thermique du silicium poreux utilisé pour la fabrication des fluxmètres a été mesurée à 1.4 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>.



Figure 45 Exemple de résultats de la modélisation numérique : (a) Valeurs calculées de r<sub>th</sub>/L en fonction du rapport w<sub>por</sub>/L et (b) Valeurs maximales de r<sub>th</sub>/L en fonction de la longueur de cellule pour différentes épaisseurs de silicium poreux

Les modélisations numériques nous ont permis de déterminer les dimensions optimales pour une surface de fluxmètre définie. Cependant, certaines dimensions ont dû être fixées en raison des limites technologiques (*i.e.* les contraintes mécaniques dans les couches de silicium poreux liées aux procédés de fabrication haute température du polysilicium détruisent les caissons d'épaisseur supérieure à environ 130µm).

### III.2.a Nanostructuration du silicium - anodisation du silicium poreux

La nanostructuration du silicium réalisé à l'IEMN, est obtenue par anodisation ou gravure électrochimique du silicium monocristallin dans un électrolyte à base d'acide fluorhydrique (HF) <sup>131, 132, 133</sup>. Cette technique permet d'obtenir les couches de Si poreux dont les nanostructures solides spongieuses ou colonnaires et les nanopores sont fortement interconnectées. Dans la plupart des cas, le silicium poreux conserve la cristallinité du substrat initial et contient des cristallites dont la dimension varie de 1 à 100 nm. Les propriétés des couches obtenues telles la porosité, le diamètre des pores, la morphologie, l'épaisseur sont fortement dépendantes des conditions d'anodisation. Ainsi les concentrations des constituants de l'électrolyte (HF/éthanol/eau DI), la densité de courant, l'orientation cristalline et la résistivité du wafer ainsi que la température et le temps d'anodisation sont autant de paramètres influents <sup>134, 135</sup>. La prise en compte et le contrôle de tous ces paramètres sont essentiels pour garantir la reproductibilité du silicium poreux.

En général, le silicium poreux est assimilé à un matériau à morphologie colonnaire constitué par des micro ou nano-cristallites (de 1 nm à 1 µm de diamètre) <sup>136</sup>. On distingue différentes morphologies du silicium poreux en fonction du type de dopage du substrat à partir duquel il est fabriqué <sup>137</sup>. Ces différentes morphologies sont classifiées selon le diamètre de leurs pores. Le nanoporeux présentent des diamètres de pores et de cristallites de quelques nanomètres (<5nm) <sup>138, 139</sup>. Le mésoporeux est constitué de colonnes claires et de long pores perpendiculaires à la surface du wafer avec de petites ramifications où la taille des pores est comprise entre 5 et 100 nm <sup>59, 140</sup>. Le silicium macroporeux présente une structuration colonnaire avec des tailles de pores de 0.1 à 1µm<sup>141</sup>. Bien que le silicium macroporeux soit celui qui présente la plus faible conductivité thermique, nous nous sommes intéressés à l'élaboration de silicium mésoporeux plus stable mécaniquement et nos études ont montré qu'il se prête parfaitement aux procédés de fabrication CMOS. Pour ce faire, celui-ci est préparé sur du silicium 100 fortement dopé en Bore (résistivité ~ 0.01  $\Omega$ .cm).



(a) Figure 46 Cellule d'anodisation à double réservoir : (a) Vue schématique et (b) Photographie de la cellule AMMT<sup>®</sup> utilisée à l'IEMN

La Figure 46 présente la cellule d'anodisation à double réservoir utilisée pour la gravure électrochimique du silicium poreux utilisant une solution éthanoïque d'HF. Le rôle de l'éthanol est principalement physique, son utilisation permet de diminuer les tensions de surface libérant plus facilement les bulles d'hydrogène formées par la réaction chimique au cours de l'électrolyse. Une concentration en éthanol de 30% permet de garantir un bon état de surface des couches de silicium poreux <sup>59</sup>.



Figure 47 Photographies au MEB d'une surface de silicium mésoporeux

La porosité et la taille des cristallites <sup>142</sup> des couches représentent les paramètres les plus pertinents pour caractériser le silicium poreux. De la microscopie à force atomique (AFM) et de la microscopie électronique à balayage (MEB) ont été effectuées pour évaluer la taille des

pores. Néanmoins, le MEB a été privilégié pour effectuer les études systématiques (*cf.* Figure 47). La mesure du taux de porosité, défini comme le pourcentage de vide dans la structure, a aussi été évaluée statistiquement au MEB et par méthode gravimétrique <sup>143</sup>.

Les photographies MEB de la Figure 48 montrent un exemple de structuration du silicium mésoporeux. L'anisotropie de la propagation des pores est liée à l'orientation cristalline des wafers de silicium. La croissance des pores se fait préférentiellement dans les directions {100} perpendiculaires à la surface du wafer et obliquement dans les directions {110} et {113} (angle de 54°) <sup>133, 144</sup>.



Figure 48 Photographies au MEB de la porosité dans la tranche de silicium mésoporeux

Les études menées nous ont permis d'évaluer l'évolution de la taille des pores et de la porosité en fonction de la densité de courant et de la concentration d'HF. Les Figure 49 b et 50b montrent toutes deux que la porosité et la taille des pores évoluent quasi-linéairement avec la densité de courant imposée dans le bain d'électrolyse. Pour une densité de courant fixée, les faibles concentrations d'HF provoquent l'élargissement de la taille des pores et augmentent fortement la porosité comme le montrent les exemples illustrés sur les figures 49 a et 50 a. L'intérêt de la nanostructuration, pour ce qui nous intéresse, est qu'elle permet de réduire fortement la conductivité thermique du silicium (deux à trois ordres de grandeur). Celle-ci est inversement proportionnelle à la porosité, et permet d'atteindre une valeur de 0.04 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> pour une porosité de 90% <sup>144</sup>. Néanmoins dans le cadre de la fabrication de nos fluxmètres, nous nous sommes limités à des porosités n'excédant pas les 60%. En effet, nos nombreuses réalisations de nanostructuration montrent que l'obtention de couches de silicium mésoporeux présentant une porosité élevée (> 60%) se heurte souvent à des faiblesses de tenue mécanique <sup>145</sup>.



Figure 49 Evolution de la taille des pores en fonction : (a) de la concentration de HF (J=100mA/cm<sup>2</sup>) et (b) de la densité de courant (concentration HF 27% / Ethanol 50%)



Figure 50 Evolution de la porosité en fonction : (a) de la concentration de HF (pour différentes densités de courant) et (b) de la densité de courant (concentration HF 27% / Ethanol 50%)

Les figures 51 a et b donnent l'évolution de l'épaisseur du silicium poreux en fonction de la densité de courant et du temps d'anodisation. La gravure électrochimique en mode galvanostatique permet une évolution linéaire proportionnelle à la quantité de charge échangée et par conséquent à la durée de l'anodisation (figure 51 a). Un contrôle du temps pour une densité de courant fixée permet l'obtention de l'épaisseur souhaitée. Aux fortes densités de courant (> 200 mA/cm<sup>2</sup>), l'évolution de l'épaisseur du poreux par rapport à la densité de courant utilisée devient négligeable (cf. Figure 51 b).



Figure 51 Evolution de l'épaisseur du silicium poreux en fonction : (a) du temps d'anodisation (J=50mA/cm<sup>2</sup> et J=100mA/cm<sup>2</sup>) et (b) de la densité de courant (concentration HF 27% / Ethanol 50%)

Le contrôle de l'épaisseur est nécessaire pour garantir la bonne reproductibilité de la fabrication de nos fluxmètres. Les effets de sous gravures latérales limitent la profondeur des caissons (*cf.* figures 41). Les simulations montrent que la longueur de cellule optimale est de 500 $\mu$ m (*cf.* figure 45b). La sous gravure de part et d'autre de chaque caisson limite l'épaisseur de gravure. Par ailleurs, nos études de traitements thermiques montrent d'une part qu'au-delà d'une épaisseur de 130  $\mu$ m les contraintes mécaniques entrainent la destruction de nos structures et d'autre part que les résines utilisées pour réaliser l'anodisation sélective ne résistaient pas à des gravures durant plus de 30 min pour des densités de courant supérieures à 100 mA/cm<sup>2</sup>.

#### III.2.b Caractéristiques du microfluxmètre

Les photographies de la Figure 52 illustrent les différentes étapes technologiques nécessaires à la fabrication des fluxmètres thermiques. Certains procédés sont identiques à ceux utilisés pour

la réalisation des  $\mu$ CIRs et ont été décrits dans les parties précédentes. Ces microcapteurs ont été conçus pour être réalisés avec le minimum d'étapes technologiques standard compatible avec une production industrielle, un wafer de silicium de 3 pouces intégrant une centaine de fluxmètres. Néanmoins, il est important de préciser que de nombreux traitements thermiques sont nécessaires pour oxyder en profondeur et stabiliser mécaniquement les couches de silicium poreux <sup>59, 146, 147, 148</sup>. Un dispositif spécifique de caractérisation de la conductivité thermique des couches de silicium poreux a été mis au point et réalisé par notre équipe de recherche <sup>130</sup>. Les études ont montré qu'une oxydation en profondeur des nanocrystallites de silicium poreux. La nanostructuration optimale mise au point permettant une bonne reproductibilité correspond à une porosité de 54% avec une taille de pores moyenne de 20 nm. Les couches obtenues présentent une conductivité thermique 2 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> pour les couches non oxydées et de 1,4 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> pour les couches oxydées.



Figure 52 Photographies des différentes étapes de réalisation des fluxmètres thermiques.

A titre d'exemple les performances obtenues et décrites dans cette partie correspondent à la première configuration de fluxmètres fabriqués utilisant des thermocouples plaqués (polysilicium dopé *in situ* en phosphore/Or) de pouvoir thermoélectrique 250  $\mu$ V/K (dopage 5,5.10<sup>19</sup> cm<sup>-3</sup>). La sensibilité théorique calculée à partir de nos modélisations numériques correspondante à cette réalisation est de 6,88  $\mu$ V.m<sup>2</sup>.W<sup>-1</sup> soit une responsivité 275 mV.W<sup>-1</sup>. La résistance électrique et la détectivité calculées sont respectivement de 529 k $\Omega$  et de 1,49.10<sup>6</sup> cm.W<sup>-1</sup>.Hz<sup>1/2</sup> ( $\rho_{poly} = 2,2.10^{-2} \Omega.cm$ ). Les caractérisations d'une trentaine de microfluxmètres ont permis de déterminer la valeur moyenne de la sensibilité 6,6  $\mu$ V.m<sup>2</sup>.W<sup>-1</sup> (264 mV.W<sup>-1</sup>) avec une dispersion de 0.5  $\mu$ V.m<sup>2</sup>.W<sup>-1</sup>. Les valeurs moyennes respectives de la résistance électrique et la détectivité mesurée sont 560 k $\Omega$  et de 1,39.10<sup>6</sup> cm.W<sup>-1</sup>.Hz<sup>1/2</sup>. Ces valeurs montrent les bonnes concordances entre les valeurs expérimentales et calculées. Les temps de réponse de ces fluxmètres sont de l'ordre de 10 ms<sup>63</sup>.

La dernière configuration de fluxmètres réalisée dans le cadre du projet OFS a permis d'obtenir une résistance réduite en combinant d'une part la technologie de piste rétrécie et l'intégration de couche polysilicium à facteur de puissance  $\alpha^2 \cdot \sigma$  (*cf.* Tableau 4). Les valeurs correspondantes à ces microcapteurs sont une sensibilité moyenne de 5,2 µV.m<sup>2</sup>.W<sup>-1</sup> (nombre de thermocouples augmenté pour la même surface de capteur et réduction du pouvoir thermoélectrique due au traitement thermique), résistance électrique de 120 k $\Omega$  (diminution de la résistivité électrique du polysilicium) et une détectivité de 2,36.10<sup>6</sup> cm.W<sup>-1</sup>.Hz<sup>1/2</sup>.

# III.3 La récupération d'énergie calorifique

# III.3.a Introduction

Les technologies CMOS, suivant la loi de Moore, ont permis la miniaturisation des circuits électroniques mais aussi le développement de nouveaux procédés de micro-fabrication qui ont ouvert la voie à l'intégration de nombreux systèmes électromécaniques (MEMS). Cette tendance, baptisée « more than Moore », a permis l'intégration sur une même puce de nombreuses fonctions diversifiées (capteurs, gestion d'énergie, circuits RF,...) et contribue encore à l'émergence de systèmes autonomes intégrés offrant un très large éventail d'applications potentielles<sup>149, 150</sup>. L'essor important des réseaux de capteurs sans fil WSN (Wireless Sensor Network) a entrainé le développement de nombreuses activités de recherche dans les domaines de la récupération et du stockage de l'énergie. Les stratégies de gestion de l'énergie mises en œuvre ont nécessité de prendre en compte la disponibilité de la ressource énergétique en distinguant celle accessible en permanence (i.e. chaleur) de celle accessible par intermittence (i.e. photovoltaïque). Ainsi deux approches ont été développées : la récupération d'énergie au fil de l'eau (energy harvesting) et la récupération d'énergie opportuniste (energy scavenging). Par ailleurs, le stockage et l'économie des énergies nécessaires pour ces WSN sont tout aussi déterminants. Par exemple, la rétroaction des données récoltées des nœuds de capteurs n'est pas un procédé continu. Ceux-ci peuvent être mis en veille la plupart du temps et ne nécessiter que quelques joules si la durée de cycle est longue et que la période de veille est beaucoup plus importante que celle d'activité (consommation de quelques dizaines de µW)<sup>151</sup>.

De manière générale, les transducteurs employés pour la récupération d'énergie sont souvent des adaptations ou des miniaturisations de dispositifs développés traditionnellement pour réaliser de la mesure de grandeurs physiques. Cependant les approches sont diamétralement opposées. En effet, alors que la mesure nécessite l'optimisation de la sensibilité du transducteur à un paramètre physique en perturbant le moins possible son environnement, la récupération d'énergie est optimisée, quant à elle, pour la récupération du maximum d'énergie. Cela nécessite le développement de nouveaux dispositifs dont la conception est adaptée et orientée spécifiquement vers la récupération d'énergie.

Le microgénérateur thermoélectrique ( $\mu$ TEG) qui convertit la chaleur résiduelle en énergie électrique est l'une des nombreuses solutions de récupération d'énergie<sup>152</sup>. Bien que le rendement de conversion énergétique d'un  $\mu$ TEG soit généralement faible<sup>153</sup>, celui-ci joue un rôle important dans le domaine de la récupération d'énergie principalement en raison de l'abondance des sources de chaleur résiduelle. A titre d'exemple, certains  $\mu$ TEG exploitent directement les variations de température ambiante ou encore l'énergie solaire <sup>45, 154</sup>. D'autres récupèrent la chaleur du corps humain à travers la surface de la peau pour alimenter des systèmes de capteurs médicaux portables <sup>46, 47</sup>.

Dans notre cas, les premières réalisations de dispositifs adaptés pour la récupération d'énergie thermique ont fait suite à certaines de nos applications en fluxmètrie liées à la mesure de la

chaleur latente d'évaporation pour l'identification de liquides<sup>155, 156</sup>. Un prototype spécifique pour la récupération de cette énergie de changement de phase utilisant une thermopile planaire réalisée sur structure monomembrane suspendue fonctionnalisée<sup>157</sup> a permis d'exploiter des gradients thermiques d'une dizaine de degré correspondant à une tension de l'ordre du volt pour quelques microlitres d'eau évaporés (l'énergie produite par l'évaporation d'une microgoutte de 10  $\mu$ L à température ambiante et à pression atmosphérique est d'environ 20 joules). Ces travaux ont d'ailleurs fait l'objet d'un brevet original. C'est dans ce contexte et dans le cadre du contrat plan état région (CPER-CIA) que nous nous sommes attachés, fort de notre expérience dans le domaine des capteurs thermoélectrique, à concevoir et réaliser une microsource exploitant l'énergie thermique sous toutes ses formes.

# III.3.b Critères d'évaluation des performances des thermogénérateurs

Les microthermogénérateurs ( $\mu$ TEG) basés sur la thermoélectricité sont généralement conçus pour collecter le maximum de chaleur et la canaliser de sorte à générer les gradients thermiques les plus élevés entre les jonctions des thermocouples constituants la thermopile. Il existe deux grandes catégories de  $\mu$ TEG thermoélectriques : dites à géométrie verticale ou à géométrie planaire en fonction de l'orientation des thermocouples par rapport au substrat (puits ou source thermique).

Dans le cas des  $\mu$ TEGs à géométrie verticale, la disposition des thermocouples constitués de thermoéléments basés sur les mêmes matériaux (dopés N et P), est perpendiculaire à deux surfaces planes de températures différentes constituant un concentrateur et un évacuateur de chaleur. Actuellement, la plupart des  $\mu$ TEGs commercialisés sont à structures verticales (MPG-D751 par Micropelt<sup>49</sup>, les modules de G2 par Tellurex<sup>50</sup>, TGM par Kryotherm<sup>51</sup>). L'agencement de la thermopile permet d'exploiter de façon optimale la faible conductivité thermique ( $\kappa$ ) et le facteur de puissance élevé ( $\alpha^2.\sigma$ ) des bons matériaux thermoélectriques utilisés, i.e. Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>. Cependant, bien que les technologies verticales aient de meilleures performances, elles présentent des coûts de fabrication élevés et leur impact sur l'environnement limite leur utilisation.



Figure 53 (a) Schéma écorché, (b) circuit électrique équivalent et (c) photographie d'un Eureka Mess Technik µTEG (c)

La Figure 53 illustre un  $\mu$ TEG à structure verticale. Cette topologie est similaire à celle des modules « Peltier » destinés à la réfrigération. Les thermoéléments massifs supportant la structure ont des sections importantes (quelques mm<sup>2</sup>) et présentent des résistances thermiques R<sub>thN</sub> et R<sub>thP</sub> faibles. D'un point de vue électrique ces thermoéléments sont associés en série pour constituer la thermopile, d'un point de vue thermique, ceux-ci sont associés en parallèle entre les deux sources comme le montre la Figure 54. La résistance thermique du  $\mu$ TEG est divisée

par le nombre de thermoéléments devient extrêmement faible et constituent un lourd handicap nécessitant des dissipateurs pour refroidir la surface « froide » du  $\mu$ TEG (cf. Figure 53c).



Figure 54 µTEG thermoélectrique à structure verticale et schéma thermique équivalent

L'équation éq. 19 montre que le rendement maximal d'un  $\mu$ TEG, même dans les conditions idéales, est inférieur au rendement de Carnot ( $\eta_{Carnot} = 1 \cdot T_F/T_C$ ). Pour atteindre ce rendement, il faudrait avoir un facteur de mérite (éq. 20,  $Z = \frac{(\alpha_P - \alpha_N)^2}{R.K}$ ) infini, soit un pouvoir thermoélectrique infini, ou encore une résistance électrique ou une conductance thermique nulles. D'un point de vue thermique cette condition est à l'opposé de celle obtenue avec les  $\mu$ TEG à topologie verticale.

Pour réaliser des  $\mu$ TEG à résistances thermiques élevées et ajustables, nous avons développé à l'IEMN une technologie utilisant une thermopile planaire en couche mince sur structure de membranes suspendues parallèles aux deux surfaces du  $\mu$ TEG. La Figure 55 représente le  $\mu$ TEG à structure planaire suspendue.



Figure 55 µTEG thermoélectrique à structure planaire et schéma thermique équivalent

Des cavités thermiquement isolantes sont creusées périodiquement afin de former des concentrateurs de chaleur de part et d'autres de la structure suspendue. Cette technologie de  $\mu$ TEG s'apparente à celle des fluxmètres à double déflexion de flux réalisés en technologie feuille mince <sup>125</sup>. La chaleur récupérée par le collecteur en silicium (concentrateur supérieur)

est canalisée à travers la membrane puis évacuée à l'aide d'un dissipateur en silicium (concentrateur inférieur) vers un puits thermique.

La disposition des jonctions de la thermopile à l'aplomb des concentrateurs creusés périodiquement de part et d'autre de la thermopile permet de générer des différences de température  $\Delta T_{CF}$  liées au flux canalisés et traversant longitudinalement la structure suspendue. Cette configuration facilite l'ajustement de la conductance thermique élevée « K » de la membrane en ajustant la longueur des membranes et ce indépendamment de la résistance électrique de la thermopile.

Le schéma équivalent du  $\mu$ TEG à topologie planaire est similaire à celui de la topologie verticale (Figure 55) avec des résistances thermiques de thermoéléments  $R_{thN}$  et  $R_{thP}$  beaucoup plus élevées en raison de la faible épaisseur et de la grande longueur de la membrane. D'ailleurs, dans le cadre de son mémoire d'HDR <sup>101</sup>, Etienne Gaviot a démontré cette similitude thermique entre les structures planaires et verticales.

Dans de nombreux cas de figure, les applications pour la récupération d'énergie exigent l'utilisation de  $\mu$ TEGs à faible conductance thermique interne <sup>158, 159, 160</sup>. Néanmoins, notre travail s'est efforcé à démontrer que la puissance électrique de sortie délivrée par le  $\mu$ TEG est maximale lorsque la conductance thermique interne est égale à celle de l'environnement associé. Notre technologie planaire à résistance thermique ajustable indépendamment de la résistance électrique interne de la thermopile présente alors un grand avantage.

# III.3.c Modélisations analytique et numérique

# III.3.c.1 Considérations basiques

Les TEGs sont souvent représentés symboliquement comme des machines thermodynamiques prélevant un flux de chaleur  $\Phi_C$  à la source chaude (Température  $T_C$ ) et restituant un flux de chaleur  $\Phi_F$  à la source froide (Température  $T_F$ ). La puissance électrique utile Pu délivrée dans une charge par le TEG est définie par la loi de conservation de la charge : Pu =  $\Phi_C - \Phi_F$ . La notion de résistance thermique globale du TEG,  $R_{TEG}$  n'a de sens que si la puissance utile est nulle (Pu=0 – condition de circuit ouvert ou de court-circuit). La résistance est alors :  $R_{TEG} = (T_C - T_F)/\Phi$  avec ( $\Phi = \Phi_C = \Phi_F$ ). En pratique, compte tenu du très faible rendement des  $\mu$ TEGs (dans notre cas le facteur de mérite Z de notre dispositif utilisant du polysilicium est très faible), **la puissance utile Pu est négligeable par rapport à \Phi\_C et à \Phi\_F**. Il est alors possible de considérer en première approximation que la résistance thermique est un facteur de perte sensiblement constant et indépendant de la puissance délivrée.

Par ailleurs, notre  $\mu$ TEG présente une épaisseur nettement inférieure au regard des surfaces des concentrateurs ce qui nous permet de **négliger les pertes latérales** beaucoup plus faibles que le flux de chaleur traversant le  $\mu$ TEG. Cette approximation proche de la réalité permet de considérer les écoulements de flux de chaleur  $\Phi_1$  et  $\Phi_2$  de façon unidimensionnelle comme illustrés sur la Figure 56 avec  $\Phi_1 \approx \Phi_2 \approx \Phi_e$ .

Pour pouvoir étudier les performances d'un thermogénérateur (vertical ou planaire) implanté dans un environnement thermique donné, il est essentiel de prendre en compte toutes les résistances thermiques intervenant entre la source de chaleur et le puits thermique. La Figure 56 représente un schéma équivalent simplifié du TEG en mode de fonctionnement. Les résistances  $r_{source}$ ,  $r_{puits}$  et  $r_{\mu TEG}$  sont les résistances thermiques respectivement de la source, du

puits thermique et du  $\mu$ TEG. Les résistances r<sub>C</sub> et r<sub>C</sub>' caractérisent les contacts thermiques respectivement entre le  $\mu$ TEG et la source de chaleur et entre le  $\mu$ TEG et le puits thermique.

Dans notre cas, pour différencier le gradient de température entre les deux faces du thermogénerateur de celui apparaissant entre les jonctions, nous avons choisi de diviser la résistance thermique du  $\mu$ TEG en deux parties : la résistance thermique effective de la thermopile  $r_{thpil} = 1/K_{thpil}$  (avec  $K_{thpil}$  la conductance thermique interne de la thermopile) et  $r_p$  la résistance parasite thermique qui ne contribue pas à la thermogénération (avec  $r_{\mu TEG} = r_{thpil} + r_p$ ).



Figure 56 Schéma thermique équivalent d'un TEG (vertical ou planaire) travaillant entre une source et un puits thermique

La différence de température entre les jonctions de la thermopile  $\Delta T_{thpil}$  est inférieure à celle entre les deux faces du  $\mu TEG \Delta T_{\mu TEG}$  ( $\Delta T_{thpil} < \Delta T_{\mu TEG} < \Delta T_t$  avec  $\Delta T_t$  la différence de température entre la source de chaleur et le puits thermique). Elle peut s'exprimer<sup>161</sup> :

$$\Delta T_{thpil} = \frac{r_{thpil}}{r_{thpil} + r_{ext}} \cdot \Delta T_t \qquad \qquad \acute{eq. 61}$$

On considère alors la résistance extérieure à la thermopile  $r_{ext} = r_{source} + r_c + r_p + r_c' + r_{puits}$ .

La puissance de sortie du  $\mu TEG$  délivrée dans une charge adaptée peut être exprimée à partir de la relation :

$$P_{max} = \frac{V_s^2}{4.R_{e int}} = \frac{(N.\alpha_{NP})^2}{4.R_{e int}} \cdot \left(\frac{r_{thpil}}{r_{thpil} + r_{ext}}\right)^2 \cdot \Delta T_t^2 \qquad \text{éq. 62}$$

Avec l'équation éq. 20 :

$$P_{max} = \frac{Z_{NP}}{4} \cdot \frac{r_{thpil}}{\left(r_{thpil} + r_{ext}\right)^2} \cdot \Delta T_t^2 \qquad \text{éq. 63}$$

Cette puissance de sortie maximale peut être optimisée en adaptant la résistance thermique de la thermopile et la condition d'adaptation ( $r_{thpil} = r_{ext}$ ) est obtenue avec :

$$\frac{d(P_{max})}{d(r_{thpil})} = 0$$
 éq. 64

Soit la puissance de sortie optimale adaptée électriquement et thermiquement :

$$(P_{max})_{opt} = \frac{Z_{NP}}{16} \cdot \frac{\Delta T_t^2}{r_{ext}}$$
 éq. 65

L'adaptation thermique d'un  $\mu$ TEG à son environnement est essentielle et montre l'intérêt de la topologie planaire qui permet d'ajuster la résistance thermique de la thermopile. Dans le cas d'une topologie verticale, la résistance est très faible vis-à-vis des autres résistances en présence. Le  $\mu$ TEG vertical est pénalisé même si il présente une résistance électrique interne faible et un excellent coefficient Seebeck.

#### III.3.c.2 Définition d'un nouveau Facteur d'efficacité

L'équation éq. 65 montre que la puissance utile optimale d'un TEG dépend non seulement de la qualité des matériaux thermoélectriques utilisés mais également de la topologie du dispositif thermoélectrique et des conditions de travail. C'est pourquoi, là encore, le facteur de mérite classique Z du matériau TE n'est pas suffisant pour évaluer les performances d'un TEG. Dans de nombreux articles décrivant des  $\mu$ TEGs, les performances sont résumées à l'aide du facteur de rendement F<sub>e</sub> (appelé aussi facteur d'énergie ou de puissance en  $\mu$ W.K<sup>-2</sup>.cm<sup>-2</sup>) <sup>48, 162, 163</sup>.

$$F_e = \frac{P_{max}}{\Delta T_{\mu TEG}^2 \cdot S_{\mu TEG}}$$
 éq. 66

Avec  $S_{\mu TEG}$  la surface du  $\mu TEG$  et  $\Delta T_{\mu TEG}$  la différence de température entre le concentrateur et le dissipateur de chaleur.

Cependant dans des conditions réelles de travail, les résistances thermiques extérieures au  $\mu$ TEG sont difficiles à évaluer et souvent elles ne peuvent pas être négligées. Elles peuvent même être plus importantes que celle du  $\mu$ TEG. Les études bibliographiques nous ont permis de constater que le facteur de rendement F<sub>e</sub> (éq. 66) qui ne prend pas en compte les résistances thermiques extérieures ne rend pas compte réellement des performances des  $\mu$ TEGs.

De nombreux auteurs caractérisent leur  $\mu$ TEG en évaluant mal les résistances de contacts et en les supposant à tort négligeables. La différence de température entre les concentrateurs  $\Delta T_{\mu TEG}$  peut être très différente de celle entre la source et le puits  $\Delta T_t$ , qui est souvent celle utilisée dans le calcul de F<sub>e</sub>. A titre d'exemple  $\Delta T_{\mu TEG} = 0,6$  % de  $\Delta T_t$  dans le  $\mu$ TEG de Glatz <sup>163</sup>,  $\Delta T_{\mu TEG} = 14,3$  % de  $\Delta T_t$  dans le  $\mu$ TEG de Huesgen <sup>48</sup>,  $\Delta T_{\mu TEG} = 3,8$  % de  $\Delta T_t$  dans le  $\mu$ TEG de Xie <sup>162</sup>.

Finalement, ce facteur  $F_e$  propose de chiffrer la qualité d'un thermogénérateur sans prendre en compte sa résistance thermique interne. C'est la raison pour laquelle, nous avons suggéré une nouvelle définition de ce facteur de rendement  $F_e^*$  qui compare la puissance utile maximale produite par unité de surface au carré de la densité de flux incident  $\phi_e$  (W/m<sup>2</sup>) <sup>164</sup> tel que :

$$F_e^* = \frac{P_{max}}{{\phi_e}^2 . S_{\mu TEG}}$$
 (m<sup>2</sup>.W<sup>-1</sup>) éq. 67

avec

$$\varphi_e = \frac{\Phi_e}{S_{\mu TEG}} = \frac{\Delta T_{\mu TEG}}{S_{\mu TEG} \cdot r_{thpil}}$$
éq. 68

Soit avec les équations éq. 20, éq. 61 et éq. 62 :

$$F_e^* = \frac{Z_{NP}}{4} \cdot r_{thpil} \cdot S_{\mu TEG} \qquad (m^2/W) \qquad \text{éq. 69}$$

La puissance de sortie optimale est déduite (éq. 65 et éq. 69) :

$$(P_{max})_{opt} = F_e^* \cdot S_{\mu TEG} \cdot \frac{\Delta T_t^2}{4.r_{ext}^2}$$
 (W) éq. 70

Cette relation montre que si l'adaptation thermique est réalisée ( $r_{thpil} = r_{ext}$ ) la puissance de sortie du  $\mu$ TEG est facilement déterminée à partir de la résistance extérieure et de la différence de température entre la source et le puits.

Pour bien comprendre l'importance de ce facteur que nous avons introduit dans la littérature, une analyse comparative simple est donnée de la manière suivante :

Si on considère que  $\Delta T_{\mu TEG} = r_{\mu TEG}$ .  $S_{\mu TEG}$ .  $\phi_e$ , les équations éq. 66 et éq. 67 conduisent à :

$$F_e^* = F_e.M^2$$
 éq. 71

où M =  $r_{\mu TEG}$ . S<sub>µTEG</sub> est le coefficient de résistance thermique intrinsèque du µTEG.

En première approximation, on suppose que la résistance totale extérieure au  $\mu$ TEG est inversement proportionnelle à la surface de celui-ci, soit :

$$r_{ext} = \frac{K}{S_{\mu TEG}}$$
 éq. 72

où K est le coefficient de transfert thermique (K.m<sup>2</sup>.W<sup>-1</sup>).

Si l'on considère le cas de figure de deux  $\mu$ TEGs ( $\mu$ TEG<sup>A</sup> et  $\mu$ TEG<sup>B</sup>) travaillant sous les mêmes conditions (*i.e.* différence de température  $\Delta$ T<sub>t</sub> appliquée identiquement entre le concentrateur et le dissipateur et même coefficient de transfert thermique K), et si la puissance de sortie maximale par unité de surface du  $\mu$ TEG<sup>A</sup> est toujours supérieure à celle du  $\mu$ TEG<sup>B</sup>, et ce indépendamment de K, alors (avec éq. 62) :

$$\frac{\left(N^{A}.\alpha_{NP}^{A}\right)^{2}}{4.R_{e\,int}^{A}} \cdot \left(\frac{r_{thpil}^{A}}{r_{thpil}^{A} + \frac{K}{S_{\mu TEG}^{A}}}\right)^{2} \cdot \Delta T_{t}^{2} > \frac{\left(N^{B}.\alpha_{NP}^{B}\right)^{2}}{4.R_{e\,int}^{B}} \cdot \left(\frac{r_{thpil}^{B}}{r_{thpil}^{B} + \frac{K}{S_{\mu TEG}^{B}}}\right)^{2} \cdot \Delta T_{t}^{2}, \quad \forall K \text{ éq. 73}$$

Dans ce cas, nous pouvons affirmer que :

$$F_e^{\ A} > F_e^{\ B} et \ F_e^{\ *A} > F_e^{\ *B}$$
 éq. 74

Néanmoins, si on considère le cas où aucun des deux  $\mu$  TEGs n'est meilleur que l'autre, alors il existe une valeur de K<sub>0</sub> pour laquelle les performances sont égales. Dans ce cas, si M<sup>A</sup> > M<sup>B</sup> alors, nous pouvons écrire à partir de éq. 71 : Si  $F_e^A > F_e^B \iff F_e^{*A} < F_e^{*B}$  et réciproquement.

Cela signifie qu'un  $\mu$ TEG ayant un coefficient de résistance thermique intrinsèque (M) supérieur offrira moins de puissance de sortie par unité de surface lorsque K sera supérieur à K<sub>0</sub> et inversement il offrira plus de puissance de sortie lorsque K sera inférieur à K<sub>0</sub>.

Cette analyse comparative montre l'importance du facteur de rendement  $F_e^*$ , que nous avons introduit dans la littérature, et qui prend en considération la résistance thermique du  $\mu$ TEG contrairement à celui au facteur de rendement  $F_e$  généralement utilisé dans la littérature.

### III.3.c.3 Conception et modélisations thermiques du µTEG IEMN

Le µTEG est un concept dérivé des deux technologies décrites dans les parties précédentes de ce mémoire. Il fonctionne sur le même principe que le fluxmètre thermique <sup>63</sup> mais sa structure à double déflection de flux s'appuvant sur le concept de membranes suspendues tiré de la technologie de µCIR<sup>61, 62, 99</sup> permet d'augmenter considérablement la résistance thermique du µTEG et ainsi améliorer ses performances. La première génération de µTEG réalisée dans le cadre du travail de thèse de Zheng YUAN<sup>43</sup> est composée de deux parties reportées l'une sur l'autre. La première partie est constituée d'une thermopile disposée sur une structure multimembranes identique à celle utilisée dans la fabrication des µCIRs (mais creusée par gravure STS, cf. II.2.c et II.3.c) ; la seconde partie est quant à elle constituée d'un collecteur de chaleur usiné dans du silicium. Cette structure de µTEG planaire développée à l'IEMN s'apparente à certaines autres décrites dans la littérature <sup>48, 162</sup>. La Figure 57a illustre une vue éclatée du µTEG. Les cavités creusées de part et d'autre de la membrane isolent thermiquement certaines des jonctions de la thermopile de la source chaude et les autres du puits thermique. La chaleur est principalement canalisée à travers la membrane. Cette disposition permet de générer des gradients de température élevés entre les jonctions des thermocouples constituants la thermopile. Par ailleurs, cette topologie autorise l'ajustement du nombre et de la longueur des membranes pour ainsi fixer la résistance thermique planaire. Les épaisseurs et les largeurs ajustables des cavités d'air (faible conductivité thermique  $\kappa_{air} = 0.024$ W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>) permettent de fixer la résistance thermique verticale de la structure. La résistance thermique d'ensemble du µTEG peut être adaptée à celle son environnement thermique de travail.



Figure 57 Schémas : (a) d'une vue éclatée d'un µTEG constitué de 3 membranes et (b) d'une vue en coupe (selon AA')

De nombreuses études réalisées par notre équipe de recherche tendent à améliorer les performances de ces  $\mu$ TEG. Une partie d'entre elles passe par l'optimisation structurelle de ces  $\mu$ TEGs. Le dimensionnement de l'ensemble de la structure doit être effectué afin d'exploiter la puissance de sortie maximale lorsqu'un flux de chaleur traverse la structure. L'analyse de la thermique de l'ensemble du  $\mu$ TEG est alors déterminante. A ce titre, deux modèles analytique et numérique ont été mis en œuvre. Les premières études analytiques 1D, basées sur les mêmes considérations simplificatrices que celles réalisées dans les parties 54II.2.d et II.3.b, ont permis la compréhension des principes physiques mis en jeu dans le  $\mu$ TEG et la détermination du profil de température le long d'une membrane du  $\mu$ TEG <sup>43</sup>. Cette distribution de température a été

calculée sous conditions de Dirichlet (températures du concentrateur et du puits uniformes et constantes) ou sous conditions de Neumann (flux thermique traversant le  $\mu$ TEG uniforme et constant). Cependant, le modèle analytique simplifié développé ne permet pas de prendre en compte les pertes, non négligeables, liées notamment aux structures supportant mécaniquement le concentrateur, ni les transferts thermiques transversaux (on néglige la composante verticale du flux de chaleur dans certaines couches d'épaisseur non négligeable, *i.e.* le polyimide). Compte tenu de la complexité de l'architecture, des simulations numériques 3D à l'aide du logiciel COMSOL<sup>®</sup>, guidées par les calculs analytiques, ont été menées parallèlement <sup>165</sup>.

Dans ce modèle, toutes les parties constituant le  $\mu$ TEG sont construites en 3D à partir de leurs dimensions et conductivités thermiques réelles (valeurs données dans la partie II.2.d). Le calcul de la distribution de température dans le  $\mu$ TEG et plus précisément le gradient de température  $\Delta T_{thpil}$  pour une densité de flux de chaleur injectée dans le concentrateur peut être déterminé en fonction des paramètres structuraux (nombre et longueur des membranes, épaisseur des couches, largeur des piliers du collecteur...). Cette différence de température permet de déduire la tension Seebeck théorique. Par ailleurs,  $\Delta T_{thpil}$  est reliée à la résistance effective r<sub>thpil</sub> entre deux jonctions successives qui dépend essentiellement des matériaux constituants la structure suspendue (résistances thermiques des thermoéléments, de la bicouche SiO<sub>2</sub>/Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, du polyimide et des cavités d'air).

Pour les modélisations, la surface du  $\mu$ TEG a été fixée (5,7 x 6 mm<sup>2</sup>). Dans ces conditions, lorsque l'on considère un nombre croissant de membranes N<sub>m</sub> (typiquement de 2 à 10), la longueur et le nombre n des thermocouples associés sur une piste varieront avec N<sub>m</sub>. Dans le cadre de son travail de doctorat, Zheng Yuan a réalisé les simulations pour différents types de  $\mu$ TEG. La Figure 58 illustre un exemple de simulation avec un  $\mu$ TEG de 5 membranes : une puissance de 1W appliquée à la surface du concentrateur (densité de 4W/cm<sup>2</sup>) entraine une différence de température entre les jonctions  $\Delta$ T<sub>thpil</sub> de 78 K pour une différence de température du concentrateur et celle du dissipateur (*i.e.*  $\Delta$ T<sub> $\mu$ TEG</sub>). Cet exemple montre par ailleurs, que les températures du concentrateur et du dissipateur sont quasi homogènes du fait de leur forte conductivité thermique ( $\kappa$ <sub>Si</sub> = 140 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>).



(a) Structure de la simulation numérique
 (b) Distribution de température simulée
 Figure 58 Simulation de la distribution de température via 3D COMSOL<sup>®</sup>
 pour un μTEG à 5 membranes

Les performances de nombreux  $\mu$ TEGs ont été évaluées et comparées afin d'optimiser le produit  $N_m x \Delta T_{thpil}$  (ou encore  $n x \Delta T_{thpil}$ ). Les simulations ont permis de maximiser ce produit en fonction du nombre de membranes constituant le  $\mu$ TEG ( $N_m$  variant de 2 à 10) et des différents paramètres structuraux. La résistance électrique interne du  $\mu$ TEG est invariante avec le nombre de thermocouples par ligne. Un exemple de résultat des modélisations 3D est donné

Figure 59a sous forme d'un réseau de courbes donnant la valeur du produit  $N_m \ge \Delta T_{thpil}$  en fonction de la largeur des piliers L<sub>C</sub> du concentrateur (cf. Figure 57a). L'importance de ce paramètre L<sub>C</sub> a été ainsi mise en évidence  $^{43}$ . Ce réseau de courbes montre que le  $\mu$ TEG à 5 membranes peut fournir un maximum de tension (ou puissance) lorsque L<sub>C</sub> est fixée à 200 µm. Ce maximum obtenu avec la configuration à 5 membranes s'explique physiquement par le flux thermique important perdu via les bossages (support maintenant mécaniquement le concentrateur pour éviter de détruire les membranes avec les piliers) qui forment des ponts thermiques. En effet, lorsque le nombre de membranes diminue la résistance thermique rthpil augmente avec la longueur de celle-ci réduisant le flux de chaleur canalisé pour générer  $\Delta T_{thpil}$ . Dans le cas idéal d'un  $\mu$ TEG sans bossage, la différence de température  $\Delta T_{thpil}$  pour un  $\mu$ TEG à 2 membranes devrait être de 6 fois supérieure à celle d'un  $\mu$ TEG à 5 membranes contre 1.61 dans notre cas. Cette chaleur non canalisée à travers les membranes et perdue via les bossages peut être considérablement plus faible si le nombre de membranes est augmenté. Néanmoins, cette solution altère considérablement la résistance thermique du µTEG. Cette analyse montre l'importance de solutionner ce problème de perte thermique via les bossages. Les solutions en cours de mise en œuvre seront présentées dans la partie perspective de ce mémoire.



Figure 59 Evolution (a) du produit  $\Delta T_{thpil} x N_m$  de différents µTEGs à nombre variable de membranes optimisés en fonction de la largeur de pilier L<sub>C</sub> du concentrateur et (b) de la résistance thermique du µTEG en fonction du nombre des membranes

La détermination de  $\Delta T_{thpil}$  permet de calculer la résistance effective thermique  $r_{thpil}$ ( $r_{thpil} = \Delta T_{thpil}/S_{\mu TEG}/\phi_e$ ). De la même façon,  $\Delta T_t$  permet le calcul de la résistance thermique du  $\mu TEG r_{\mu TEG}$ . La *Figure* 59b illustre l'évolution de ces deux résistances en fonction du nombre de membranes. Le décalage entre les deux courbes correspond à la résistance extérieure à la thermopile  $r_{ext}$  (cf. Figure 56) qui devient prépondérante par rapport à  $r_{thpil}$  pour un nombre de membranes important).

L'influence du nombre de membranes  $N_m$  sur les facteurs de rendement  $F_e$  et  $F_e^*$  peut être déduite des résultats de simulation à partir des équations éq.63, éq. 66 et éq.69. La figure suivante donne les évolutions normalisées calculées en fonction du nombre de membranes. Si on considère le nouveau facteur de rendement  $F_e^*$  les calculs montrent un maximum obtenu pour le  $\mu$ TEG réalisé avec 5 membranes, ce qui correspond à une résistance thermique  $r_{thpil} = 65$  K/W. A l'inverse, si on considère le facteur de rendement  $F_e$ , celui-ci augmente avec le nombre de membranes. Dans notre cas, le maximum est obtenu avec 10 membranes correspondant à une résistance thermique  $r_{thpil} = 22$  K/W. Ces calculs montrent l'inadéquation de ce facteur de rendement traditionnellement utilisé dans la littérature pour évaluer les  $\mu$ TEGs.

En effet, l'accroissement de F<sub>e</sub> en augmentant N<sub>m</sub> entraine une diminution de  $r_{thpil}$  et réduit la différence de température  $\Delta T_{thpil}$  ce qui est physiquement incohérent.



Figure 60 Evolution des deux facteurs de rendement  $F_e$  et  $F_e^*$  en fonction de  $N_m$  (valeurs normalisées par rapport à  $F_e$  (2 membranes) et  $F_e^*$  (2 membranes) respectivement)

Afin de valider cette étude comparative, les réalisations technologiques présentées dans la suite ont consisté à fabriquer des  $\mu$ TEGs avec 2, 5 et 10 membranes correspondant respectivement aux valeurs maximales des résistances thermiques (Figure 59b), de F<sub>e</sub><sup>\*</sup> et F<sub>e</sub> (Figure 60). Cependant, ce maximum de F<sub>e</sub> pour N<sub>m</sub> = 10 s'accompagne d'une résistance parasitée r<sub>ext</sub> non négligeable (~ r<sub>thpil</sub>).

### III.3.d Réalisations technologiques et Caractérisation

### III.3.d.1 Procédé de fabrication des µTEGs

La technologie mise en œuvre pour la fabrication des  $\mu$ TEGs IEMN s'inspire de celle des  $\mu$ CIRs décrite précédemment et a nécessité huit niveaux de masquages. La première génération de  $\mu$ TEGs réalisée a utilisé une technique de report du concentrateur sur une thermopile réalisée sur multimembranes.

Deux substrats de silicium ont été processés parallèlement pour la réalisation de la thermopile planaire sur membrane suspendue. Les étapes technologiques sont identiques à celles décrites dans les parties II.2.c et II.3.a. La structure multicouche (SiO<sub>2</sub> – 800 nm / Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub> – 600 nm / polysilicium) a été déposée sur les deux faces du premier wafer (Figure 60b). Trois types de polysilicium réalisés dans le cadre de travaux menés par Zahia BOUGRIOUA ont été utilisés pour la fabrication de 3 familles de µTEGs. Les études de traitements thermiques à haute température ont permis d'améliorer les facteurs de puissance du polysilicium. Les propriétés physiques de ces couches de polysilicium sont résumées dans le Tableau 7. Les conductivités thermiques de ces couches n'ont pas été mesurées mais les variations de celles-ci n'affectent que très peu la thermique de la structure, étant données les faibles épaisseurs de ces couches polysilicium. Nos études prédictives montrent que la différence de température  $\Delta T_{thpil}$  n'est que très peu affectée par une faible variation de conductivité thermique de la couche TE due à la pondération liée à son épaisseur. Ces résultats ont d'ailleurs été validés expérimentalement <sup>43</sup>.

	PolySi n°1	PolySi n°2	PolySi n°3
Epaisseur (nm)	550	600	730
Concentration dopants n <sub>0</sub> (cm <sup>-3</sup> )	2,6.1019	4,5.10 <sup>19</sup>	7,5.10 <sup>19</sup>
Résistivité (Ω.cm)	0.0234	0.007	0.0038
Coefficient Seebeck à 25°C ( $\mu$ V.K <sup>-1</sup> )	260	225	178
Mobilité $\mu$ (cm <sup>2</sup> .V <sup>-1</sup> .s <sup>-1</sup> )	10.2	20	22
Facteur de puissance $\alpha^2/\rho$ (µW.cm <sup>-1</sup> .K <sup>-2</sup> )	2.9	7.2	8.4

Tableau 7 Propriétés des 3 types de polysilicium utilisés dans la fabrication des µTEGs

La couche polysilicium est ensuite gravée pour former la piste thermoélectrique. Le second élément thermoélectrique est réalisé périodiquement par technologie de plaquage sur la piste en polysilicium (Figure 61c – séquence métallique Ti (10nm)/Al (150nm)/Ni (40nm)/Au (100nm)). Ensuite, une couche de passivation en polyimide HD-4110 ( $16\mu$ m – 0.2 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>) est déposée sur le wafer pour l'isolation électrique entre les thermocouples et le concentrateur et pour la protection des membranes (Figure 61d). Le polyimide permet par ailleurs d'assurer une isolation thermique entre les bossages et le wafer dissipateur. Le wafer est ensuite gravé pour libérer les membranes (Figure 61e).



Figure 61 Etapes technologiques utilisées pour la fabrication du µTEG

Pour la réalisation du concentrateur, une structure bicouche  $(SiO_2/Si_xN_y)$  est tout d'abord déposée sur le deuxième wafer et sera utilisée comme masque pour la gravure profonde du substrat de silicium. Une résistance chauffante est réalisée sur la face supérieure du wafer par dépôt d'une piste de métal (Figure 61f - séquence métallique Ti (10nm)/Au (100nm)). Celle-ci est utilisée pour injecter directement une puissance joule dans le concentrateur et permettre la caractérisation du  $\mu$ TEG. Le wafer est ensuite gravé pour former les piliers du concentrateur qui canaliseront la chaleur vers les jonctions chaudes de la thermopile (Figure 61f). Les cavités sont creusées dans le silicium sur une profondeur de 200  $\mu$ m. Enfin, le concentrateur est mis en contact avec des membranes suspendues avec alignement par système mécanique également utilisé pour l'étalonnage [grece]. Les bossages (ou supports cf. Figure 62c) reposent sur des zones silicium du wafer inférieur et garantissent la stabilité mécanique de la structure.



(a) Vue de dessus du concentrateur

(c) Vue de dessus du concentrateur

Figure 62 Photographies (a) de la thermopile sur membranes suspendues (face avant), (b) de la vue transversale du concentrateur et (c) de la vue de dessus du concentrateur (face arrière)

# III.3.d.2 Caractérisations des µTEGs IEMN

Le report du concentrateur sur la thermopile suspendue a nécessité la mise au point d'un système mécanique assurant l'alignement des deux parties avec une précision de quelques microns afin d'optimiser les performances de chaque  $\mu$ TEG. Celui-ci est composé de plusieurs parties réalisées en polychlorure de vinyle (PVC). L'alignement et le contact sont assurés par les différentes pièces qui constituent le système. La structure suspendue en forme de potence maintient quatre « *pogo pins* » qui permettent d'assurer les contacts électriques avec la thermopile et la résistance chauffante réalisée sur la surface du concentrateur. Le dispositif permet d'injecter une puissance Joule et de relever la tension Seebeck en fonction de celle-ci. La densité de puissance injectée peut etre ajustée entre 0 et 5W/cm<sup>2</sup>. Le choix du PVC s'est fait en grande partie pour sa conductivité thermique de  $\kappa_{PVC} = 0.17 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$ , relativement faible par rapport au puits thermique en aluminium ( $\kappa_{AL} = 237 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$ ) sur lequel reposent les éléments en PVC. Le dispositif ainsi réalisé (Figure 63) permet de minimiser les pertes latérales de chaleur et de canaliser le maximum de flux de chaleur à travers le  $\mu$ TEG vers le puits thermique (les simulations sous COMSOL montrent que 80% de la puissance thermique injectée dans ces conditions traverse le  $\mu$ TEG).



Figure 63 Système mécanique d'alignement et de caractérisation des µTEGs

Les caractérisations de 8  $\mu$ TEGs différents (de même surface (5,7 x 6 mm<sup>2</sup>) ont été réalisées avec ce dispositif. Les différentes photographies (Figure 64) montrent les deux faces des thermopiles sur membranes suspendues (nombre de membranes variant) réalisées sur wafer 3 pouces. Les résistances électriques des thermopiles ont été ajustées pour certains de ces  $\mu$ TEG en modifiant les largeurs de pistes thermoélectriques. De nombreux motifs de tests ont été systématiquement réalisés pour caractériser les propriétés des couches TE utilisées.



Figure 64 Photographies : (a) face avant et (b) face arrière du wafer de 3 pouces après libération des membranes, (c) zoom de la face arrière, (d),(e) et (f) montrant les différentes dimensions de pistes TE

Nous avons supposé que toute la puissance générée dans la résistance chauffante était injectée dans le  $\mu$ TEG et canalisée intégralement à travers celui-ci vers les puits thermique (les pertes latérales et au-dessus du  $\mu$ TEG sont négligées). La différence de température  $\Delta T_{thpil}$  est proportionnelle à la densité de puissance). Les principales caractéristiques de ces  $\mu$ TEGs sont résumées dans le Tableau 8. Celui-ci montre que pour une puissance injectée dans le concentrateur de 1W (3,32 W /cm<sup>2</sup>) une tension maximale de 9,68 V est délivrée par le  $\mu$ TEG<sup>5</sup>.

Une puissance de 3W a même permis d'obtenir une tension de sortie de 20V avec le  $\mu$ TEG<sup>1</sup>, montrant que les  $\mu$ TEGs IEMN peuvent fonctionner avec une très grande différence de température entre leurs deux faces (cette tension correspond à une différence de température entre les jonctions de  $\Delta$ T<sub>thpil</sub> = 265K).

	$\mu TEG^1$	$\mu TEG^2$	$\mu TEG^3$	$\mu TEG^4$	µTEG⁵	µTEG <sup>6</sup>	$\mu TEG^7$	μTEG <sup>8</sup>
Type de polysilicium	n°1	n°1	n°1	n°2	n°2	n°2	n°3	n°3
Nombre de membranes	2	5	10	2	5	5	2	5
Largeur de piste polysilicium (µm)	50	70	50	50	50	50	50	50
Nombre de thermocouples	288	560	1440	288	720	560	288	560
Longueur Membrane (µm)	2300	800	300	2300	800	800	2300	800
Longueur contact $L_C(\mu m)$	1150	400	150	1150	400	400	1150	400
Résistance électrique (MΩ)	2.94	1.73	2.94	1.22	1.06	0.56	0.38	0.234
V <sub>Seebeck</sub> pour 1W injectée (V)	6.33	8.22	6.85	5.78	9.68	7.38	5	5.54
P <sub>Max</sub> pour 1W injectée (µW/cm <sup>2</sup> )	9.9	28.4	11.6	19.9	64.2	70.71	47.9	95.3

Tableau 8 Principaux paramètres des 8 µTEGs IEMN réalisés et caractérisés

La Figure 65a montre l'évolution de la tension Seebeck délivrée par les différents  $\mu$ TEGs en fonction de la densité de puissance injectée et la Figure 65b donne les évolutions des gradients de température  $\Delta T_{thpil}$  correspondants déduits avec le coefficient de chacune des couches. Les évolutions de  $\Delta T_{thpil}$  pour les 3  $\mu$ TEGs réalisés avec 2 membranes sont très proches, quelque soit le polysilicium, utilisé montrant le faible impact de la conductivité thermique de la couche TE sur les performances des  $\mu$ TEGs (conformes aux prédictions numériques). Par ailleurs, cette différence de température  $\Delta T_{thpil}$  est principalement dépendante de la longueur des membranes. Pour une même densité de puissance  $\Delta T_{thpil}$  est maximale avec les structures à 2 membranes et minimale avec la structure à 10 membranes.



Figure 65 (a) Tension délivrée par les  $\mu$ TEGs et (b) Différence de température  $\Delta T_{thpil}$  en fonction de la densité de puissance injectée

Les calculs numériques ont montré que les meilleures performances d'un point de vue thermique étaient obtenues avec les  $\mu$ TEGs à 5 membranes. Le  $\mu$ TEG<sup>8</sup> (5 membranes) qui utilise la couche thermoélectrique avec le meilleur facteur de puissance (cf. Tableau 7 - polysilicium n°3 –  $\alpha^2/\rho_{Polysilicium3} = 8,4 \mu$ W.cm<sup>-1</sup>.K<sup>-2</sup>) présente la puissance de sortie la plus élevée, comme le montrent les caractéristiques de la Figure 66. La puissance de sortie de ce  $\mu$ TEG<sup>8</sup> atteint 138  $\mu$ W /cm<sup>2</sup> pour une puissance injectée de 4W/cm<sup>2</sup>.



Figure 66 Densité de puissance de sortie en fonction de la densité de puissance Joule injectée

En général, dans la littérature peu d'auteurs indiquent la valeur de la résistance thermique de leur  $\mu$ TEG, ce qui ne permet pas de comparer objectivement les résultats obtenus par les uns et les autres. Nous avons comparé les performances de notre meilleur  $\mu$ TEG avec celles d'un des meilleurs  $\mu$ TEG **planaires** trouvé dans la littérature et utilisant les mêmes types de matériaux que les nôtres <sup>48</sup> (résultats résumés dans le Tableau 9).

	µTEG <sup>8</sup> IEMN	µTEG par Huesgen <sup>48</sup>
Surface du µTEG	5,73mm x 6mm	10mm x 10mm
Résistance thermique du $\mu TEG \; r_{\mu TEG} \; (K/W)$	78	1,555
$F_{e} = \frac{P_{max}}{\Delta T_{\mu TEG}^{2} \cdot S_{\mu TEG}} (\mu W.cm^{-2} \cdot K^{-2})$	0,0163	0,363
$F_{e}^{*} = \frac{P_{max}}{\phi_{e}^{2}.S_{\mu TEG}} (\mu m^{2}.W^{-1})$	865	87

Tableau 9 Comparaison des performances entre le  $\mu TEG^8$  et le  $\mu TEG$  Huesgen<sup>48</sup>

La résistance thermique de notre  $\mu$ TEG<sup>8</sup> est 50 fois plus élevée que celle du  $\mu$ TEG Huesgen<sup>48</sup>. Les facteurs F<sub>e</sub> et F<sub>e</sub><sup>\*</sup> calculés sont respectivement 20 fois plus faible et 10 fois plus élevé dans le cas de notre  $\mu$ TEG<sup>8</sup> par rapport au  $\mu$ TEG Huesgen<sup>48</sup>. Cela montre l'importance de prendre en considération ces deux facteurs. L'environnement thermique autour du  $\mu$ TEG s'avère critique pour évaluer ses performances du  $\mu$ TEG.

## IVConclusion sur la synthèse des travaux de recherche

Le travail présenté dans ce mémoire s'est inscrit dans une volonté de notre groupe de recherche de développer des dispositifs thermoélectriques planaires en technologie Silicium compatible CMOS, avec le souci constant d'une intégration utilisant des procédés de fabrication reproductibles et à faible coût.

Durant toutes ces années, j'ai développé une activité scientifique à forte dominante technologique, bénéficiant de l'environnement favorable de notre laboratoire, de nombreuses collaborations extérieures ainsi que des compétences et de la disponibilité des chercheurs impliqués dans la centrale de technologie.

Ma contribution au sein de notre équipe de recherche a permis la conception et la réalisation technologique de nombreux dispositifs dont seule la partie essentielle est décrite dans ce mémoire. Tous ces travaux ont donné lieu à l'encadrement de nombreux jeunes chercheurs ou étudiants dans le cadre de leurs formations doctorales ou en cycle ingénieur.

Pour tous les dispositifs décrits précédemment, il a fallu maîtriser l'ensemble de la chaîne de production allant de la conception, la modélisation jusqu'à la fabrication technologique et la mise au point de bancs spécifiques de caractérisation pour chacun de ces dispositifs.

Une grande partie des travaux a été orientée vers le développement de nouvelles technologies de capteurs pour répondre à des besoins industriels spécifiques. De nombreuses applications ont ainsi pu être développées dans le cadre de contrats de recherche appliquées, et d'autres lors de la mise au point de démonstrateurs notamment dans le cadre du laboratoire Carnot.

Les microcapteurs infrarouges, les microfluxmètres thermiques et les microthermogénérateurs développés ont nécessité de nombreux travaux exhaustifs qui ont permis de s'élever significativement au-dessus de l'état de l'art.

Cependant, de nombreuses études et actions restent à mener dans la thématique « *thermoélectricité* ». Dans la fin de ce mémoire, je présente mes réflexions concernant les perspectives de recherche que j'envisage de développer au regard des besoins identifiés, en prenant en compte les compétences techniques et scientifiques de notre équipe ainsi que les potentiels considérables de notre laboratoire de recherche.

# **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

<sup>1</sup> A. Volta, "Nuova memoria Sull' elettricita a animale. Divisa in tre lettere diretta al signor Abate Anton Maria Vassali, proffessore di fisica nella R. Université Torino. 1794-1795." Institute for experimental medicine of Russia — «A.Galvani and A.Volta, selected papers on animal electricity», OGIZ Publ., M.— L., 1937., 1795-1794

<sup>2</sup> T. J. Seebeck, "Magnetische polarisation der metalle und erze durch temperature-differenz," Abhandlung der Deutschen Akademie der Wissenschaftern zu Berlin (1822),265,373

<sup>3</sup> J. C. Peltier, "Nouvelles expériences sur la caloricité des courants électriques," Annales de chimie, I. VI (1834) 371-87

<sup>4</sup> E. Altenkirch, "Electrotehrmische kalteerzeugung und reversible elektrische Heizung," Physikalische Zeitschrift, p.12 (1911) 920–4

<sup>5</sup> A. F. Ioffe, "Semiconductor thermoelements and thermoelectric cooling," Infosearch London 1957

<sup>6</sup> L. D. Hicks and M. S. Dresselhaus, "Effect of quantum-well structures on the thermoelectric figure of merit," Physical Review B, Vol. 47, Iss. 19, May 1993

<sup>7</sup> L. D. Hicks and M. S. Dresselhaus, "Thermoelectric figure of merit of a one-dimensional conductor," Physical Review B, Vol. 47, Iss. 24, June 1993

<sup>8</sup> J. L. Liu, A. Khitun, K. L. Wang, W. L. Liu, G. Chen, Q. H. Xie, and S. G.Thomas, "Cross-plane thermal conductivity of self-assembled Ge quantum dot superlattices," Phys. Rev. B 67, 165333 (2003)

<sup>9</sup> A. Bernardi, M. I. Alonso, A. R. Go~ni, J. O. Oss\_o, and M. Garriga, "Density control on selfassembling of Ge islands using carbon-alloyed strained SiGe layers," Appl. Phys. Lett. 89, 101921 (2006)

<sup>10</sup> M. Larry Lee and R. Venkatasubramanian, "Effect of nanodot areal density and period on thermal conductivity in SiGe/Si nanodot superlattices," Appl. Phys. Lett. 92, 053112 (2008)

<sup>11</sup> D. Hauser, G. Savelli, M. Plissonnier, L. Monte`s, and J. Simon, "Growth and electrical properties of doped monocrystalline SiGe-based quantum dot superlattices," in Proceedings of the 8th European Conference of Thermoelectrics, Como Italy, 2010

<sup>12</sup> D. Hauser, G. Savelli, M. Plissonnier, L. Monte`s, and J. Simon, "Growth of heavily doped monocrystalline and polycrystalline SiGe-based quantum dot superlattices," Thin Solid Films 520(13), 4259–4263 (2012)

<sup>13</sup> E. Calvet, H. Prat, "Les effets thermoélectriques," Editions Masson, 1956

<sup>14</sup> N.B. Hannay, "Semiconductors," Reinhold, Publishing Corp., New-York, 1959

<sup>15</sup> D.Leclercq, "Contribution à l'étude de l'effet Peltier dans les circuits bimétalliques à électrodes plaquées. Application à la conception de nouveaux capteurs," Thèse d'état, Octobre 1991, USTL

<sup>16</sup> K.Ziouche, "Elaboration de nouveaux procédés de fabrication de microcapteurs de rayonnement. Application à la réalisation de microradiomètres UV et IR," Thèse de doctorat, Octobre1999, USTL

<sup>17</sup> H. Julian Goldsmid, "Introduction to thermoelectricity," Springer Series in Materials Science, Vol. 121, 2010

<sup>18</sup> G. J. Snyder, "Thermoelectric Power Generation: Efficiency and Compatibility," in Thermoelectrics Handbook Macro to Nano, CRC Press, 2006

<sup>19</sup> D. M. Rowe, CRC Handbook of Thermoelectrics. CRC Press, 2006

<sup>20</sup> B. Lenoir, "Thermoélectricité: des principes aux applications," Transport, pp. 1–19, 1990

<sup>21</sup> C. Kittel, "Introduction to solid state physics," 4<sup>ème</sup> Ed., J. Wiley & Sons Inc. New York, 1971
<sup>22</sup> C. J. Vineis, A. Shakouri, A. Majumdar, M. G.Kanatzidis, "Nanostructured Thermoelectrics: Big Efficiency Gains from Small Features," Advanced Materials, 2010. 22(36): p. 3970-3980

<sup>23</sup> T. C. Harman, D. L. Spears, M. J. Manfra, "High Thermoelectric Figures of Merit in PbTe Quantum Wells," Journal of Electronic Materials, Vol. 25, No. 7, 1996

<sup>24</sup> T. C. Harman ,P. J. Taylor , M. P. Walsh, B. E. LaForge, "Quantum Dot Superlattice Thermoelectric Materials and Devices," Science, Vol. 297, pp. 2229-2232, 2002

<sup>25</sup> R. Venkatasubramanian, E. Siivola, T. Colpitts, B. O'Quinn, "Thin-film thermoelectric devices with high room-temperature figures of merit", Nature, vol. 413, pp. 597-602, 2001

<sup>26</sup> T. C. Harman, M. P. Walsh, B. E. Laforge, and G. W. Turner, "Nanostructured thermoelectric materials," *J. Electron. Mater.*, vol. 34, no. 5, pp. L19–L22, May 2005

<sup>27</sup> H. Li, X. Tang, Q. Zhang, and C. Uher, "High performance InxCeyCo4Sb12 thermoelectric materials with in situ forming nanostructured InSb phase," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 94, no. 10, p. 102114, Mar. 2009. 178

<sup>28</sup> Y. Rosenberg, Y. Gelbstein, and M. P. Dariel, "Phase separation and thermoelectric properties of the Pb 0.25Sn0.25Ge0.5Te compound," *J. Alloys Compd.*, vol. 526, pp. 31–38, 2012

<sup>29</sup> O. Yamashita, T. Ochi, and H. Odahara, "Effect of the cooling rate on the thermoelectric properties of p-type (Bi0.25Sb0.75)2Te3 and n-type Bi2(Te0.94Se0.06)3after melting in the bismuth-telluride system," *Mater. Res. Bull.*, vol. 44, no. 6, pp. 1352–1359, 2009

<sup>30</sup> P. F. P. Poudeu, A. Guéguen, C.-I. Wu, T. Hogan, and M. G. Kanatzidis, "High Figure of Merit in Nanostructured n-Type KPbmSbTem+2 Thermoelectric Materials," *Chem. Mater.*, vol. 22, no. 3, pp. 1046–1053, Feb. 2010

<sup>31</sup> K. Biswas, J. He, Q. Zhang, G. Wang, C. Uher, V. P. Dravid, and M. G. Kanatzidis, "Strained endotaxial nanostructures with high thermoelectric figure of merit," *Nat. Chem.*, vol. 3, no. 2, pp. 160–166, Feb. 2011

<sup>32</sup> J.-S. Rhyee, K. H. Lee, S. M. Lee, E. Cho, S. I. Kim, E. Lee, Y. S. Kwon, J. H. Shim, and G. Kotliar, "Peierls distortion as a route to high thermoelectric performance in In4Se3-δ crystals," Nature, vol. 459, no. 7249, pp. 965–968, Jun. 2009

<sup>33</sup> K. F. Hsu, S. Loo, F. Guo, W. Chen, J. S. Dyck, C. Uher, T. Hogan, E. K. Polychroniadis, and M. G. Kanatzidis, "Cubic AgPbmSbTe2+m: Bulk Thermoelectric Materials with High Figure of Merit," Science, vol. 303, no. 5659, pp. 818–821, Feb. 2004

<sup>34</sup> T. Caillat, J. Sakamoto, A. J. A, C. K. Huang, J. Cheng, J. Paik, P. Gogna, and P. J. Fleurial, "Status of skutterudite-based segmented thermoelectric technology components development at JPL," in STAIF 23rd Symposium on Space Nuclear Power and Propulsion, Albuquerque, New Mexico, 2006

<sup>35</sup> T. Caillat, S. Firdosy, S. C. B. Li, J.-A. Paik, C.-K. Huang, J. Cheng, J.-P. Fleurial, V. Ravi, and and E. J. Brandon, "advanced high-temperature thermoelectric devices," in DOE Thermoelectric Applications Workshop, 2009

<sup>36</sup> J.-P. Fleurial, S. Bux, C.-K. Huang, B. J. Cheng, T. Vo, P. von Allmen, T. Caillat, Y. Pei, A. Lalonde, A. Zevalkink, A. May, E. Toberer, G. Snyder, D. King, K. Star, J. Ma, R. Kaner, B. Dunn, and C. C. S. Kauzlarich, 'Advanced high temperature bulk thermoelectric materials,.'"Proceedings of Nuclear and Emerging Technologies for Space 2011, A. nuclear society, Ed-2011

<sup>37</sup> G. Savelli, D. Hauser, D. Michel, and J. Simon, "Growth, electrical and thermal properties of doped mono and polycrystalline SiGe-based quantum dots superlattices," AIP Conf. Proc. 1449, 275–278 (2012)

<sup>38</sup> N. Mingo, D. Hauser, N. P. Kobayashi, M. Plissonnier, and A. Shakouri, "Nanoparticle-in-Alloy' approach to efficient thermoelectrics: Silicides in SiGe," Nano Lett. 9, 711–715 (2009)

<sup>39</sup> P. Thery , D. Leclercq , P. Herin, "Conception et réalisation de fluxmètres radiatifs," brevet international n° 8607072, 1987

<sup>40</sup> L. Camberlain, "Capteurs de température à réseau planaire distribué de thermopiles en couches minces," Thèse de doctorat USTL, Juin1997

<sup>41</sup> S. Sakly, "Etude et réalisation de microcapteurs radiatifs infrarouges en technologie couches minces à structure distribuée périodique," Thèse de doctorat USTL, Juin1998

<sup>42</sup> A. Ebongue, "Microradiomètre sur substrat polymère pour détection de présence en milieu industriel," thèse de doctorat USTL, Décembre 2002

<sup>43</sup> Z. Yuan, "Etude et réalisation de microgénérateurs thermoelectriques planaires en technologie silicium," thèse de doctorat USTL, Décembre 2012

<sup>44</sup> R.J.M. Vullers, R. Van Schaijk, I. Doms, C. Van Hoof, R. Mertens, Micropower energy harvesting, Solid State Electron. 53 (7) (2009) 684-693, <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.sse.2008.12.01</u>

<sup>45</sup> T. Jarman, E. Khalil, E. Khalaf, Energy analyses of thermoelectric renewable energy sources, Open J. Energy Efficiency 2 (2013) 143–153, http://dx.doi.org/10.4236/ojee.2013.24019

<sup>46</sup> V. Leonov, P. Fiorini, T. Torfs, R. Vullers, C. Van Hoof, Thermal matching of a thermoelectric energy harvester with the environment and itsapplication in wearable self-powered wireless medical sensors, in: 15th Inter-national Workshop on Thermal Investigations of ICs and Systems, 2009, pp. 95–100

<sup>47</sup> M. Koplow, A. Chen, D. Steingart, P. Wright, J. Evans, Thick film thermoelectric energy harvesting systems for biomedical applications, in: 5th International Summer School and Symposium on Medical Devices and Biosensors, 2008, pp.322–325

<sup>48</sup> Till Huesgen, Peter Woias, Norbert Kockmann, « Design and fabrication of MEMS thermoelectric generators with high temperature efficiency », Sensors and Actuators A, 145–146, 423–429 (2008)

<sup>49</sup> Micropelt, Micropelt thermogenerator overview (Online), Available from : http://www.micropelt.com/products/thermogenerator.php

<sup>50</sup> Tellurex, Thermoelectric power generation products (Online), Available from : http://www.tellurex.com/products/power.php

<sup>51</sup> Kryotherm, Catalog of generating modules (Online), Available from : http://www.kryothermusa.com/index2b57.html?tid=81

<sup>52</sup> R.Lenggenhager, H.Baltes, J.Peer, M.Foster, "Thermoelectric infrared sensors by CMOS technology", IEEE Electron Device Letters, vol.13, N°9, 1992

<sup>53</sup> D.Moser, "CMOS flow sensors", Thesis submitted to the Swiss Federal institute of technology Zurich, 1993

<sup>54</sup> M.J. Modarres and R. Abdolvand, "High-responsivity thermoelectric infrared detectors with standalone sub-micrometer polysilicon wires," J. Micromech. Microeng. **24** 125013, 2014, doi:10.1088/0960-1317/24/12/125013

<sup>55</sup> H. Bottner, J. Nurnus, A. Schubert and F. Volkert, "New high density micro structured thermogenerators for stand alone sensor systems," 26th International Conference on Thermoelectrics, p. 306-309, 2007

<sup>56</sup> Jonathan T. W. Kuo<sup>1</sup>, Lawrence Yu<sup>1</sup> and Ellis Meng, "Micromachined Thermal Flow Sensors"A Review, Micromachines 2012, 3(3), 550-573; doi:<u>10.3390/mi3030550</u>

<sup>57</sup> C. Escriba, "Conception, réalisation et caractérisation de capteurs infrarouges à thermopiles : application à la détection de présence passive dans l'habitat," Thèse de doctorat Université Toulouse III, Décembre 2005

<sup>58</sup> M. Boutchich, "Microcapteurs de rayonnement infrarouge en technologie Silicium," Thèse de doctorat USTL, Décembre 2002

<sup>59</sup> Y. Malika, "Étude et réalisation de microcapteurs de flux thermique en technologie silicium," Thèse de doctorat USTL, Juin 2007

<sup>60</sup> M. Haffar, "Etude et réalisation de matrices de microcapteurs infrarouge en technologie silicium pour imagerie basse résolution," Thèse de doctorat USTL, Novembre 2007

<sup>61</sup> M. Boutchich, K. Ziouche, M. Ait-Hammouda Yala, P. Godts and D. Leclercq, "Package- free infrared micro sensor using polysilicon thermopile," Sensors and Actuators A Physical, A 121, pp. 52-58, 2005

<sup>62</sup> C. Sion, P. Godts, K. Ziouche, Z Bougrioua, T. Lasri and D. Leclercq, "Unpackaged infrared thermoelectric microsensor realized on suspended membrane by silicon technology," Sensors and Actuators A-Physical, 175, pp.78-86, 2012

<sup>63</sup> K. Ziouche, P. Godts, Z. Bougrioua, C. Sion, T. Lasri and D. Leclercq, "Quasi-monolithic heat flux microsensor based on porous silicon boxes," Sens. Actuator A-Phys., 164, pp. 35-40, 2010

<sup>64</sup> C. Ó Mathúna, T.O'Donnell, R. V. Martinez-Catala, J. Rohan, B. OFlynn, "Energy scavenging for long-term deployable wireless sensor networks," Talanta, 2008. 75(3): p. 613-623

 $^{65}$  I. Doms, P. Merken, R.P. Mertens, C. Van Hoof, "Capacitive Power-Management Circuit for Micropower Thermoelectric Generators with a 2.1 $\mu W$  Controller," International Solid-State Circuits Conference, 2008: p. 300-615

<sup>66</sup> P. Norton, "HgCdTe infrared dtectors," Opto –Electronics Review, Vol. 10, pp. 159-174, 2002

<sup>67</sup> J.L. Tissot, "Infrared Physics & Technology," 46, pp. 147-153, 2004

<sup>68</sup> K. Ziouche, M. Yala, M. Haffar, P. Godts, D. Leclercq, "Mesure de température sans contact en milieu sale," Congrès avec actes, Société Française de Thermique, SFT2007, Ile des Embiez, Var, 2007

<sup>69</sup> M. Haffar, M. Ait-Hammouda Yala, K. Ziouche, P. Godts, D. Leclercq, "Nouveaux microcapteurs thermiques en technologie silicium pour des applications en automobile," Exposé filmé en Vidéo, affiche et démonstration. La vidéo de l'exposé sera disponible sur le site de l'USTL (USTL-TV) et constitue l'acte de ce congrès. Galerie de la Recherche et de l'Innovation, Marcq en Baroeul, Février 2005

<sup>70</sup> Heimann Sensor Gmbh, Grenstrasse22, 01109 dresden (DE), <u>http://www.heimannsensor.com</u>

<sup>71</sup> Dexter Research Center, Inc., 7300 Huron River, Dexter, MI. 48130 U.S.A., <u>http://www.dexterresearch.com</u>

<sup>72</sup> C.M. Hanson, "Hybridpyroelectric–ferroelectric bolometer arrays," in: P.W. Kruse, D.D. Skatrud (Eds.), Semiconductors and Semimetals, Vol. 47, Academic Press, San Diego, 1997, pp. 123–174

<sup>73</sup> P. Muralt, "Micromachined infrared detectors based on pyroelectric thin films," *Rep. Prog. Phys.*, vol. 64, pp. 1339-1388, 2001

<sup>74</sup> D. Akai et al, "Pyroelectric infrared sensors with fast response time and high sensitivity using epitaxial Pb(Zr, Ti)O3 films on epitaxial g-Al2O3/Si substrates", Sensors and Actuators A 130–131 (2006) pp. 111–115

<sup>75</sup> X. Gu et al, "On-chip compensation of self-heating effects in microbolometer infrared detector arrays", Sensors and Actuatuors, A 69 (1998) pp.92-96

<sup>76</sup> C. Chen, X. Yi, X. Zhao, B. Xiong, "Characterizations of VO2-based uncooled

microbolometer linear array," Sensor and Actuators A, vol. 90, pp. 212-214, 2001

<sup>77</sup> B. Fièque et al., "Uncooled microbolometer detector: Recent developments at Ulis", Infrared Physics & Technology 49 (2007) 187–191

 $^{78}$  S.A. Dayeh et al. , "Micromachined infrared bolometers on flexible polyimide substrates", Sensors and Actuators A 118 (2005) 49–56

<sup>79</sup> Iborra et al, "IR Uncooled bolometers based on amorphous GexSi1-xOy micromachined

structures", Journal of microelectromechanical systems, Vol. 11, No. 4, August 2002

<sup>80</sup> E. Gaviot, P. Godts, D. Leclercq, B.Verbecke, "Thermopiles à thermojonctions du type distribuées en particulier sur substrat silicium, fluxmètres thermiques radiatif et conductif mettant en œuvre ces thermopiles ainsi que leurs procédés de fabrication," Brevet d'invention USTL-CNRS, FR2781931, Février 2000

<sup>81</sup> P. Godts, K. Ziouche, D. Leclercq, "Thermoelectric infrared microsensor using suspended membranes made by silicon micromachining," Congrès avec actes, Aerosense , SPIE 15th Annual International Symposium on Aerospace/Defense sensing, Simulation and Controls, Infrared Technology and Applications, Orlando, USA, Avril 2001

<sup>82</sup> D. Leclercq, K. Ziouche, P. Godts, "New developments on IR distribution-patterned microradiometers family," Congrès avec actes, Aerosense, SPIE 15th Annual International Symposium on Aerospace/Defense sensing, Simulation and Controls, Infrared Technology and Applications, Orlando, USA, Avril 2001

<sup>83</sup> K. Ziouche, M. Boutchich, D. Bernard, P. Godts, D. Leclercq, "A New Ultra-Violet Microradiometer, "Congrès international avec actes, Sensors 2001, Nuremberg, Allemagne, Mai 2001

<sup>84</sup> K. Ziouche, M. Boutchich, M. Achani, P. Godts, D. Leclercq, "A New Infrared Microsensor," Congrès avec actes, Sensors 2003, Nuremberg, Allemagne, Mai 2003

<sup>85</sup> M. Boutchich, K. Ziouche, P. Godts and D. Leclercq, "Characterisation of Phosphorus and Boron Heavily Doped LPCVD Polysilicon films in the Temperature Range 293-373K," IEEE Electron Device Letter, Vol. 23, n° 3, pp. 139-141, March 2002

<sup>86</sup> P. Malcovati, "CMOS thermoelectric sensor interfaces," Thesis submitted to the Swiss Federal institute of technology Zurich, 1996

<sup>87</sup> E.Saint-Etienne, "Nouvelle filière technologique de circuits micro-ondes coplanaires à faibles pertes et à faible dispersion sur membrane composite d'oxyde et de nitrure de silicium," these de doctorat, LAAS 1998

<sup>88</sup> C.Rossi, P.Temple-Boyer, D.Estève, "Realization and performances of thin SiO2/SiNx membrane for microheater applications," LAAS report N° 97008, January 1997

<sup>89</sup> C.Rossi, E.Sheid, D.Estève, "Theorical and experimental study of silicon micro machined micro heater with dielectric stacked membranes," LAAS report N° 97006, January 1997

<sup>90</sup> G.D.Mahan and J.O.Sofo, "The best thermoelectric", Proc.Natl.Acad.Sci.USA, Vol.93, pp.7436-7439, Applied Physical Sciences, July 1996

<sup>91</sup> L.J. VanDerPauw, A Method of Measuring Specific Resistivity and Hall Effect of Discs of Arbitrary Shapes. . Philips Res Repts, 1958. 13: p. 1-9

<sup>92</sup> L.J. VanDerPauw, A Method of Measuring the Resistivity and Hall Coefficient on Lamellae of Arbitrary Shape. Philips Tech, 1958. 20: p. 220-224

<sup>93</sup> M.M.Mandurah, K.C.Saraswat, T.I.Kamins, "Phosphorus doping of low pressure chemically vapour deposited silicon films", J.Electrochem.Soc.126, 1019 (1979)

<sup>94</sup> M.Rydberg, U.Smith, "Long term stability and electrical properties of compensation doped PolySi IC resistors", IEEE transactions on Electron Devices. Vol.47, No.2, 417-425, February 2000

<sup>95</sup> A. D. McConnell, S. Uma, and K. E. Goodson, "Thermal conductivity of doped polysilicon layers," J. Microelectromech. Syst. 10, 360–369 (2001) <sup>96</sup> L. La Spina et al., "Bulk-micromachined test structure for fast and reliable determination of the lateral thermal conductivity of thin films," J. Microelectromech. Syst. 16, 675 (2007)

<sup>97</sup> Obviously, the room temperature k value for a polysilicon layer would vary as a function of the key physical properties that significantly impact phonon scattering: (i) the diameter of the crystallites (density of grain boundaries), (ii) the thickness of the film (for very thin layers, surface and interface roughness scattering), (iii) the concentration and distribution of the doping species (effect of impurity scattering and effectiveness of charge carrier screening). As an illustration of these issues, one can read for instance M.von Arx et al., J. Microelectromech. Syst. 9, 136–145 (2000)

<sup>98</sup> Y.Mishima and M.Takei, "Non-mass separated ion shower doping of polycrystalline silicon", J.Appl.Phys., Vol.75, No.10, 15 May 1994

<sup>99</sup> K. Ziouche, G. Savelli, Z. Bougrioua, D. Hauser, P. Lejeune, P.-M. Michon, T. Lasri and D. Leclercq, "Thermoelectric infrared microsensors based on a periodically suspended thermopile integrating nanostructured Ge/SiGe quantum dots superlattice," J. Appl. Phys. 116, 043701 (2014); http://dx.doi.org/10.1063/1.4891020

<sup>100</sup> K. Ziouche, P.Godts and D. Leclercq, "Polyimid resist as infrared absorbing layer for radiation microsensors," Sensors and Materials, Vol. 12, n°8, pp. 445-454, 2000

<sup>101</sup> E. Gaviot, "Conception et optimisation des radiomètres thermiques à absorption différentielle distribuée", Habilitation à diriger des recherches, Lille 1998

<sup>102</sup> F. Volklein and A. Wiegand, "High sensitivity and detectivity radiation thermopiles made by multilayer technology", Sensors and actuators, Oct.3 1989

<sup>103</sup> R. P. Manginell et al, "Finite Element Modeling of a Microhotplate for Microfluidic Applications", International Conference on Modeling and Simulation of Microsystems, San Juan, 1999.

<sup>104</sup> Ankur Jain et al, "Design , fabrication and thermal characterization of a MEMS device for

control of nerve cell growth", Proceedings of IMECE'03, 2003 ASME International Mechanical Engineering Congress & Exposition, Washington, D.C., November 16-21, 2003

<sup>105</sup> A.B de Vriendt, "La transmission de chaleur, volume 2. Introduction au rayonnement thermique", Gaëtan Morin éditeur, 1992

<sup>106</sup> H. Randrianarisoa, "Etude et réalisation d'un banc de mesure pour capteurs de rayonnement infrarouge. Application à la caractérisation de microradiomètres," Thèse de doctorat USTL, décembre 1998

<sup>107</sup> C. Sion, P. Godts, K. Ziouche, Z Bougrioua, T. Lasri and D. Leclercq, "Unpackaged infrared thermoelectric microsensor realized on suspended membrane by silicon technology," Sensors and Actuators A-Physical, 175, pp.78-86, 2012

<sup>108</sup> F. Lärmer, A. Schilp, "Method of Anisotropically Etching Silicon", German Patent DE4241045

<sup>109</sup> J.K. Bhardwaj, H. Ashraf, "Advanced Silicon Etching Using High Density Plasmas" Proceeding SPIE Micromachining and Microfabrication Process Technology, Vol. 2639, pp.224-233, (1995)

<sup>110</sup> A. Ayon et al, Journal Electrochemical Society, Vol.146, No.1, pp339-349, 1999

<sup>111</sup> J. Hopkins et al, MRS Fall Meeting, Boston MA, Dec. 1998

<sup>112</sup> C. Sion, "Réalisation d'une caméra infrarouge à bas cout pour application grand public," Thèse de doctorat USTL, Novembre 2011

<sup>113</sup> S. Bozzo, J.-L. Lazzari, C. Coudreau, A. Ronda, F. Arnaud d'Avitaya, J. Derrien, S. Mesters, B. Hollaender, P. Gergaud, and O. Thomas, "Chemical vapor deposition of silicon–germanium heterostructures," J. Cryst. Growth 216, 171–184 (2000)

<sup>114</sup> J. M. Hartmann, P. Holliger, F. Laugier, G. Rolland, A. Suhm, T. Ernst, T. Billon, and N. Vulliet, "Growth of SiGe/Si superlattices on silicon-on-insulator substrates for multi-bridge channel field effect transistors," J. Cryst. Growth. 283, 57–67 (2005)

<sup>115</sup> J. Hallstedt, A. Parent, M. Ostling, and H. H. Radamson, "Incorporation of boron in SiGe(C) epitaxial layers grown by reduced pressure chemical vapor deposition," Mater. Sci. Semicond. Process. 8, 97–101 (2005)

<sup>116</sup> C. Dames and G. Chen, "1ω, 2ω, and 3ω methods for measurements of thermal properties," Review of Scientific Instruments, vol. 76, pp. 124902-1-124902-14, Dec. 2005

<sup>117</sup> J. Alvarez-Quintana and J. Rodriguez, "Extension of the  $3\omega$  method to measure the thermal conductivity of thin films without a reference sample," Sensors and Actuators A, vol. 142, pp. 232–236, 2008

<sup>118</sup> Vatell Corporation, P.O. Box 66, Christiansburg, VA 24068, USA, http://www.vatell.com

<sup>119</sup> Hukseflux Thermal Sensors B.V., Elektronicaweg 25, 2628XGDelft, The Nether- lands, http://www.hukseflux.com

<sup>120</sup> Rdf HFS-C Industrial Heat Flux Sensors, http://www.rdfcorp.com

<sup>121</sup> Captec Entreprise, 47 rue Jeanne d'Arc 59000 Lille, France, http://www.captec.fr

<sup>122</sup> E. Gaviot, D. Leclercq, P. Thery,"Les fluxmètres thermiques à circuits imprimés bimétalliques", Métrologie des propriétés thermophysiques des matériaux, Livre p. 213-221, Edition Masson –Auteur : J. Hladik, 1990

<sup>123</sup> A. Saidi, J. Kim, "Heat flux sensor with minimal impact on boundary conditions," Experimental Thermal and Fluid Science 28 (2004) 903–908

<sup>124</sup> S. Güths, "Anémomètre à effet Peltier et fluxmètre thermique. Conception et réalisation. Application à l'étude de la convection naturelle". Thèse de doctorat : Université d'Artois – Pôle Béthune, novembre 1994

<sup>125</sup> P. Thery, D. Leclercq, P. Herin, "Device for measuring the intensity of a radiative flux and optionally also measuring the intensity of a convective flux," United State Patent, Number 4,850,713, 25 1989

<sup>126</sup> Jiang Puqing, "Distribution of the mean free paths of acoustic phonons in crystalline silicon," PhD, National university of Singapore, July 2012

<sup>127</sup> G. Benedetto, L. Boarino and R. Spagnolo, "Evaluation of thermal conductivity of porous silicon by photoacoustic method," J. Appl. Phys. A, vol. 64, pp. 155-159, 1997

<sup>128</sup> A. Drost, P. Steiner, H. Moser H and W. Lang, "Thermal conductivity of porous silicon," Sensors & Materials, vol. 7, pp. 111-120, 1995

<sup>129</sup> S. Périchon, V. Lysenko, Ph. Roussel, B. Remaki, B. Champagnon and D. Barbier, "Technology and micro-Raman Characterization of thick meso-porous silicon layers for thermal effect microsystems," Proc. Eurosensors XIII, The Hague, pp. 199-200, 1999

<sup>130</sup> K. Ziouche, Z. Bougrioua, P. Lejeune, T. Lasri and D. Leclercq, "Probing Technique for Localized Thermal Conductivity Measurement," Measurement Science and Technology, 2015

<sup>131</sup> Campbell S.D., Jones L.A., Nakamichi E., Wei F.X., Zajchowski L.D, "Spectral and structural features of porous silicon prepared by chemical and electrochemical etching processes," J. Vac. Technol. B, 1995, Vol 13, 1184-1189

<sup>132</sup> Uhlir A, "Electronic shaping of germanium and silicon," Bell Syst. Tech. J , 1956, Vol 35, 333-347

<sup>133</sup> M.J.J. Theunissen, J.A. Appels, W.H. Verkuylen, "Application of preferential electrochemical etching of silicon ton semiconductor device technology", J. Electrochem. Soc., Vol.117 (1970) 959-965

<sup>134</sup> Halimaoui A, "Porous silicon: material processing, properties and applications in Porous Silicon," Science and Technology, Vial J. C. and Derrien J. (eds), Berlin, Springer - Verlag, and Les Ulis, Les Editions de Physique, 1995, 33-52

<sup>135</sup> Beale M. I. J., Benjamin J. D., Uren M. J., Chew N. G. and Cullis A. G, "An experimental and theoretical study of the formation and micro structure of porous silicon," J. Cryst. Growth, 1985, Vol 73, 622-626

<sup>136</sup> Canham L. T., "Silicon quantum wire array fabrication by electrochemical and chemical dissolution of wafers," Appl. Phys. Lett., 1990, Vol 57, 1046-1048

<sup>137</sup> I.J.Beale, J.D.Benjamin, M.J.Uren, N.G.Chew, A.J.Cullis, "An experimental and technological study of the formation and microstructure of porous silicon," J. Cryst. Growth 73 (1985) 622

<sup>138</sup> Lehman V. and Gösele U., "Porous silicon formation: a quantum effect," Appl. Phys. Lett., 1991, Vol 58, 856-858

<sup>139</sup> Thönissen M., Berger M.G., Arens-Fischer R., Glück O., Krüger M., Lüth H., "Illumination assisted formation of porous silicon," Thin solid Films, 1996, Vol 276, 21-24

<sup>140</sup> P. Roussel, "Microcapteur de conductivité thermique sur caisson épais de silicium poreux pour la mesure de la microcirculation sanguine," Thse de doctorat INSA Lyon, 1999

<sup>141</sup> Föll H, "Properties of silicon-electrolyte junctions and their application to silicon characterization , Appl. Phys, 1991, A, Vol. 53, 8-19

<sup>142</sup> Imai K., Unno h., Takaoka h., "Crystalline quality of silicon layer formed by FIPOS technology," J. Cryst. Growth, 1983, Vol. 63, 547-553

<sup>143</sup> C. Bertrand, "Préparation et caractérisation du silicium poreux obtenu sur substrats P et N," Thèse: Institut National Polytechnique de Grenoble, 1986

<sup>144</sup> R. Vajtai, Springer Handbook of nanomaterials, 2013

<sup>145</sup> V. Lysenko, S. Périchon, B. Remaki, D. Barbier, "Thermal isolation in microsystems with porous silicon," Sensors and Actuators A 99 (2002) 13-24

<sup>146</sup> Yon J. J., Barla K., Herino R. and Bomchil G., "The kinetics and mechanism of oxide formation from porous silicon formed on p-silicon substrates," J. Appl. Phys., 1987, Vol. 62, 1042-1048

<sup>147</sup> Arita Y., Kuranari K., "Thermal behavior of porous silicon," J. Appl. Phys., 1976, Vol.15, 1655-1664

<sup>148</sup> Lysenko, V., Roussel, Ph., Delhomme, G., Rossokhaty, V., Strikha, V., Dittmar, A., Barbier D., "Oxidized porous silicon: a new approach in support thermal isolation of the thermopile based biosensors," Sensors and Actuators A, 1998, Vol. 67, 205-210

<sup>149</sup> B. Warneke, M. Scott, B. Leibowitz, L. Zhou, C. Bellew, J. Chediak, J. Kahn, B. Boser, and K. Pister, "An autonomous 16 mm3 solarpowered node for distributed wireless sensor networks," Sensors 2002, Proceedings of IEEE, Vol. 2, pp. 1510-1515

<sup>150</sup> J. Rabaey, M. Ammer, J. da Silva, J.L., D. Patel, and S. Roundy, "Picoradio supports ad hoc ultralow power wireless networking," Computer, vol. 33, pp. 42–48, jul. 2000

<sup>151</sup> Cian Ó Mathúna, Terence O'Donnell, Rafael V. Martinez-Catala, James Rohan, Brendan OFlynn, Energy scavenging for long-term deployable wireless sensor networks. Talanta, 2008. 75(3): p.

613-623.

<sup>152</sup> R.J.M. Vullers, R. Van Schaijk, I. Doms, C. Van Hoof, R. Mertens, Microp-ower energy harvesting, Solid State Electron. 53 (7) (2009) 684–693,http://dx.doi.org/10.1016/j.sse.2008.12.01

<sup>153</sup> J.P. Fleurial, G.J. Snyder, J.A. Herman, M. Smart, P. Shakkottai, P.H. Giauque, M.A. Nicolet, Miniaturized thermoelectric power sources, in: Proceedings of 34th Intersociety Energy Conversion Engineering Conference, Vancouver, BC, Canada, 1999, p. 992569

<sup>154</sup> A. Moser, L. Rendler, M. Kratschmer, P. Woias, "Transient model for thermoelectric generator systems harvesting from the natural ambient temperature cycle," Proceedings of PowerMEMS, 2010, pp. 431–434

<sup>155</sup> P. GODTS, D. DUPONT and D. LECLERCQ, "Direct measurement of the evaporation latent heat by flowmetric method," IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, Vol. 54, NO. 6, pp. 2364-2369, December 2005

<sup>156</sup> K. Ziouche, P. Godts, D. Leclercq, T. Lasri. « Microgénérateur de tension utilisant la chaleur latente de changement de phase d'un liquide ». Patent n° FR2955708 (A1). 2011

<sup>157</sup> G. Scheen, K. Ziouche, Z. Bougrioua, P. Godts, Leclercq and T. Lasri, "Simultaneous fabrication of superhydrophobic and superhydrophilic polyimide surfaces with low hysteresis," Langmuir, American Chemical Society, 27, pp.6490-6495, 2011

<sup>158</sup> M. Lossec, B. Multon, H. Ben Ahmed, Sizing optimization of a thermoelec-tric generator set with heatsink for harvesting human body heat, EnergyConvers. Manage. 68 (2013) 260–265, http://dx.doi.org/10.1016/j.enconman.2013.01.021

<sup>159</sup> C. Navone, M. Soulier, J. Testard, J. Simon, T. Caroff, Optimization and fabrication of a thick printed thermoelectric device, J. Electron. Mater. 40 (2011) 789–793

<sup>160</sup> W. Glatz, E. Schwyter, L. Durrer, C. Hierold, Bi2Te3-based flexible micro thermo-electric generator with optimized design, J. Microelectromech. Syst. 18 (2009)763–772

<sup>161</sup> M. Strasser, R. Aigner, M. Franosch, G. Wachutka, "Miniaturized thermoelec-tric generators based on poly-Si and poly-SiGe surface micromachining," Sens.Actuators A: Phys. 97 (2002) 535–542

<sup>162</sup> J. Xie, C. Lee, H. Feng, Design, "Fabrication, and characterization of CMOS MEMS-based thermoelectric power generators," J. Microelectromech. Syst. 19 (2)(2010) 317–324

<sup>163</sup> W. Glatz, S. Muntwyler, C. Hierold, "Optimization and fabrication of thick flexible polymer based micro thermoelectric generator," Sens. Actuators A: Phys. 132 (1)(2006) 337–345

<sup>164</sup> Z. Yuan, K. Ziouche, Z. Bougrioua, P. Godts, T. Lasri, D. Leclercq, "A planar micro thermoelectric generator with high thermal resistance," Sensors and Actuators A 221 (2015) 67–76

<sup>165</sup> Z. Yuan, K. Ziouche, Z. Bougrioua, P. Godts, T. Lasri, D. Leclercq, "A new method to improve the efficiency of the heat flow path of a micro thermoelectric generator, in: 9th European conference on thermoelectrics: ECT2011, 449 (1), AIP Publishing, 2012, pp. 435–438

PERSPECTIVES DE RECHERCHES

## Perspectives de recherche

Toutes ces années de recherche, en grande partie effectuées dans la centrale de technologie, m'ont permis de maîtriser les nombreux outils dont nous disposons au laboratoire, et me confortent dans l'envie de poursuivre dans les thématiques liées aux nanotechnologies. La figure 67 résume les perspectives de mon activité de recherche selon quatre axes différents et une projection sur les années à venir. La projection à 10 ans est proposée dans l'optique d'une démonstration de résultats à l'état de l'art dans les 4 axes proposés. Le premier axe concerne l'intégration en monolithique des  $\mu$ TEG et les nombreuses pistes d'amélioration des performances. Le second concerne la continuité du projet OFS, avec la société SEB et notamment l'amélioration des performances du fluxmètre et la transférabilité de la technologie pour une production à grande échelle. Fort de notre expérience dans l'élaboration de microcapteurs sur kapton, une des pistes de recherche sera le développement de technologies de fluxmètres et de  $\mu$ TEGs sur substrats souples. Enfin, une orientation de notre activité de recherche est envisagée pour le développement de microsystèmes pour la caractérisation thermique à des échelles nanométriques.



Figure 1 Perspectives de recherche autour des quatre thèmes (projet OFS – transférabilité, Intégration µTEG en monolithique et optimisation, Technologie sur substrat souple et nanocaractérisations)

Ces perspectives et ce découpage s'appuient sur les compétences et le savoir-faire existants et sur la volonté de monter des projets avec des partenaires académiques et industriels afin de faire progresser l'état de l'art dans ces différentes voies. Elles intégreront également l'émergence d'autres thématiques qui se dégageront au cours du temps en tenant compte des nouveaux résultats publiés dans la littérature et des nouvelles avancées technologiques.

# I Microthermogénérateurs thermoélectriques

## I.1. Intégration monolithique

Nos travaux de recherche ont permis la fabrication de µTEGs réalisés à partir de deux substrats de silicium processés parallèlement. Comme nous avons pu le voir précédemment, les thermopiles suspendues sont réalisées sur le premier substrat et les collecteurs de chaleur sur le second. Le report et l'alignement des collecteurs sur les membranes suspendues se fait à l'aide d'un dispositif spécifique décrit dans la partie III.3.d.2. (figure 63). Même si ce système a permis la caractérisation de nombreux µTEGs, cette technique d'alignement reste approximative et souvent destructive pour les membranes. Par ailleurs, elle ne permet pas une utilisation du µTEG dans n'importe quelle condition. Le travail actuellement engagé, devrait, à court terme, permettre la fabrication de µTEGs avec un alignement pleine plaque des concentrateurs et des thermopiles suspendues. Cette nouvelle technique d'auto-alignement et de collage du concentrateur et de la thermopile permettra un alignement quasi parfait des piliers des concentrateurs au centre des membranes ce qui devrait améliorer les performances des µTEGs mais aussi permettre l'exploitation de µTEGs à très petites membranes (« substrate bonder », technique de scellement par thermocompression, SB6e SUSS Microtec<sup>®</sup>). La figure 68 illustre les différentes étapes pour la fabrication en monolithique de la nouvelle génération de µTEG IEMN.



Figure 68 Etapes de fabrication du µTEG monolithique

La technique de scellement risquant de rompre les membranes dû à la pression exercée par les piliers des collecteurs sur celles-ci pendant le collage, nous développons actuellement une technique utilisant une couche sacrificielle de silicium poreux sur laquelle est réalisée la bicouche  $SiO_2/Si_xN_y$  et la thermopile (Figure 68.c). Sous celle-ci sont réalisés un ensemble de piliers en structure « *fakir* » (Figure 68.d). Les photographies (Figure 69) montrent les premiers essais de réalisation de ces structures fakir et du scellement. Les piliers ont été gravés par gravure sélective chimique par phase vapeur à l'aide de XeF<sub>2</sub>. Les études en cours devraient à court terme permettre l'enlèvement de la couche sacrificielle de silicium poreux à l'aide d'une gravure chimique à base de soude.



Figure 69 Photographies : (a) Piliers de silicium et de silicium poreux utilisé pour protéger les membranes au cours du processus de collage; (b). La vue en coupe du µTEG après avoir enlevé les piliers de silicium par XeF2

# I.2 Intégration de matériaux à meilleur efficacité thermoélectrique et amélioration de l'ensemble de la thermique de la membrane

Comme nous avons pu le voir dans la partie II.5, l'intégration de matériaux thermoélectriques à base de SRBQ SiGe à meilleurs facteurs de mérite a permis d'améliorer les performances des  $\mu$ CIRs de 28% du à la seule amélioration de la conductivité thermique du matériau TE (un ordre de grandeur). La figure 70 montre l'évaluation du gain obtenu avec les matériaux à faible conductivité thermique (nanostructurés et fonctionnels) sur la sensibilité d'un capteur monomembrane 1x1 mm<sup>2</sup>. La configuration des  $\mu$ TEGs sur structures suspendues suit sensiblement la même évolution.



*Figure 70* Evaluation du gain obtenu avec les matériaux à faible conductivité thermique (nanostructurés et fonctionnels) sur la sensibilité d'un capteur monomembrane 1x1 mm<sup>2</sup>

Ainsi, alors que la seule amélioration de la conductivité thermique du matériau TE (dans le cas d'une configuration plaquée utilisant de l'or) ne permet d'augmenter que de 28% les performances d'un  $\mu$ CIR, celles-ci pourraient voir un gain d'environ 300% si toute la thermique était prise en compte. Dans la suite, nous proposerons la réalisation de  $\mu$ TEGs (et de  $\mu$ CIRs) utilisant des matériaux thermoélectriques de type N et P de faibles conductivités thermiques (SRBQ N et P). Cette configuration permettra un pouvoir thermoélectrique global plus élevé et une plus faible conductance thermique. Par ailleurs, pour réduire la conductivité thermique de la bicouche SiO<sub>2</sub>/Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, certaines de nos études en cours de réalisation montrent qu'une réduction de l'épaisseur totale de la bicouche est envisageable et une structuration en nid d'abeille (nanostructuration de la bicouche par gravure plasma) doit permettre de réduire la conductivité thermique de l'ensemble. Toutes ces pistes devraient permettre une amélioration importante des performances de nos  $\mu$ TEG.

## I.3 Réduction des pertes latérales

Une autre piste pour améliorer les performances des  $\mu$ TEGs est la réduction des pertes latérales notamment au niveau des structures supportant le collecteur (« bossages »). Comme nous avons pu le voir dans les parties III.3.c.3 et III.3.d.1, les bossages permettent le maintien de l'ensemble de la structure et supportent le collecteur sur la thermopile planaire suspendue. Ils évitent que les piliers du concentrateur percent les membranes. Néanmoins, ces supports sont intégralement en silicium. Certaines de nos modélisations montrent qu'en fonction du type de  $\mu$ TEG (nombre de membranes) entre 30 et 50 % de la chaleur captée est canalisée à travers ces bossages directement vers le puits thermique et ne passe pas à travers les membranes. La figure 71 représente le flux thermique traversant les bossages.



Figure 71 Flux thermique perdu via les supports du concentrateur (bossages)

Afin d'optimiser la récupération de chaleur et minimiser ces pertes latérales, les solutions envisagées consistent d'une part à étudier le contact thermique entre ces bossages et la couche inférieure en polyimide, une augmentation de la résistance de contact est envisageable en diminuant la surface de contact. D'autre part, une anodisation sélective de l'ensemble des bossages permettrait de réduire la conductivité thermique de ces structures support. Nos simulations montrent que les pertes latérales pourraient alors être réduites à moins de 5% de la chaleur traversant le  $\mu$ TEG.

Toutes ces pistes d'amélioration devraient à court terme permettre d'obtenir des puissances de sortie de l'ordre de 1 mW/cm<sup>2</sup> pour 1W injectée dans le  $\mu$ TEG IEMN.

# II Projet Open Food System

Le projet OPEN FOOD SYSTEM de type « PSPC » fait partie du programme « Investissements d'Avenir » comme les « Labex » ou « Equipex » plus connus. Certifié par 6 pôles de compétitivité (Microtechniques Besançon, Vitagora, Cap Digital, Aquimer, Agrimip et Imagino), porté par deux multinationales (SEB et TGCP), 9 PME et 13 laboratoires, il est actuellement le plus grand projet de recherche français dédié à l'alimentation. Le budget global du projet est de 21 M€.

Ce programme vise à développer des solutions numériques ainsi que de nouveaux appareils de cuisson intelligents pour la cuisine et l'alimentation au quotidien. Il permettra de faciliter la préparation des repas grâce à la mise à disposition de contenus, d'appareils et de services innovants.

Piloté par SEB, les autres partenaires sont : Tefal, TGCP, Alpha Mos, Bearstech, Bioparhom, Kxen, Mondeca, Temis, Wizarbox, ANSES, Institut MINES – Telecom, Institut Paul Bocuse, Université Lyon 1, Université de Bourgogne (PAM/PAPC, LE2I), Université de Paris 8 (LUTIN, LAPPS), Université de Paris 13 (UREN, LIM&BIO, L2TI), CNRS (FEMTO, LCSE, LAAS, IEMN LAGIS).

D'une durée de 42 mois, de janvier 2013 à mi-2016, il regroupe 25 partenaires, 200 annéeshomme sur 3 ans et demi, et 150 livrables à réaliser au travers de 16 lots de R&D.



Figure 72 Feuille de route du « Lot IEMN »

Le budget du workpackage (Figure 72) dont nous sommes co-responsable avec le Laboratoire LAGIS de Lille1 est de 1,2 M€, il est géré par le CNRS. Il s'agit de développer et mettre en œuvre une nouvelle famille de capteurs infrarouges low-cost capables de fonctionner dans un four à 250°C et de supporter la salissure et les produits de nettoyage. Il n'existe pas de tels capteurs à l'échelle mondiale. Le concept est protégé par un brevet européen dont nous sommes co-inventeur, détenu par Lille1 et le CNRS.

Actuellement, une dernière génération de fluxmètres thermiques est à l'étude et devrait permettre la réalisation de microcapteurs avec une sensibilité améliorée et une résistance thermique plus faible. Les études technologiques devraient aussi permettre l'intégration d'un système chauffant face arrière essentiel pour la mesure de température de contact dans des conditions extrêmes (environnement sale, mesure de température dans un four à chaleur tournante et en mode vapeur...). Le concept innovant mis en œuvre devrait faire l'objet d'un dépôt de brevet en partenariat avec la société SEB.

La suite du travail consiste à étudier la transférabilité de notre technologie de fluxmètres pour une production à grande échelle. Les contacts ont été pris avec la plateforme du LETI pour l'adaptation de nos process avec ceux de l'industrie.

Cette collaboration ambitieuse et structurante, ayant de fortes potentialités, devrait à moyen terme permettre de nombreuses retombées économiques et un rayonnement pour l'IEMN.

Par ailleurs, notre technologie de  $\mu$ TEG à haute résistance thermique intéresse la société SEB. En effet, de nombreux appareils domestiques et industriels dont la température de fonctionnement peut dépasser 200°C doivent être équipés de capteurs autonomes pour pouvoir être intégrés dans « *l'internet des objets* ». Par ailleurs, les composants électroniques courants nécessaires au traitement du signal, au stockage de l'énergie récupérée et à la communication RF ne peuvent pas excéder une température de fonctionnement de 135°C. Une solution possible à un tel problème est l'utilisation de générateurs thermoélectriques capables de supporter plus de 200°C sur la face chaude et présentant une résistance thermique élevée afin que la face froide, solidaire du circuit électronique, puisse être maintenue à une température inférieure à 135°C sans nécessiter des radiateurs de taille considérable. C'est dans ce contexte que nous proposerons le développement d'un microgénérateur thermoélectrique (µTEG) en technologie silicium à haute résistance thermique et pouvant fonctionner jusqu'à 400°C.

## III Technologies sur substrats souples

## III.1 Technologies sur substrats polymères

L'électronique fabriquée directement sur un substrat souple est l'un des objectifs majeurs actuels pour une société de l'information disponible à temps réel. La figure 73 montre quelques exemples d'applications en matière d'électronique imprimée, organique et flexible. D'après <u>IDTechEx</u>, la société mondiale d'intelligence économique le marché de l'électronique souple devrait presque quintupler au cours de la prochaine décennie pour atteindre presque 77 milliards de dollars en 2023. Depuis quelques années, l'IEMN s'est inscrit dans cet objectif et s'est doté de nombreux équipements pour l'intégration de composants électroniques sur matériaux polymères ou organiques.

Nombreux sont les circuits imprimés flexibles (flex PCB ou circuit flex) qui utilisent des substrats plastiques haute performance, tels que le polyimide (KAPTON) ou le polyétheréthercétone (PEEK – polymère thermoplastique semi-cristallin thermostable).

Nos premières recherches dans le domaine du substrat souple ont été effectuées à la fin des années 90 où dans cadre de ma thèse de doctorat j'avais réalisé l'intégration de microradiomètres infrarouge sur Kapton et PEEK. Ces microcapteurs IR utilisaient des matériaux thermoélectriques à base de métaux (NiCr, constantan, Fe, Au, Ni...) et de semi métaux (Bismuth et antimoine).



Enjeux de l'électronique sur substrat souple

Figure 73 Exemples d'applications d'électronique sur substrats souple

Toutes les études réalisées à l'époque sur ces matériaux flexibles ayant permis de solutionner notamment les nombreux problèmes de collage, de rugosité, d'adhérence et de contraintes mécaniques m'ont permis d'acquérir une grande expérience me permettant d'envisager l'intégration de nos technologies de fluxmètres et de microgénérateurs thermoélectriques sur substrats souples (Kapton, Peek, Polyimide PI, Polyéthersulfone PES, Polycarbonate PC...).

La figure 74 illustre un exemple de microfluxmètre/µTEG que nous projetons de développer à l'IEMN sur substrat flexible. La collecte et la canalisation de la chaleur sont réalisées par la couche superficielle et les piliers en cuivre déposée électrochimiquement (épaisseurs envisagées de quelques centaines de microns).



Figure 74 Schéma d'une configuration de microfluxmètre thermique/µTEG réalisable sur substrat souple

A court et moyen terme, toute une série de dispositifs thermoélectriques vont pouvoir être développés sur matériaux flexibles. Ceux-ci pourront être adressés à de multiples applications qui pourront aller du domaine du médical au domaine industriel.

Des essais utilisant nos technologies de capteurs sur Kapton sont en cours actuellement avec le groupe SESAME et le CHRU de Lille, l'objectif étant de tester les propriétés absorbantes de certains matériaux (notamment le cuivre) dans la gamme des rayons X. La réalisation d'une technologie de microcapteurs radiatifs sur substrat souple pourra être envisagée pour la dosimétrie rayon X suite aux résultats obtenus.

## III.2 Fluxmètres textiles - Projet INTERREG

L'une des pistes de recherche est l'intégration de technologies de capteurs et de  $\mu$ TEG sur matériaux textiles. Certaines de nos collaborations avec le laboratoire GEMTEX de HEI ont permis d'identifier des besoins considérables. Il n'existe pas de fluxmètre textile perméable qui permettent d'évaluer correctement les dépenses énergétiques lors de processus de thermorégulation humaine (chaleur – transpiration). Les énergies thermiques sous de nombreuses formes sont mises en jeu et actuellement tous ces transferts sont étudiés séparément (cf. Figure 75).



Figure 75 Echanges thermiques avec un corps humain (thermorégulation)

C'est dans ce cadre, que nous proposons de réaliser dans un premier temps des fluxmètres sur matériaux poreux ou membranes poreuses perméables. Il sera alors envisageable d'étudier les couplages « transfert thermique-hydrique » à l'aide de ces capteurs flexibles passifs. Par la suite, le développement de sources thermoélectriques pour la récupération d'énergie corporelle sera mise en œuvre. Cette intégration permettra d'apporter une réponse aux besoins considérables en apport d'énergie pour l'alimentation et la fonctionnalisation des technologies de textiles dits intelligents.

Cette technologie de fluxmètres devrait aussi répondre à un besoin identifié dans le cadre d'une Action d'Initiative Régionale pour le Recherche AIRR-ALTEA (créAtion de murs végétaLisés exTensifs : caractErisations thermiques et hydrique des substrAts) pour laquelle nous sommes partenaires avec HEI. Celle-ci, doit permettre de caractériser les échanges thermiques et hydriques dans des murs végétalisés utilisés dans le secteur du bâtiment avec notamment la création de substrats instrumentés avec nos fluxmètres perméables.

# IV Nanocaractérisation

# **IV.1 Projet RETINA**

L'émergence d'applications industrielles en bande de fréquences V [50 GHz - 75 GHz], notamment dans le secteur des télécommunications autour de 60 GHz et de l'industrie des semiconducteurs, s'accompagne de besoins de caractérisation en gamme millimétrique. L'un des objectifs du groupe MITEC était de réaliser un microscope champ proche SNMM (Scanning Near-field Millimeter wave Microscope) autour de 60 GHz. J'ai, dans ce cadre, été amené à réaliser dans un premier temps un dispositif basé sur la technique six-port (Figure 76) conçu par monsieur Kamel Haddadi pour la mesure de coefficients de réflexion et de transmission en gamme millimétrique (59 – 62 GHz) puis par la suite j'ai contribué à la réalisation de microsonde microruban à ondes évanescentes (MEMP – Figure 77).



Figure 76 Photographies du circuit millimétrique et du détecteur







Le système développé a trouvé de nombreuses applications dans le champ de l'Evaluation Non destructive (END) de matériaux. Il a permis la caractérisation de très petites structures avec une très grande précision. La solution a été construite à l'aide de deux réseaux six-port et trios coupleurs branchline optimisés à 60 GHz. La topologie du système est appelée S-Parameters Measurement System (SPMS-60000). Le circuit micro-ruban est réalisé sur un substrat d'alumine. La taille du dispositif réalisé est de 2.54 cm  $\times$  2.54 cm. Chaque réseau six-port comprend quatre coupleurs branchline, une ligne à retard 90° et quatre détecteurs quadratiques. La figure 76 montre une photographie du circuit réalisé. Ce dernier a été conçu sur les bases du logiciel ADS-MOMENTUM (Agilent Technologies). La figure 78, montre un exemple d'imagerie obtenue avec le SNMM réalisé à l'IEMN.



Figure 78 (a) Photographie du motif avant depot de la résine, (b) Vue latérale du motif enfoui sous  $30\mu m$  de résine AZ 4562, (c) Image du coefficient de réflexion  $\Gamma$  et (d) Image du déphasage du coefficient de réflexion  $\Gamma$ .

Dans la suite de ce travail au sein du groupe, je suis associé cette année à une ANR proposée par M. Haddadi (ANR REtINA 2015). Celle-ci consiste en la réalisation d'un robot pour l'imagerie hyperfréquences à l'échelle nanométrique.

L'objectif du projet ambitieux REtINA est de développer une plateforme microscopique microondes en champ proche avec des performances de mesure à l'état de l'art et des caractéristiques compatibles avec le contexte industriel.

La micro- et nano-imagerie permettra notamment la caractérisation des propriétés diélectriques de matériaux à base de GaN. Cette technique apportera par exemple des informations qualitatives et quantitatives sur l'interdiffusion des espèces (Aluminium, Gallium et silicium), sur la densité des dopants polluants (oxygène, azote...). Cette technique permettra en outre d'identifier et d'étudier les défauts électroniques dans les matériaux semi-conducteurs à des échelles nanométriques. Ces informations seront essentielles pour les nouvelles technologies quasi 2D (amenées à remplacer la technologie CMOS qui atteint ses limites) tels le graphène, le nitrure de bore hexagonal (h-BN), monocouche séléniure de gallium (GaSe) et le disulfure de molybdène (MoS2). Ces nouveaux matériaux sont considérés comme parmi les meilleurs candidats pour l'électronique post-Si.

Ce projet REtINA va nécessiter la mise en œuvre de technologies de pointes microondes à des échelles nanométriques, et permettra à court terme de fédérer des chercheurs avec des compétences complémentaires dans la conception de micro-ondes, l'instrumentation, la caractérisation diélectrique, la technologie des MEMS et des outils d'automatisation robotique.

#### IV.2 Intégration nanosonde thermique

Le projet REtINA devrait permettre à court terme la caractérisation non destructive microondes de matériaux à des échelles nanométriques par technique champ proche. Un robot de très haute

technologie intégrera des sondes hyperfréquences extrêmement fines qui seront réalisées à l'IEMN.

Parallèlement à ce projet, l'une des pistes envisagée est la réalisation de nanopointes intégrant des systèmes thermiques en leurs extrémités. Celles-ci seront constituées à la fois d'un système chauffant et de thermocouples permettant simultanément de chauffer et de mesurer, à chaque instant, l'extrémité de la pointe (technique réalisée par l'équipe à une échelle micrométrique, *cf.* [130]). L'objectif est la mise en œuvre d'un microscope thermique à très petite dimension similaire au SThM (Scanning thermal microscopy) mais qui intégrera le dispositif de chauffage.

La figure 79 montre une photographie de sonde thermique réalisée au laboratoire.



Figure 79 Sonde IEMN pour caractérisation de conductivité thermique

Le projet REtINA devrait permettre à court terme la réalisation du robot pour l'imagerie nanométrique avec des résultats à l'état de l'art. Une partie de nos activités de recherche est depuis peu orientée vers la miniaturisation de nos sondes de températures vers des échelles submicroniques.

Les mesures thermiques à l'échelle nanométrique concerneront la température, les propriétés thermiques des matériaux (conductivité thermique locale, capacité thermique,...) et pourront être adressées vers de nombreuses applications.

#### **RESUME :**

Les travaux de recherche présentés dans ce mémoire se veulent une synthèse non exhaustive qui retrace l'essentiel de mes activités scientifiques effectuées au cours de la dernière décennie. Le manuscrit s'articule autour de plusieurs parties qui permettent de comprendre mon parcours jalonné des faits les plus marquants. Les résultats décrits traitent principalement de l'intégration de dispositifs thermoélectriques réalisés en technologie silicium compatible CMOS. L'originalité des structures mises en œuvre repose sur l'utilisation de différentes topologies ajustables de thermopile planaire associant un grand nombre de thermocouples. Leur agencement permet d'adapter la taille des composants, de moduler la disposition des jonctions des éléments actifs et d'équilibrer thermiquement la structure considérée. Une des configurations utilisant une répartition distribuée de la thermopile sur un ensemble de structure multi membranes, a permis de développer des microcapteurs infrarouges insensibles aux grandeurs parasites que sont la convection et la conduction gazeuses, et de ce fait, nous a affranchit de l'encapsulation réduisant considérablement le coût de fabrication. La recherche de la sensibilité optimale du radiomètre IR s'est traduite en critères d'optimisation dissociables en termes : de répartition topologique des éléments constituants le composant, de ses propriétés thermoélectriques et de la distribution optimale des écoulements de chaleur au sein de la structure. Cette amélioration des performances a nécessité de nombreuses études expérimentales, caractérisations et modélisations. Parallèlement, conscient de l'importance de la température pour comprendre ou évaluer un phénomène physique mais surtout de la nécessité de quantifier la chaleur échangée lorsque des équilibres thermiques s'établissent, nous avons développé un concept de fluxmètre thermique unique au monde en technologie silicium à base de silicium poreux nanostructuré qui a ouvert la voie à de nombreuses collaborations industrielles. Les structures périodiques tridimensionnelles constituant ces capteurs ont fait l'objet de modélisations analytique et numérique pour étudier les écoulements de chaleur à travers celles-ci afin d'équilibrer et maximiser les gradients de températures entre les jonctions des thermocouples constituant les thermopiles. Enfin, nos dernières activités de recherche ont consisté à développer des micro-sources d'énergie thermoélectriques planaires et miniatures pour répondre à l'essor de l'électronique nomade et à l'émergence de nouveaux produits miniaturisés et interactifs dans tous les domaines (capteurs autonomes communicants, technologies embarquées, systèmes intelligents, implant biomédical, capteur de corrosion inséré dans le béton, etc.). Le dispositif mis en œuvre, utilisant une architecture tridimensionnelle à double déflection de flux, permet la collecte de toutes les formes de chaleur. Enfin dans la dernière partie, un éclairage succinct sur les nombreuses activités de recherche en cours sera donné et les perspectives de mon travail de recherche seront décrites.

#### **ABSTRACT :**

This report reviews my research activities carried out during the last decade as an Associate Professor at IEMN. The report is divided into several chapters retracing the most significant events of my professional experience. Most of my contributions related to the integration of thermoelectric devices in silicon CMOS technology are described. The originality of the structures implemented is based on different planar thermopile topologies involving a large number of thermocouples. The specific arrangement of the thermocouples is achieved by a fine adjustment of the components size allowing to modulate the disposal of junctions of assets and to balance the thermal of the structure. In particular, a configuration using a distributed thermopile on a multi membrane structure has open the way to the development of infrared microsensors insensitive to disturbance variables such as gaseous convection and conduction, and thereby frees us encapsulation greatly reducing the manufacturing cost. An optimal sensitivity IR radiometer is achieved by optimization separately the geometry and physical properties: topological distribution of the component constituents, thermoelectric properties and optimal distribution of heat flows within the structure. This performance improvement has required numerous experimental studies, characterization and modeling. Meanwhile, aware of the importance of temperature to understand or evaluate physical phenomenon but above all the need to quantify the heat exchanged when thermal equilibrium is established, we have developed a concept of heat flow meter in single silicon technology unique in the world. This latter, based on basic nanostructured porous silicon, has paved the way for many industrial collaborations. Analytical and numerical modeling of these sensors built up with three-dimensional periodic structures have been developed to study the heat flow to balance and maximize the temperature gradients between the junctions of the thermocouples constituting the thermopiles. Finally, our recent research activities have been focused on the development of a new generation of planar and miniature micro-sources based on thermoelectric energy to meet the growth of mobile electronics and the emergence of new miniaturized and interactive products in a wide range of areas (autonomous communication sensor, vehicle technologies, intelligent systems, biomedical implants, corrosion sensor inserted in concrete, etc.). The implemented device, using a three-dimensional architecture, makes use of double deflection flow to collect any form of heat. Finally, in the last part, a brief insight into the many ongoing research activities will be presented and the prospects of my research works will be described.