

THESE

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES
ET TECHNOLOGIES DE LILLE

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE

Spécialité : Electronique

par

Abel EBONGUÈ

CONCEPTION ET REALISATION DE MICRORADIOMETRES
THERMIQUES SUR SUBSTRATS POLYMERES ADAPTES A LA
SECURITE DES BIENS ET DES PERSONNES EN MILIEU INDUSTRIEL

Soutenue le 17 décembre 2002 devant la Commission d'Examen

Membres du Jury	M. E. CONSTANT	Président de jury
	M. J-C PASCAL	Rapporteur
	M. S. LASSUE	Rapporteur
	M. E. GAVIOT	Directeur de thèse
	M. B. BECHE	Examineur
	M. S. DURAND	Examineur
	M. D. LECLERCQ	Examineur
	Mme P. GODTS	Examineur
	M. J.B GIVET	Invité



*A la mémoire mes grands-parents et de mon oncle Job
A ma famille,*

Remerciements

Ce travail a été effectué en collaboration entre l'Institut d'Electronique de Microélectronique et de Nanotechnologie (I.E.M.N.), dirigé par Monsieur le Professeur Alain CAPPY et la société Jay Electronique, dirigé par M. Olivier NORMAND.

Je suis particulièrement reconnaissant à Monsieur le Professeur CONSTANT qui m'a fait l'honneur de présider la commission d'examen.

Je remercie Monsieur le Professeur PASCAL, du Laboratoire d'acoustique de l'université du Maine et de l'Ecole National Supérieur d'Ingénieur du Mans (ENSIM), et Monsieur le Professeur LASSUE, directeur du Laboratoire d'Artois de Mécanique et de l'Habitat de l'Université d'Artois pour leur collaboration et pour avoir accepté de consacrer un peu de leur temps précieux à juger mémoire.

Je remercie tout particulièrement le Professeur GAVIOT qui a accepté de diriger ce travail. Je tiens à lui exprimer ma profonde gratitude pour son soutien scientifique tout au long de ce travail, ainsi que pour sa part active à l'accomplissement des travaux et de cet ouvrage.

Je remercie tout particulièrement Monsieur GIVET de la société Jay Electronique pour son accueil, sa disponibilité et ses encouragements tout au long de cette collaboration. Je le remercie également de prendre part à ce Jury.

J'adresse mes remerciements à Messieurs BECHE et de l'Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieur du Mans (ENSIM) pour avoir accepté de participer à ce jury.

Je remercie le Professeur LECLERCQ, de la composante capteur thermique à l'IEMN, pour sa gentillesse et ses conseils au long de ce travail. Je lui suis reconnaissant, ainsi qu'à madame GODTS, d'avoir trouvé le temps de participer à ce jury de thèse.

Un grand Merci à Monsieur POLET pour son aide sa disponibilité et les compétences qu'il a bien voulu partager avec moi tout au long de ce travail.

Ce travail n'aurait pas été possible sans l'aide et la disponibilité du personnel de la centrale de technologie. Je tiens à remercier Mesdames A. FATTORINI, P. LEFEBVRE et C. LEGRAND ainsi que Messieurs B. GRIMBERT, A. LEROY, M. FRANCOIS, M. MULLER et P. TILMANT. Leurs conseils m'ont été précieux.

Un grand merci à B. VERBEKE pour les nombreuses soudures de capteurs, pour l'aide qu'il m'a apportée dans la réalisation des montages et tout simplement pour sa gentillesse et sa disponibilité. Je remercie C. BOYAVAL pour sa disponibilité, notamment pour les découpes, le MEB, les réalisations des masques et pour les fructueux échanges que nous avons eus avec *Bébert*.

Je tiens à exprimer toute mon amitié et ma sympathie à la "*horde de la zone underground P3*", Christophe, Franck, Fred, Hari, et "*Le grand*" Lionel, pour leur temps, leur disponibilité et les "*balles de match*".

Je tiens aussi à saluer *le groupe* : Mat, "*Le grand*" Beaud, Mamadou, Steph, Champion, Sam et son *ami ludo* (sic!). Merci pour tous ces moments inoubliables.

A Mlle Virginie HOEL, Merci pour ta patience et ton écoute. Bon courage pour ta nouvelle vie...

Aux *footballeurs* de l'I.E.M.N. : je reviendrai pour un jubilé!!!

Je tiens à remercier mes collègues à l'institut, entre autres, Katir, Mohamed, Samy, Yannick, Steve, Alain, Vincent, Eric... Et que ceux que j'ai oubliés ici veuillent bien m'excuser.

Mille mercis à ceux qui ont dû me supporter au cours de ma vie académique lilloise, avec une pensée particulière pour Franck et Monique, Grégory et Delphine, Djibril, Boris (*et le chaos*), Françoise et Fabienne.

A *Nana*, *Cloclo mon bichou* et à *Beauté agressive*, vous avez toute ma gratitude et mon amitié pour votre aide, votre disponibilité vos encouragements et votre soutien inconditionnel depuis plus de quinze ans à aujourd'hui.

A ma famille, dont le support et le soutien au long des années m'ont permis d'arriver au terme de ce travail. Merci à toi, papa, pour ton aide, ton soutien inconditionnel et tes encouragements. A Maman et Lydie, merci pour être là pour moi et de me soutenir avec autant de ferveur et de passion ; Je vous aime. A mes frères et sœurs, et au reste de la **Famille** : je vous dédie ce travail.

A Danielle à qui je dois d'avoir trouvé le chemin qui mène au rêve et au bonheur, je la remercie de supporter mes exigences et mes doutes. Merci pour ta présence, les rires, ton soutien et tes encouragements ma mie.

Mes dernières pensées iront vers feu mon oncle **JOB**. Je lui dis simplement qu'à dater de ce jour, j'honore ma promesse... "**collègue**".

NOMENCLATURE

Abréviations

∅	Grandeur sans dimension
A.D.D.	Absorption Différentielle Distribuée
C.V.D.	Chemical Vapour Deposition
P.E.V.C.D.	Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition
C.I.	Circuit Imprimé
μT	Microtechnologie

Symboles standards

\mathcal{A}	Surface active d'un capteur	(m ²)
D	Distance entre le capteur et l'élément à mesurer	(m)
D*	Déectivité spécifique	(cm · W ⁻¹ · √Hz)
D _y	Dynamique	(dB)
E	Champ électrique	(V/m)
F_{ij}	Facteur de forme de la surface S _i vers la surface S _j	(∅)
G _s	Gain statique de la tête de mesure	(∅)
\mathcal{G}_t	Gradient tangentiel utilisable	(K/m / W/m ²)
h	Coefficient d'échange par convection	(W/m ² K)
I	Courant électrique	(A)
J	Densité de courant électrique	(A/m ²)
k	Constante de Boltzmann : 1,38.10 ⁻²³	(J.K ⁻¹)
L	Longueur de motif d'une cellule	(m)
\mathcal{L}_e	Longueur effective de la thermopile	(m)
N	Nombre de motifs de cellule d'une thermopile	(∅)
n	Nombre d'élément dans une enceinte	(∅)
\mathcal{R}	Responsivité	(μV/W)
S	Sensibilité d'un radiomètre	(μV/W.m ⁻²)
S _{max}	Sensibilité maximale d'un radiomètre (idéale)	((μV/W.m ⁻²)
S_c	Surface du capteur	(m ²)
S_i	Surface de l'objet i	(m ²)
S_p	Surface de la plaque cible	(m ²)
\mathcal{H}	Coefficient d'immunité au coefficient d'échange	(K m ² W ⁻¹)
T	Température absolue	(K)
T _p	Température de la plaque cible	(K)
T _c	Température du radiomètre	(K)
T _f	Température de soudure froide	(K)
V	Tension électrique	(V)
V _c	Tension de sortie du radiomètre	(V)
V _{Offset}	Tension de décalage	(V)
Z	Facteur de mérite	(K ⁻¹)
Z ₁₂	Facteur de mérite de l'association des matériaux 1 et 2	(K ⁻¹)

Symboles grecs

α	Pouvoir thermoélectrique	(V/K)
α_{eq}	Pouvoir thermoélectrique équivalent de la zone plaquée	(V/K)
$\Delta\alpha$	Pouvoir thermoélectrique équivalent entre 2 matériaux	(V/K)
$\Delta\alpha_{eff}$	Pouvoir thermoélectrique effectif	(V/K)
$\Delta\alpha_u$	pouvoir thermoélectrique utilisable	(V/K)
β_i	Angle entre la direction de propagation et la normale à la surface i	(rad)
δ	gain de la compensation en température	(\emptyset)
ε_i	Emissivité de la surface i	(\emptyset)
κ	contraste de conductivité thermique	(\emptyset)
Φ_{12}	Flux radiatif échangé entre deux surfaces	(W)
Φ_{net}	Flux radiatif net échangé entre deux objets en interaction	(W)
φ	Angle d'inclinaison	(rad)
φ_{min}	Densité de flux minimale mesurable	(W/m ²)
φ_{max}	Densité de flux maximale admissible	(W/m ²)
φ_C	Densité de flux	(W/m ²)
λ	Conductivité thermique	(W/m.K)
η_α	effectivité thermoélectrique	(V/K)
Ω_{12}	Angle solide de sommet S ₁ , sous tendant S ₂	(sr)
π_{12}	Coefficient de Peltier pour l'association	(V/K)
ρ_i	Réflexivité de la surface i	(\emptyset)
σ	Conductivité électrique	(Ω^{-1}/m)
σ_{eq}	Conductivité électrique équivalente de la zone plaquée	(Ω^{-1}/m)
τ	temps de réponse à 63%	(s)
χ	Rapport cyclique	(0 < χ < 1)

Constantes

σ_r	Constante de Stéfan-Boltzmann : 5,67.10 ⁻⁸	(W/m ² K ⁴)
k	Constante de Boltzmann : 1,38.10 ⁻²³	(J/K)
L ₀	Nombre de Lorentz : 2,45.10 ⁻⁸	(V ² /K ²)
$\sqrt{4kT}$	1,29.10 ⁻¹⁰ à 300K	(J ^{1/2})

Liste des Symboles

\bar{X}	° Grandeur X optimisée	\uparrow ou \downarrow	° C.L de Flux imposé
\triangle	° C.L. de Température imposée	\updownarrow	° C.L en convection (calcul analytique)
\triangleleft	° C.L de Récurrence spatiale	\square	° C.L. adiabatique (calcul analytique)

Sommaire

NOMENCLATURE	a à b
SOMMAIRE	i à vii
INTRODUCTION GÉNÉRALE	<i>In. I à In. VI</i>
CHAPITRE 1	1
A RADIOMETRIE ET DETECTEURS THERMIQUES : GENERALITES	2
A.I SIGNAUX ET CAPTEURS MIS EN OEUVRE	2
A.II AVANTAGES ET INCONVENIENTS DES SOLUTIONS CLASSIQUES	2
B RADIOMETRIE PAR ABSORPTION DIFFERENTIELLE DISTRIBUEE (A.D.D.)	4
B.I PRINCIPE FONDAMENTAL	4
B.I.1 DESCRIPTION GNERIQUE	5
B.I.2 PROPRIETE DE CUMUL DES TENSIONS SEEBECK SOUS UN CHAMP THERMIQUE DISTRIBUE	5
B.II QUALIFICATION ET QUANTIFICATION DES PERFORMANCES	7
B.II.1 ANALYSE EN TERME DE SENSIBILITE VS. RESPONSIVITE	7
B.II.2 EXPRESSION GENERALE ET FONCTIONNELLE DE LA SENSIBILITE	8
B.II.3 CRITERES D'OPTIMISATION	9
B.II.4 CRITERES DE QUALIFICATION EN TERME DE BRUIT ET DE GAMME	10
B.II.4.1 DYNAMIQUE D'ENTREE DES RADIOMETRES A.D.D.....	10
B.II.4.2 PERFORMANCES SELON LA SURFACE	14
B.II.5 IMMUNISATION DES STRUCTURES A.D.D. AUX MECANISMES DE CONVECTION	15
C ANALYSE THEORIQUE DU PRINCIPE PHYSIQUE DE L'A.D.D.	15
C.I ABSORPTION DIFFERENTIELLE DISTRIBUEE SUR UN SUBSTRAT HOMOGENE ET ISOTROPE	16
C.II A.D.D. SUR UN SUBSTRAT RECOUVERT PAR UNE CHAINE THERMOELECTRIQUE	19
C.III OPTIMISATION DES PERFORMANCES ET QUALITES INTRINSEQUES	20
C.III.1 OPTIMISATION DE LA SENSIBILITE	20
C.III.2 LIMITE EN SENSIBILITE D'UNE STRUCTURE IDEALE	21

D APPLICATIONS DES RADIOMETRES A.D.D.	22
D.I DETECTION DE FOYERS D'INCENDIE OU DE PRESENCE	22
D.II MESURE DE TEMPERATURES SANS CONTACT	23
D.II.1 RADIOMETRES APPLIQUES A LA MESURE D'UN DESEQUILIBRE THERMIQUE	23
D.II.1.1 CONSIDERATIONS PRATIQUES PROPRES AU CONDITIONNEUR	24
D.II.1.2 CONSIDERATION PRATIQUE PROPRE AU CAPTEUR : NOTION DE NETD	25
 E METHODOLOGIE POUR UNE CONCEPTION RAISONNEE DE PROTOTYPES INDUSTRIALISABLES	 27
E.I CONTINGENCES LIEES AUX MATERIAUX	27
E.I.1 EXIGENCES QUANT AUX MATERIAUX POUR LE SUBSTRAT	27
E.I.2 EXIGENCES QUANT AUX MATERIAUX POUR LA CHAINE THERMOELECTRIQUE	28
E.I.2.1 PARAMETRES DE MODELISATION ET QUANTIFICATION DES PERFORMANCES	30
E.I.3 EXIGENCES QUANT AUX MATERIAUX POUR LE COLLECTEUR	31
E.I.3 CONSEQUENCES RESULTANT DU CHOIX DES MATERIAUX	32
E.II CONTINGENCES LIEES AUX MASQUES	32
E.II.1 LARGEUR DE PISTE ET ESPACE INTERPISTE	32
E.II.2 RAPPORT CYCLIQUE DE STRUCTURE	33
E.II.2.1 MATERIAU GLOBALEMENT EQUIVALENT A LA CHAINE THERMOELECTRIQUE	34
E.II.2.2 INFLUENCE DU REVETEMENT COLLECTEUR	35
E.II.3 CHOIX DES LONGUEURS DES CELLULES	36
E.II.4 L'EPAISSEUR DES MATERIAUX	37
 BIBLIOGRAPHIE	 41
 CHAPITRE 2	 48
 A CONTINGENCES TECHNOLOGIQUES GENERALES ET APPLICATION A LA REALISATION DE CAPTEURS EN TECHNOLOGIE " CIRCUIT IMPRIME "	 49
A.I CONTINGENCES TECHNOLOGIQUES GENERALES CONCERNANT LES RADIOMETRES A.D.D.	49
A.I.1 LE SUBSTRAT	49
A.I.1.1 FONCTIONS	49
A.I.1.2 CARACTERISTIQUES	50
A.I.2 LA THERMOPILE	51
A.I.2.1 FONCTIONS	52
A.I.2.2 CARACTERISTIQUES	52

A.I.3 LE COLLECTEUR.....	56
A.I.3.1 FONCTION	56
A.I.3.2 CARACTERISTIQUES.....	56
A.II REALISATIONS DES RADIOMETRES A.D.D. EN TECHNOLOGIE C.I.....	57
A.II.1 SUBSTRAT, THERMOPILE ET COLLECTEUR POUR LA TECHNOLOGIE C.I.....	57
A.II.1.1 LE SUBSTRAT	57
A.II.1.2 LA THERMOPILE CLASSIQUE	58
A.II.1.3 LE COLLECTEUR.....	59
A.II.2 LE PROCEDE DE FABRICATION EN TECHNOLOGIE CLASSIQUE (C.I.)	60
A.II.2.1 PRINCIPE DE REALISATION DES MASQUES POUR LA TECHNOLOGIE C.I.....	60
A.II.2.2 GRAVURE DES PISTES (TECHNOLOGIE C.I.).....	61
A.II.2.3 OBTENTION DES CELLULES THERMOELECTRIQUES (TECHNOLOGIE C.I.)	61
A.II.2.4 REALISATION DU COLLECTEUR	62
A.II.3 DISCUSSION	63
B LES OUTILS DE LA MICROTECHNOLOGIE	65
B.I LES TECHNIQUES DE DEPOT SOUS VIDE.....	67
B.I.1 LE VIDE COMPARE A D'AUTRES PROCEDES.....	67
B.I.1.1 PRINCIPE GENERAL DES DEPOTS SOUS VIDE.....	68
B.I.1.2 LA MESURE DU VIDE.....	68
B.I.1.3 LES TECHNIQUES DE BASE DES DEPOTS SOUS VIDE	69
B.I.2 L'EVAPORATION.....	70
B.I.2.1 LE PRINCIPE.....	70
B.I.2.2 MATERIEL	72
B.I.3 LA PULVERISATION CATHODIQUE	77
B.I.3.1 LE PRINCIPE.....	77
B.I.3.2 PULVERISATION EN MODE DIRECT CURENT (DC) ET EN MODE RADIOFREQUENCE (RF)	81
B.I.3.3 L'APPAREIL DE PULVERISATION CATHODIQUE	91
B.I.4 DEPOT PAR PLASMA ENHANCED CHEMICAL VAPOR DEPOSITION, P.E.C.V.D. 96	
B.II ENDUCTION ET LITHOGRAPHIE OPTIQUE UV.....	98
B.II.1 ENDUCTION DES FLUIDES.....	99
B.II.1.1 TOURNETTE A CAPOT OUVERT	99
B.II.1.2 TOURNETTE A CAPOT FERME MUNIE D'UN GYRSET	102
B.II APPAREIL DE PHOTOLITHOGRAPHIE UV EN CONTACT	103
B.III GRAVURE HUMIDE ET GRAVURE SECHE.....	107
B.III.1 GRAVURE PAR VOIE HUMIDE (WET ETCHING)	107
B.III.2 GRAVURE SECHE (DRY ETCHING).....	108
B.IV CONCLUSIONS.....	112
BILIOGRAPHIE.....	113

CHAPITRE 3	116
A REALISATION DES MASQUES	117
A.I DESSINS DES MASQUES : PARAMETRES CLES	117
A.I.1 LA SENSIBILITE	117
A.I.2 MATERIAUX ET TECHNIQUES	118
A.I.2.1 LARGEURS DES PISTES ET DES INTERPISTES.....	119
A.I.2.2 EMULSION DES NIVEAUX DE MASQUAGE.....	119
A.II REALISATION DES MASQUES	121
A.II.1 DIMENSIONS	121
A.II.1.1 DIMENSIONS EXTERIEURES DU CAPTEUR	121
A.II.1.2 DIMENSIONS INTERNES DU CAPTEUR.....	122
A.II.2 FABRICATION DES MASQUES	123
A.II.2.1 "EMULSION" ET FONCTION DE CHAQUE NIVEAU DE MASQUAGE.....	123
A.II.2.2 MOTIFS D'ALIGNEMENT	127
A.II.2.3 PROCEDE DE FABRICATION DES MASQUES	128
B REALISATION MICROTECHNOLOGIQUE DES CAPTEURS SUR VERRE	130
B.I INTRODUCTION	130
B.II REALISATIONS MICROTECHNOLOGIQUES	131
B.II.1 REALISATION DU MEANDRIFORME	132
B.II.1.1 PREPARATION DU SUBSTRAT DE VERRE.....	132
B.II.1.2 DEPOT D'UNE COUCHE UNIFORME DE CONSTANTAN.....	134
B.II.1.3 PREPARATION DU MASQUAGE	136
B.II.1.4 GRAVURE DU CONSTANTAN	137
B.II.2 REALISATION DE LA THERMOPILE	143
B.II.2.1 REALISATION DES THERMOELEMENTS D'OR DEPOSES EN PLOT	143
B.II.2.2 LE "LIFT-OFF"	144
B.II.2.3 LIMITATIONS DE CE PROCEDE ET EVOLUTION DU PROCEDE DE "LIFT-OFF".....	145
B.II.2.4 CARACTERISATION ELECTRIQUE DE LA THERMOPILE.....	146
B.II.3 REALISATION DU COLLECTEUR	146
B.II.3.1 DEPOT DE NITRURE DE SILICIUM.....	146
B.II.3.2 DEGAGEMENT DES PLOTS D'ACCES	148
B.II.3.3 DEPOT DES REFLECTEURS.....	149
B.III SYNTHESE DES ETAPES TECHNOLOGIQUES DE REALISATION DES RADIOMETRES SUR SUBSTRAT DE VERRE	149
C PRINCIPES POUR L'AMELIORATION DES CAPTEURS	152
C.I MODIFICATION DU COLLECTEUR	152
C.I.1 LES ABSORBANTS	152
C.I.1.1 DETERMINATION DES COEFFICIENTS D'ABSORPTION, DE REFLEXION ET DE TRANSMISSION EN PUISSANCE.....	154

C.I.1.2 CAS DES FAIBLES ABSORPTIONS.....	155
C.I.1.3 CAS DES FORTES ABSORPTIONS.....	156
C.I.1.4 CARACTERISATIONS SPECTRALES : MESURES DES ABSORPTIVITES SPECTRALES DES MATERIAUX.....	156
C.I.2 OPTIMISATION EXPERIMENTALE DES REFLECTEURS.....	164
C.II MODIFICATION DU SUBSTRAT	168
C.II.1 ELEMENTS DE CHOIX DU SUBSTRAT	168
C.II.2 CRITERES DE CHOIX EXPERIMENTAUX DU MATERIAU SUBSTRAT	170
C.III MODIFICATION DE LA THERMOPILE.....	173
D REALISATION DES RADIOMETRES A.D.D. SUR KAPTON.....	176
D.I PREPARATIONS DES ECHANTILLONS	176
D.I.1 COLLAGE DES FILMS KAPTON SUR DES SUPPORTS EN CUIVRE	176
D.I.2 NETTOYAGE ET COUCHE D'APLANISSEMENT.....	179
D.II PROCEDE DE FABRICATION DES RADIOMETRES A.D.D. SUR SUBSTRAT POLYIMIDE	183
D.II.1 PARAMETRAGE DE LA NOUVELLE CIBLE DE CONSTANTAN DE 4 POUCES ..	183
D.II.2 DEPOT DE CONSTANTAN.....	184
D.II.2.1 CONTRAINTES DANS LES COUCHES MINCES; APPLICATION AU CONSTANTAN DEPOSE PAR PULVERISATION CATHODIQUE.....	184
D.II.2.2 EVALUATION DES CONTRAINTES DANS LE SUBSTRAT ET DANS LE FILM DE CONSTANTAN	188
D.II.2.3 INFLUENCE DES CONDITIONS DE DEPOT SUR LA CONTRAINTE INTRINSEQUE	192
D.II.2.4 PARAMETRE DE DEPOT MIS AU POINT.....	195
D.II.3 REALISATION DU TRACE MEANDRIFORME.....	196
D.II.4 REALISATION DE LA THERMOPILE PLAQUEE	199
D.II.4.1 PREPARATION DU PROFIL EN CASQUETTE.....	199
D.II.4.2 DEPOT DU MATERIAU ET "LIFT-OFF"	201
D.II.5 REALISATION DU COLLECTEUR	202
D.II.5.1 DEPOT DU POLYIMIDE.....	202
D.II.5.2 DEGAGEMENT DES PLOTS D'ACCES DE CONSTANTAN DU RADIOMETRE	203
D.II.5.3 DEPOT DES REFLECTEURS EN CONSTANTAN.....	206
D.II.6 CONCLUSION SUR LE PROCEDE DE FABRICATION	207
D.III SYNTHESE DU PROCESSUS FINAL DE REALISATION TECHNOLOGIQUE DES MICRORADIOMETRES A.D.D. SUR SUBSTRAT KAPTON	207
E MODIFICATION DE LA THERMOPILE	211
E.I LE THERMOCOUPLE CONSTANTAN_CHROME	211
E.II LE THERMOCOUPLE CONSTANTAN_PLATINE.	212
E.III LE THERMOCOUPLE CONSTANTAN_FE.	213
E.III.1 CROISSANCE DU FILM DE FER.....	214
E.III.2 DOUBLE DEPOT DE FER	215

E.III.3 DEPOT PAR PULVERISATION CATHODIQUE.....	215
E.IV LE THERMOCOUPLE NI80CR20_ CONSTANTAN.....	217
E.V CONCLUSION	220
BIBLIOGRAPHIE	221
CHAPITRE 4.....	225
A REALISATION DES MASQUES POUR LES RADIOMETRES A.D.D. MATRICES.....	226
A.I DIMENSIONS.....	226
A.II.1.DIMENSIONS EXTERIEURES DU CAPTEUR	226
A.I.2 DIMENSIONS INTERNES DU CAPTEUR MATRICE.....	227
A.II REALISATION DES MASQUES.....	228
A.II.1 "EMULSION" ET FONCTION DE CHAQUE NIVEAU DE MASQUE DESSINE	228
AI.2 MOTIFS D'ALIGNEMENT.....	232
A.II. PROCEDE DE FABRICATION DES MASQUES	233
B REALISATION DES RADIOMETRES A.D.D. MATRICES	234
B.I REALISATION SUR SUBSTRAT CUIVRE ET KAPTON.....	234
B.I.1 PREPARATION ET NETTOYAGE DES ECHANTILLONS.....	234
B.I.2 REALISATIONS DES CAPTEURS	235
B.I.2.1 REALISATION DES TRACES MEANDRIFORMES	235
B.I.2.2 REALISATION DE LA THERMOPILE.....	237
B.I.2.3 REALISATION DU COLLECTEUR ET DEGAGEMENT DES PLOTS	239
B.I.3 CONCLUSION SUR LA REALISATION DES PREMIERS RADIOMETRES MATRICES	242
B.II REALISATION DE RADIOMETRES MATRICES SUR SUBSTRAT SI OU GAAS ET FILM DE POLYIMIDE	242
B.II.1 PREPARATION DES SUBSTRATS.....	243
B.II.2 FABRICATION DES RADIOMETRES.....	243
B.II.3 LIBERATION DE LA STRUCTURE.....	245
B.II.3.1 CAS DES WAFERS GAAS.....	245
B.II.3.2 CAS DES WAFERS SILICIUM.....	247
B.II.4 CONCLUSION	248

C CARACTERISATION DES RADIOMETRES.....	249
C.I ETALONNAGE EN SENSIBILITE DES RADIOMETRES A.D.D.....	249
C.I.1 DESCRIPTION DES BANCS D'ETALONNAGE EN SENSIBILITE ET PRINCIPES GENERAUX.....	249
C.I.1.1. LE SYSTEME DE CARACTERISATION "HERMETIQUE"	249
C.I.1.2. LE SYSTEME D'ETALONNAGE « RAPIDE »	250
C.I.2 PROCEDURE D'ETALONNAGE.....	257
C.I.2.1. CAS DU SYSTEME "HERMETIQUE"	257
C.I.2.2. CAS DU SYSTEME "RAPIDE"	257
C.I.2.3 DEFINITION DE LA SENSIBILITE D'UN CAPTEUR	258
C.I.2.4 QUELQUES EXEMPLES DE RESULTATS DE MESURE DE SENSIBILITE	259
C.II. DETERMINATION DU DIAGRAMME DE RAYONNEMENT	261
C.II.1 DETERMINATION GLOBALE A DEUX DIMENSIONS	261
C.II.2 DIAGRAMME POLAIRE A TROIS DIMENSIONS	263
C.III MESURES DU TEMPS DE REPONSE	265
C.IV VALEURS TYPIQUES MESUREES POUR DIVERSES TECHNOLOGIES DE RADIOMETRES.....	267
 BIBLIOGRAPHIE	 273
 CONCLUSION GENERALE	 <i>cc. I à cc. IV</i>
 GLOSSAIRE.....	 <i>gl.1 à gl.5</i>
 ANNEXES.....	 <i>p-1 à p-35</i>
 LISTES DES FIGURES ET DES TABLEAUX	 <i>i/x à x/x</i>
 RESEUMES	

Introduction générale

Contexte industriel des travaux réalisés

Ce travail a été réalisé au sein de la société **Jay Electronique** de Grenoble, en étroite collaboration avec l'Institut d'Electronique de Microélectronique et de Nanotechnologie (**IEMN**). La contribution essentielle de l'Agence Nationale de la Recherche et des Technologies (ANRT) a permis la validation industrielle des capteurs et des procédés innovants développés depuis 1995 au laboratoire, au travers des systèmes de mesure et de conditionnement évoqués dans le présent mémoire. L'intérêt de la société Jay Electronique vis-à-vis des travaux du laboratoire a été un facteur essentiel de notre motivation au quotidien pour poursuivre les efforts entrepris et dirigés vers la réalisation du microsystème industrialisable proposé dans le cadre de la collaboration Université-Entreprise ayant donné lieu à notre convention CIFRE. Nous avons volontairement prolongé nos travaux au-delà de la période prescrite par l'usage, dans le but d'obtenir des résultats conformes à une validation économique avant notre soutenance de thèse, en raison de son caractère démonstratif nécessaire à notre projet professionnel.

La problématique industrielle, objet de nos travaux

En matière de développement industriel, la sécurité des personnes sur les sites de production constitue un enjeu essentiel. De fait, la notion de qualité ne possède aucun sens tant que le risque "zéro" n'est pas obtenu sur l'ensemble d'une chaîne de montage : de nombreux automatismes sont mis en oeuvre pour la réalisation des tâches les plus pénibles pour l'homme ; cependant, la nécessité de maintenance et de contrôle des process in situ impose une présence partielle des opérateurs, avec systématiquement des risques d'accident (hommes) ou d'incidents (machines), compte tenu de la vitesse et de la force des systèmes de robotique actuellement mis en oeuvre. Toute approche humaine non préalablement préparée et voulue doit mettre en arrêt les machines, ou au moins écarter le danger du contact homme-machine.

La société Jay Electronique & Jay sensors est spécialisée dans la conception et la réalisation de systèmes de sécurité basés sur la notion de barrières immatérielles mettant en oeuvre les principaux composants de l'optoélectronique. Ainsi, de nombreux dispositifs sont créés et adaptés à la demande d'une clientèle très diversifiée, avec des cahiers des charges naturellement extrêmement exigeants.

La détection des personnes par leur émission infrarouge constitue une problématique soulevée par la société Jay Electronique, et les radiomètres thermiques réalisés au laboratoire de l'IEMN ont été pressentis pour ces applications : en effet, les solutions actuellement mises en oeuvre recourent à des détecteurs pyroélectriques, qui, en dépit de leur sensibilité élevée ne peuvent traiter que les régimes variables, n'étant intrinsèquement sensibles qu'aux variations temporelles de température.

En contrepartie, les détecteurs thermiques basés sur l'effet "*self-generating*" de Seebeck permettent de prendre en compte le régime permanent d'une source infrarouge. L'utilisation de tels capteurs, éventuellement couplés aux solutions traditionnelles en vue d'un traitement de l'information par logique floue, pourrait amener des solutions nouvelles au problème posé.

Plus particulièrement, les radiomètres à Absorption Différentielle Distribuée (A.D.D.) ont été conçus et réalisés, dès 1995, avec un accroissement régulier de leur sensibilité au fur et à mesure des années et du perfectionnement des moyens technologiques mis en oeuvre pour les réaliser après les indispensables étapes de modélisation. Ces dernières ont fait l'objet de nombreux travaux, tant basés

sur des modèles numériques (ANSYS) qu'analytiques, et ont démontré l'intérêt du recours aux microtechnologies avec l'obtention des premiers prototypes réalisés sur substrats de verre par Lionel Camberlein dès 1996.

Cependant, un accroissement notable de la sensibilité doit être imposé aux détecteurs A.D.D. pour pouvoir être exploités in situ, en vue de la détection de présence. En effet, en matière de normalisation, il convient de répondre aux exigences imposées notamment par le texte :

"Passive infra-red protective devices (part 4 : PIPDs) ; Safety of machinery, Electrotechnical Aspects — Electro-Sensitive Protective Equipment—", édité par les instances du "European Committee For Electrotechnical Standardization (TC 44X, CENELEC).

L'objectif à réaliser à l'aide des microtechnologies

Les radiomètres A.D.D. de l'art antérieur, agencés sur substrats de verre, présentaient des sensibilités de l'ordre de $2 \mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$, avec une constante de temps proche de 20 ms pour une résistance interne de l'ordre de $20\text{k}\Omega$. Nous avons développé une série de process adaptés à des matériaux communs dans l'industrie, et compatibles avec l'environnement, en vue de l'obtention de sensibilités de l'ordre de $20 \mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$, sans augmenter notablement les constantes de temps, et en limitant la résistance interne à des valeurs inférieures à $80 \text{k}\Omega$. En terme de cahier des charges, il était important de **garantir une température de fonctionnement supérieure à 200°C** , ce que ne permettrait pas permis l'emploi des matériaux à haut facteur de mérite (Tellures de Bismuth et d'Antimoine). De plus, maintenir la résistance interne en deçà de $100 \text{k}\Omega$ constitue une garantie de simplicité et de fonctionnement non perturbé en milieu industriel, vis à vis de la structure du conditionneur de signal.

Notre objectif, concernant la sensibilité, a été atteint pour la valeur minimale imposée par les besoins de l'application de Jay électronique ($12 \mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$). Cependant les performances escomptées de l'étude théorique sont bien en deçà de celle attendues, compte tenu, à notre sens, des imperfections présentées par le revêtement absorbant basé sur les polyimides photoimageables. Une solution consiste en fait à charger ces polyimides de carbone avant enduction des thermopiles ; cependant, il faut alors recourir à des opérations de masquage double face pour respecter l'alignement des quatre différents niveaux constitutifs de la structure ; maintenir à quatre ce nombre constitue un critère de coût à la production.

Le point essentiellement positif résultant de nos process consiste en leur simplification, toujours perfectible bien sûr, afin de réduire le coût de la réalisation. Ainsi, dans l'état actuel des choses, sur le plan commercial, la société PHS (Phs-mems, BP420, Saint Egreve 38524 cedex) spécialisée en réalisations industrielles de microsystèmes, a été chargée de faire une estimation du prix pour une fabrication collective de nos microradiomètres. Les coûts suivants ont été prévus, au-delà d'une mise de fond de 150000 € HT pour l'adaptation de l'ensemble de nos process :

- pour 10000 pièces : 3,05 € l'unité (20 F)
- pour 100000 pièces : 1,98 € l'unité (13 F)
- pour 200000 pièces : 1,60 € l'unité (10,5 F)

Il ne fait aucun doute qu'une prolongation de nos travaux permettrait de simplifier encore l'enchaînement des étapes, afin de diminuer ces coûts de manière significative.

Présentation du document

Notre document essaye de retranscrire les multiples facettes d'un travail mélangeant activité de recherche et applicabilité industrielle à court terme ; c'est pourquoi, certaines de nos considérations exposées sont reprises en plusieurs endroits, mais avec un éclaircissement différent selon le contexte. Ainsi, en raison du caractère technologique de notre travail, et pour en faciliter une lecture ciblée des informations présentées (ces dernières devant rester accessibles à un public diversifié), il nous a été demandé de rédiger notre mémoire de telle manière que chaque chapitre puisse faire l'objet d'une lecture indépendante ; il en résulte donc, pour une lecture complète du document, quelques redites dont le lecteur voudra bien nous excuser.

Le **premier chapitre** présente, en tant que telle, une introduction aux principes généraux et à la mise en oeuvre de la radiométrie par A.D.D.

La structure des détecteurs thermiques classiques basés sur les effets thermoélectriques est rappelée au début de ce chapitre, et l'examen de ces structures, généralement évidées pour permettre une résistance thermique maximale, montre que les jonctions thermoélectriques chaudes sont regroupées sur un domaine sensible de surface minimale, les jonctions froides étant localisées en périphérie au contact du "boîtier".

Le concept de Configuration Différentielle Distribuée (CDD) permet de réaliser des capteurs disposés sur un substrat non évidé (structure dite cohésive) : nous présentons une description de principe, suivie de l'analyse des performances à attendre de telles configurations. La conduite de la recherche d'une sensibilité maximale est présentée, suivie d'un examen des critères d'optimisation que l'on peut dissocier en termes de : **répartition topologique** des constituants, **propriétés purement thermoélectriques**, et **distribution des écoulements de la chaleur** au sein de la structure.

La notion de **dynamique d'un radiomètre** est ensuite présentée, en soulignant l'intérêt de recourir à des configurations cohésives ; l'intérêt du concept de l'A.D.D. en découle immédiatement, avec des valeurs supérieures à 75 dB. De même, la perturbation de la sensibilité à l'éclaircissement énergétique par les échanges de type "convection" reste minimale sur les structures A.D.D. et permet de les implémenter en l'absence des éléments de protection habituellement nécessaires : boîtier, fenêtre de protection, gaz thermiquement isolant.

L'analyse théorique du principe physique de l'Absorption Différentielle Distribuée est présentée au paragraphe C, au travers de la théorie analytique permettant de dégager aisément les éléments d'optimisation relatifs au critère de distribution des écoulements thermiques au sein de la structure. La notion de structure idéale est alors présentée au travers d'un exemple. Les applications usuelles des radiomètres A.D.D. sont ensuite brièvement exposées dans le but d'illustrer le concept pratique de NETD (Noise Equivalent Temperature Difference), selon la définition de F. Polet, explicité au paragraphe D.II.1.2 .

Le paragraphe E, essentiel pour notre étude, présente la méthodologie adoptée pour une conception raisonnée de prototypes industrialisables, compte tenu des nombreux compromis imposés par les process technologiques ainsi que des propriétés des matériaux mis en oeuvre.

Ainsi, les exigences à respecter sont classées, en vue de choisir des groupes de paramètres géométriques (premier groupe de critères) visant à définir les tracés de **deux séries de masques** utilisables pour l'ensemble des combinaisons intéressantes dégagées au travers de notre analyse. Une troisième série de masques est ensuite prévue pour une **réalisation matricée** (2x2) comprenant quatre éléments radiométriques, directement exploitable sur le plan industriel.

Enfin, nous appliquons les résultats de la modélisation analytique aux diverses structures que nous recherchons à réaliser au moyen des outils de microtechnologie. En raison du caractère in situ des applications envisagées, nous avons arrêté nos choix sur des compromis d'épaisseurs des conducteurs de la thermopile pour obtenir non seulement des sensibilités élevées mais aussi une résolution de mesure de température la plus performante (NETD). En matière de résultats théoriques donnés par les modèles, nous avons recherché à retenir les solutions conformes à des valeurs de NETD inférieures à 1 mK.

La description des équipements utilisables au sein de l'IEMN pour la conduite de nos process fait l'objet du **second chapitre** : il nous a été demandé de respecter une présentation pédagogique, afin de contribuer à la diffusion des connaissances sur ce sujet, où trop fréquemment, une apparente complexité dissuade les industriels potentiellement intéressés de mettre en oeuvre ces outils hautement performants. C'est notamment en matière de coût et de respect de l'environnement que les techniques de dépôt de couches minces sont appelées à supplanter d'autres méthodes traditionnelles ; la galvanoplastie par exemple.

La réalisation des thermopiles impose certaines contingences vis à vis des opérations de lithographie définissant les dimensions des constituants ; ces problèmes sont exposés dans la partie **A**. Ainsi, au travers d'une discussion sur l'élaboration des capteurs développés au laboratoire, nous dégageons les principales techniques et leurs objectifs à mettre en oeuvre.

Les moyens de microtechnologie que nous avons utilisés font l'objet de la partie **B**. Après un bref rappel consacré aux techniques du vide, les principes conduisant aux métallisations sous vide sont exposés. Une description des équipements dédiés à l'évaporation sous vide est donnée, au vu des principaux avantages et inconvénients propres à cette technique. Les techniques de pulvérisation cathodique (*sputtering*), largement utilisées au cours de nos travaux, sont ensuite exposées afin de mieux cerner les paramètres de conduite du bâti Plassys MP450 utilisé systématiquement pour déposer le premier conducteur thermoélectrique constitutif de chacune de nos thermopiles.

Les techniques de résinage (*spin-coating*) et de photolithographie sont ensuite détaillées, suivies d'un rappel des principales méthodes de gravure ; la réalisation des radiomètres A.D.D. demande en effet le recours à des gravures sèches (dégagement des plots d'accès) et humides (constitution de la chaîne thermoélectrique).

Le **troisième chapitre** regroupe l'ensemble des process nécessaires à la réalisation des divers microcapteurs thermiques, partant de l'état antérieur de la technique propre aux structures assemblées sur verre, pour discuter des améliorations sur lesquelles nous avons travaillé, jusqu'à obtention des configurations sur polyimide Kapton.

La réalisation des niveaux de masquage est détaillée en partie **A**, suivie d'une analyse des conditions de dépôt des conducteurs de la thermopile, dans le cadre des conformations sur verre faisant l'objet de la partie **B** : nous décrivons les différentes phases des opérations de "*lift-off*", en soulignant les particularités, améliorations, et limitations du procédé. La réalisation des divers types de collecteurs (Si_3N_4 et Polyimide) est discutée, au regard des paramètres d'absorption et de réflexion dans le spectre IR (partie **C**). Les résultats obtenus au laboratoire concernant la caractérisation des matériaux absorbants (**Ultradell et Pyralin**) sont ensuite résumés ; cependant, l'épaisseur et le choix de nos polymères sont vraisemblablement à remettre en cause, compte tenu de l'erreur systématique observable sur la sensibilité des prototypes réalisés.

Afin d'optimiser la thermopile, nous présentons, en partie **D**, nos essais portant sur le choix de plusieurs matériaux polymères utilisables en terme de substrat, compte tenu des trois principaux critères de sélection ; conductivité thermique, coefficient d'expansion thermique, tenue en température et aux solvants. Le dépôt du premier conducteur se révèle une étape cruciale, et nous a demandé de nombreux essais avant obtention d'un process industrialisable ; à cet effet, la préparation de surface fait l'objet d'étapes à respecter rigoureusement.

Les paramètres de dépôt [Débit d'Argon, Pression, Tension de polarisation, Puissance, et temps] sont régis par les conditions de contraintes du film ; nous discutons de l'origine et de la mesure de ces effets, avant d'établir l'enchaînement des process conduisant à l'obtention de la piste méandrique du premier conducteur. Le dépôt du second conducteur, déposé par "*lift-off*" est ensuite présenté, avant de détailler les opérations conduisant à l'assemblage du collecteur. La réalisation des différentes structures modélisées au premier chapitre, est ensuite discutée en partie **E**, au regard des problèmes technologiques rencontrés au cours de leur développement.

Les parties **A** et **B** du **quatrième chapitre** sont consacrées au développement d'un assemblage matricé comprenant quatre éléments sensibles indépendants. Les différents niveaux de masquage sont décrits, suivis des particularités propres aux process de réalisation ; la résolution de gravure doit être particulièrement soignée pour obtenir une bonne reproductibilité des performances, compte tenu d'une largeur d'interpiste réduite à quatre micromètres.

La dernière partie du document (partie **C**) est consacrée à la caractérisation et à l'étalonnage en sensibilité des différents radiomètres A.D.D. réalisés au cours de notre travail. La détermination des temps de réponse fait l'objet d'une description détaillée du système de mesure que nous avons mis en oeuvre.

Notre document s'achève par un descriptif des différents types de microradiomètres thermiques existant actuellement sur le marché, avec une comparaison des performances obtenues ; en toutes circonstances, les structures A.D.D. présentent les meilleures dynamiques de mesure : de plus, en obtenant provisoirement une sensibilité de $12 \mu V/(W/m^2)$ à l'aide de la structure matricée, nous avons respecté l'aspect environnemental de notre cahier des charges, en évitant le recours à des matériaux toxiques. La maîtrise du dépôt d'un meilleur matériau absorbant reste à acquérir, mais devrait augmenter notablement (environ 40%) les valeurs des sensibilités attenantes aux radiomètres réalisés dans le cadre de nos travaux.

Les échantillons en cours de caractérisation au sein de la société Jay Electronique devraient conduire à de nouveaux systèmes performants pour les applications de détection du vivant, en respectant les critères imposés par le texte normatif "PIPDs TC 44X, CENELEC". Malgré les imperfections résiduelles présentées par nos prototypes, nous souhaitons avoir contribué à l'avancement du développement et de la recherche au sein de la société Jay Electronique que nous remercions vivement de nous avoir accueillis.

Chapitre 1

Principe et mise en œuvre de la radiométrie A.D.D.

A Radiométrie et détecteurs thermiques : généralités

A.I Signaux et capteurs mis en oeuvre

De façon générale, un capteur permet de rendre compte de la mesure d'une grandeur physique, appelée mesurande, sous la forme d'une autre grandeur physique : cette dernière est le plus fréquemment recherchée sous la forme d'un signal électrique. Dans le cadre de la radiométrie thermique, l'éclairement énergétique E (W/m^2) peut être considéré comme mesurande, compte tenu de la conversion du rayonnement en élévation de température du corps d'épreuve : ce dernier comprend un revêtement absorbant, les éléments du détecteur, et un matériau substrat^[1,2]. L'élévation de température peut ensuite être traduite en signal électrique selon trois technologies caractéristiques.

- L'effet pyroélectrique permet l'obtention de tensions de sorties à fort niveau mais ne peut caractériser que des variations temporelles de l'éclairement énergétique incident. La société Jay électronique a déjà conduit de nombreuses investigations sur ce type de capteurs et s'intéresse au couplage de leurs propriétés dynamiques avec les capteurs objets de notre étude.

- L'augmentation de température peut aussi être caractérisée par la variation de résistivité d'un conducteur électrique. Les bolomètres alors réalisés nécessitent la circulation d'un courant de charges électriques, pour donner lieu à une mesure différentielle du type "pont de wheatstone" ou une mesure quatre fils (Méthode classique de Kelvin^[3]).

- Enfin, l'effet thermoélectrique de Seebeck permet directement (*self-generating effect*) l'obtention d'un signal électrique dont la tension ne dépend que de l'élévation de la température et du pouvoir thermoélectrique des matériaux mis en oeuvre.

Un radiomètre thermique est sujet aux trois mécanismes de transfert de la chaleur ; les échanges radiatifs font l'objet de la mesure, quand la conduction et la convection sont le plus souvent susceptibles de jouer le rôle de grandeurs perturbatrices. De manière caractéristique, les détecteurs thermiques présentent des performances étroitement fonction de la nature de leur revêtement absorbant dont les caractéristiques permettent facilement d'accéder à de larges plages spectrales. De tels capteurs, à la différence des détecteurs quantiques, présentent l'avantage majeur de pouvoir fonctionner aux températures ambiantes^[2]. Leur faible coût de fabrication les destine aussi bien à des applications grand public (régulation de températures des appareils ménagers, thermostats d'ambiance) qu'aux domaines du contrôle des processus de séchage industriel, ou encore de l'imagerie lorsque les microtechnologies permettent le matricage des éléments sensibles^[4]. A cet égard, nos travaux visent à la réalisation de tels microsystèmes, au travers d'un matricage 2x2 décrit au quatrième chapitre.

A.II Avantages et inconvénients des solutions classiques

Conformément aux précédents critères, une thermopile est généralement constituée par la mise en série d'un ensemble de thermocouples différentiels. De manière classique, les jonctions chaudes sont groupées sous la surface absorbant le rayonnement, les jonctions

froides restant maintenues à la température du boîtier ^[5,6]. Les radiomètres thermiques basés sur l'effet thermoélectrique de Seebeck ^[7] présentent les avantages suivants :

- aptitude au fonctionnement à température ambiante, permettant la conception de systèmes dénués de fonction de refroidissement, lesquelles sont généralement coûteuses, fragiles, encombrantes et consommatrices d'énergie.
- possibilité de mesure sur une large plage spectrale, compte tenu du choix de l'absorbant. Ce dernier peut aussi être choisi en vue de sélectionner une plage particulière d'absorption. Néanmoins, avec le choix des polyimides liquides, notre problème s'est avéré plus complexe que prévu et sa résolution n'a pas été réellement établie.
- vis-à-vis du bilan d'échange radiatif caractérisé par le détecteur, les mesures en régime permanent sont naturellement admises, à la différence des capteurs pyroélectriques où seules les variations temporelles génèrent un signal. En imagerie infrarouge (IR), nous avons considéré l'hypothèse que l'analyse d'un "fond thermique de référence" permettrait de contribuer à la levée de doute entre une scène prédéfinie et le signal issu d'un être vivant.
- absence de courant de polarisation : les connexions entre le capteur et le conditionneur de signal sont donc simplifiées. En termes de bruit, le système est dépourvu de bruit Flicker en $1/f$. Seul le bruit de Jonhson et les interactions thermiques conductives et convectives sont à prendre en compte : pour des capteurs à faible impédance ($Z < 100k\Omega$), ces dernières constituent un niveau de signal parasite notablement plus élevé que le bruit de Jonhson.

De fait, l'utilisation des détecteurs thermiques reste limitée en raison de leur forte sensibilité aux courants de convection. Ces derniers présentent des effets très largement supérieurs au bruit de Johnson rapporté au calcul de la densité de puissance équivalente au bruit (NEPD cf. *infra* §C.II.2) ou bien au calcul de la détectivité spécifique ^[2,7]. Cependant, l'action des courants de convection dépend fortement de la structure du détecteur.

Ainsi, une thermopile classique présente ses thermoéléments disposés sur une membrane ou un cantilever, à l'image des Figures I.1 et I.2. Une telle structure comporte des évidements, et demande à être protégée sous une atmosphère isolante, généralement composée de Xénon ($\lambda \approx 5,5 \text{ mW}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) ou de Krypton ($\lambda \approx 9 \text{ mW}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$). Il est alors nécessaire de disposer une fenêtre de protection, usuellement constituée de Silicium ou de Saphir ^[D11,D12].

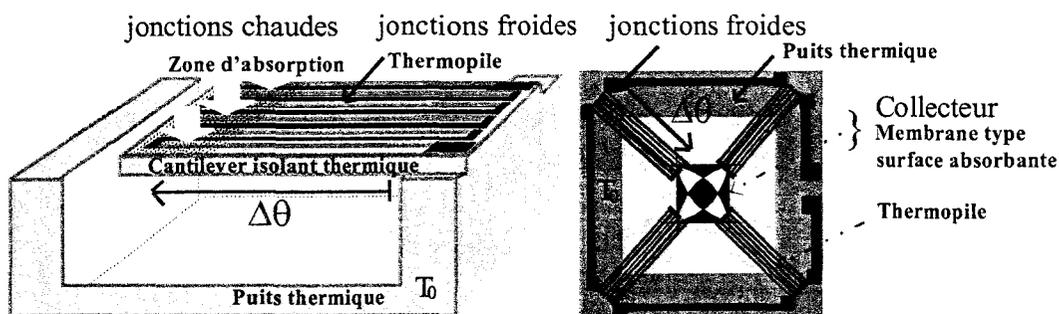


Figure I.1 : Montages de thermopiles en conformations cantilever et membrane

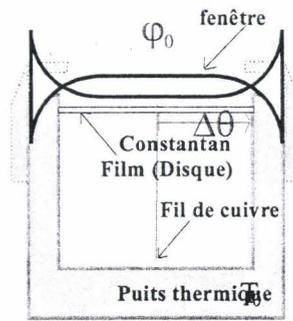


Figure I.2 : Fluxmètres Gardon pour flux élevés (1 MW/m^2)

Les structures classiques présentent ainsi une épaisseur significative et une complexité improprie à une production industrielle à faible coût. Il faut de plus corrélérer le temps de réponse avec le dimensionnement de la membrane, les caractéristiques globales résultant d'un compromis entre la sensibilité et la constante de temps ^[5,6,7].

Par ailleurs, les mesures d'éclairement énergétique dans la gamme proche de la photométrie, sont fortement sujettes aux fluctuations de la température de référence du boîtier. Enfin, les structures membranaires peuvent présenter une sensibilité microphonique, par effets thermomécaniques, rédhibitoire pour des mesures rapides.

Il importe de souligner que l'ensemble de ces inconvénients résulte de la présence de volumes vides systématiquement imposés au sein des conformations classiques, en raison de la recherche d'une résistance thermique maximale entre les thermojonctions chaudes et froides de la thermopile ^[4]. Cette dernière condition est en effet essentielle pour maximiser l'élévation locale de la température à l'endroit du regroupement des thermojonctions chaudes ^[8] et justifie le développement des nombreux travaux en microtechnologie visant à obtenir des structures suspendues : à cet égard, le modèle général des "taol-lithes" ^[7,Chap IV], bien que restreint à une analyse bidimensionnelle, permet de présenter les diverses propriétés thermiques afférentes aux structures suspendues ; on retiendra notamment l'inconvénient d'une très forte sensibilité aux courants de convection thermique.

B Radiométrie par absorption différentielle distribuée (A.D.D.)

B.I Principe fondamental

A la différence des structures classiques, où l'on recherche à maximiser ponctuellement l'augmentation de température liée à l'absorption radiative localisée sur les thermojonctions chaudes, un radiomètre A.D.D. fonctionne en intégrant le cumul d'une pluralité de différences de température élémentaires présentées à la surface d'un substrat alternativement absorbant et réflecteur du rayonnement. Au centre de ces motifs régulièrement distribués, les jonctions chaudes et froides d'une très fine chaîne thermoélectrique sont régulièrement disposées de façon méandrique à la surface du substrat.

B.I.1 Description générique

La Figure I.3 représente de manière non limitative les éléments constitutifs et les principes généraux d'élaboration d'une structure A.D.D.^[8]. Le concept initial a été présenté dès 1966 par Benzinger^[9], mais s'est révélé impraticable suite à l'absence totale d'analyse quantitative des transferts thermiques, conduisant à un dimensionnement aberrant des éléments constitutifs.

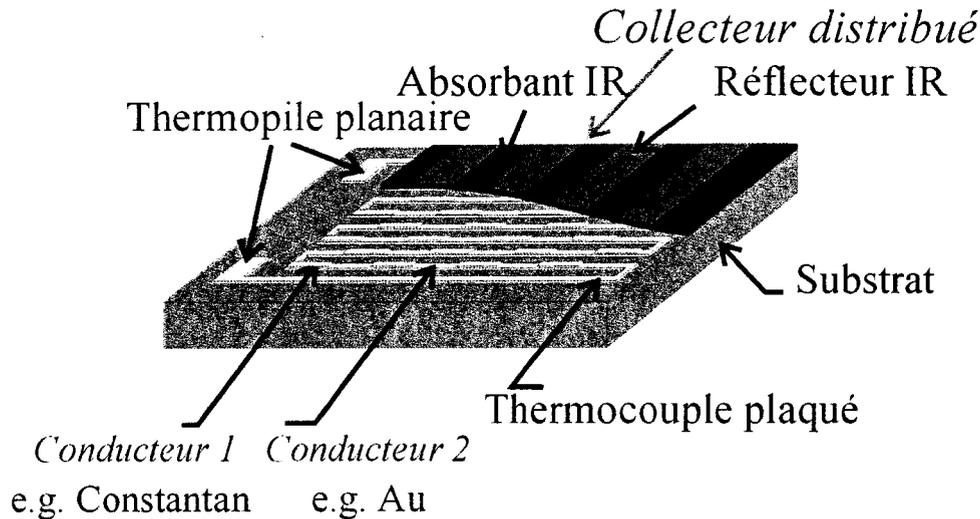


Figure I. 3: Principes généraux d'élaboration d'une structure A.D.D. générique

Dès 1992, le problème de la détection des foyers d'incendies en milieu forestier a conduit à perfectionner ces capteurs, afin de les coupler au foyer d'optiques paraboliques et de réflecteurs non imageants^[9,10,11]. Au cours d'un développement logique, les travaux menés par L. Camberlein à l'EMN, en microtechnologie^[12] ont permis l'obtention d'une première série de détecteurs miniaturisés sur substrat de verre.

B.I.2 Propriété de cumul des tensions Seebeck sous un champ thermique distribué

En présence d'un éclairage énergétique imposé en surface, les différences de température au niveau des thermojonctions respectivement absorbantes et réfléchissantes permettent la composition série des fém. de Seebeck. La tension résultante est alors représentative du bilan d'échange radiatif en surface.

Les propriétés présentées par des configurations idéales, au travers de l'analyse thermique bidimensionnelle de structures solides homogènes sollicitées par une absorption énergétique spatialement périodique, sont représentatives de l'absorption différentielle distribuée. Nous rappellerons brièvement ces propriétés, discutées de manière exhaustive en référence^[7].

La Figure I.4 représente un exemple portant sur deux conformations particulières, présentant respectivement $N = 1$ et $N = 3$ motifs d'absorption, disposés au dessus d'une chaîne thermoélectrique élémentaire comportant des conducteurs de pouvoirs thermoélectriques respectifs α_1 et α_2 .

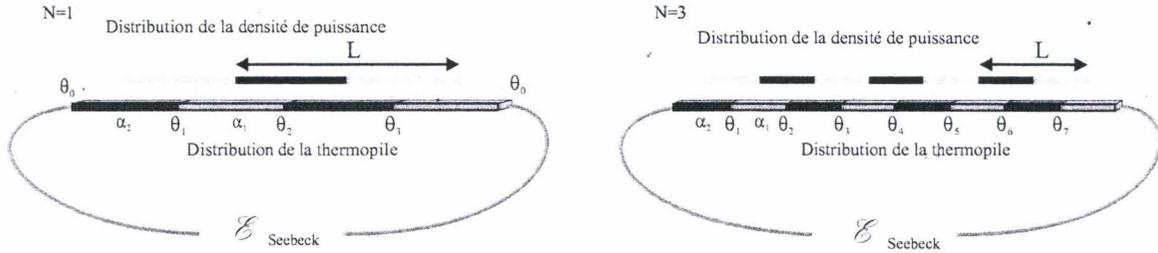


Figure I. 4: Champ thermique distribué le long d'une chaîne thermoélectrique

Les thermojonctions J_1 à $J_{2.N+1}$ sont réparties aux centres des zones absorbantes et réfléchissantes pour tout cas de figure extrapolable à partir de ces deux conformations. Le champ thermique est d'autant plus distribué que l'on choisit un nombre élevé de motifs d'absorption.

Indépendamment des conditions limites thermiquement imposées à la thermopile, l'étude thermodynamique montre que la tension Seebeck recueillie entre deux jonctions consécutives est dite "relative" du fait de la nature bi-matérielle du circuit, et s'écrit :

$$[\mathcal{E}]_{T_1}^{T_2} = \int_{T_1}^{T_2} (\alpha_2 - \alpha_1).dT \quad (V)$$

Cette expression permet d'observer l'indépendance de la tension mesurable vis à vis des conditions réelles de température existant entre les thermojonctions.

La thermopile peut être affectée de deux types de conditions limites particulières fondamentales : soit le plan inférieur du substrat est disposé sur un puits thermique (modèle général des "di-lithes" [7, pp145-151]), soit les extrémités latérales sont au contact du puits (modèle général des "taol-lithes" [ibid. pp151-164]). Dans les deux cas, on montre qu'il existe une symétrie de parité du champ thermique autour de la jonction centrale : pour N impair, la jonction J_{N+1} constitue ce centre soit J_4 pour la Figure I.4b .

$$\begin{aligned} \theta_4 - \theta_5 &= \theta_4 - \theta_3 & \theta_3 - \theta_2 &= \theta_5 - \theta_6 \\ \theta_2 - \theta_1 &= \theta_6 - \theta_7 & \theta_1 - \theta_0 &= \theta_7 - \theta_0 \end{aligned}$$

La tension de Seebeck, définie par la relation précédente, s'exprime alors :

$$\mathcal{E} = (\alpha_2 - \alpha_1).[(\theta_1 - \theta_0) - (\theta_2 - \theta_1) + (\theta_3 - \theta_2) - (\theta_4 - \theta_3)] \quad (V)$$

La généralisation à un nombre N quelconque entraîne :

$$\mathcal{E} = (\alpha_2 - \alpha_1). \sum_{i=1}^{N+1} (-1)^{i+1}. [\theta_i - \theta_{i+1}] \quad (V)$$

Cette relation est essentielle dans le choix conceptuel de réalisation où l'optimisation d'une structure revient à rechercher la longueur de motif L permettant une tension Seebeck maximale, compte tenu des caractéristiques thermiques du substrat et des conducteurs de la chaîne thermoélectrique.

Ainsi, l'analyse d'une structure de configuration distribuée permet, au travers d'un choix raisonné entre un petit ou grand nombre de thermojonctions respectivement affectées d'un écart en température ($\Delta\theta$) élevé ou faible, d'optimiser le compromis : {"N et L" vs. " $\Delta\theta$ "}.

Ces considérations sont générales, et trouvent aussi leur application dans le cas des radiomètres aux conducteurs polysilicium dopés, actuellement à l'étude à l'IEMN ^[13].

B.II Qualification et quantification des performances

Après une première série d'analyses quantitatives menée de manière numérique à l'aide du logiciel ANSYS[®], les considérations dimensionnelles liées au recours aux microtechnologies ont conduit au développement de modèles analytiques performants et précis permettant de souligner l'intérêt des structures A.D.D. ainsi que de fixer les limites d'application du concept.

B.II.1 Analyse en termes de sensibilité vs. responsivité

La caractéristique essentielle d'un détecteur est sa **sensibilité** de dimension [$\mu\text{V}/(\text{W}/\text{m}^2)$] : en supposant que la thermopile dont la face inférieure est disposée sur un puits thermique soit étirée au sens de la Figure I.5, et compte tenu d'un nombre noté N de thermoéléments affectés d'un pouvoir thermoélectrique noté $\Delta\alpha$ ($\mu\text{V}/\text{K}$), la sensibilité s'exprime :

$$S = \frac{\Delta V}{\varphi_0} = \frac{N \cdot \Delta\alpha_u \cdot \Delta\theta}{\varphi_0} \quad (\mu\text{V}/(\text{W} \cdot \text{m}^{-2})) \quad \text{Eq. [I.1]}$$

où ΔV désigne la tension Seebeck mesurable en sortie, φ_0 et $\Delta\theta$ étant respectivement la densité de puissance incidente (W/m^2) et la différence de température observée entre deux thermojonctions sollicitées.

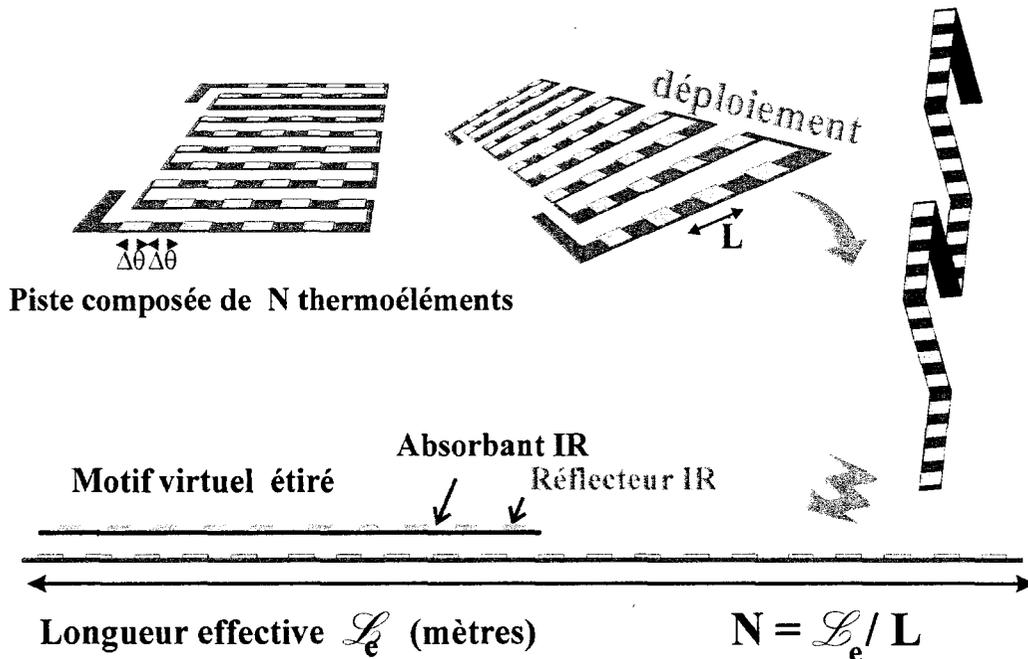


Figure I.5 : Déploiement fictif de la piste conductrice de la thermopile

Remarque :

La notion de responsivité \mathcal{R} ($\mu\text{V}/\text{W}$) est très fréquemment employée dans la littérature technico-commerciale mais doit être définie, en toute rigueur, comme la sensibilité que présenterait un détecteur de surface \mathcal{A} unité : en effet, si ($\mathcal{A} = 1\text{m}^2$) alors, $\{\mathcal{R} = S/\mathcal{A}\}$.

La responsivité constitue donc d'un paramètre structural (grandeur intensive) plus représentatif d'une technologie et des matériaux s'y afférent que d'une réalisation donnée : Ce paramètre n'est en toute rigueur attribuable à un détecteur que sous réserve que sa conformation présente l'invariance de ses propriétés structurales (\mathcal{R} & D^*) vis à vis de sa surface ^[7,14,15]. Les détecteurs de type bolométrique ou pyroélectrique satisfont généralement à cette exigence ^[2,14].

En contrepartie, les thermopiles montées sur membranes ne présentent pas cette invariance, à la différence des "A.D.D.". Leur qualification en termes de responsivité ne saurait recouvrir d'autre sens physique que la quantification de la fém. de Seebeck obtenue pour un flux net radiant unité. Cet apport énergétique pourrait, par exemple, être associé à une membrane de 1mm^2 (10^{-6}m^2) absorbant un rayonnement de 1MW.m^{-2} (10^{+6}W.m^{-2}) sans préjuger de l'aptitude réelle de la structure à subir les contraintes thermique et mécanique résultantes.

D'une manière générale, la représentation en terme de responsivité permet aux constructeurs de présenter des chiffres avantageux vis à vis de la description de détecteurs issus de technologies ne permettant pas de grandes surfaces de captation. Le choix d'une responsivité élevée n'est donc à privilégier que lorsque l'on cherche à réaliser une application imageante où la condition de stigmatisme exige une résolution (pixel) de faible dimension ^[16,17,18].

B.II.2 Expression générale et fonctionnelle de la sensibilité

Considérant la Figure I.5 qui illustre le déploiement fictif d'une thermopile méandrique en un fil rectiligne de *longueur effective* \mathcal{L}_e , la sensibilité peut alors s'écrire :

$$S = \mathcal{L}_e \cdot \Delta\alpha_u \cdot \left[\frac{1}{\varphi} \cdot \frac{\Delta\theta}{L} \right] = \mathcal{L}_e \cdot \Delta\alpha_u \cdot \mathcal{S}_t \quad (\mu\text{V}/(\text{W.m}^{-2})) \quad \text{Eq. [I.2]}$$

où L désigne la longueur de motif d'un thermoélément.

La quantité \mathcal{S}_t exprimée en $[(\text{K.m}^{-1})/(\text{W.m}^{-2})]$ représente un gradient tangentiel utilisable, exclusivement lié à la conduction de la chaleur. Le signal thermique est alors ramené à la longueur d'un thermoélément sous une densité de puissance incidente unité. Cette grandeur peut être étudiée et maximisée à l'aide de modèles numériques ou analytiques visant à rechercher les dimensionnements optimaux lorsque la nature des constituants de la thermopile est imposée.

Le sens physique du gradient tangentiel utilisable \mathcal{S}_t est simple si l'on considère l'aspect de cumul de la distribution des effets thermiques rendu possible grâce à la composition série des tensions Seebeck au sens de la Figure I.3. Son étude rigoureuse, résumée au paragraphe **C.III.1**, est relativement complexe, et demande la résolution de l'équation de Laplace dans un

domaine composé de deux milieux ^[19] (§ C.II ; Figure I.8). La relation [I.2] est fonctionnelle en ce sens qu'elle permet d'articuler l'analyse et l'optimisation du détecteur en trois groupes d'étude de types respectifs : topologique, thermoélectrique, et thermique.

De fait, au sens de la modélisation, les propriétés spectrales d'absorption différentielle des éléments du collecteur sont en premier lieu considérées idéales vis à vis de la détermination du gradient tangentiel utilisable. C'est ensuite, en terme de fonction de correction, qu'il convient de quantifier l'altération de cette grandeur physique, pour tenir compte des imperfections des propriétés locales d'absorption et de réflexion du rayonnement incident. Ce dernier point est fondamental, en ce qu'il souligne un problème pratique majeur n'ayant été réellement appréhendé qu'après la résolution des problèmes de microtechnologie, et n'ayant pas donné lieu à une résolution complète adaptée au contexte industriel.

B.II.3 Critères d'optimisation

Chacun des trois termes du membre de droite de l'expression [I.2] peut faire l'objet d'une étude et d'une optimisation menées de manière indépendante ^[7,14].

Sur un plan purement topologique, en supposant fixée la valeur de la surface du plan de mesure (\mathcal{A} en m^2), il est facile de vérifier que si p et ip désignent respectivement la largeur de la piste et l'écart entre deux sections consécutives du tracé méandrique (largeur d'interpiste), la longueur effective s'exprime :

$$L_e = \mathcal{A} / (p+ip) \quad (m) \quad \text{Eq. [I.3]}$$

Une longueur effective maximale entraîne la diminution respective de la largeur de piste et de l'espace entre les sections du tracé méandrique de la Figure I.3. En pratique, deux critères limitent la longueur effective.

Vis-à-vis de la technologie de réalisation, la résolution de gravure limite la réduction du paramètre d'interpiste ip . En technologie classique des circuits imprimés il est difficile d'assurer une gravure de ip inférieure à $60\mu m$.

En revanche, les microtechnologies permettent des valeurs très inférieures, avec en ce qui concerne nos réalisations : $4\mu m < ip < 10\mu m$. La valeur minimale limitée à $4\mu m$, se reporte aux structures matricées 2×2 dont l'étude fait l'objet de notre **chapitre 4**.

Par ailleurs, il est essentiel de prendre en compte la valeur de la résistance électrique de la piste obtenue, à adapter aux caractéristiques de l'amplificateur connecté en sortie du détecteur. A cet égard, et au vue des performances réelles de nombreuses réalisations pratiques ^[21], les réalisations du laboratoire ont été volontairement limitées à des valeurs inférieures à $100\text{ k}\Omega$, compte tenu du souci de simplification du conditionneur dont les problèmes structuraux ont fait l'objet d'une étude exhaustive préalable ^[20].

Sur un plan purement thermoélectrique, l'optimisation du pouvoir thermoélectrique ($\Delta\alpha_u$) second terme de l'expression [I.2] ne dépend que du choix de la nature des conducteurs de la thermopile, et est directement corrélée à la notion de détectivité spécifique ^[7,22]. Un choix raisonné nécessite une étude exhaustive des thermocouples plaqués. Si l'on désigne par $\sigma_{1,2}$ et $\lambda_{1,2}$ les conductivités respectivement électriques et thermiques de chacun des conducteurs, il

importe en fait de rechercher les valeurs maximales du pouvoir thermoélectrique utilisable $\Delta\alpha_{\text{u}}$ et du facteur de mérite noté Z_{12} caractérisant un thermoélément. Soit :

$$Z_{12} = \left[\frac{\alpha_1 - \alpha_2}{\sqrt{\lambda_1 / \sigma_1} + \sqrt{\lambda_2 / \sigma_2}} \right]^2 \quad (\text{K}^{-1}) \quad \text{Eq. [I.4]}$$

Les références bibliographiques ^[7, et 14] couvrent ce problème, au travers notamment d'une étude thermodynamique et d'un ensemble de modélisations basé sur la théorie des lignes appliquée à l'étude des transferts thermiques. Il résulte de ces travaux, qu'un point commun existe entre la recherche d'une détectivité spécifique optimale pour un détecteur basé sur une thermopile, et de la puissance électrique maximale extractible de cette thermopile, au travers de l'optimisation du facteur de mérite de ses constituants. En ce sens, le développement actuel des thermogénérateurs souligne l'importance de ces considérations ^[1,7,23].

Le développement de matériaux nouveaux permet l'obtention de valeurs significatives du pouvoir thermoélectrique, de l'ordre de $\Delta\alpha_{\text{u}} \approx 380 \mu\text{V/K}$ ^[24, D17], et des facteurs de mérite de l'ordre de $1/T$ (où T est la température absolue en K). Cependant la mise en oeuvre de ces matériaux résultant essentiellement d'alliages Tellure/Bismuth/Antimoine reste complexe, d'une part sur un plan technologique (stabilité chimique médiocre, tenue en température limitée — $<150^\circ\text{C}$ en usage continu—, dispersion notable des caractéristiques) et d'autre part en raison de leur caractère toxique, la mise en oeuvre de matériaux polluants restant incompatible avec le mouvement de normalisation européen traduit par les directives des codes de la consommation et de l'environnement ^[D18 & D111].

Hormis nos travaux, une solution de compromis optimal consiste à recourir aux polysilicium dopés, malgré leur facteur de mérite pénalisant, en optimisant la structure sur un plan thermique : L'IEMN a choisi cette direction, avec de nouvelles réalisations très encourageantes ^[13]. Une autre solution, d'avenir, réside dans le recours aux polymères électroactifs ^[25] pour réaliser des structures de grandes surface, en bénéficiant de la faible conductivité thermique de ces matériaux, compensant leur médiocre conductivité électrique au sens de la relation [I.4] définissant le facteur de mérite thermoélectrique.

B.II.4 Critères de qualification en terme de bruit et de gamme

Compte tenu de l'aspect "*self-generating*" de l'effet Seebeck, seul le bruit de Jonhson et les effets des perturbations thermiques conductives et convectives affectent en termes de signaux parasites les détecteurs fonctionnant sur la base d'une thermopile.

B.II.4.1 Dynamique d'entrée des radiomètres A.D.D.

Les radiomètres classiques, faisant appel aux structures évidées peuvent afficher des sensibilités quelques fois élevées, en théorie de l'ordre de $20 \mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$ (voir ^[D12, D14] par exemple). L'expérimentation a cependant montré une très forte dispersion entre ces chiffres et les valeurs mesurées, avec quelquefois un facteur cinq, les mesures étant toujours inférieures aux valeurs avancées par les notices.

Les constructeurs s'accordent toutefois à reconnaître des valeurs limites maximales de la densité de puissance incidente systématiquement inférieures à 50 kW/m² : au-delà de ces valeurs, l'utilisateur doit s'attendre à un comportement non linéaire suivi de la destruction du capteur.

La technologie de mesure des fortes densités de flux met en oeuvre de manière générique le fluxmètre de Gardon ^[26,27] dont le principe est illustré sur la Figure I.2 . Essentiellement basées sur des membranes métalliques ne constituant qu'un seul thermocouple, de telles structures, dans leurs versions commercialisées, peuvent recevoir des densités de puissance très significatives ($\phi_0 \approx 10 \text{ MW/m}^2$) mais, en contrepartie, elles ne présentent intrinsèquement que de faibles sensibilités ¹.

1. Limitation de la gamme par valeur minimale :

La valeur minimale de densité de puissance susceptible d'être prise en compte ($\phi_{0\min}$) peut être rapportée à la tension de bruit de Johnson caractérisant la thermopile. Soit :

$$U_N = \sqrt{4 \cdot k \cdot T \cdot \Delta f \cdot R} \quad (V_{\text{RMS}}) \quad \text{Eq. [I.5]}$$

où k désigne la constante de Boltzmann ($1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$), T la température absolue, et R la résistance électrique interne de la thermopile.

Le terme Δf représente la bande passante globale du système et de l'élément amplificateur disposé à la sortie du détecteur. Compte tenu de la relation [I.1] la densité de puissance minimale détectable se rapporte à :

$$\Delta V_{\min} = U_N = S \cdot \phi_{0\min} \quad (V_{\text{RMS}})$$

$$\text{d'où} \quad \phi_{0\min} = \frac{\sqrt{4 \cdot k \cdot T \cdot R \cdot \Delta f}}{S} \quad (\text{W.m}^{-2}) \quad \text{Eq. [I.6]}$$

Considérant une bande passante unité ($\Delta f = 1 \text{ Hz}$) cette grandeur est qualifiée de NEPD *Noise Equivalent Power Density* (densité de puissance incidente équivalente au bruit de Johnson en ($\text{W.m}^{-2} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$)) et doit être maintenue minimale lors de la conception de toute structure de détecteur thermique. Soit :

$$\text{NEPD} = \frac{\sqrt{4 \cdot k \cdot T \cdot R}}{S} \quad (\text{W.m}^{-2} \cdot \text{Hz}^{-1/2}) \quad \text{Eq. [I.7]}$$

Les radiomètres A.D.D. usuellement réalisés au laboratoire, sur substrat de verre ou Kapton (technologie classique des Circuits imprimés, R#5 k Ω) présentent une valeur de NEPD de l'ordre de $0,8 \text{ mW.m}^{-2} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$, à comparer par exemple avec les réalisations classiques de **Perkin Elmer**, anciennement **EG & G-Heimann** TPS 424/434 avec R # 45 k Ω et NEPD > $2,5 \text{ mW.m}^{-2} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$ ^[D14]. Il convient de souligner que le critère de $\Delta f = 1 \text{ Hz}$ est arbitraire et que moyennant filtrage Basse Fréquence le NEPD du système peut être artificiellement augmenté, au détriment du temps de réponse.

¹ voir [D16] par exemple, avec $S \leq 175 \mu\text{V}/(\text{W.cm}^{-2})$, soit $(0,0175 \mu\text{V}/(\text{W.m}^{-2}))$

Une description des caractéristiques *signal versus bruit* (en terme de grandeur structurale) est fréquemment rapportée à l'aide de la détectivité spécifique D^* définie par :

$$D^* = \mathcal{R} \cdot \frac{\sqrt{A}}{\sqrt{4 \cdot k \cdot T \cdot \Delta f \cdot R}} \quad (\text{cm} \cdot \text{W}^{-1} \cdot \text{Hz}^{1/2}) \quad \text{Eq. [I.8]}$$

Cette grandeur est initialement définie de manière thermodynamique [2,7p20] et cette relation n'est applicable en toute rigueur que pour des structures présentant une résistance électrique proportionnelle à la surface de leur plan de mesure : les détecteurs bolométriques, pyrométriques et les conformations A.D.D. présentent généralement cette caractéristique, contrairement aux les thermopiles montées sur membranes, pour lesquelles ni la responsivité ni la détectivité spécifique, ni le temps de réponse ne sont des invariants de surface.

Au sens de la relation [I.4] la détectivité spécifique maximale que peut présenter un détecteur thermique basé sur l'effet de Seebeck est bornée par la valeur extrême suivante :

$$D_{MAX}^* = \frac{\sqrt{Z_{12} \cdot T}}{8 \cdot \sqrt{\sigma \cdot k \cdot T^5}} \quad \text{Eq. [I.9]}$$

où le numérateur fait apparaître le rendement éxergique (η_e) de la thermopile ($Z_{12} \cdot T = 4 \cdot \eta_e$).

Perspectives d'ordre théoriques : Les matériaux nouveaux permettent d'envisager des valeurs de détectivités spécifiques D^* proches de $10^9 \text{ cm} \cdot \text{W}^{-1} \cdot \text{Hz}^{1/2}$. Des structures bénéficiant de tels conducteurs permettraient de simplifier notablement le problème de la détection du vivant en milieu industriel, si toutefois elles ne mettaient pas en oeuvre des composés toxiques.

Réalités et contingences : En pratique les détecteurs thermiques de type pyroélectriques couramment commercialisés, présentent des valeurs de l'ordre de $10 \cdot 10^7 \text{ cm} \cdot \text{W}^{-1} \cdot \text{Hz}^{1/2}$ (par exemple, LHI 807 HG&G Heimann (**Perkin Elmer**) [Dt4b] : $D_{typ}^* = 15 \cdot 10^7 \text{ cm} \cdot \text{W}^{-1} \cdot \text{Hz}^{1/2}$) : il importe de souligner que ces valeurs supposent un signal évolutif à fréquence unité, avec une très forte dégradation de la sensibilité et de la détectivité spécifique lorsque la fréquence diminue pour approcher le régime permanent (respectivement détectivité nulle). Concernant les radiomètres A.D.D., opérationnels pour tout régime, en supposant le recours à des matériaux thermoélectriques performants (tellures de bismuth et antimoine), les modèles développés au laboratoire montrent qu'il est possible de dépasser ces valeurs en régime permanent [14]. Ce point est capital pour l'observation à l'aide de capteurs matricés, d'un fond continu composé d'objets à différentes températures. Toutefois les contingences environnementales de notre cahier des charges nous limitent en pratique à des valeurs de l'ordre de

$$D_{typ}^* = 2 \cdot 10^7 \text{ cm} \cdot \text{W}^{-1} \cdot \text{Hz}^{1/2} \quad (0 < f \leq 100 \text{ Hz}).$$

2. Limitation de la gamme par valeur maximale

Vis à vis de ce critère, la valeur maximale de la température que peut supporter la structure générale d'un radiomètre conditionne la borne maximale de sa gamme de mesure. Il importe donc de recourir à un ensemble de matériaux supportant des températures élevées, tant pour le substrat que pour l'absorbant et les conducteurs thermoélectriques, en vue d'élargir

la gamme de fonctionnement d'un détecteur donné. Nous notons $\varphi_{0\max}$ la valeur maximale de densité de flux incidente applicable avant dégradation.

Pour des réalisations standard, dont la face inférieure du substrat est maintenue sur un puits thermique à $T_0 = 300$ K, une densité de puissance incidente de 1MW/m^2 élève la température du revêtement collecteur à une température proche de 320 °C. A cet égard un revêtement polyimide, constitue une solution viable, malgré ses caractéristiques d'absorption spectrale : ce choix est discuté aux **chapitres 3 et 4**.

De fait, même aux très fortes valeurs d'éclairement énergétique, le concept de configuration différentielle distribuée étant basé sur la répartition homogène d'une multitude d'écartés élémentaires de température, il en résulte une grande linéarité sur l'ensemble de la gamme. Cette propriété constitue un avantage significatif sur les plans métrologique et industriel, bien que pour notre application les problèmes posés ressortent plus du traitement des signaux de faibles niveaux .

3. Rangeabilité métrologique ou dynamique de mesure d'un radiomètre

En reprenant le critère de bande de fréquence unitaire, la dynamique de mesure est définie conformément aux propriétés énergétiques générales des signaux exprimés en décibels [7 p54]. Soit :

$$Dy_r = 10 \cdot \log_{10} \frac{\varphi_{0\max}}{\text{NEPD}_{(1\text{Hz}, T_{\text{Max}})}} \quad (\text{dB}) \quad \text{Eq. [I.10]}$$

où $\varphi_{0\max}$ désigne une condition thermique de référence pour laquelle la densité maximale de puissance admissible par un capteur est définie lorsque sa face inférieure (substrat) est supposée maintenue à 300 K, pour Δf unité, considérant la température maximale admissible sur la face supérieure (collecteur).

A titre de comparaison les réalisations classiques [D^{t2}, D^{t4}] présentent des valeurs toujours inférieures à 75 dB. Par exemple les réalisations de Il Hyun Choi et Kensall D. Wise [4] sont affectées d'une dynamique de 55dB pour un $\text{NEPD}_{(1\text{Hz})} = 1,5 \cdot 10^{-5} \text{ W.cm}^{-2}$, avec $\varphi_{0\max} = 50 \text{ kW.m}^{-2}$.

Les radiomètres A.D.D. présentent intrinsèquement une dynamique comprise entre 75 et 90 dB compte tenu de leur structure cohésive : cette dernière propriété leur permet de rester opérationnel entre des conditions de vide absolu et de forte pression : à cet égard, des conditions explosives ont été (et sont encore) expérimentées au laboratoire, en vue d'applications industrielles dans les domaines militaire et aérospatial.

Adaptation du conditionneur au capteur pour un mesurage en une seule gamme

La notion précédente de dynamique est définie au regard du rapport de deux grandeurs énergétiques (W.m^{-2}) selon la relation [I.10]. Il convient de souligner que la propriété particulière de "self-generating effect" caractérisant la fém. de Seebeck permet au radiomètre thermoélectrique de convertir une information énergétique en information de tension, grandeur spécifiquement intensive. Il en résulte la nécessité de recourir à une amplification

dotée du double de la dynamique du capteur pour recouvrir sa rangeabilité en une seule gamme.

Considérant par exemple un radiomètre A.D.D. doté d'une dynamique de 80 dB, le conditionneur de tension doit alors assurer 160 dB de dynamique ; cela suppose pour une tension de sortie maximale de 10 Volts, un niveau de bruit en sortie inférieur ou égal à 1 μV (y compris la dérive lente...), ce que même un module amplificateur "chopper" ne peut actuellement assurer : néanmoins, en cherchant à s'affranchir d'une commutation de gamme automatique, le recours à un amplificateur logarithmique de qualité reste à étudier.

B.II.4.2 Performances selon la surface

La surface présentée par un radiomètre A.D.D. influence les grandeurs précédentes de la manière suivante résumée dans le Tableau I.1. Ce dernier est défini pour une transformation modifiant la surface du capteur par multiplication d'un **facteur noté ζ** [7, 2^{ème} partie] :

<i>Sensibilité</i> :	$S' = \zeta \cdot S$	$[\mu\text{V}/(\text{W}/\text{m}^2)]$	
<i>"Responsivity"</i> :	$\mathcal{R}' = \mathcal{R}$	(mV/W) :	Invariance
<i>Rangeabilité</i> : de $(\zeta^{-1/2}) \cdot \varphi_{\min}$ à φ_{\max}	$(\text{W}/\text{m}^2) \Leftrightarrow$	<i>Dynamique</i> :	$Dy_{\mathbf{r}'} = Dy_{\mathbf{r}} + 5 \log_{10}(\zeta)$ dB
<i>Résistance électrique</i> :	$R' = \zeta \cdot R$	(W)	<i>Tension de Nyquist</i> $U'_{\mathbf{N}} = U_{\mathbf{N}} \cdot \zeta^{+1/2}$ $(\text{nV} \cdot \text{Hz}^{-1/2})$
<i>Puissance Eq. de bruit</i> :	$NEP' = NEP \cdot \zeta^{1/2}$	$(\text{nW} \cdot \text{Hz}^{-1/2})$	
<i>Délect. spécifique</i> : $D'^* = D$	$(\text{cm} \cdot \text{W}^{-1} \cdot \text{Hz}^{1/2})$:		Invariance
<i>Densité de puissance équivalente au bruit</i> ($U_{\mathbf{N}}/\mathcal{S}$):		$NEPD' = (\zeta^{-1/2}) \cdot NEPD$	$[(\text{mW}/\text{m}^2) \cdot \text{Hz}^{-1/2}]$
<i>Température équivalente au bruit</i> :		$NETD' = (\zeta^{-1/2}) \cdot NETD$	(K)
<i>Immunité au coef. d'échange</i> :		Invariance : $\mathcal{Z}'_h = \mathcal{Z}_h$	$(\text{K} \cdot \text{m}^2/\text{W})$
<i>Constante de temps</i> :	$\tau' = \tau$	(ms)	Invariance

Tableau I.1: Transformation des propriétés d'un radiomètre A.D.D. par simple multiplication de la surface globale de mesure

Bien que résultant d'opérations élémentaires, ces propriétés de transformation sont essentielles vis-à-vis de la conception d'un capteur, au regard du cahier des charges d'une application donnée. A cet égard, une application non imageante peut faire appel à un capteur de surface significative. Ainsi, les technologies classiques de circuit imprimés bénéficient de ces propriétés avec la possibilité de réaliser des capteurs de surfaces significatives à faible coût. Des résolutions de gravure limitées à 40 μm et des surfaces de l'ordre de quelques cm^2 suffiraient à obtenir des sensibilités supérieures à 50 $\mu\text{V}/(\text{W} \cdot \text{m}^2)$.

La raison du choix des paramètres " \mathcal{R} et NEP", systématiquement préférés à " S et NEPD" par les concepteurs de microstructures à faibles surfaces, apparaît ici sans équivoque comme souvent dictée par l'impossibilité technologique de réaliser de grandes surfaces de mesures. En fait, seule l'application destinée au capteur doit conduire à la recherche de paramètres descriptifs donnés.

D'une manière plus large, en matière de détermination des températures sans contact (cf. supra §D.II.1, au vu des relations ^[1.71] et ^[1.231]), la plus petite variation de température assimilable au bruit "Noise Equivalent Temperature Difference" peut s'exprimer par association directe avec le concept de NEPD, dont les évolutions sont du même type pour une variation de surface de mesure du capteur ; soit :

$$\text{NETD} = \frac{\sqrt{\Delta f}}{4 \cdot \sigma \cdot \varepsilon \cdot T_{\text{cible}}^3} \cdot \text{NEPD}$$

La qualité d'un système de mesure en large spectre (*broadband radiation thermometers* ^[281]) en termes de résolution en température, est naturellement fonction du filtrage temporel (propriété du système caractérisant le détecteur — par son temps de réponse — et le conditionneur) et de la température absolue de la cible (propriété extérieure au système).

Il résulte de ces considérations que la grandeur NETD est une grandeur secondaire vis à vis de la qualification énergétique en terme de NEPD : c'est pourquoi dans les publications citées en bibliographie, objets des travaux du laboratoire, nous avons systématiquement insisté sur la définition et l'optimisation du NEPD des radiomètres A.D.D.

B.II.5 Immunisation des structures A.D.D. aux mécanismes de convection

La prise en compte des actions de perturbations liées à un écoulement de fluide autour d'une structure de radiomètre peut s'étudier de manière quantitative — en évaluant l'action relative d'une variation du coefficient d'échange (coefficient de Newton "h" en $\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$) sur la sensibilité — à l'aide de la définition suivante :

$$\mathcal{F}_h = \left| \frac{1}{S} \cdot \left(\frac{\partial S}{\partial h} \right)_{h=0+} \right| = \left| \frac{1}{\mathcal{F}_t} \cdot \left(\frac{\partial \mathcal{F}_t}{\partial h} \right)_{h=0+} \right| = \left| \frac{1}{\Delta \theta} \cdot \left(\frac{\partial \Delta \theta}{\partial h} \right)_{h=0+} \right| \quad (\text{K m}^2 \text{ W}^{-1}) \quad \text{Eq. [I.11]}$$

Il convient alors de rechercher des structures présentant une valeur minimale de cette grandeur, appelée Immunité au coefficient d'échange et notée \mathcal{A}_h . Compte tenu de leur conformation cohésive et de leurs propriétés différentielles, les radiomètres A.D.D. possèdent une valeur intrinsèquement faible ^[141] : il apparaît donc que ce coefficient est d'autant plus réduit que les thermoéléments sont raccourcis.

Les structures A.D.D. présentent en pratique des valeurs de l'ordre de $\mathcal{A}_h \# 5 \cdot 10^{-4} \text{ K m}^2 \text{ W}^{-1}$ (modèle des "taol-lithes" ^[71]), environ cent fois plus faibles que celles des structures classiques nécessitant une protection par encapsulation. C'est un avantage intrinsèque au concept de configuration différentielle distribuée.

C Analyse théorique du principe physique de l'A.D.D.

L'absorption différentielle distribuée se caractérise par la carte du champ de température à l'intérieur d'une structure sollicitée en surface par un flux distribué spatialement de façon périodique (signal de forme créneau, périodicité sur l'axe x) ^[7,191]. Les valeurs récurrentes de la température au centre des zones respectivement absorbantes et réfléchissantes conditionnent le signal susceptible d'être recueilli par la chaîne thermoélectrique exploitant l'effet Seebeck.

Cette chaîne est située à une profondeur donnée, selon l'axe y , où il importe de calculer les valeurs particulières au centre des zones.

Remarque sur le recours à la théorie des lignes :

En raison de la valeur élevée du contraste de conductivité thermique ($\kappa = \lambda_m/\lambda$) affectant généralement le substrat (λ) et les éléments le recouvrant (λ_m ; conductivité composite de la thermopile et de son revêtement), une première analyse a été menée à l'aide de la théorie des lignes, en régimes stationnaire et transitoire ^[7, 14] : d'un point de vue plus rigoureux, cette hypothèse de contraste thermique élevé ($\kappa > 20$) ne permet cependant pas de dégager les propriétés physiques caractérisant l'A.D.D., dont l'étude doit pouvoir être menée quel que soit le dimensionnement et indépendamment de la valeur de κ . C'est pourquoi nous ne nous référerons pas au modèle des lignes thermiques dans la suite de ce travail, bien que les résultats aient été étendus à l'étude des régimes variables.

De fait, la résolution analytique de l'équation de Laplace reste possible dans les cas relativement simples, lorsqu'un seul ou bien deux matériaux superposés sont sollicités par un signal périodiquement spatial distribué en créneau à la surface de la structure ^[7, 19]. Le résumé de ces différentes résolutions et des propriétés y afférent fait l'objet des paragraphes suivants.

C.I Absorption différentielle distribuée sur un substrat homogène et isotrope

On considérera dans un premier temps le cas d'un matériau homogène, présentant donc un contraste thermique κ de valeur unité ; puis, au vu de la forme des solutions, nous étendrons l'analyse à $\kappa \neq 1$.

Considérons une paroi homogène, disposée sur un puits thermique ($T=T_0$), et sollicitée par une densité de puissance (φ_0) distribuée en bandes de motif de longueur L : la symétrie du champ de température interne peut en ramener l'étude à la recherche du champ bidimensionnel dans un domaine de longueur $L/2$ dont les faces latérales sont affectées d'une condition d'échange adiabatique.

La sollicitation spatiale, selon l'axe x , s'exprime alors à l'aide d'un développement en série simple de Fourier :

$$\varphi_{x,b} = \varphi_0 \cdot \left[\frac{1}{2} + \frac{2}{\pi} \cdot \sum_{i=0}^{\infty} \frac{(-1)^i}{2i+1} \cdot \cos(2i+1) \cdot \frac{2\pi \cdot x}{L} \right] \quad (\text{W.m}^{-2}) \quad \text{Eq. [I.12]}$$

Les propriétés du matériau étant considérées linéaires, l'état thermique du système résulte de la superposition des composantes du développement précédent. Le champ de température dépend alors de la composition des solutions individuelles, compte tenu de la résolution de l'équation classique de la chaleur (2D) en régime stationnaire. Les techniques de résolution classiques ^[29,30] montrent que la méthode de séparation des variables s'applique à la résolution de l'équation de Laplace, avec pour conditions limites :

$$\left. \begin{aligned}
 \mathcal{L}_1 \theta &= 0 && \text{en } y = 0 \text{ et } 0 \leq x \leq L/2 \\
 \theta = T(x, y) - T_0 & && \\
 \mathcal{L}_2 \frac{\partial \theta}{\partial x} &= 0 && \text{en } x = 0 \quad \forall y \quad 0 \leq y < b \\
 \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \theta}{\partial y^2} &= 0 && \\
 \mathcal{L}_3 \frac{\partial \theta}{\partial x} &= 0 && \text{en } x = \frac{L}{2} \quad \forall y \quad 0 \leq y < b \\
 \mathcal{L}_4 \frac{\partial \theta}{\partial y} &= \frac{\phi_j}{\lambda} \cdot \cos j \cdot \frac{2 \cdot \pi \cdot x}{L} && \text{en } y = b \text{ et } 0 \leq x \leq L/2
 \end{aligned} \right\} \text{Eq. [I.13]}$$

où b désigne l'épaisseur de la paroi, et λ sa conductivité thermique. La solution a pour expression :

$$\theta(x, y) = \frac{\phi_0}{\lambda} \left[\frac{y}{2} + \frac{L}{\pi^2} \sum_{i=0}^{\infty} \frac{(-1)^i}{(2i+1)^2} \cdot \frac{\cos(2i+1) \frac{2 \cdot \pi \cdot x}{L} \cdot \text{sh}(2i+1) \frac{2 \cdot \pi \cdot y}{L}}{\text{ch}(2i+1) 2 \cdot \pi \cdot b / L} \right] \text{Eq. [I.14]}$$

La Figure I.6 illustre un profil type de cette solution.

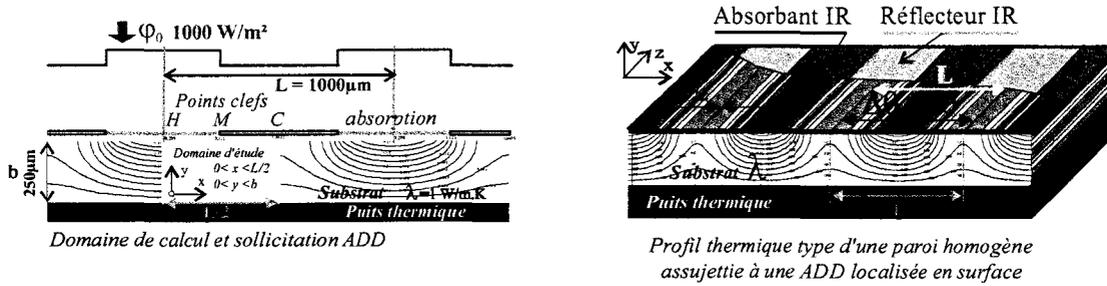


Figure I. 6 : Profil thermique au sein d'une structure A.D.D. sollicitée par un flux ϕ

Considérant une chaîne thermoélectrique idéale de conductivité $\lambda_m = \lambda$ et d'épaisseur négligeable, les températures des trois points clefs situés en surface permettent alors de justifier la terminologie "différentielle", en caractérisant les propriétés du signal utilisable : à la frontière entre zones absorbantes et réfléchissantes (point M), et au centre de ces dernières, respectivement sous les jonctions chaudes (point H) et froides (point C). Soit :

$$\left. \begin{aligned}
 \theta_H = \theta(0, b) &= \frac{\phi_0}{\lambda} \left[\frac{b}{2} + \frac{L}{\pi^2} \sum_{i=0}^{\infty} \frac{(-1)^i}{(2i+1)^2} \cdot \text{th}(2i+1) \cdot \frac{2 \cdot \pi \cdot b}{L} \right] \text{jonction chaude} \\
 \theta_M = \theta\left(\frac{L}{4}, b\right) &= \frac{\phi_0}{2} \cdot \frac{b}{\lambda} \quad \text{à la frontière des zones} \\
 \theta_C = \theta\left(\frac{L}{2}, b\right) &= \frac{\phi_0}{\lambda} \left[\frac{b}{2} - \frac{L}{\pi^2} \sum_{i=0}^{\infty} \frac{(-1)^i}{(2i+1)^2} \cdot \text{th}(2i+1) \cdot \frac{2 \cdot \pi \cdot b}{L} \right] \text{jonction froide}
 \end{aligned} \right\} \text{Eq. [I.15]}$$

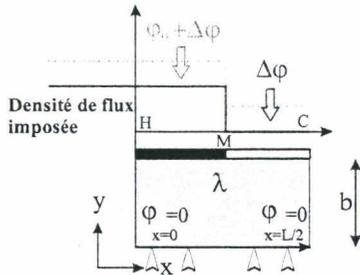
Les températures affectant les jonctions chaudes et froides présentent une symétrie autour de la valeur centrale, cette dernière étant équivalente à la valeur qui résulterait d'une absorption homogène de la moitié de la densité de flux incident. La température centrale

décrit un comportement de mode commun, et l'écart thermique exploitable $[\Delta\theta = \theta_H - \theta_C]$ est régi par un mode différentiel rejectant toute perturbation affectant d'égale façon les conditions limites en surface, ainsi que les fluctuations de faible amplitude de la température de référence T_0 .

En résumé, la différence de température $\Delta\theta$, entre deux thermojonctions d'une association thermoélectrique de même conductivité que le substrat, infiniment fine, et disposée sur ce dernier, aurait pour valeur :

$$\Delta\theta = \frac{2.\varphi_0.L}{\lambda.\pi^2} \sum_{i=0}^{\infty} \frac{(-1)^i}{(2.i+1)^2} .th(2.i+1) \frac{2.\pi.b}{L} \tag{Eq. [I.16a]}$$

En supposant une interaction conductrice superposée à l'énergie incidente, la densité de flux prise en compte par le collecteur constituerait une composante constante ($\Delta\phi$) additionnée au signal "idéal" de sollicitation. La Figure I.7 schématise ce cas de figure. La modification de densité de flux imposée engendre une composante constante $\delta\theta$ dont l'action se superpose à la solution [I.15] d'origine.



Soit $\delta\theta = \frac{\delta\phi b}{\lambda}$ La relation I.15 devient :

$$\begin{aligned} \theta'(0,b) &:= \theta(0,b) + \delta\theta \\ \theta'(L/4,b) &:= \theta(L/4,b) + \delta\theta \\ \theta'(L/2,b) &:= \theta(L/2,b) + \delta\theta \end{aligned}$$

Figure I. 7: Réjection d'une perturbation de densité de flux d'égale amplitude $\Delta\phi$ sur chaque demi-cellule

La température de l'interface $\theta_M = \theta(L/4, b)$, constitue un "mode commun" du champ de température superficiel. En effet ;

$$\forall \Delta\phi : \theta_M = \frac{1}{2} [\theta(0, b) + \theta(L/2, b)]$$

La différence de température $\Delta\theta$ [Eq.16a] reste invariante et constitue un "mode différentiel" justifiant la terminologie du "principe d'absorption différentielle distribuée".

$$\Delta\theta = \frac{1}{2} [\theta(0, b) - \theta(L/2, b)]$$

La propriété précédente démontre l'immunité de la configuration par rapport à toute composante conductive de la chaleur.

Le comportement d'une telle configuration vis à vis d'une condition de Fourier de troisième espèce peut être étudié séparément. En effet, la symétrie reste conservée lorsque l'on adjoint une condition limite supplémentaire représentative de l'action du coefficient d'échange (h) observé en surface [7p129]. L'écart thermique entre jonctions chaudes et froides s'exprime alors :

$$\Delta\theta = \frac{2 \cdot \varphi_0 \cdot L}{\lambda \cdot \pi^2} \sum_{i=0}^{\infty} \frac{(-1)^i}{(2i+1)^2} \cdot \frac{th(2i+1) \cdot 2\pi \cdot b / L}{1 + \frac{h \cdot L}{\lambda} \cdot \frac{th(2i+1) \cdot 2\pi \cdot b / L}{(2i+1) \cdot 2\pi}} \quad \text{Eq. [I.16b]}$$

Le caractère différentiel de ce résultat est marqué par une action du coefficient d'échange d'autant plus réduite que la longueur du motif L est raccourcie. Au sens de la définition [11] il apparaît que :

$$\lim_{L \rightarrow 0} \mathcal{F}_h \rightarrow 0.138 \times \frac{L}{\lambda} \quad (\text{K} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{W}^{-1}) \quad \text{Eq. [I.17]}$$

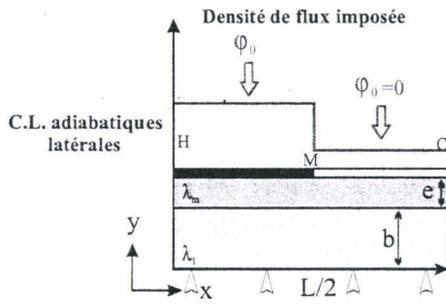
C.II A.D.D. sur un substrat recouvert par une chaîne thermoélectrique

Le comportement d'une structure réelle peut être modélisé en prolongeant l'analyse précédente à la recherche des températures à l'interface entre le substrat et un second milieu le recouvrant, d'épaisseur notée ε , dont la conductivité thermique (λ_m) est représentative de l'action conjuguée des thermoéléments et du milieu alterne (absorbant et réflecteur). L'équation de Laplace indéfinie est alors considérée dans les deux domaines, compte tenu de la continuité du champ de température et de la conservation de la composante transverse du flux thermique. Le problème bidimensionnel se résume par :

Milieu 1: considérations du problème [I.13] avec ses trois conditions limites $\mathcal{CL}_1, \mathcal{CL}_2,$ et \mathcal{CL}_3 .
Milieu 2:

$$\left. \begin{array}{l} \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \theta}{\partial y^2} = 0 \\ b \leq y \leq b + \varepsilon \end{array} \right\} \text{avec: } \begin{array}{l} \mathcal{CL}_2 \text{ et } \mathcal{CL}_3 \text{ inchangées} \\ \mathcal{CL}_{5a} \text{ Continuité du champ de } T; \theta_2(x, b) = \theta_1(x, b) \\ \mathcal{CL}_{5b} \text{ Conservation de l'énergie, } \lambda \cdot \left. \frac{\partial \theta_1}{\partial y} \right]_{y=b} = \lambda_m \cdot \left. \frac{\partial \theta_2}{\partial y} \right]_{y=b} \\ \mathcal{CL}_6 \quad \left. \frac{\partial \theta_2}{\partial y} \right]_{y=b+\varepsilon} = \frac{\varphi_j}{\lambda_m} \cdot \cos j \cdot \frac{2 \cdot \pi \cdot x}{L} \end{array} \quad \text{Eq. [18]}$$

La Figure I.8 illustre les données du problème de la structure dilithique. Les conditions de symétrie rapportées à la périodicité spatiale des longueurs des motifs cellulaires restent inchangées par rapport à l'étude précédente où l'analyse se fait sur une demi-cellule aux extrémités de laquelle des conditions adiabatiques latérales sont imposées pour rendre compte de la récurrence du champ thermique.



Les deux matériaux représentatifs de la structure sont affectés des conductivités thermiques λ_1 et λ_m

Le domaine $0 < y < b$ caractérise le substrat (domaine 1)
Le domaine $b < y < b+e$ caractérise le deuxième domaine

L'équation de Laplace indéfinie est considérée successivement dans chacun des domaines. La **continuité du champ de température** doit être observée sur la frontière de même que la **conservation de la composante transverse du flux thermique**

Figure I.8 : Structure dilithique: figuration des conditions aux limites externes

La résolution complète de l'équation, détaillée en référence [17], conserve le caractère différentiel. A l'interface, en $y = b$, la simplification pour $[\varepsilon \ll b]$ conduit à un écart thermique utilisable entre les centres respectifs de zones réfléchissante et absorbante :

$$\Delta\theta = \frac{2 \cdot \varphi_0 \cdot L}{\lambda \cdot \pi^2} \cdot \sum_{i=0}^{\infty} \frac{(-1)^i}{(2i+1)^2} \cdot \frac{th(2i+1) \cdot 2\pi \cdot \frac{b}{L}}{1 + \kappa \cdot \left(sh(2i+1) \cdot 2\pi \cdot \frac{\varepsilon}{L} \right) \cdot \left(th(2i+1) \cdot 2\pi \cdot \frac{b}{L} \right)} \quad \text{Eq. [I.19]}$$

Cette solution, en $\varepsilon \rightarrow 0$ et $\kappa = \lambda_m / \lambda = 1$, converge vers la représentation idéalisée (équation [I.16a]). On peut alors rendre compte (en régime stationnaire) de manière beaucoup plus concise que par l'analyse numérique, des propriétés et performances auxquelles peuvent prétendre les radiomètres A.D.D. avec en pratique des valeurs de b de l'ordre de 50 à 400 μm et de ε comprises entre 0,5 et 5 μm [14,19].

C.III Optimisation des performances et qualités intrinsèques

C.III.1 Optimisation de la sensibilité

L'optimisation de la sensibilité découle directement de celle du gradient tangentiel utilisable \mathcal{S}_t rapporté à la conduction thermique : compte tenu des relations [I.2] et [I.19] la fonction \mathcal{S}_t s'exprime :

$$\mathcal{S}_t = \frac{2}{\lambda \cdot \pi^2} \cdot \sum_{i=0}^{\infty} \frac{(-1)^i}{(2i+1)^2} \cdot \frac{th(2i+1) \cdot 2\pi \cdot \frac{b}{L}}{1 + \frac{\lambda_m}{\lambda} \cdot \left(sh(2i+1) \cdot 2\pi \cdot \frac{\varepsilon}{L} \right) \cdot \left(th(2i+1) \cdot 2\pi \cdot \frac{b}{L} \right)} \quad \text{Eq. [I.20]}$$

où le comportement thermique des thermoéléments et des matériaux de recouvrement est assimilé à une conductivité thermique équivalente notée λ_m ($\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) avec b et ε désignant les épaisseurs respectives du substrat et du matériau équivalent à la chaîne thermoélectrique disposée en surface.

La relation précédente montre qu'il importe de travailler avec des constituants présentant la plus faible conductivité thermique possible, et que le cas particulier de l'adaptation ($\lambda_m = \lambda$) présente des propriétés singulières permettant en théorie de faire converger vers zéro les longueurs de cellule en gardant une valeur optimale de la fonction.

C.III.2 Limite en sensibilité d'une structure idéale

Les radiomètres A.D.D. présentent actuellement des sensibilités de l'ordre de $5\mu V/(W/m^2)$. Compte tenu de la relation [I.16a], le cas de l'adaptation, réalisé conjointement avec une très faible épaisseur des thermoéléments (ici sans préjuger de la résistance interne ni du compromis épaisseur ε vs. détectivité spécifique) pourrait conduire à des structures idéales dont la sensibilité convergerait vers l'expression :

$$S_{Max} = \mathcal{L}_e \cdot \Delta\alpha_u \cdot \frac{1}{\lambda_s} \cdot \frac{2}{\pi^2} \cdot \sum_{i=0}^{\infty} \frac{(-1)^i}{(2.i+1)^2} \approx \mathcal{L}_e \cdot \Delta\alpha_u \cdot \frac{0,185}{\lambda_s} \tag{Eq. [I.21]}$$

Soit, à titre d'exemple, une piste méandrique de $10\ \mu m$ de largeur répartie sur un substrat de surface $0,25\ cm^2$ ($\mathcal{L}_e = 1,25\ m$) et de conductivité thermique $\lambda = 0,5\ W.m^{-1}.K^{-1}$: considérant un conducteur thermoélectrique tel que $\Delta\alpha_u = 50\ \mu V.K^{-1}$ et $\lambda_m = \lambda$, cette structure thermiquement adaptée présenterait une sensibilité supérieure à $20\ \mu V/(W/m^2)$.

Cette dernière valeur est avantageusement comparable aux réalisations classiques et montre clairement l'intérêt du développement de nouveaux matériaux thermoélectriques caractérisés par de faibles conductivités thermiques [25].

Dans cette perspective (structure idéale), dont les résultats en terme de performances restent proches des objectifs que nous nous sommes fixés, et indépendamment de l'aspect environnemental, la Figure I.9 illustre les valeurs de \mathcal{S}_t à la surface d'un substrat (polymère, $\lambda = 0,185\ W.m^{-1}.K^{-1}$) d'épaisseur $b = 200\ \mu m$, recouvert d'assemblages présentant respectivement trois valeurs de κ , avec $\varepsilon = 1\ \mu m$, d'après la de la relation [I.20]. A l'interface, au contact de la piste thermoélectrique, le cas de l'adaptation (contraste thermique $\kappa = 1$) approche la limite prévue par l'équation [I.21] calculée en surface.

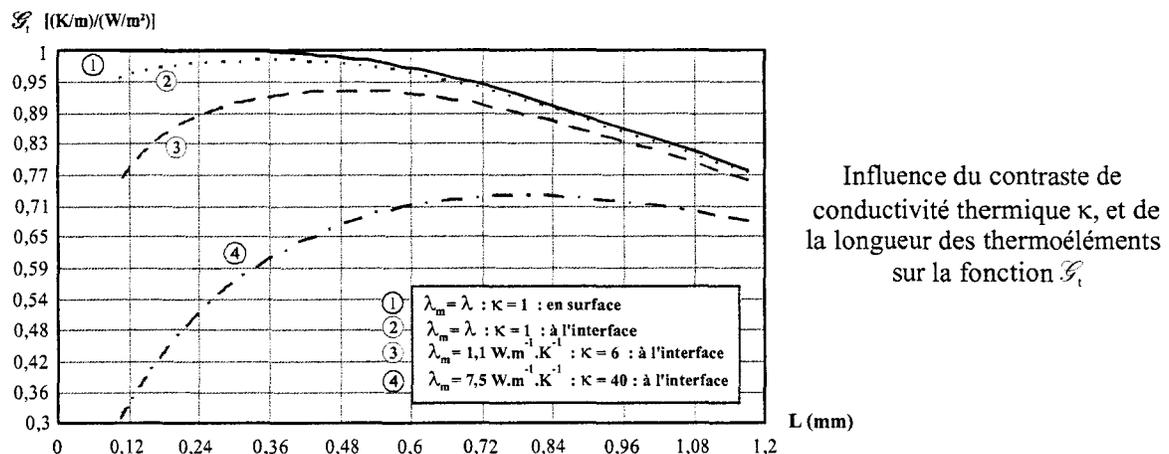


Figure I. 9 : Structures A.D.D. optimales comparées au modèle de comportement idéal

Concernant les prototypes dont le développement nous a été confié, la recherche d'une valeur de sensibilité de l'ordre $20 \mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$ constitue l'aspect essentiel de notre travail auprès de la société Jay Electronique, compte tenu des contingences imposées par les propriétés afférentes aux matériaux et de l'objectif d'une réalisation industrielle à court terme. A cet effet et à la lumière du contexte industriel préexistant issu des applications étudiées au laboratoire, nous avons essayé d'adapter ou de recréer de nouveaux process de microtechnologie développés en salle blanche à l'IEMN, sans avoir à recourir à des matériaux nouveaux (susceptibles de poser des problèmes d'approvisionnement). Avant d'aborder les principes de "design" sous-tendant des réalisations réellement applicables à court terme, il convient de rappeler les éléments conduisant aux applications préalablement étudiées au laboratoire.

D Applications des radiomètres A.D.D.

D'une manière générale les applications envisagées sont illustrées sur la Planche I.1 de manière non exhaustive.

D.I Détection de foyers d'incendie ou de présence

Un détecteur IR couplé à un élément optique permet l'obtention de signaux électriques dont le traitement "intelligent" apporte l'information recherchée au milieu d'un environnement donné, le plus souvent accompagné de perturbations thermiques. Montés aux foyer de réflecteurs paraboliques, les radiomètres A.D.D. ont fait l'objet de divers travaux ^[9,10,Dt5].

Il convient cependant de souligner qu'aucune étude quantitative concluante visant à évaluer les limitations physiques du principe, en terme de NEPD par exemple, n'a été publiée dans ce cadre.

De fait, l'interprétation téléologique ou exégétique des références citées permet de considérer un champ d'investigation quasiment vierge, compte tenu d'un manque certain d'analyse des propriétés optiques des réflecteurs utilisés, et de l'aspect rudimentaire des radiomètres A.D.D. développés dans le cadre de l'art antérieur (de 1992 à 1998).

Au terme de notre étude, malgré les problèmes rencontrés, les microtechnologies nous semblent en mesure de permettre le développement de structures performantes dont le couplage avec des éléments d'optique infrarouge devrait conduire à une analyse fine des signatures thermiques.

Au-delà des difficultés technologiques rencontrées, il importe de mesurer l'impact économique de systèmes de détection à faible coût, permettant de contribuer à la résolution du difficile problème de "*lever de doute entre une présence vivante et un environnement thermiquement bruité*". C'est vers cet objectif que la suite de notre étude pourrait être dirigée, au travers notamment des travaux de M. Boutchich sur les structures polysilicium à très forte sensibilité ^[13].

D.II Mesure de températures sans contact

La mesure des températures sans contact constitue l'une des principales applications dédiées des radiomètres A.D.D. Les études et réalisations actuelles visent à la détermination des limites de tels systèmes et de l'intérêt de leur introduction sur le marché compte tenu du contexte économique.

En raison de leur dynamique, les radiomètres A.D.D. permettent la mesure et le contrôle de processus industriels, notamment dans le domaine des hautes températures, conjointement à l'application des méthodes thermofluxométriques développées au laboratoire. Plus particulièrement, le paramètre sensibilité est significatif de la résolution de mesure d'un appareil de mesure de température sans contact. Une étude exhaustive du problème est donnée en référence ^[20].

D.II.1 Radiomètres appliqués à la mesure d'un déséquilibre thermique

Considérant le cas particulier d'un détecteur thermique (au revêtement parfaitement absorbant sur l'ensemble du spectre) et dont la surface de mesure est en influence totale avec une cible à température T_{cible} , la densité de flux échangée s'exprime par la relation :

$$\varphi = \sigma \cdot \varepsilon \cdot (T_{cible}^4 - T_{capteur}^4) \quad \text{Eq. [I.22]}$$

Il n'y a ni linéarité ni bi-univocité entre une valeur donnée du flux échangé et la différence de température entre cible et capteur. En supposant fixée la température du détecteur proche de la température ambiante,

$$\left[\frac{d\varphi}{dT_{cible}} \right]_{T_{capteur}} = 4 \cdot \sigma \cdot \varepsilon \cdot T_{cible}^3 \# 5,73 \text{ W/m}^2\text{K à } T_{capteur} = 20^\circ\text{C}$$

Compte tenu de la sensibilité S , et en notant $V_{capteur}$ la tension mesurée en sortie,

$$\frac{\partial V_{capteur}}{\partial T_{cible}} = \frac{\partial V_{capteur}}{\partial \varphi} \cdot \frac{\partial \varphi}{\partial T_{cible}} \# S \cdot 5,73 \text{ V/K}$$

$$\text{ou encore : } dV_{capteur} \# 5,73 \cdot S \cdot dT \quad \text{Eq. [I.23]}$$

Soit en pratique, une variation élémentaire de $5 \mu\text{Volts}$ pour un degré d'écart entre l'environnement et un capteur présentant une sensibilité réduite à $1 \mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$. Cette valeur est dans l'ordre de grandeur des réalisations de L. Camberlein ^[12] propres à la première génération de microcapteurs montés sur substrat de verre.

Nos travaux doivent conduire, après transposition sur substrat de polyimide Kapton et constitution d'une chaîne thermoélectrique plus performante, à une décade supplémentaire en performance, soit à une résolution de l'ordre de $50 \mu\text{V}$ par degré. Cette évaluation ne prend pas en compte les développements nouveaux ^[13,44,45] concernant les structures basées sur polysilicium.

D.II.1.1 Considérations pratiques propres au conditionneur

Le problème pratique consiste à évaluer la résolution en tension (respectivement vis-à-vis du mesurande) du conditionneur de signal, compte tenu de la structure et de la longueur des liaisons, de la résistance interne du détecteur, et du module amplificateur (protégé du CEM)^[Dt20].

Un autre paramètre, altérant les performances des radiomètres à forte résistance interne, est induit par la présence de liaisons blindées de longueur significative, compte tenu de la constante de temps parasite liée au produit [$R_{\text{interne_capteur}} \cdot C_{\text{parasite}}$]

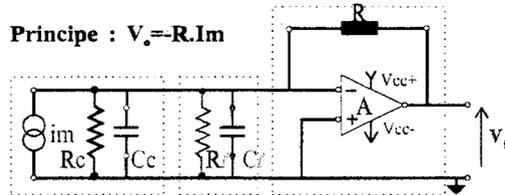
Une évaluation raisonnable de la limitation globale du système (en conditions in-situ) par l'estimation précédente d'une résolution de $5 \mu\text{V}_{\text{RMS}}$, conduirait alors à une résolution en température de l'ordre de 0,1 °C. Cette valeur peut et doit faire l'objet d'une amélioration notable postérieure au développement de nouvelles structures de radiomètres au sens des critères développés au paragraphe suivant (D.II.1.2).

Pour des capteurs présentant une résistance interne de faible valeur $R < 80 \text{ k}\Omega$, le conditionneur admet une conception simple, basée sur des amplificateurs à faible tension de décalage d'offset (par exemple TCL 2654 de Texas Instrument, avec $V_{\text{IOF}} = 0,5 \mu\text{V}$) où l'impédance d'entrée est maximisée pour ne pas altérer le niveau de signal. L'étude exhaustive de F. Polet^[20] met l'accent sur les problèmes de bruit afférent à ces configurations, et souligne les difficultés rencontrées lorsque $R > 50 \text{ k}\Omega$.

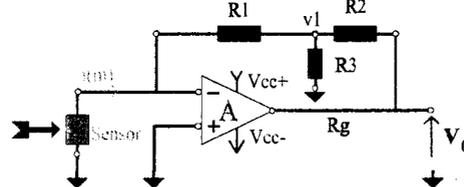
Nous avons été amenés à envisager le traitement du cas des moyennes et fortes impédances de capteurs, et à expérimenter des conformations simples de montages convertisseurs courant-tension, en collaboration avec le LAUM de l'Université du Maine^[Dt21].

La Figure I.10 représente le principe de base de ce type de montage, où le capteur est considéré en source de courant^[Dt20]; l'entrée du module présente en théorie une impédance nulle, et permet de s'affranchir de la capacité et de la résistance de ligne d'amenée du signal ; de plus, l'impédance interne du capteur ne dégrade pas la constante de temps de l'ensemble. Avec un amplificateur à faible courant de polarisation et présentant un faible décalage d'offset, nous avons recherché un élément de réponse aux problèmes posés par le développement de nouvelles structures^[Dt20], notamment des polysilicium développés à l'IEMN, et, dans l'avenir, des polymères électroactifs. Cependant, cette approche n'offre pas pour l'instant d'avantages sensibles par rapport aux montages développés antérieurement au laboratoire^[20,21], en raison des très faibles courants mis en oeuvre.

Convertisseur Courant_Tension



Montage standard



$$V_o = - i(m) \cdot \left[R1 \cdot \left[1 + \frac{R2}{R3} \right] + R2 \right]$$

Inconvénients: Offset sur la tension de sortie, Bruit
 \Rightarrow Condition : $I_{bias} \ll I(m)$

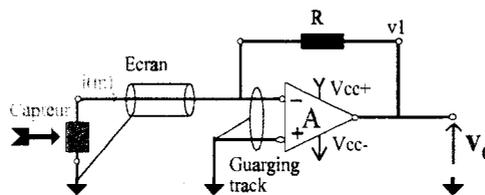


Figure I.10: Principes à la base des convertisseurs courant-tension

D.II.1.2 Considérations pratiques propre au capteur : notion de NETD

Les considérations classiques ^[2] ramènent la valeur minimale de la mesure à celle du bruit de Johnson dont l'expression [I.5] à température ambiante $T = 20 \text{ }^\circ\text{C}$ s'écrit :

$$U_N \approx 12,7 \cdot 10^{-11} \cdot R^{1/2} \quad (V_{RMS}) \quad \text{Eq. [I.24]}$$

Il est d'usage courant dans la littérature, de qualifier une thermopile comportant N éléments de pouvoir thermoélectrique $\Delta\alpha$, par la plus petite différence de température mesurable (NETD) rapportée au niveau de bruit avec l'expression :

$$NETD = U_N / (N \cdot \Delta\alpha) \quad (K)$$

Cette formulation demande à être discutée, et sous-entend deux hypothèses : l'une relative au numérateur, bruit de Johnson, et l'autre au dénominateur représentatif du comportement actif de la thermopile.

- En premier lieu, $[\Delta f = 1 \text{ Hz}]$; une bande de fréquence unité limite la cadence de l'échantillonnage d'informations à la seconde ; c'est en pratique très limitatif, mais nous pouvons conserver ce critère arbitraire, dans un premier temps pour sa simplicité, puis dans un second temps en lui apportant un sens physique expérimental. En effet ,

- En limite basse, approche du régime permanent (qu'un capteur pyroélectrique ne pourrait pas traiter), une observation filtrée sur $[\delta f_b = 0,01\text{Hz}$ soit $\delta\tau = (2\pi\delta f_b)^{-1} \approx 15$ secondes] porterait à diviser d'une décade la tension de bruit de la relation [I.24].

- En limite haute, qualifiant la fréquence maximale du filtrage passe-bas imposée par la constante de temps (τ) du capteur, $\Delta f_h = (2\pi\tau)^{-1}$. Ainsi, par exemple pour une structure affectée de $\tau = 15$ ms, $\Delta f_h \approx 10\text{Hz}$: la tension de bruit serait alors augmentée d'un facteur trois.

Ces considérations sous-tendent une notion de bruit sur une gamme exploitable pour la mesure, rapporté à une évaluation RMS ; encore faut-il qu'en pratique la valeur RMS d'un soit représentative des inconvénients engendrés sur un mesurage donné.

Pour répondre à cette question, on peut souligner que le critère d'équivalence au bruit de Johnson exprimé en valeur RMS avantage notablement les chiffres présentés en termes de performances. En pratique, il convient de rappeler que "l'homme du métier" en matière d'électronique préfère caractériser les sources de bruit en valeurs crête à crête (V_{Npp})^[147] avec, pour le critère "Texas Instrument", un niveau de bruit V_{Npp} défini par 6,6 fois la valeur RMS ; les valeurs extrêmes observables ne dépassent alors pas ce seuil dans 99,7% des échantillons mesurables. Tout se passe comme si l'on devait considérer l'évaluation RMS pour une bande de fréquence $\Delta f = (6,6)^2 = 44$ Hz

De fait, une vision réaliste des critères de résolution d'un radiomètre thermique, et même de tout autre capteur "self-generating", devrait prendre en compte ces dernières considérations afin de les coupler à celles rapportées à la qualification de l'électronique du conditionneur^[47]. Une telle approche permettrait la qualification globale d'un système destiné à la mesure de température sans contact^[28]. Définir la tension de bruit RMS à $[\Delta f = 1$ Hz] constitue une sorte de compromis entre les observations rapportées au régime lent et au régime de coupure où la fréquence maximale est celle induite par la bande passante du capteur.

• La second hypothèse de définition du NETD est rédhitoire. En effet, elle suppose l'existence d'une condition de température imposée aux jonctions (bornes thermiques) de la thermopile (condition de première espèce ou de Dirichlet^[51,52]) ; cela ne correspond en aucun cas à une situation physiquement réaliste et nous ne pouvons retenir cette considération.

En vue de l'application radiométrique visée, nous préférons recourir au concept de sollicitation par condition thermique de troisième espèce (condition mixte de Fourier^[51,53]), compte tenu de la relation [I.23] déterminant la variation élémentaire de température de cible visée par la thermopile, rapportée à celle de sa fém.

Cette approche réaliste, introduite en 1999 par F. Polet^[20], est aussi discutée par M. Boutchich^[13] à propos des structures polysilicium, et procure un critère pertinent et fiable en matière de comparaison des diverses structures réalisables, pour une résistance interne "R" et une sensibilité "S" donnée. La valeur minimale de température de résolution, notée NETD, (*Noise Equivalent Temperature Difference*) s'exprime alors :

$$NETD = \frac{U_N}{5,73.S} \approx 2,25 \cdot 10^{-11} \cdot \frac{\sqrt{R}}{S} \quad (\text{K ou } ^\circ\text{C}) \quad \text{Eq. [I.25]}$$

Ainsi, à titre d'exemple, un détecteur A.D.D. présentant une sensibilité de $10 \mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$ et une résistance interne de $40 \text{ k}\Omega$ est affecté d'un NETD # 0,45 mK. Cette valeur est comparable à l'évaluation propre aux produits **Perkin Elmer (anciennement Heimann)**, [par ex. EG&G TPS 424 ^[D141]], dont les paramètres mesurés au laboratoire conduisent à $R \# 45 \text{ k}\Omega$, $S \# 5 \mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$ soit ; NETD # 0,92 mK.

E Méthodologie pour une conception raisonnée de prototypes industrialisables

La détection et le traitement du signal destiné à l'observation du vivant, nécessitent une augmentation notable des valeurs de sensibilité des radiomètres réalisés antérieurement à 1998, dont les performances restaient limitées en deçà de $2 \mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$ ^[31]. La recherche d'une valeur de l'ordre $20 \mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$, pour une surface active de 25 mm^2 a constitué l'aspect essentiel de notre travail, compte tenu des contingences imposées par les propriétés afférentes aux matériaux et de l'objectif d'une réalisation industrielle à moyen terme.

De fait, il importe que les solutions développées permettent à la société Jay électronique de mettre en oeuvre ces capteurs au sein de ses dispositifs destinés à la protection des sites industriels, avec un minimum d'électronique de conditionnement. A cet effet, les réalisations pratiques industrialisables résultent d'un compromis entre le design théorique exposé au paragraphe C et les contingences imposées par les process de microtechnologie ^[47,48].

E.I Contingences liées aux matériaux

Les trois parties constitutives d'un radiomètre A.D.D., substrat, chaîne thermoélectrique et collecteur, mettent en oeuvre diverses familles de matériaux. Il convient de détailler les conséquences, souvent imbriquées en termes de contraintes, résultant du choix des matériaux.

E.1.1 Exigences quant aux matériaux pour le substrat

Le substrat maintient mécaniquement les conducteurs thermoélectriques et fait l'objet d'un champ thermique interne spatialement périodique dont on recherche des valeurs extrêmes sous les jonctions de la chaîne de conducteurs. Il doit posséder les propriétés suivantes :

- Conductivité thermique faible ($\Delta \lambda < 0.3 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$),
- Conductivité électrique nulle,
- Insensibilité à la vapeur d'eau, et porosité minimale,
- Etat de surface parfaitement lisse,
- Résistance maximale aux composés chimiques (notamment ceux imposés par les process),
- Stabilité mécanique et thermique (tenue en température $T > 200 \text{ }^\circ\text{C}$),
- Absence de toxicité,
- Coût minimal,
- Approvisionnement non limité par un seul fournisseur.

Les matières polycarbonates ^[D112] ($\lambda < 0,22 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$), par exemple, sont de grand intérêt sur les plans mécanique et économique ; cependant ils se révèlent inutilisables en raison de leur sensibilité aux composés chimiques (sensibilité aux alcalis et cétones), et surtout de leur trop faible température maximale d'exploitation ($T_{\text{max}} < 130 \text{ °C}$) incompatible avec les opérations de recuit des conducteurs de la chaîne thermoélectrique. De la même manière, l'ABS (Poly-acrylo-nitrile-butadiène-styrène) offre un avantage en matière de conductivité thermique ($\lambda=0,17 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) mais ne peut pas être exploité en continu au-delà de 90 °C .

Un autre exemple de matériau que nous avons investigué est le PEEK (Poly-ether-ether-cétone, $\lambda=0,25 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) ($T_{\text{max}}=250\text{°C}$), dont les caractéristiques reportées par la littérature ne se sont pas révélées fiables ; en effet, l'état de surface du matériau est fortement altéré au contact d'un milieu acide, propriété rédhibitoire pour une gravure efficace du tracé méandrique du premier conducteur thermoélectrique.

Nous développons les diverses opérations technologiques et les résultats quant aux multiples essais ayant conduit à conserver le polyimide Kapton ^[D110] comme matériau substrat au **chapitre 3**.

E.I.2 Exigences quant aux matériaux pour la chaîne thermoélectrique

Ce problème est étudié au laboratoire depuis les années 1980, l'objectif initial étant de réaliser des structures de thermopiles (à électrodes plaquées) à l'aide des techniques classiques propres aux circuits imprimés. La solution adoptée, viable industriellement, a consisté au recours à l'alliage constantan recouvert d'un placage de cuivre. Le substrat et la feuille de constantan laminée sont alors assemblés par collage. De nombreux capteurs thermiques ont pu être constitués sur la base de cette technologie ^[32 à 38].

Les outils de la microtechnologie permettent un degré de liberté supplémentaire, dès lors que les techniques de dépôt et de gravure sont maîtrisées. L'utilisation intensive et régulière des bûts d'évaporation et de pulvérisation cathodique disponibles à l'IEMN nous a permis de sélectionner divers couples de conducteurs, au travers des combinaisons possibles de process quant à la gravure.

En raison de la nécessité de maintenir la continuité électrique de la chaîne thermoélectrique, très rapidement, nous avons jugé préférable d'éliminer les structures à conducteurs juxtaposés, pour ne développer que des thermopiles plaquées, solution élégante et fiable ayant fait ses preuves. Les propriétés suivantes sont à considérer dans le choix du couple thermoélectrique plaqué :

- Conductivités thermiques relativement faibles (si possible, $\lambda_m < 100 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$),
- Conductivité électrique maximale,
- Pouvoir thermoélectrique (α) et facteur de mérite optimaux (cf. les 2 points précédents),
- (α de signes opposés pour les deux conducteurs)
- Adaptation aux composés chimiques des process réalisables,
- Stabilité mécanique et thermique,
- Absence de toxicité,
- Coût minimal,
- Approvisionnement non limité par un seul fournisseur.

Le bismuth par, exemple, est un semi-métal aux caractéristiques thermoélectriques intéressantes, mais les nombreux travaux visant à maîtriser les réalisations en couches minces ont démontré son manque de stabilité mécanique et thermique au cours du temps ^[23,39].

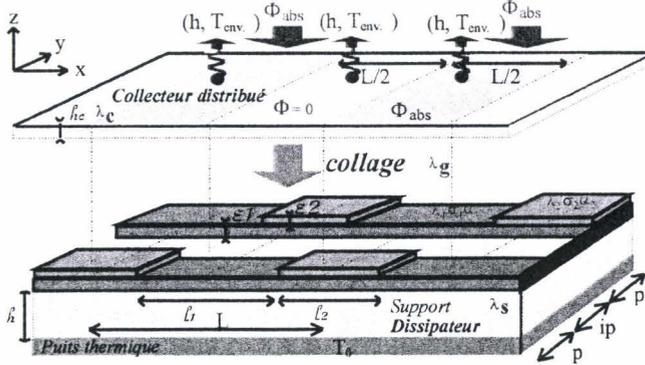
Les propriétés de divers matériaux (alliages, semi-métaux et semi-conducteurs) utilisés couramment sont représentées sur le Tableau I.2 ^[7]. Plusieurs métaux décrits au préalable sont aussi représentés à des fins de comparaison.

Tableau I.2:	λ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	1/ σ ($\mu\Omega$. cm)	α (μ V/K)	T max	Z (K ⁻¹)
Métaux			(ref,Pt, 300K)		
Au	318	2,2	1,94	1000K	5,38.10 ⁻⁷
Cu	400	1,69	1,83	700K	4,95.10 ⁻⁷
Fe	80,4	10,1	15	1000K	2,77.10 ⁻⁵
Ni	90,9	6,9	-19,5	1500K	6,06.10 ⁻⁵
Semi-métaux et alliages					
Bi	7,9	117	-65	200°C	4,57.10 ⁻⁴
Sb	24,4	40,1	36	500°C	1,32.10 ⁻⁴
Constantan (Ni45Cu55)	19,5	52	-38,35	450°C	1,57.10 ⁻⁴
Nickel_80-Chrome_20	13,4	108	27	1200°C	5,03.10 ⁻⁵
Pt_90-Rh_10	38	18,4	+7	1600°C	7.10 ⁻⁶
Co Si	18	140	-75	800K	3.10 ⁻⁴
Mn₄Al₃Si₅	5	800	-80	800K	1,6.10 ⁻⁴
Semi conducteurs					
Si ^[15]	# 140	3,5.10 ³	450	1200K	4.10 ⁻⁵
p_Ge (thin film)	# 65	8,3.10 ⁴	420	1000K	3,3.10 ⁻⁶
n_Ge (thin film)	# 65	6,9.10 ⁵	-548	1000K	6,8.10 ⁻⁷
p_Sb2Te3	# 2,80	500	130		1,2.10 ⁻³
p_(Bi_{1-x}Sb_x)₂Te₃ [⊗]	# 1	3300	180	400K	9,81.10 ⁻⁴
n_(Bi_{1-x}Sb_x)₂Te₃ [⊗]	# 1	2000	-200	400K	2.10 ⁻³
p_Si_{0,8}Ge_{0,2}	4,8	1140	125	1300K	4,37.10 ⁻⁴
n_Si_{0,8}Ge_{0,2}	4,45	850	-108	1300K	5,5.10 ⁻⁴
[⊗] D.T.S. Gmbh, D-06118 Halle; Köthener Str.34					

Tableau I.2: Propriétés thermoélectriques de quelques alliages, semi-métaux et semi-conducteurs

E.I.2.1 Paramètres de modélisation et quantification des performances

La Figure I.11 représente les paramètres principaux à prendre en compte lors de la modélisation des transferts thermiques (ici en régime stationnaire) internes aux radiomètres A.D.D. réalisés à partir de thermopiles plaquées ^[14].



Paramètres :

dimensionnels: $(l_1, l_2), (e_1, e_2), h, h_c$
 avec: $L=l_1+l_2, r_1=l_2/L, r_2=l_2/L$
 p , largeur de la piste
 ip , largeur de l'interpiste

matériels: λ_s , conductivité du substrat
 λ_1 , conductivité du 1^{er} constituant
 λ_2 , conductivité du 2^{ème} constituant
 λ_g , conductivité du liant
 λ_c , conductivité du matériau collecteur
 du rayonnement thermique

thermiques: h , Coefficient d'échange

Figure I. 11: Paramètres descriptifs d'une configuration A.D.D. à thermopile plaquée

Une limitation matérielle de certains paramètres est imposée par la conservation des propriétés thermoélectriques des couches minces ; ainsi, le paragraphe suivant a pour objet de montrer que l'épaisseur minimale du second matériau impose une valeur notablement plus élevée de l'épaisseur minimale du premier constituant la piste continue.

E.I.2.2 Les limites de réalisations propres aux thermoéléments plaqués

La piste conductrice, d'épaisseur notée e_1 , fait l'objet du placage d'épaisseur e_2 , périodiquement réparti sur sa longueur. Vis-à-vis des technologies classiques (conducteurs en feuilles $e_1 \geq 2,5\mu m$ collés sur le support), les pistes plaquées garantissent la continuité électrique et la solidité, même dans le cas de capteurs souples. Cependant il devient presque impossible d'exploiter cette solution pour des pistes (conducteur recevant le placage) de plus faibles épaisseurs. En effet, l'épaisseur optimale e_2 de placage est définie par la relation ^[7] ;

$$\bar{x} = \frac{e_2}{e_1} \approx 1,8 \cdot \sqrt{\frac{\lambda_1 \cdot \rho_2}{\lambda_2 \cdot \rho_1}} \tag{Eq. [I.26]}$$

où $\lambda_{1,2}$ désigne les conductivités thermiques et $\rho_{1,2}$ les résistivités électriques. Quelques valeurs numériques sont illustrées sur le Tableau I.3 où le pourcentage en épaisseur de métal rapporté est calculé pour plusieurs couples habituellement rencontrés dans ce type de technologie.

Couples (2/1) (cf. Fig. I.10)	$m = \lambda_2/\lambda_1$	$s = \rho_1/\rho_2$	\bar{x}_o (Eq I.26)
Cuivre/Constantan	# 17 ± 2	# 30	$\approx 7,5 \%$
Nickel/Ni80Cr20	# $6,3 \pm 0,5$	# 15,7	$\approx 17 \%$
Or/Constantan	# $13,5 \pm 1$	# 23,5	$\approx 9,5 \%$
Argent/Constantan	# $19,5 \pm 2$	# 31	$\approx 6 \%$

Tableau I.3: Epaisseurs de placage optimales pour quelques couples plaqués

Au regard des pourcentages de placage idéaux, un placage trop fin n'est plus compatible avec la conservation des propriétés thermoélectriques ^[23,39,40,43]. En effet, pour les couches minces, ces dernières décroissent notablement en deçà de 300 nanomètres d'épaisseur.

Ainsi, considérant une piste uniforme d'épaisseur e_1 recevant un placage partiel de 300nm au rapport $\bar{x} \in [\bar{x}_0, 2.\bar{x}_0]$, doit posséder une épaisseur minimale fixée par :

$$e_{1 \min} \# 0,300 / \bar{x} \quad (\mu\text{m})$$

Par exemple, une piste de chromel (Ni80Cr20) destinée au placage dans des conditions optimales, ne peut avoir une épaisseur inférieure à :

$$e_{1 \min \text{ Chromel}} \# 1,2 \mu\text{m}$$

Ainsi, en matière de microtechnologie, une épaisseur de piste (conducteur 1) de l'ordre de 500 nm ne peut pas être exploitée de façon optimale, alors que les propriétés thermoélectriques des matériaux restent peu affectées pour cette valeur. En contrepartie, les configurations à conducteurs plaqués restent réellement intéressantes pour les techniques classiques de fabrication de circuits imprimés traitant des couches laminées collées d'épaisseur supérieure au micromètre. Cependant, compte tenu des résolutions de gravure (p et $ip > 30\mu\text{m}$), cette contingence ne permet pas de densifier le nombre de pistes sur une surface imposée. Ainsi les technologies classiques ne sont réellement compétitives que dans le cas des applications non imageantes, avec des surfaces supérieures à 1cm^2 , et pour des substrats de faible coût, type Upilex ®, Verre Epoxy FR4 ^[Dt13, Dt14, Dt15].

Le recours à ces configurations classiques nous est donc impossible, et il nous appartient de développer des process de microtechnologie permettant d'obtenir des épaisseurs relativement élevées ($>1\mu\text{m}$) quant au premier conducteur, l'épaisseur du second étant bornée par la valeur minimale de 300 nm.

Nous développons les diverses opérations technologiques et les essais ayant fait l'objet de notre étude au paragraphe **C.III** du **chapitre 3**.

E.I.3 Exigences quant aux matériaux pour le collecteur

Le collecteur comporte deux parties fonctionnellement symétriques mais matériellement dissymétriques. En effet, si les jonctions chaudes sont au centre des zones absorbantes et les jonctions froides au centre des zones réfléchissantes, l'ensemble de la chaîne thermoélectrique est recouvert par le matériau absorbant ; les motifs réflecteurs sont ensuite déposés localement autour des jonctions froides.

Les propriétés suivantes sont à considérer dans le choix des constituants :

- pour le matériau absorbant :
 - caractère adhésif sur la chaîne thermoélectrique du matériau absorbant,
 - propriété spectrale d'absorption vis-à-vis du rayonnement incident,
 - épaisseur optimale de l'absorbant pour conserver la propriété précédente sans risque d'isolation thermique excessive vis à vis de la chaîne thermoélectrique, ni, à l'inverse, d'effet de pont thermique entre les thermojonctions,

- pour les éléments réflecteurs :
 - propriété spectrale de réflexion vis-à-vis du rayonnement incident,
 - conductivité thermique minimale du réflecteur (Δ souvent négligée par les auteurs),
 - stabilité mécanique,
 - résistance à l'oxydation et aux composés chimiques imposés par l'environnement du radiomètre ; cette propriété doit être considérée in situ, au long terme.

E.I.3 Conséquences résultant du choix des matériaux

En conclusion, il importe de dégager rapidement la nature des paramètres associés aux matériaux (ne serait-ce que par famille ou par caractéristiques générales), afin que les modèles puissent prendre en compte les contraintes intangibles consécutives aux choix effectués. L'exploitation de la relation [I.20] conduit alors à un ordre de grandeur des paramètres dimensionnels, et permet de fixer les paramètres de traçage de masques de photolithographie adaptés aux divers développements de prototypes.

E.II Contingences liées aux masques

Tout développement microtechnologique demande au préalable la réalisation d'une série de masques photolithographiques. Les paramètres dimensionnels sont alors immuables, sauf à recréer une nouvelle série de masques. Le temps nécessaire et les coûts impliqués exigent une méthodologie rigoureuse prenant en compte les nombreux compromis entre la théorie et les contingences technologiques.

Nous avons été amenés à classifier les paramètres dimensionnels de manière cohérente, dans un ordre bien précis, pour laisser un maximum de degrés de liberté aux modes de réalisation des process, compte tenu des nombreux aléas technologiques prévisibles. Le classement proposé résulte d'un compromis dicté par l'ordre d'importance des influences réciproques de chaque paramètre, et par la nécessité d'échapper à un raisonnement récursif inapte à la convergence vers une solution technique optimale.

E.II.1 Largeur de piste et espace interpiste

Les largeurs de piste et d'interpiste sont des paramètres immédiatement imposés par les outils de microtechnologie. La sensibilité étant inversement proportionnelle à leur valeur, il importe, sur un plan théorique, de travailler avec des dimensions minimales pour obtenir une sensibilité maximale : en effet, les relations 2 et 3 entraînent :

$$S = \mathcal{L}_e \cdot \Delta\alpha_u \cdot \left[\frac{1}{\varphi} \cdot \frac{\Delta\theta}{L} \right] = \mathcal{L}_e \cdot \Delta\alpha_u \cdot \mathcal{G}_t = [\mathcal{A} / (p+ip)] \cdot \Delta\alpha_u \cdot \mathcal{G}_t \quad (\mu V / (W \cdot m^{-2}))$$

avec \mathcal{A} la surface active du plan de mesure ($\mathcal{A} = side^2$)

Cependant, il faut considérer les critères sous-tendant la valeur des bornes minimale ;

- *Critère de résistance interne :*

Pour "**p et ip**" : il est nécessaire de maintenir une résistance électrique du radiomètre inférieure à $100\text{k}\Omega$ (§**B.II.3**). Connaissant les conductivités électriques des conducteurs mis en oeuvre, p et ip entraînent une longueur effective \mathcal{L}_e telle que le choix des épaisseurs des conducteurs entraîne la valeur de R (modèles formalisés avec le logiciel MathCad ^[D17]). Cependant, compte tenu de la conductivité relativement élevée des matériaux utilisés ce critère ramènerait les valeurs de p et ip proches de $5\mu\text{m}$ ($\mathcal{A}=5\times 5\text{mm}$)

- *Critère de réalisation technologique :*

Pour "**p et ip**" : une résolution trop fine conduirait à des risques de rupture ou de court-circuit ; avec une valeur de l'ordre de $10\mu\text{m}$, la longueur effective développée au sens de la Figure I.5 est de l'ordre de un mètre. On constate expérimentalement, pour des opérations effectuées en "classe 100" (**Chapitre 2, §B**), que la probabilité d'occurrence d'une rupture augmente notablement quand " p " et " ip " diminuent (la longueur effective \mathcal{L}_e est de l'ordre de un mètre). Le risque de court-circuit entre deux branches adjacentes est moins grave mais altère le critère de reproductibilité.

Ces considérations, jointes aux résultats obtenus par la modélisation, nous ont conduit à réaliser en tout trois séries de masques présentant respectivement les valeurs :

Série I : Masques standard : $\mathcal{A} = 5\times 5\text{ mm}$:	p = 12μm	ip = 10μm
Série II : Masques standard : $\mathcal{A} = 5\times 5\text{ mm}$:	p = 10μm	ip = 10μm
Série III : Matrice "2x2" : $\mathcal{A} = 2,495\times 2,495\text{ mm}$:	p = 5μm	ip = 4μm

E.II.2 Rapport cyclique de structure

L'exploitation de la relation [I.20] relative au calcul du gradient tangentiel utilisable \mathcal{G}_t demande la prise en compte d'une conductivité thermique équivalente λ_m , représentative de l'association du conducteur "1" de conductivité λ_1 et de la superposition [conducteur "2" sur conducteur "1"] de conductivité λ_2 . Il est facile de vérifier que si l_2 représente la longueur de section plaquée, alors le rapport cyclique de structure optimal pour une tension Seebeck maximale devient, pour une longueur de cellule notée L ^[14] :

$$r_c = \frac{l_2}{L} = \frac{1}{1 + \sqrt{1 + e_2 \cdot \lambda_2 / e_1 \cdot \lambda_1}} \quad \text{Eq. [I.27]}$$

En pratique cette valeur, toujours strictement supérieure à 0,5, est exprimée en pourcentage et varie entre 55% et 75% selon les assemblages réellement envisageables. En l'état de notre raisonnement, bien que les épaisseurs e_1 et e_2 soient laissées indéfinies (comme dernier degré de liberté à la conception, en respectant la condition imposée par la relation [I.26]), le rapport $[\lambda_2 e_2 / \lambda_1 e_1]$ peut rester suffisamment modelable pour imposer aux trois séries de masques un rapport cyclique de 65%.

Si "e" désigne l'épaisseur commune aux deux matériaux et $r_c = l_2/L$, le rapport d'association, la conductance thermique ($W.K^{-1}$) entre la cale et le puits est définie par:

$$G_{th} = \frac{p.e}{L} \left(\frac{\lambda_1}{1-r_c} + \frac{\lambda_2}{r_c} \right) \quad \text{pour la première conformation (fig.a) soit}$$

$$G_{th} = 4 \cdot \frac{p.e}{L} \cdot \lambda_m \quad \text{pour la seconde (fig.b).}$$

L'identité des deux structures conduit à définir la conductivité thermique équivalente avec;

$$\lambda_m = \frac{1}{4} \left(\frac{\lambda_1}{1-r_c} + \frac{\lambda_2}{r_c} \right) \quad (W.m^{-1}.K^{-1})$$

Le cas des thermopiles plaquées est facilement traité, en considérant la section "2" de la Figure I.12a composée des deux conducteurs "1" et "2" superposés, et dont la mise en parallèle conduit à la conductance équivalente globale suivante ^[14];

$$\lambda_m = \frac{1}{4.r_c} \left(\frac{\lambda_1}{1-r_c} + x.\lambda_2 \right) \quad (W.m^{-1}.K^{-1}) \quad \text{Eq. [I.28]}$$

où x désigne le rapport des épaisseurs de placage $x = e_2/e_1$. A priori, ce raisonnement est basé sur une sollicitation thermique localisée, alors qu'en réalité l'absorption est répartie de manière centrée autour de la jonction chaude. Indépendamment de la sollicitation distribuée, le comportement de la thermopile répond aux considérations précédentes ^[7].

E.II.2.2 Influence du revêtement collecteur

En toute rigueur, il importe de prendre en compte, dans la même ligne de raisonnement, l'action du collecteur disposé au-dessus de la chaîne thermoélectrique. Si h_c désigne l'épaisseur d'un matériau collecteur considéré homogène et de conductivité thermique λ_c , en posant le paramètre adimensionnel $z = h_c/e$, la relation [I.28] devient alors :

$$\lambda_m = \frac{1}{4.r_c} \left(\frac{\lambda_1 + z.\lambda_c}{1-r_c} + x.\lambda_2 \right) \quad \text{Eq. [I.29]}$$

Enfin, le collecteur étant de structure hétérogène, la présence des éléments réflecteurs, d'épaisseur notée ε et de conductivité thermique λ_r peut (et doit) être prise en compte en corrigeant la valeur de λ_c dans la relation précédente. En ce cas, en reprenant les considérations propres à l'analyse de la Figure I.13 où un conducteur de longueur $L/2$ serait centré autour de la jonction, il est facile de calculer la conductivité thermique corrigée :

$$\lambda'_c = 2.\lambda_c \left(\frac{\lambda_r.\varepsilon + \lambda_c.h_c}{\lambda_r.\varepsilon + 2.\lambda_c.h_c} \right) \quad \text{Eq. [I.30]}$$

Cette correction conduit à une valeur bornée par $[\lambda_c < \lambda'_c < 2.\lambda_c]$. A titre d'exemple, le Tableau I.4 illustre autour de deux matériaux réflecteurs thermiquement très différents, les valeurs corrigées pour quelques situations réalistes, si l'on considère un revêtement absorbant d'épaisseur $h_c = 15 \mu m$ et de conductivité $\lambda_c = 0,25 W.m^{-1}.K^{-1}$. Les propriétés spectrales,

discutées au **chapitre 3** ne sont pas prises en compte dans cette évaluation basée sur une situation idéale.

Nous mentionnons à titre indicatif, l'altération de la sensibilité d'un radiomètre A.D.D. élaboré sur un substrat de $127\mu\text{m}$ de Kapton ($\lambda=0,17\text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) ; ces valeurs sont relativement invariantes vis à vis des chaînes thermoélectriques réalisables en pratique.

Matériau réflecteur	λ_r	ε (μm)	λ'_c	Altération de S
<i>Idéal</i>	0	0	0,25	0 %
Au	317	0,3	0,481	-37,5 %
		0,5	0,490	-50,0 %
Constantan	25	0,3	0,375	-4,55 %
		0,5	0,405	-7,76 %

Tableau I. 4: Influence de la nature et de l'épaisseur du matériau réflecteur

Ces résultats sont indicatifs de l'importance du choix du matériau réflecteur à déposer et du contrôle de son épaisseur qui doit être minimale dès lors que les propriétés spectrales restent proches de celles du matériau "en masse". On évitera, tout en recherchant un revêtement inoxydable, l'emploi de métaux trop conducteurs, au profit d'alliages (Ni_xCr_y , Ni_xCu_y) ou de métaux adaptés aux dépôts par évaporation ou par pulvérisation cathodique (Cd, Cr, Pt, Ti) : un tableau comparatif exhaustif rapportant les propriétés thermiques, électriques et thermoélectriques est donné en référence ^[49].

E.II.3 Choix des longueurs des cellules

Le choix des longueur de cellules est a priori le premier paramètre recherché lors de la modélisation purement thermique, et de l'optimisation du gradient tangentiel utilisable. En l'absence de considération de toute autre contrainte, la Figure I.9 donne un exemple de détermination "idéale".

De fait, compte tenu des considérations précédentes, nous avons fixé "p", "ip", et le rapport cyclique de structure ($r_c = 65\%$) pour les différents masques de photolithographie compatibles avec toutes nos réalisations. Par rapport au paramètre "longueur de cellule", il était impossible, pour des raisons de temps imparti et de coût impliqué, de multiplier à outrance les différentes séries de masques ; au terme de nombreuses évaluations par modélisation, nous avons opté pour le développement de deux versions présentant respectivement les valeurs de longueur de cellule, $L = 625\mu\text{m}$ et $L = 500\mu\text{m}$. La seconde valeur a été reportée dans le cas particulier des capteurs matricés faisant l'objet du **chapitre 4**.

Ces choix tiennent en compte "pratique" de l'influence de la nature et de l'épaisseur du matériau substrat, possédant une conductivité thermique $\lambda < 0,2\text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et une épaisseur supérieure à $125\mu\text{m}$ (standard industriel 5 "mil"), et impliquent donc une valeur optimale de : $\{650\mu\text{m} < L < 1000\mu\text{m}\}$. Cependant, la nécessité d'une densité élevée, pour maintenir l'immunité à la convection, conduit naturellement à raccourcir les longueurs de cellule ^[7,14,19]. De plus, la taille du radiomètre ($5 \times 5\text{mm}$ de surface active) impose un nombre entier de cellules respectivement égal à huit et dix pour les deux séries de masques (cinq pour un élément du capteur matricé).

Ces considérations, adjointes à la variation relativement faible en sensibilité rapportée à l'évolution de L , conduisent à diminuer en pratique l'influence de ce paramètre, et justifient le choix de deux valeurs seulement pour traiter l'ensemble des prototypes investigués au cours de notre étude.

E.II.4 L'épaisseur des matériaux

Après réalisation des jeux de masques, dont les paramètres résultent des compromis {modélisation/contraintes technologiques} précédemment exposés, les performances des prototypes réalisables reposent sur les degrés de liberté laissés par la nature et l'épaisseur des matériaux compatibles avec les outils de microtechnologie.

Dans cette optique, nous avons travaillé à la maîtrise des dépôts conducteurs sur des substrats polymères d'épaisseur supérieure à 100 μm , le polyimide Kapton présenté en film de 127 μm ayant été retenu après de nombreux essais (**Chapitre 3 §C.II**).

Nous avons gardé l'alliage constantan associé à l'or dans un premier temps, afin de transposer les process de l'art antérieur sur le Kapton. Les essais, dont les paramètres de réalisation sont détaillés au **chapitre 3**, ont alors été étendus aux couples constantan_fer, Constantan_chrome, puis chromel_Constantan, avec dans ce dernier cas une épaisseur de constantan à déposer au-dessus du chromel supérieure à celle de la piste méandrique de chromel.

Les modélisations, basées sur les principes du paragraphe C, et conformées aux présentes considérations, conduisent aux prévisions résumées dans le Tableau I.5. Les structures, hormis la première, sur 400 μm de verre, sont disposées sur 127 μm de Kapton, et les thermopiles sont recouvertes d'un revêtement absorbant de 15 μm de polyimide (PI 2732, $\lambda=0,2 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$), avec un réflecteur de constantan d'épaisseur 300 nm.

Le cas spécifique de l'association chrome sur constantan (données très disparates dans la littérature ^[23,28]) suppose un pouvoir thermoélectrique du chrome égal à $|\alpha| = 20 \mu\text{V/K}$.

Structure	Masque de type I L= 625 μm p= 12 μm ip= 12 μm				Masque de type II L= 500 μm p= 12 μm ip= 12 μm			
	S ($\mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$)	R ($\text{k}\Omega$)	NEPD ($\text{mW}\cdot\text{m}^{-2}$). Hz ^{-1/2}	NETD (mK)	S ($\mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$)	R ($\text{k}\Omega$)	NEPD ($\text{mW}\cdot\text{m}^{-2}$). Hz ^{-1/2}	NETD (mK)
Or 245 nm/ Cn 700 nm sur verre	3,73	24,2	5,36	0,94	4,10	27,1	5,17	0,90
Or 315 nm/ Cn 900 nm	6,65	21,0	4,73	0,47	7,28	23,0	4,52	0,45
Fe 455 nm/ Cn 650 nm	13,65	30,5	1,65	0,29	13,45	34,4	2,28	0,31
Cr 450 nm/ Cn 700 nm	10,8	30,6	2,08	0,365	10,45	34,4	2,28	0,40
Cn 1400 nm/ Chromel 700 nm	17,3	61,8	1,85	0,323	19,06	64,0	1,80	0,316

Tableau I. 5: prévisions de performances par modélisation analytique

Les valeurs de sensibilité calculées supposent cependant une parfaite conversion du rayonnement thermique en chaleur au niveau du revêtement absorbant. La pratique montrera, pour toutes nos réalisations, que cette absorption idéale n'est pas réalisée, même avec une épaisseur de polyimide PI-2732 de 15 μm .

Les deux types de masques présentent :

- de manière non systématique, un avantage en sensibilité pour le type I ($L=625\ \mu\text{m}$),
- de manière systématique, une meilleure immunité à la convection pour le type II, où les structures sont plus proches du concept A.D.D. idéal compte tenu des plus courtes longueurs de cellules $L=500\ \mu\text{m}$.

Les résultats du Tableau I.5 montrent l'interaction entre sensibilité et résistance interne, et surtout, relativisent l'importance du critère de sensibilité considéré en tant que tel. En effet, considérant par exemple les structures constantan_chromel ($R=61,8\ \text{k}\Omega$ et $S=17,3\ (\mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2}))$) et fer_constantan ($R=30,5\ \text{k}\Omega$ et $S=13,5\ (\mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2}))$) définies par les masques de type I, la structure Fer/Constantan présente un meilleur NETD, et sa faible résistance interne est appropriée à un conditionnement amplificateur de réalisation techniquement simple.

L'ordre de grandeur est comparable aux performances du démonstrateur polysilicium de l'IEMN rapportées par M. Boutchich ^[13] avec ($\text{NETD}=0,32\ \text{mK}$, $R=500\ \text{k}\Omega$ et $S=47\ \mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$).

La seule considération d'optimisation en terme de sensibilité, au sens du paragraphe **B.II**, conduirait à considérer comme optimale, la structure constantan_chromel ($R=64\ \text{k}\Omega$ et $S=19,0\ (\mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2}))$) à réaliser avec les masques de type II. En effet, la Figure I.14 représente l'évolution de la sensibilité tracée en fonction de la longueur de cellule pour les paramètres de cette configuration.

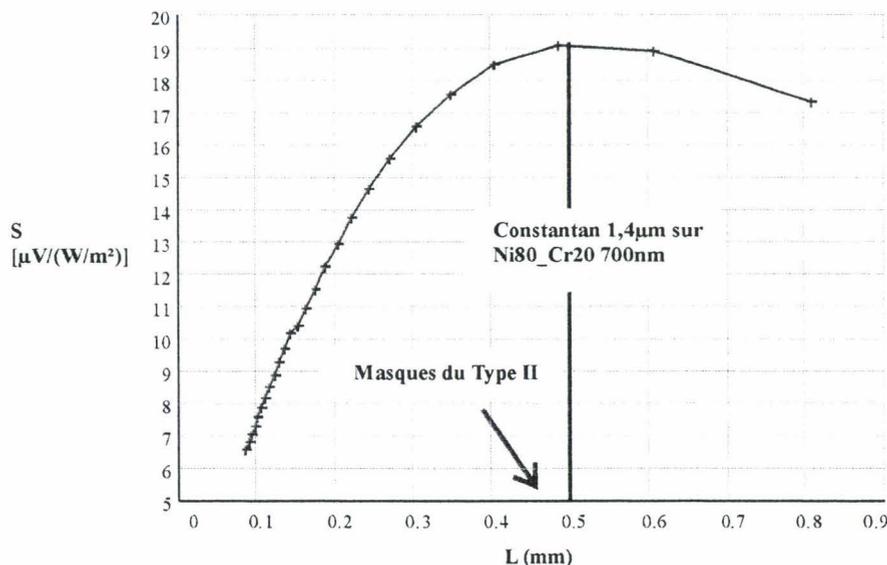


Figure I. 14: Cas particulier d'un optimum en sensibilité pour $L=500\ \mu\text{m}$

Les mêmes considérations de modélisation sont applicables aux réalisations matricées 2x2, dans l'hypothèse où l'ensemble des structures envisagées serait réalisable sur le plan technologique. Le Tableau I.6 résume les diverses performances pour l'un des quatre éléments contenus dans la matrice.

Structure 1 élément / 4	Masque pour le matriçage L= 500 µm p= 5 µm ip= 4 µm			
	S (µV/(W.m ⁻²))	R (kΩ)	NEPD (mW.m ⁻²). Hz ^{-1/2}	NETD (mK)
Or 245 nm/ Cn 700 nm <i>sur verre</i>	2,16	34,6	11,06	1,93
Or 315 nm/ Cn 900 nm	3,95	27,6	5,41	0,95
Fe 455 nm/ Cn 650 nm	7,27	44,5	3,73	0,653
Cr 450 nm/ Cn 700 nm	5,67	44,8	4,80	0,84
Cn 1400 nm/ Chromel 700 nm	9,62	81,7	3,82	0,67

Tableau I. 6: Performances modélisées analytiquement pour les structures matricées

Comme précédemment, les réalisations Fe_Constantan et Constantan_Chromel semblent les plus performantes compte tenu du critère de NETD. Les essais technologiques relèvent des considérations cumulées des **chapitres 3 et 4**.

Un couplage série de n éléments (n variant de 1 à 4 sur la matrice) entraîne des performances composites telles que :

$$S' = n.S$$

$$R' = n.R$$

$$NEPD' = NEPD / \sqrt{n} \text{ (compte tenu de la relation [I.7])}$$

$$NETD' = NETD / \sqrt{n} \text{ (compte tenu de la relation [I.25])}$$

Ainsi, la structure constantan_chromel du Tableau I.4 présenterait, dans le cas d'un couplage de ces quatre éléments en série : [S = 38,45 µV/(W.m⁻²), R = 327 kΩ, NETD = 0,335 mK]. De fait, malgré les difficultés de manipulation, les moyens d'intégration disponibles à l'IEMN permettraient de réduire encore les largeurs de piste et d'interpiste. Cependant, les contraintes liées au temps qui nous était imparti pour la mise au point des process ne nous ont pas permis d'approfondir cette ligne d'investigation.

Ces considérations de compromis entre modèles et nécessités technologiques nous ont permis d'éviter la dispersion de nos essais expérimentaux. Ces derniers sont détaillés aux **chapitres 3 et 4**, le second chapitre ayant pour objet la description des outils de microtechnologie mis à notre disposition au sein de l'IEMN.

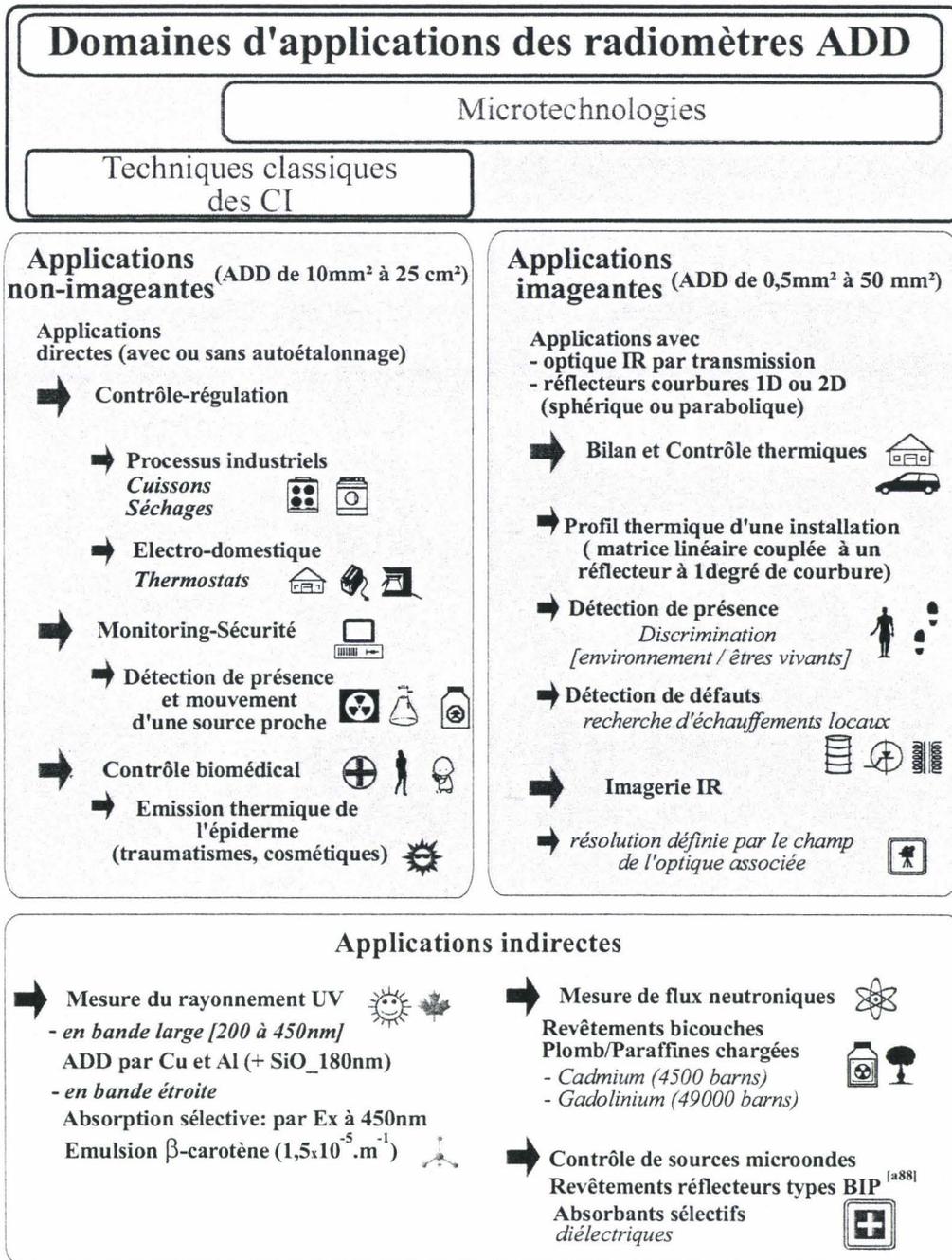


Planche I.1 : Domaines d'applications des radiomètres ADD

Bibliographie du chapitre 1

Bibliographie**Ouvrages généraux, articles et thèses**

- [1] **Ash Georges & al** , "Les capteurs en instrumentation industrielle", Ed. Dunod, Paris, 1983
- [2] **Gaussorgues G.** , "La thermographie infrarouge", Ed. Tech. & Doc, Lavoisier, Paris, 1983
- [3] **Asch Georges & al** , "Aquisitions de données du capteur à l'ordinateur", Ed. Dunod, Paris, 1999
- [4] **Il Hyun Choi, Kensall D Wise**, A silicon-Thermopile-Based Infrared Sensing Array for use in Automated Manufacturing, *IEEE Trans. on Electron. Devices* , Jan. 1986, Vol. ED-33, N°1
- [5] **Völklein F. & Baltes H.**, Optimization tool for the performance parameters of thermoelectric microsensors, *Sensors and Actuators A*, 36, 1993, pp 65-71
- [6] **Völklein F., Wiegand A., Baier V.**, High-sensitivity radiation thermopiles made of Bi-Sb-Te films, *Sensors and Actuators A*, 29, 1991, pp. 87-91
- [7] **Gaviot E.**, "Conception et optimisation des radiomètres thermiques à Absorption Différentielle Distribuée", 1998, monographie Habilitation à Diriger des Recherches, IEMN, Université de Lille I
- [8] **Gaviot E., Godts P., Güths S., Leclercq D.**, "Thin foil planar radiometers: Application for designing contactless ΔT sensors", *Meas. Sci. Technol.* 6, 1996, pp. 440-446
- [9] **Plessier F., Gaviot E.**, "Etude de la faisabilité d'une instrumentation permettant la détection des incendies à l'aide d'associations capteurs fluxométriques réflecteurs", rapport contractuel, *Laboratoire Capteurs et instrumentation* de l'Université de Lille & Dépt Génie thermique de l'Université du Littoral, 1992
- [10] **Guilmain P.**, "Détection de sources infrarouges à longue distance : Conception et réalisation d'un dispositif directionnel destiné à la localisation des incendies de forêt", Mémoire de DEA dirigé par E. Gaviot & D. Leclercq, *Laboratoire Capteurs et instrumentation* de l'Université de Lille, Juillet 1993
- [11] **Danjon A., Coudert A.**, "Lunettes et télescopes", Librairie scientifique et technique A. Blanchard, Paris 1979
- [12] **L.Camberlain** , " Capteurs de température à réseau planaire distribué de thermopiles en couches minces " *Thèse de Doctorat* , Université de Lille, Juin 1997
- [13] **Boutchich M.**, "Etude et optimisation de microradiomètres sur Structures polysilicium", Thèse de l'Université de Lille, novembre 2002.

- [14] **Gaviot E., Polet F., Raucoules F., Brachelet F.**, "Planar Differential Radiometers. A quantitative approach to designing enhanced units", in *Measurement Science and Technology*, I.O.P, Vol. 10, Issue II, pp 84-92 Feb. 1999
- [15] **M. Dodé**, "Le deuxième principe de Thermodynamique", Ed. Sedes, Paris 5ème, 1965
- [16] **Schwartz. M.**, "Energie solaire et optique géométrique", *Bulletin de l'Union des Physiciens* n° 645 pp 1035-1042, 198_
- [17] **M. Condon & Odishaw**, "Handbook of Physics, 2nd edition", - Geometrical optics, M. Herzberger, pp. 6-28 , 6-46 and - Photometry and illumination, E. Steeb, J.R. & W.E. Forsythe pp. 6.52
- [18] **Gaviot. E.**, "Theoretical principles in optics for detecting a heated target ", Overall principles about non imaging radiant flow concentrators and several tips to avoid extraneous noises, Rapport interne et directives pour P.Guilmain (EURATOME LASCO-SAFEGUARD ISPRA), January 1995
- [19] **Gaviot E., Polet F., Raucoules F.**, "Radiométrie par absorption différentielle distribuée (A.D.D.) ", Note bilingue CR Acad Sci. t.327, Série II b, p.613-620, 1999
- [20] **Polet F.** , " Etude théorique et expérimentale de la radiométrie par Absorption Différentielle Distribuée appliquée au contrôle de température sans contact", Thèse de l'Université de Lille, juillet 1999
- [21] **Brachelet F.**, "Conception et réalisation d'une instrumentation appliquée aux mesures de flux thermique en milieu industriel", Thèse de l'université de Lille I, mars 2001
- [22] **H. Baltes, D.Moser and F.Völklein**, "Fundamentals on Thermoelectric microsensors and Microsystems", Tutorial, Zurich, Switzerland, 1994
- [23] **Rowe D.M.**, "CRC Handbook of Thermoelectrics", CRC Press, London, 1995
- [24] **Stordeur M.**, "The thermoelectric figure of merit in the mixed crystal system $p\text{-(Bi}_{1-x}\text{Sb}_x\text{)}_2\text{Te}_3$ », *Phys. stat. sol. (b)* 161, 831, 1990
- [25] **Moliton A., Duroux J.L., Bartier B.**, " Coefficient Seebeck et mécanismes de conduction dans les Polymères PPP Electroactifs dopés par implantation ionique ", *Journal of Polymer Science: PartB: Polym. Physics*, Vol.28, pp 17-33, 1990
- [26] **Gardon R.** , "an instrumentation for the direct measurement of Intense thermal radiation", *Rev. scie. Instrum.*, 24, May 1953
- [27] **Brachelet F., Gaviot E., Polet F., and Raucoules F.**, "Enhanced Differential Distributed Radiometers for measuring high amounts of irradiance ", *Proceedings, 45th ISA symposium*, Albuquerque, NM USA, 4-6 May 1999
- [28] **Magison E.C.** , "Temperature measurement in industry", *Instrument Society of America*, 1999
- [29] **H.S. Carslaw & Jaeger**, "Conduction of heat in solids", 2nd Ed. , Clarendon Press, Oxford, 1995

- [30] **A. J. Chapman**, Rice University, "Heat transfer", 4th Ed., Mac millan Publishing Cie, London
- [31] **Ziouche K.**, "Elaboration de nouveaux procédés de fabrication de microcapteurs de rayonnement. Application à la réalisation de microradiomètres UV et IR". Thèse de l'Université de Lille, octobre 1999
- [32] **Thery P., Franci F.M.**, " Procédé de réalisation d'un fluxmètre thermique et fluxmètre thermique obtenu selon ce procédé ", Brevet FR 93 05505, N° Publ 2 704 979, Date dépôt 06 05 1993
- [33] **Hérin Ph.**, "Conception et caractérisation de capteurs de flux radiatifs et conductifs. Application aux mesures in situ", Thèse de Doctorat, Université de Lille, 1988
- [34] **Gaviot E., Herin Ph., Thery P.**, "New thermopiles for measuring convective and radiative heat fluxes on a bare wall - Application in thermal feed forward control", Communication et publication au Symposium "Measurements in sciences and industries" SHEFFIELD U.K 1987
- [35] **Gaviot E., Duthoit L., Thery P.**, " Convective and radiative flux sensors for designing air quality controllers" Colloque international ENVIRONMENTAL METROLOGY SYMPOSIUM Finnish Society of automatical Control, HELSINKY, FINLAND, Aout 1988
- [36] **Herin Ph., Thery P.**, "Measurement on the thermoelectric properties of thin bimetallic films", Meas. Sci. Technol., 3, pp 495-500, 1992
- [37] **Leclercq D. and Thery P.**, "Utilization of the Peltier effect for accurate measurement of a fluid property, Application for designing new sensors", Meas. Sci. Technol., 4 158-5, 1993
- [38] **Gaviot E., Leclercq D., Raucoules F., Thery P.**, " Design of a new thermoelectric massflow rate sensor", 40th International Instrumentation Symposium, Instrument Society of America, Baltimore, MD, 1994
- [39] **Rowe D.M.** "Miniature Semiconductor Thermoelectric devices", CRC press, London, 1995 (Cf ref^[27])
- [40] **Lenggenhager R., Baltes H., and Elbel T.**, "Thermoelectric infrared sensors in CMOS technology", Sensors and Actuators A, 37-38 pp216-220, 1993
- [41] **Landau L., Lifchitz E.**, "Electrodynamique des milieux continus", Ed.Mir, Moscou, 1969
- [42] **Kreith F.** "The CRC handbook of thermal engineering", CRC Press, Boca Raton, Florida 33431, ©2000
- [43] **Pollock D.D.**, "Thermocouples, Theory and Properties", CRC Press, Boca Raton, FL, 1991
- [44] **H. Baltes, D.Moser and F.Völklein**, "Fundamentals on thermoelectric microsensors and Microsystems", Tutorial, Zurich, Switzerland, 1994

- [45] **Mosert D.**, "CMOS Flow sensors" Physical Electronics Laboratory, *Diss.ETH* Nr 10059, ETH, Zurich, 1993
- [46] **Durand S., Polet F., Ebongue A., Bêche B., Gaviot E.**, "Microcapteurs de changement d'états physiques", Journée de présentation du RMNT, 9 mars 2000, Micro_Cap_Ouest, Le Mans.
- [47] **Ebongue A., Brachelet F., Polet F., Bêche B., Gaviot E.**, "Rugged infrared sensors for use in safety-related industrial environment", IEEE 6th International Workshop on Thermal investigations of Ics and systems, Sept. 24-27, 2000, Budapest, Hongrie
- [48] **Polet F., Gaviot E., Ebongue A., Brachelet F.**, "Mesures radiométriques appliquées à la régulation thermique sans contact", Vème Colloque Franco-Québécois, Thermique des systèmes, 28-30 mai 2001, Lyon : pp 65-72
- [49] **Machut C.**, "Contribution à l'étude des thermocouples plaqués. Application à l'autocompensation en température de nouveaux capteurs", Thèse de Doctorat , Université de Lille, Juillet 1997
- [50] **Richardt A. & Durand A.M.**, "Les interactions ions énergétiques-solides", Edition IN FINE, Paris, 1997
- [51] **De Vriendt A. B.**, "La transmission de la chaleur", 3 tomes, Ed. Gaëtan Morin, 1982
- [52] **Charrier J., Marucic J.A.**, "possibilité d'utilisation des méthodes thermiques à des fins d'essais non destructifs en Génie civil", Rapport de recherche LPC n° 113, Avril 1982
- [53] **Martinet J.** , "Elements de thermocinétique, conduction de la chaleur", Tec & Doc, Lavoisier, Paris, 1989

Ouvrages techniques

- [Dt.1] **Gaviot E. , Leclercq D. , Godts P. , Thery P.**, "Procédé de mesure de la sensibilité d'un fluxmètre radiatif, le fluxmètre radiatif correspondant et l'utilisation de ce dernier", FR 950077 patent 1995.
- [Dt.2] **ORIEL Corporation**, "Lights Sources, Detectors and Detection systems, Monochromators and Spectrographs", Oriels catalog, Vol.2, P.O. Box, 872, Stratford, CT 06497-0872, USA. 1995
- [Dt.3] **Benzinger Th.**, Thermopile and radiometer including same and method of producing thermopile, August 23, 1966, US patent, N° 3,267,727
- [Dt.4] **Perkin Elmer Optoelectronics (anciennement GmbH Heimann, EG&G)**, "Technical data for Heimann thermopiles TPS 424 & TPS 624-634", Optoelectronics, Weher Köppel 6, 65199 Wiesbaden, P.O. Box 3007, 65020, Wiesbaden, Tel (0611)-492-379, Germany, 1996
- [Dt.4.b] **Perkin Elmer Optoelectronics (anciennement GmbH Heimann, EG&G)**, "Pyroelectric infrared sensors ; applications, Intrusion Alarm PIR, Security" Optoelectronics, Weher Köppel 6, 65199 Wiesbaden, P.O. Box 3007, 65020, Wiesbaden, Tel (0611)-492-379, Germany, 1998
- [Dt.5] **Dt.5] Guilmain P., Thery P., Korn C.**, "Dispositif de détection de rayonnement thermique et appareil de détection de présence à base d'un tel dispositif", Brevet PCT/FR97/00142
- [Dt.6] **VATEL Corporation**, "General data on gardon-gage structure", Doc. N° _____, 1998
- [Dt.7] **GmbH DTS**, "Gesellschaft zur Fertigung von Dünnschicht-Thermogenerator-Systemen mbH", D.T.S., D-06118 Halle; Köthener Str.34. Measurements from Dr. Stölzer, Department of Physics, Martin-Luther-University
- [Dt.8] **P. Thieffry**, "Droit Européen de l'environnement", Edition Dalloz, 1998.
- [Dt.9] **Ealing Corporation**, " Ealing Optics Catalog " optical coating service, 1999
- [Dt.10] **Du pont de Nemours**, " High performance polyimide Films : Kapton[®] "
- [Dt.11] **Code de l'environnement**, "Contrôle de la mise sur le marché des substances actives biocides et autorisation de mise sur le marché des produits biocides" (Article L522-1 à L522-18), Edition Dalloz, 2001.
- [Dt.12] **Goodfellow SARL**, " Catalogue général des Métaux, Alliages, Composés, Céramiques, Polymères, Composites", 1996
- [Dt.13] **Sheldahl**, "Technical materials for new design , Novaclad[®], Novaflex[®]", 1996
- [Dt.14] **Rogers**, (MB Electronique), " Substrats hyperfréquence performants, Laminats Duroid[®], et Ultralam[®]", 1996, **Rogers**, <http://www.rogers-corp.com/cmu/selguide.htm> , Web search, 1996

- [Dt.15] **Taconic**, TLC, " Low cost Teflon^â substrates for commercial PCB's", 1996
- [Dt.16] **Jay Electronique**, "Rideau immatériel sécurisé pour la détection des personnes, **SIR**", Notice technique descriptive pour l'installation et l'utilisation (Ref. 312401), Grenoble, 1996
- [Dt.17] **Mathsoft Inc.**, " Manuel de l'Utilisateur Mathcad 6.0 & Mathcad+ 6.0", 101 Main Street, Cambridge, MA 02142, USA, à 1991-1995
- [Dt.18] General catalog, **Captec**, Lille, 2001
- [Dt.19] **F.Stölzer**, ^[GmbH DTS], "Gesellschaft zur Fertigung von Dünnschicht-Thermogenerator-Systemen mbH", D.T.S., D-06118 Halle; Köthener Str.34. Measurements report, Department of Physics, Martin-Luther-University, 1995
- [Dt.20] **E. Gaviot**, "Electronique : conditionnement des signaux analogiques", cours de seconde année dispensé à l'ENSIM, Université du Maine, 2000.
- [Dt.21] **N. Auroux, T. Laplanche**, (dir. E. Gaviot), "Réalisation et conditionnement d'un capteur de conditions orageuses pour l'OAM", rapport de projet seconde année ENSIM, mai 2000.
- [Dt.22] **Texas Instrument**, "Guide de conception des circuits linéaires", Dépôt légal 1991, pp6

Chapitre 2
Technologies appliquées à la réalisation des
thermopiles planaires et des radiomètres A.D.D.

A Contingences technologiques générales et application à la réalisation de capteurs en technologie " circuit imprimé "

A.I. Contingences technologiques générales concernant les radiomètres A.D.D.

La réalisation des radiomètres à Absorption Différentielle Distribuée (**A.D.D.**) repose actuellement sur deux technologies différentes. La première fait appel aux moyens classiques de réalisation des circuits imprimés (**C.I.**) et la seconde utilise les microtechnologies (**μ T**). Le choix de la technologie et des matériaux employés est principalement déterminé par l'utilisation faite des capteurs *in fine*.

Les considérations conceptuelles (**Cf. chapitre 1**) permettent de voir le capteur comme une association de trois parties (le substrat, la thermopile et le collecteur) pouvant être étudiées indépendamment. Cette démarche n'intègre pas cependant les contraintes de réalisation liées à leur association comme l'adhérence de la thermopile sur le substrat. Les contingences technologiques à considérer conduisent à des compromis dans le choix des matériaux et le dimensionnement des différentes parties.

Les principales fonctions et caractéristiques requises pour chacune des trois composantes sont décrites en considérant les deux voies envisageables. Cette description intègre par conséquent l'aspect technologique et tient compte des matériaux nécessaires à leur réalisation. Une telle approche doit donc intégrer partiellement ou complètement la compatibilité entre les différentes parties ainsi que la conformité aux normes environnementales actuellement en vigueur dans l'union européenne ^[28]. Un exemple d'application de ces contingences est développé dans la description de la réalisation de radiomètres en technologie **C.I.** au sein du laboratoire.

A.I.1 Le substrat

Le substrat est le matériau servant de support, durant et après la réalisation du capteur (ce n'est pas une couche sacrificielle). Le choix du substrat constitue un point critique lourd de conséquences dans la réalisation du radiomètre car il conditionne le comportement mécanique et les performances globales du capteur. Le rôle et les caractéristiques requises pour le substrat sont décrits en regard des procédés de fabrication envisagés (**C.I.** et **μ T**).

A.I.1.1 Fonctions

Le substrat sert principalement de support mécanique et de référence thermique à la structure.

1. Support mécanique

Le substrat assure la tenue mécanique des métaux ou alliages conducteurs de la thermopile ainsi que celle de l'ensemble du radiomètre. Il peut se présenter sous la forme d'une lame de verre, d'une membrane, d'une feuille mince (de type circuit imprimé Kapton ou

Epoxy) ou encore d'un film polyimide; cet aspect détermine le comportement mécanique du capteur, sa souplesse, et il conditionne à terme la tenue aux vibrations.

2. Référence thermique

Le substrat participe thermiquement de deux façons différentes au fonctionnement du radiomètre. Il assure une isolation thermique relative de la thermopile par la face arrière du capteur, celle non soumise au rayonnement infrarouge incident. Il contribue ainsi à un meilleur rendement de transduction thermoélectrique en limitant les pertes thermiques. Il assure aussi le rôle relatif de puits thermique pour le capteur, et sa température superficielle sous les parties réfléchissantes est considérée comme la température de référence relative de jonction froide pour la thermopile (Cf. chapitre 1).

A.I.1.2 Caractéristiques

Les réalisations technologiques imposent de considérer tant les propriétés physico-chimiques du matériau que la dimension économique du fait du caractère industriel de ce travail.

1. Propriétés thermiques et électriques

De bonnes performances d'ensemble pour le capteur imposent normalement un choix de matériau à très faible conductivité thermique (au plus de $0,4 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) pour ne pas dégrader la sensibilité. Cependant des compromis peuvent et doivent être effectués comme l'illustre le cas des réalisations en microtechnologie^[2] sur substrat de verre décrites au chapitre 3. Ce matériau possède une conductivité thermique de $1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

Une faible conductivité thermique pour un matériau donné s'accompagne en général d'une faible conductivité électrique. Ce dernier aspect permet d'éviter tout risque de transferts de charges avec la thermopile quelle que soit la température. En pratique, les matériaux diélectriques sont le plus souvent caractérisés par la tension de claquage (en Volt par millimètre d'épaisseur, pour le Kapton HN, par exemple, elle est de 303 kV.mm^{-1}).

2. Caractéristiques conditionnant la réalisation technologique.

La réalisation pratique des capteurs implique pour le substrat des propriétés physico-chimiques particulières. Celles-ci sont liées aux contraintes et aux spécificités des procédés de fabrication considérés au cours des différentes étapes. L'état de l'art antérieur et nos travaux ont permis de dégager les caractéristiques supplémentaires relatives aux matériaux pouvant être retenus comme substrat.

2.a Propriétés thermiques

Le matériau retenu doit pouvoir supporter des températures s'étendant de $130 \text{ }^\circ\text{C}$ à $350 \text{ }^\circ\text{C}$. Cette gamme de température est dictée non seulement par l'étendue de la plage de fonctionnement du capteur, mais surtout par les contraintes thermiques imposées en cours de fabrication. En effet, dans les procédés de microtechnologie, certains matériaux comme les polyimides liquides peuvent requérir des températures de polymérisation allant jusque $350 \text{ }^\circ\text{C}$.

Le recuit des matériaux conducteurs de la thermopile peut, quant à lui, requérir des températures supérieures à 400 °C.

2.b Propriétés chimiques

Les différentes techniques de réalisation des radiomètres imposent de nombreuses contraintes sur le plan chimique. Les plus importantes sont :

- une résistance aux solvants classiques (acétone ou trichloro-éthylène) ainsi qu'à différents alcools (méthanol ou iso-2-propanol). Ils sont, entre autres, utilisés pour le nettoyage des échantillons.
- une bonne résistance à l'humidité avec une porosité négligeable.
- supporter une exposition aux rayonnements ultraviolets. L'exposition à ce type de rayonnement est nécessaire à la polymérisation des résines photosensibles notamment.
- ne pas dégazer sous vide. Cet aspect est primordial pour les procédés de fabrication faisant appel aux microtechnologies. On peut toutefois admettre un léger dégazage à condition qu'il n'altère pas les propriétés de l'ensemble.

2.c Critères économiques de réalisation

Hormis le coût des matériaux considérés, la réduction du nombre d'étapes de process doit impérativement être recherchée pour permettre, à terme, une production industrielle de faible coût. Le matériau retenu comme substrat peut se présenter sous différents aspects : liquide, film ou plaque. On considère en pratique comme « film » les substrats ayant une épaisseur inférieure ou égale à 150 µm et « plaque » ceux ayant une épaisseur supérieure. A cet égard, suite aux considérations du premier chapitre, il est important de remarquer que la sensibilité du radiomètre augmente continûment avec l'épaisseur du substrat : en contrepartie le temps de réponse s'accroît ^[1].

Le caractère plus ou moins contraignant du traitement ou de la préparation du substrat est fortement lié à l'aspect commercial du produit. Un conditionnement liquide impose une enduction d'une épaisseur minimale de 100 µm sur un support rigide. Cette couche ajoutée conditionne la conductance thermique de l'ensemble du substrat. Une présentation sous forme de film oblige la fixation du substrat sur un support rigide pour garantir la bonne exécution des différentes étapes de la réalisation.

Les différents critères à considérer ici doivent donc faire l'objet d'un compromis physico-chimique influençant le temps, et donc le coût de réalisation.

A.I.2 La thermopile

La thermopile est le siège de la conversion de la chaleur en différence de potentiel Seebeck. Elle résulte de l'association d'un grand nombre de thermocouples différentiels (ou cellules dont le nombre varie de 250 à 1300 selon les réalisations).

Les deux techniques envisageables pour la réalisation de cette association sont :

- une structure dite juxtaposée ou encore « bout à bout »

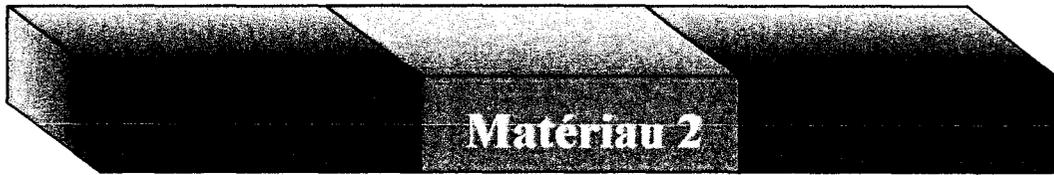


Figure II. 1 : Conformation juxtaposée

- une structure dite plaquée.

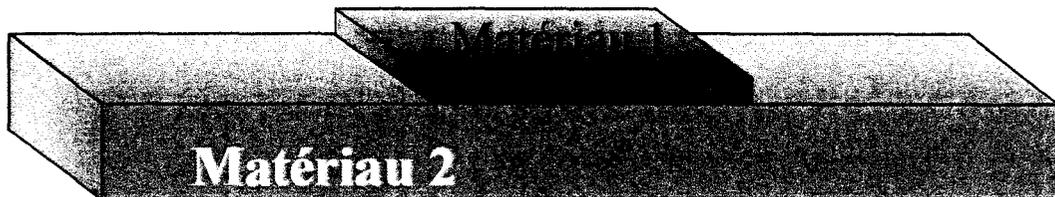


Figure II. 2 : Conformation plaquée

La longueur effective de la thermopile peut atteindre le mètre ^[1] pour des largeurs de piste de 5 à 100 μm . Dans ces conditions, le risque de rupture de la piste est statistiquement important. La recherche d'un rendement de réalisation du circuit de la thermopile conduit à préférer la technologie plaquée car elle permet d'obtenir une meilleure reproductibilité. Cependant, elle présente un rendement de conversion thermoélectrique inférieur à celui de la conformation juxtaposée ^[1]. Les contraintes de réalisation industrielles exigent de trouver un compromis entre les performances et le rendement de réalisation des objets. Cette astreinte a conduit à préférer pour nos travaux les structures plaquées. Le rôle de la thermopile et les caractéristiques requises pour cette partie du capteur sont décrits en regard des procédés de fabrication envisageables.

A.I.2.1 Fonctions

La thermopile est l'élément principal participant à la conversion thermoélectrique de Seebeck : c'est un transducteur thermoélectrique.

A.I.2.2 Caractéristiques

Les propriétés souhaitées pour la thermopile sont décrites en considérant les aspects structurels et technologiques de sa fabrication.

1. Caractéristiques structurelles

1.a Conformation de la thermopile

La structure plaquée assure une continuité électrique du circuit, même en cas de défauts ponctuels marquant la procédure de dépôt du second conducteur thermoélectrique. Les performances d'ensemble restent alors peu altérées. Les travaux antérieurs menés au laboratoire ont validé cette propriété ^[2,9,10].

1.b Propriétés thermo-physiques.

La définition du facteur de mérite ^[chap.1, 6, 11] illustre les caractéristiques des matériaux thermoélectriques à prendre en compte. Les propriétés à considérer pour le choix du couple sont les conductivités thermique et électrique, le pouvoir thermoélectrique, le coefficient de dilatation thermique, la tenue en température, la stabilité dans le temps et la toxicité.

En considérant les matériaux individuellement, c'est-à-dire sans tenir compte de l'interaction liée à l'association des conducteurs, il est préférable de s'orienter vers des matériaux à forte conductivité électrique, à fort pouvoir thermoélectrique et faible conductivité thermique. Les deux matériaux retenus doivent présenter des pouvoirs thermoélectriques aussi élevés que possible avec des signes opposés. La relation ^[3] décrivant le pouvoir thermoélectrique équivalent à une structure plaquée permet d'établir une condition supplémentaire : $\sigma_2 e_2 \gg \sigma_1 e_1$. Cette condition est bornée par la nécessité d'assurer une épaisseur minimale de l'ordre de 400 nm afin de conserver un pouvoir thermoélectrique proche de la valeur standard présentée par les tables "bulk value" ^[11,12]. Ces dernières sont représentatives d'un comportement macroscopique homogène et isotrope de la matière.

1.c Géométrie et topologie

Le tracé géométrique et la résolution lithographique imposent la superficie de la surface active du radiomètre d'une part, et la densité des thermocouples d'autre part. Les largeurs des pistes p et d'interpiste i_p sont les paramètres définissant la "finesse" lithographique. Ces deux grandeurs, associées à la longueur d'une cellule L élémentaire, déterminent la densité de thermopiles pour une surface active donnée. Ces caractéristiques ont été exploitées afin d'améliorer les performances du capteur et cela a conduit à la réduction de la finesse lithographique jusque 5 μm dans les réalisations matricées faisant l'objet du **chapitre 4**.

La conformation géométrique de la thermopile, associée aux dimensionnements des thermocouples, participe aussi au phénomène d'immunité relative à la convection naturelle des radiomètres A.D.D.

2. Réalisation technologique

La réalisation pratique de la thermopile implique la prise en compte de paramètres et de contraintes technologiques dont les principaux aspects sont résumés ci-dessous pour les filières technologiques classiques et microtechnologique (C.I. et μT).

2.a Epaisseur et lithographie

Les épaisseurs (de 0,3 à 5 μm) et les largeurs (de 5 à 100 μm) utilisées au cours des réalisations sont fixées à l'aide du modèle prenant en compte les caractéristiques des matériaux envisagés. La technologie employée (CI ou μT) influe sur la largeur des pistes réalisées à cause de la précision de la lithographie à attendre pour chacune de ces voies.

En pratique, l'épaisseur et la largeur n'admettent, à priori, aucune tolérance mais certaines techniques employées pour graver ou déposer la matière (gravure humide ou dépôt électrolytique par exemple) sont parfois peu précises. Il est alors indispensable d'admettre une tolérance de 5 à 10% sur leurs dimensions pour rester conforme aux prévisions.

Par exemple, dans les procédés microtechnologiques, la gravure humide peut introduire de la « sous-gravure ». Ce phénomène est la conséquence d'une différence notable entre les vitesses de gravure horizontale et verticale.

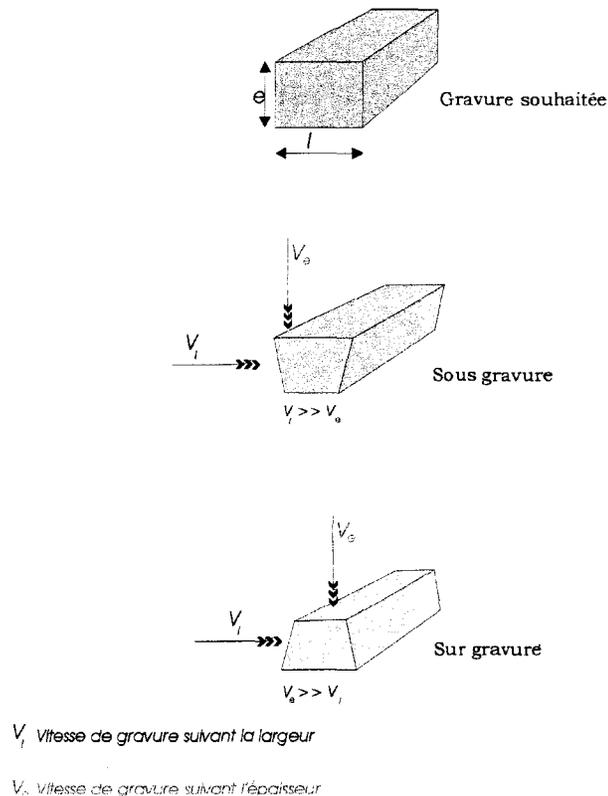


Figure II. 3 : Sous gravure et sur gravure

A cet égard la Figure II. 3 schématise les conséquences de ces différences de vitesses d'attaque dans les cas de « sous gravure » et « sur gravure ».

En ce qui concerne la technologie C.I., le principal risque est le non-respect des largeurs à cause de la difficulté à contrôler exactement la vitesse de gravure de matériaux comme le constantan.

Ces effets peuvent être limités en diminuant ou augmentant (selon le matériau à graver) la largeur des pistes sur le dessin des masques. Deux types de réalisation sont communément envisagés selon le mode de réalisation retenu :

- des masques en chrome sur un support de verre « Soda Lime » réalisés avec l'aide d'un masqueur électronique pour la voie μT . La précision des motifs peut atteindre dans ce cas l'ordre de $0,5 \mu\text{m}$.
- des masques en gélatine sur un support de Mylar® réalisés avec une table traçante munie d'un pinceau lumineux de diamètre $180 \mu\text{m}$ pour la voie C.I. La précision des motifs n'excède pas l'ordre de $25 \mu\text{m}$.

Une description de la réalisation de ces masques est proposée au **paragraphe A.II.2.1** de ce chapitre pour les masques sur Mylar et au début du **chapitre 3** pour ceux sur verre.

2.b Adhérence

Le premier matériau constituant la thermopile doit adhérer sur le substrat indépendamment des techniques envisagées ou employées pour l'y fixer (collage, dépôt sous vide). La réalisation d'une structure plaquée nécessite que le deuxième matériau adhère sur le premier. Si tel n'est pas le cas, il faut prévoir un matériau intermédiaire appelé « couche d'accrochage », généralement constituée de titane ou de chrome. Cette dernière devra rester très faible (entre 10 et 20 nm) pour ne pas nuire aux propriétés thermoélectriques de l'association.

2.c Alignement

Une technique d'alignement pour les motifs est indispensable afin de positionner correctement le second matériau sur la piste réalisée avec le premier comme l'illustre la Figure II. 4. Un défaut d'alignement entraîne une modification des caractéristiques de l'association thermoélectrique (résistance électrique, pouvoir thermoélectrique). Cette même technique est aussi à envisager pour l'alignement du collecteur, présenté dans la section suivante, par rapport à la thermopile.

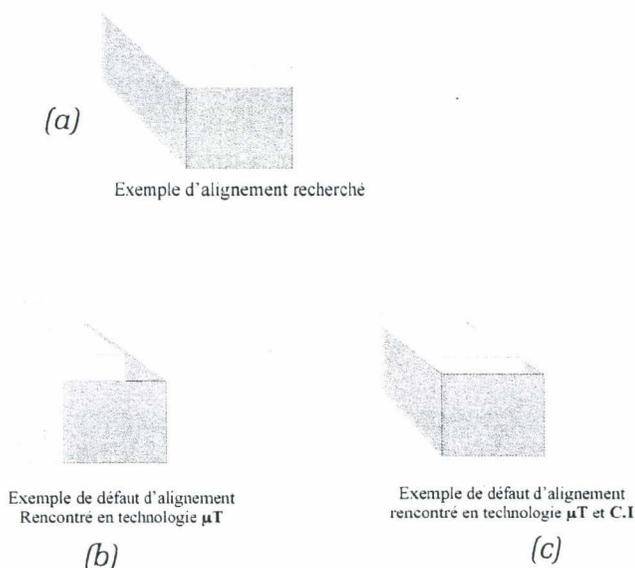


Figure II. 4 : Exemple de défaut d'alignement entre deux matériaux induit par les voies technologiques

A.I.3 Le collecteur

Le collecteur est la partie du radiomètre qui se trouve à l'interface avec l'environnement. En présence du mesurande, sa partie inférieure a pour objet de distribuer un écoulement de chaleur exclusivement sur les jonctions « chaudes » de la configuration différentielle distribuée.

Le rôle et les caractéristiques du collecteur, dans la structure du radiomètre, sont décrits en regard des procédés de fabrication C.I. et μT .

A.I.3.1 Fonction

Le rôle du collecteur d'un radiomètre A.D.D. est, en premier lieu, d'absorber et de réfléchir localement le rayonnement infrarouge incident. Une distribution de température optimale sur la thermopile exige ensuite que la partie absorbante retransmette la chaleur, par conduction, sur les jonctions chaudes. Un compromis apparaît entre l'épaisseur nécessaire à la conversion "radiative-conductive" demandant une épaisseur minimale, et la conduction tangentielle court-circuitant le gradient thermique en réduisant alors la sensibilité du capteur. L'étude de la distribution topologique des zones absorbantes et réfléchissantes permet de minimiser la sensibilité au phénomène de convection naturelle.

A.I.3.2 Caractéristiques

1. Caractéristiques structurelles

Le collecteur se compose de deux matériaux de nature très différente. Le premier est un matériau absorbant dans l'infrarouge. Il est le siège de la conversion du rayonnement incident en conduction thermique dans les premiers microns traversés par le flux incident. Sa largeur spectrale d'absorption doit couvrir la bande de 5 à 20 μm pour les applications à température ambiante. Il doit aussi être un très bon isolant électrique et un isolant thermique relatif, compte tenu de la nécessité d'empêcher un court-circuit thermique entre les thermojonctions. Le second est un matériau réflecteur dans l'infrarouge pour le même spectre que l'absorbant. Sa conductivité thermique doit être aussi faible que possible, et il doit participer aux échanges convectifs avec l'environnement de la même manière que l'absorbant. L'état de surface (rugosité) conditionne cette propriété. En pratique nous utilisons du chromel, du constantan ou de l'or ($\lambda = 13 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $\lambda = 318 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $\lambda = 19,5 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ respectivement).

Il existe deux conformations (Figure II. 5) permettant d'observer une relative immunité aux phénomènes convectifs ; cependant, seule la seconde a été réalisée au laboratoire compte tenu des compromis sur la sensibilité résultante^[1].

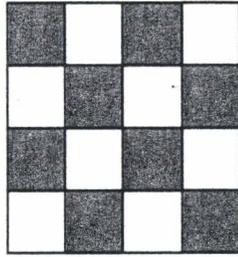


Figure II.4.a : Configuration en damier

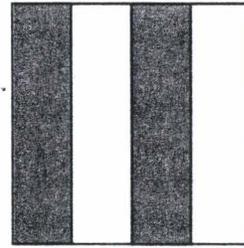


Figure II.4.b : Configuration en bande

Figure II. 5 : Configurations de collecteurs propres à l'absorption différentielle distribuée

2. Réalisation technologique

Le conditionnement commercial du produit absorbant impose la technique de fixation de ce dernier sur la thermopile. Deux conditionnements commerciaux sont envisageables : un film ou un produit liquide à déposer. Dans le cas du film, il faut envisager un collage et intégrer les caractéristiques de la colle dans le traitement du comportement du radiomètre. Pour sa part, un absorbant liquide nécessite une mise au point des paramètres d'enduction et de recuit. Le matériau réflecteur doit adhérer sur l'absorbant. Si tel n'est pas le cas il faut prévoir une couche d'accrochage (de 10 à 20 nm) de chrome, titane ou platine classiquement.

A.II Réalisations des radiomètres A.D.D. en technologie C.I.

Les radiomètres A.D.D. sont construits autour d'une thermopile plane à gradients thermiques distribués. Leurs thermopiles peuvent être fabriquées, soit en utilisant les techniques couramment utilisées dans l'industrie électronique pour la réalisation des circuits imprimés, soit à l'aide des microtechnologies. La description présentée dans cette section illustre les considérations introduites dans la section A.I de ce chapitre et permet de décrire les matériels disponibles au laboratoire en 1997 pour les réalisations avec la technologie C.I.

A.II.1 Substrat, thermopile et collecteur pour la technologie C.I.

L'objectif de cette partie est d'illustrer l'application des considérations édictées pour les trois éléments du radiomètre au regard des contingences imposées par les réalisations en technologie C.I.

A.II.1.1 Le substrat

Le substrat utilisé est une feuille de polyimide *Kapton*[®]*HN* (ou *VN*¹) de la société *Dupont de Nemours*. Les épaisseurs de substrat disponibles en standard peuvent varier de 25 µm à 200 µm selon le type de capteur réalisé (souple ou rigide). En effet, la technologie « Circuit

¹ Le *Kapton*[®] *VN* a les mêmes caractéristiques que le *Kapton*[®] *HN* mais présente une plus grande stabilité dimensionnelle.

Imprimé » permet de réaliser des capteurs souples pouvant épouser des formes géométriques courbes si les conditions de mesure l'imposent.

Le Kapton® est un matériau synthétisé par polymérisation entre un dianhydride ^[Dt.1, 21] et une diamine aromatique. Son principal intérêt est qu'il offre une excellente résistance aux produits chimiques et on ne lui connaît aucun solvant organique. Le fabricant revendique une étendue de température en fonctionnement allant de -267 °C à 400 °C. En pratique, compte tenu de la stabilité dimensionnelle la température est limitée à 300 °C.

Le Tableau II. 1 rapporte quelques caractéristiques importantes du Kapton® :

	Kapton ®HN
Module d'élasticité (Gpa)	2,5
Résistivité électrique ² ($\Omega \cdot \text{cm}$)	$1,4 \cdot 10^{17}$
Conductivité thermique ($\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)	0,12
Masse volumique ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)	1,42
Point de fusion	Il ne fond pas

Tableau II. 1 : Caractéristiques du Kapton HN

A.II.1.2 La thermopile classique

Les matériaux utilisés pour réaliser la thermopile sont le cuivre et le constantan. Le constantan est un alliage de cuivre et de nickel en proportion 55 % pour 45 % en masse. Les principales caractéristiques de ces matériaux sont résumées dans le tableau suivant :

	σ ($\mu\Omega^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$)	λ ($\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)	α ($\mu\text{V}/\text{K}$)
Matériau	Valeurs à 20°C		
Cuivre	0,592	400	1,83
Constantan	0,02	19,5	-38,35

Tableau II. 2 : Conductivités électriques et pouvoirs thermoélectriques des matériaux constituant la thermopile

Les épaisseurs de cuivre et de constantan utilisées sont dictées par l'étude théorique dont les résultats sont présentés au **chapitre 1**. Cette étude a fait l'objet des publications ^[1,4]. Le tableau suivant illustre les caractéristiques de l'association thermoélectrique entre ces deux matériaux.

² La valeur indiquée est donnée pour 23°C. A 200°C, la valeur chute à $4,4 \cdot 10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$.

Association 1_2	e1 (μm)	e2 (μm)	$\Delta\alpha_{\text{eq}}(\mu\text{V/K})$	$\sigma_{\text{eq}}(\mu\Omega^{-1}.\text{cm}^{-1})$	$Z_{12}(\text{K}^{-1})$
Constantan_Cuivre	5	2	37,06	0,183	$4.916.10^{-5}$

Tableau II. 3 : Propriétés de l'association thermoélectrique Cn_Cu

A.II.1.3 Le collecteur

Le collecteur est réalisé avec du *Kapton®Black CB* pour l'absorbant, et de l'or pour les réflecteurs. L'absorbant se présente sous la forme de film de polyimide Kapton® noir de 25 μm d'épaisseur. Les principales caractéristiques de ce film sont illustrées dans le tableau suivant :

	Kapton ®CB
Tension de claquage (V/μm)	79
Conductivité thermique (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	# 0,2*
Masse volumique (g.cm ⁻³)	1,417

Tableau II. 4 : Caractéristiques du Kapton® CB

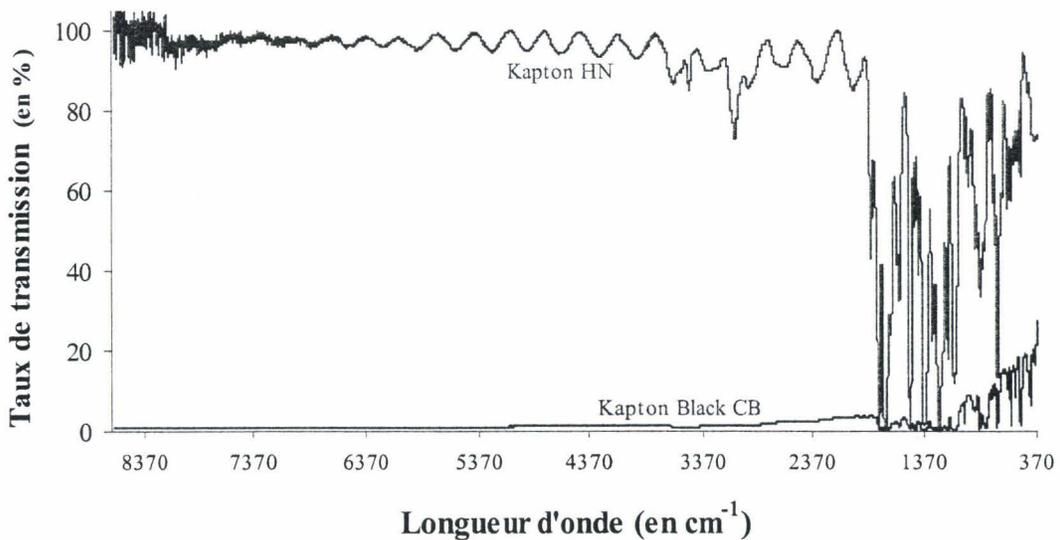


Figure II. 6 : Réponse en transmission des Kapton Black CB et HN

* La valeur exacte pour ce matériau n'est pas calculée par Dupont de nemours. Néanmoins, comme la charge en carbone n'excède pas 10% la conductivité thermique ne devrait pas dépasser la valeur indiquée dans le tableau d'après le service technique de Dupont Luxembourg.

La Figure II. 6 illustre le spectre d'absorption du Kapton[®] employé, caractérisé au laboratoire à l'aide d'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR Spectrum 2000 de Perkin Elmer).

Les réflecteurs sont des couches minces constituées d'or de 400 nm d'épaisseur avec une couche d'accrochage de 20 nm de titane. La méthode employée pour ces dépôts est la pulvérisation cathodique. Cette technique, propre aux microtechnologies, est présentée dans le paragraphe B.I.1.3.

A.II.2 Le procédé de fabrication en technologie classique (C.I.)

Le substrat utilisé est une feuille de 50 μm de polyimide Kapton[®] VN sur laquelle est collée une feuille de constantan de 5 μm , comme illustré sur la Figure II. 7. Afin de réaliser les éléments thermoélectriques plaqués, une fine couche de cuivre est déposée sur la feuille de constantan par voie électrolytique. La feuille à cuivrer est placée dans une solution constituée d'un mélange d'acide sulfurique et de sulfate de cuivre ($\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{CuSO}_4$). Un courant électrique continu est injecté dans la feuille, avec une densité de 2 mA/cm^2 , par exemple, permettant d'obtenir un dépôt de 2 μm de cuivre après de une durée approximative de 30 minutes d'opération.

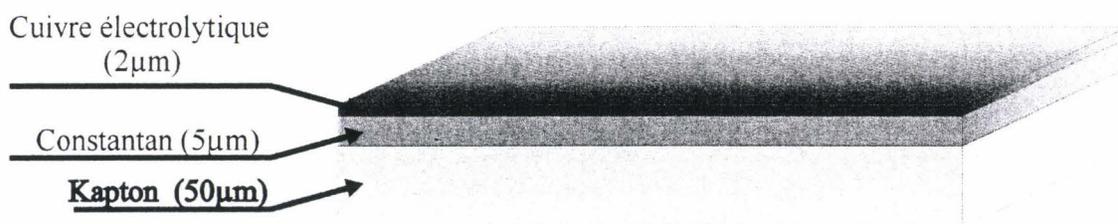


Figure II. 7 : Matériaux de base pour la réalisation des capteurs selon les technologies classiques (C.I.)

A.II.2.1 Principe de réalisation des masques pour la technologie C.I.

Les masques sont réalisés au laboratoire à partir du logiciel de DAO AUTOCAD[®]. Le fichier de traçage obtenu est transmis vers un photo-traceur optique Roland[™] qui, à l'aide d'une plume lumineuse (fibre optique) de 0,18mm de diamètre, insole directement le film positif (film Kodak Accumax 2000). La nature de l'émulsion photosensible (positif) n'est pas directement utilisable. Il convient ensuite d'effectuer une opération d'inversion photographique à l'aide d'un film d'inversion (Typoclar TCG 18). Le masque négatif ainsi obtenu est alors directement utilisable pour des capteurs dont la largeur de piste dépasse 200 μm . La résolution de la table de photo-traçage ne permettant pas de descendre au-dessous de cette valeur, il est nécessaire, pour des détecteurs présentant une largeur de piste inférieure, d'avoir recours à une opération de photo-réduction. Pour cela, le tracé positif sur le film est réalisé à l'échelle 10:1, puis à l'aide du banc de photo-réduction, le masque est ramené à l'échelle 1:1.

A.II.2.2 Gravure des pistes (Technologie C.I.)

Après un nettoyage minutieux (acétone, cuve à ultrasons, alcool isopropylique, etc.), le support est recouvert d'une émulsion photosensible. La résine utilisée est un film sec de **Northon & Thiokol**, le "*Laminar*[®] UF 10 haute résolution" de couleur bleue, laminée à chaud sur le substrat. L'émulsion, de type négatif, impose l'emploi de masques négatifs du motif à réaliser. L'épaisseur du film de résine (10 μm) autorise la gravure de pistes pouvant être réduite jusqu'à 60 μm de largeur.

Un premier masquage obtenu par exposition à un rayonnement UV du film sec à travers un masque négatif du circuit est suivi du développement (*Laminar*[®] AX75). Ensuite une attaque acide non sélective au perchlorure de fer permet d'obtenir le circuit de la Figure II. 8, constitué d'une piste de constantan en forme de " grecque " recouverte uniformément d'une fine couche de cuivre.

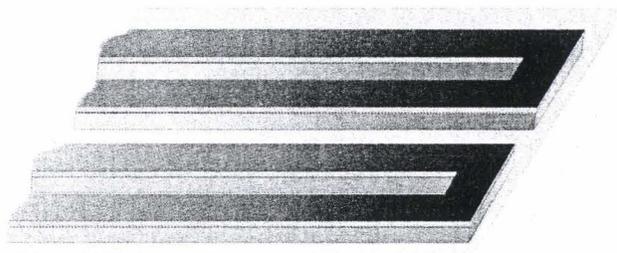


Figure II. 8 : Gravure de la piste avant définition des cellules

A.II.2.3 Obtention des cellules thermoélectriques (Technologie C.I.)

Après gravure, la résine restant sur les pistes est éliminée par immersion de la plaquette dans un bain de soude caustique (5 minutes à 40 °C). Le circuit est ensuite nettoyé à l'acétone avant de recevoir un nouveau film de résine. Un second masquage, suivi d'une attaque acide sélective au peroxydisulfate d'ammonium permet d'éliminer une partie du cuivre sans altérer la piste de constantan. Cette opération permet de former des circuits thermoélectriques plaqués qui, associés à la piste de constantan nue, forment les thermoéléments.

Après cette opération, le circuit ressemble à la Figure II. 9, sur laquelle on peut voir la piste recouverte de plots de cuivre uniformément répartis, formant les différentes jonctions thermoélectriques.

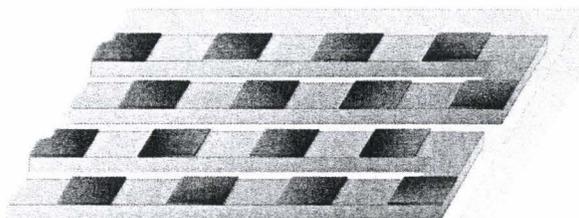


Figure II. 9 : Placage « en quinconce » pour la réalisation des radiomètres A.D.D.

La disposition en quinconce des dépôts de cuivre permet d'obtenir une addition des fêms élémentaires de chaque thermocouple pour une sollicitation thermique disposée en lignes alternativement chaudes et froides (Figure II. 10).

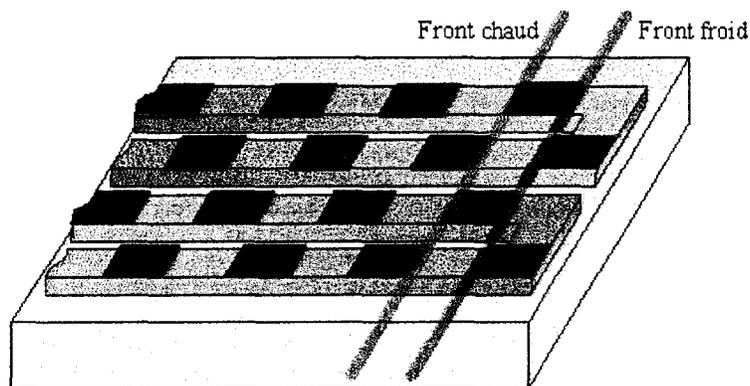


Figure II. 10 : Sollicitation thermique en ligne de la thermopile aux placages disposés en quinconce

A.II.2.4 Réalisation du collecteur

Le collecteur est composé d'une feuille de polyimide Kapton[®] partiellement recouverte de sections réfléchissantes d'or. La feuille de Kapton[®] CB, dont les propriétés spectroscopiques sont décrites dans la section A.II.1.3, assurent une absorption sur tout le spectre infrarouge. Elle est recouverte d'une fine pellicule d'or (0,4 μm) déposée par pulvérisation cathodique sur le film de Kapton. Une gravure sélective à l'eau régale (35% vol. de HNO_3 + 65% vol. HCl) permet de constituer un réseau de bandes alternativement absorbantes et réfléchissantes (Figure II. 11). L'ensemble est ensuite fixé à la thermopile à l'aide de colle *Araldite*. La superposition correcte des motifs est assurée par des marques préalablement réalisées sur le masque et contrôlées optiquement à l'aide d'une loupe binoculaire.

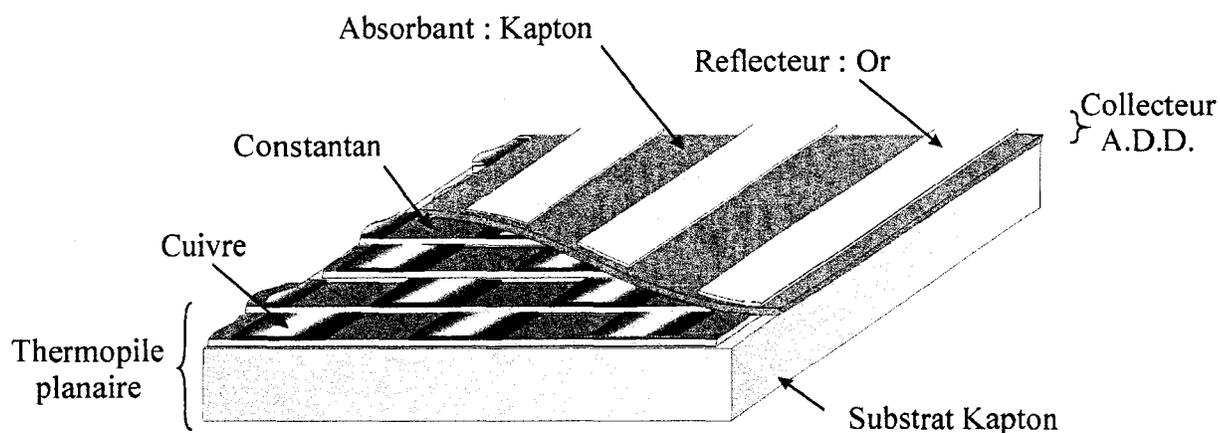


Figure II. 11 : Vision simplifiée des sollicitations thermiques à la surface de la thermopile

La Figure II. 12 montre l'aspect des radiomètres réalisés jusqu'en 1998 sur des substrats de Kapton à l'aide des technologies classiques (C.I.). La paire de contacts centrale est affectée à un thermocouple disposé au centre de la surface active.

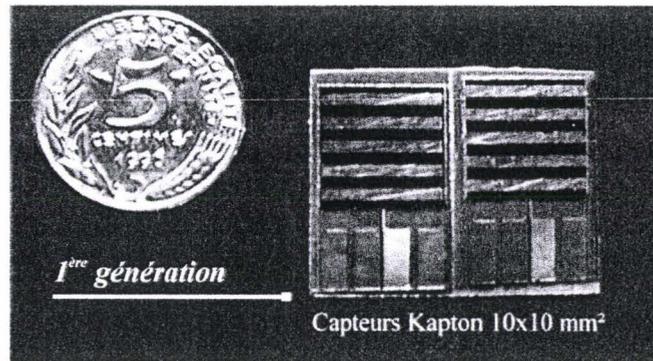


Figure II. 12 : Radiomètres A.D.D. réalisés en technologie C.I. (1ère génération) ^[5]

A.II.3 Discussion

Les conséquences de l'application des technologies classiques (C.I.) sur la réalisation des radiomètres A.D.D. sont à discuter pour en dégager les principaux avantages et inconvénients.

Avantages :

Cette technologie permet de réaliser des thermopiles de grandes tailles, jusque 50x50 mm au laboratoire. Elle permet aussi de concevoir des capteurs de formes complexes aussi bien souples que rigides. La mise en œuvre n'engendre pas de complications autres que le dessin des masques. En effet, leurs procédures de réalisation permettent d'adapter le tracé des pistes à des formes circulaires par exemple (Figure II. 13).

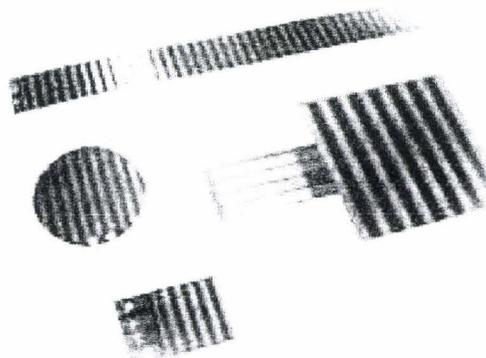


Figure II. 13 : Réalisation de radiomètre de la société *Captec*

La thermopile, base de la conception du radiomètre A.D.D., est commune à un autre capteur développé au laboratoire : le capteur conductif (Figure II. 14). En effet, ce dernier repose sur un collecteur de conception différente. Une présentation de ce type de capteur est faite dans le mémoire de Frédéric Polet ^[6].

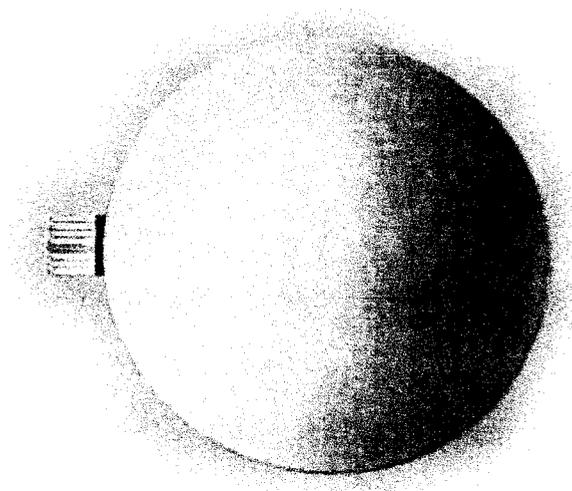


Figure II. 14 : Capteur conductif de la société *Captec*

La technologie classique (C.I.) est largement diffusée dans l'industrie électronique et constitue le savoir-faire de la société CAPTEC. Une application récente, destinée à mesure des flux de chaleur très importants (de l'ordre de 10^6 Wm^{-2}), est reportée dans la référence bibliographique ^[7].

Inconvénients :

Les sensibilités des radiomètres réalisés avec la technologie C.I. sont toutefois assez faibles ^[8], environ $1,5 \mu\text{V}/(\text{W.m}^{-2})$ pour une surface active de 1 cm^2 . Cette limitation est liée aux moyens technologiques mis en œuvre pour la fabrication de ces capteurs. En effet, cette filière ne permet pas une finesse de gravure inférieure à $60 \mu\text{m}$, dans son application industrielle ^[6]. La méthode de réalisation de l'association des deux conducteurs thermoélectriques retenus pour constituer la thermopile peut s'avérer rapidement très coûteuse, en raison du prix du cuivre et du constantan, et des moyens mis en œuvre pour les assembler (laminage et électrolyse). A ceci s'ajoute une difficulté de réalisation collective efficace liée, notamment, à la difficulté de superposition manuelle d'un grand nombre de thermopiles avec des collecteurs en une seule et même opération.

La démarche du laboratoire, pour améliorer la reproductibilité des caractéristiques et limiter les inconvénients, a été de s'orienter dès 1994 vers les microtechnologies ^[1], sur substrat de verre. Cette évolution a nécessité l'utilisation de moyens aujourd'hui classiques dans l'industrie microélectronique et des microsystèmes présentés dans la section suivante.

B Les outils de la microtechnologie

Introduction : nécessité de travaux en salle blanche

Cette partie d'ordre didactique a pour objet de présenter les principaux outils et moyens des microtechnologies utilisées au cours de notre travail.

Le recours aux procédés de la microtechnologie implique de travailler dans un milieu aux caractéristiques contrôlées : les salles blanches. En effet, compte tenu des opérations de masquage nécessaires à la réalisation de la thermopile, il importe d'éviter tout contact de poussière, rédhibitoire quant au risque d'ouverture du circuit si la piste est localement interrompue. La propreté d'une salle blanche se caractérise par la notion de « Classe » qui représente le nombre moyen de poussières de diamètre compris entre 0,5 et 5 μm dans un volume d'un pied cube, unité anglo-saxonne représentant 28,317 litres (avec 1 ft \equiv 0,3048 m), selon la norme américaine 209D. Dans une salle blanche, il n'y a pas de particules de taille supérieure à un diamètre de 5 μm (Figure II. 15).

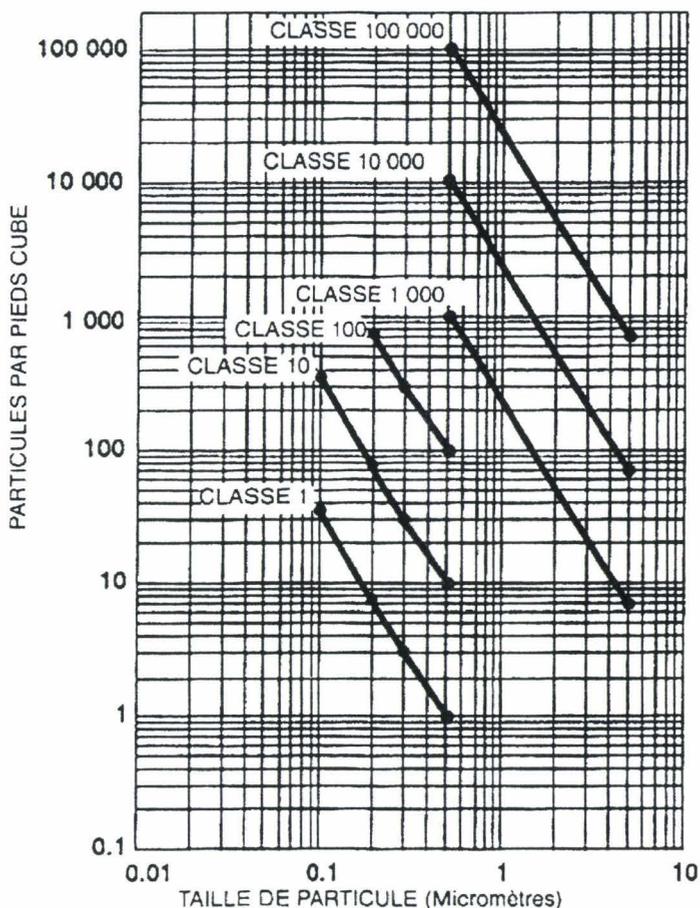


Figure II. 15 : Classes limites de particules de taille égale ou supérieure par pied cube ^[27]

Tous les paramètres environnementaux (propreté, humidité, température) sont contrôlés et maintenus constants en regard des différentes zones et des procédés spécifiques à y mener (Tableau II. 5).

Classes	Exemple d'utilisation
1	Fabrication de circuits intégrés à géométrie submicronique
10	Fabrication de semi-conducteurs à large échelle intégrée (VLSI) de taille inférieure à 2 microns
100	Fabrication stérile, fabrication d'injectables Fabrication d'implants ou de prothèses chirurgicales. Fabrication de circuits intégrés.
1000	Fabrication d'équipements optiques de haute précision. Assemblage et test de gyroscope de précision.
10000	Assemblage d'équipement pneumatique et hydraulique de précision, horlogerie de précision, mécanismes de précision
1000000	Fabrication optique général, assemblages de composants électroniques, hydrauliques et pneumatiques

Tableau II. 5 : Exemple de relation entre classe et type d'utilisation

Le tableau suivant illustre la correspondance des classes des salles blanches des normes de différents pays :

	Pays et normes					
	USA 209D	USA 209E	R. Uni BS 5295	Australie AS 1386	France AFNOR X44101	Allemagne VDI 2083
Date	1988		1989	1989	1981	1990
Classes						0
	1		C	0,035		1
	10	M1	D	0,35		2
	100	M3	E ou F	3,5	4000	3
	1000	M4	G ou H	35		4
	10000	M5	J	350	400000	5
	100000	M6	K	3500	4000000	6
			L			7

Tableau II. 6 : Comparaison des principales désignations de classes de salles propres dans le monde ^[27]

Au laboratoire central de l'IEMN, il existe deux groupes de salles blanches dont la superficie totale avoisine les 1200 m² :

- le premier groupe est dédié à la microélectronique de la filière III-V (sur substrat GaAs, InP et GaAn notamment), est composé de différentes sections spécifiques : une salle de lithographie, de chimie, de dépôts chimiques en phase vapeur, de métallisation (évaporation) et d'épitaxie par jet moléculaire. Une zone commune permet la communication entre ces parties et les salles du masqueur électronique et de l'implanteur. La classe dans les différentes sections et la zone commune est de 10000, sauf pour la salle de lithographie et sous les hottes à flux laminaires où elle est respectivement de 1000 et 100.

- le second groupe dédié à la technologie des microsystèmes silicium, s'étend sur une surface de 200 m², avec une salle de lithographie. Les classes sont respectivement 10000, 1000 et 100 pour la section commune, la salle de lithographie et sous les hottes à flux laminaire.

Un souci de moindre pollution de l'atmosphère des salles blanches impose aux opérateurs un code vestimentaire strict (y compris l'absence de cosmétique et de pilosité apparente). Des combinaisons ou des survêtements ne laissant apparaître que les mains gantées et le visage sont donc utilisés pour minimiser les contaminations liées à la présence humaine. En milieu industriel, la tendance actuelle se dirige vers un minimum, voire une absence complète, de l'homme dans les « zones critiques » de process (de classe 10 à classe 1, environnement requis pour la réalisation des microprocesseurs Intel ou AMD par exemple).

Nous décrivons maintenant les équipements utilisés en regard des procédés de nos réalisations de radiomètres A.D.D. en microtechnologie. Ces dernières font essentiellement appel à des techniques de dépôt et de gravure (humide ou sèche) impliquant des procédés de photolithographie U.V.

B.I Les techniques de dépôt sous vide

Les réalisations microtechnologiques nécessitent le dépôt de matériaux de différentes natures et phases. Les dépôts sous vides comptent parmi les procédés employés pour ce faire. A titre didactique, les principes généraux de ces techniques sont présentés dans les sections et paragraphes suivants.

B.I.1 Le vide comparé à d'autres procédés

Depuis les années 50, différentes industries comme l'électronique, le nucléaire, l'optique ou encore l'aérospatiale ont exprimé des besoins de plus en plus complexes et spécifiques dans le domaine des dépôts de matière. Le recours aux microtechnologies a été motivé essentiellement par trois raisons :

- l'augmentation des prix des matières premières (or, platine ou aluminium). Ceci a favorisé l'essor de l'emploi de matières plastiques traitées en surface avec des métaux ou encore des alliages pour présenter des propriétés spécifiques.
- l'augmentation des frais des installations de galvanoplastie : la nécessité d'un contrôle plus rigoureux des effluents et les mesures mises en place pour assurer la protection des personnels sont à l'origine de cette évolution.
- le caractère très spécifique et complexe de certains dépôts ou revêtements, dans le domaine de l'électronique notamment : les techniques classiques de dépôts (par exemple la galvanoplastie) ne pouvaient pas apporter de solutions satisfaisantes aux contraintes imposées par les nouvelles demandes notamment vis-à-vis du contrôle des épaisseurs, de la qualité des dépôts et surtout de la reproductibilité des caractéristiques des couches déposées).

B.I.1.1 Principe général des dépôts sous vide

Les opérations de dépôts sous vide se schématisent par l'enchaînement de trois étapes plus ou moins indépendantes les unes des autres :

- *la synthèse ou la création de la ou des espèces à déposer.* Il existe trois façons de générer les espèces à déposer : l'évaporation, le « sputtering » et le gaz de vapeur chimique.
- *le transport des espèces de leur source (pépites, filaments, cibles) vers le substrat.* Ce transport peut s'effectuer sous différentes pressions de vapeur (faibles ou élevées). Pour les plus basses pressions, le libre parcours moyen des espèces en phase vapeur est important et il en résulte très peu de collisions entre les différentes particules dans l'enceinte. Dans le cas contraire, il en résulte un grand nombre de collisions. Ceci affecte bien sûr les conditions de dépôt en modifiant, par exemple, la vitesse de synthèse ou de création des espèces présentes dans l'enceinte.
- *le dépôt et la croissance d'une couche des espèces de la cible sur le substrat.* Elle prend en compte les phénomènes de nucléation, de croissance et d'adhérence.

La capacité à maintenir indépendantes ces trois procédures améliorera d'autant le rendement de dépôt et la qualité des films déposés.

B.I.1.2 La mesure du vide

Les techniques de dépôts sous vide requièrent des enceintes dans des conditions de vide quelques fois considérables. Rappelons toutefois qu'il est impossible d'obtenir le vide absolu dans une enceinte close. Seule une atmosphère raréfiée peut être obtenue. La figure ci-dessous illustre différents moyens et techniques classiques employés pour créer le vide dans une enceinte close ainsi que les applications visées dans ces gammes de vide.

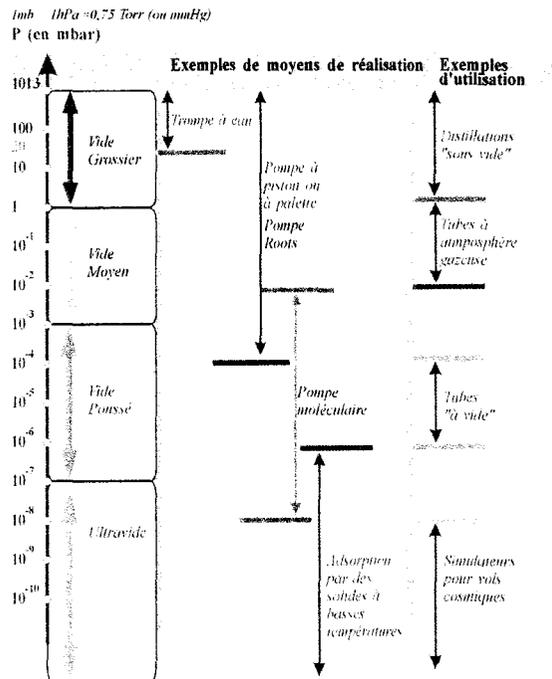


Figure II. 16 : Les ordres de grandeur qualifiant le vide

La notion de vide est qualifiée en physique par la grandeur « **pression** » dont l'unité légale est le Pascal (Pa). Dans la pratique des dépôts sous vide, nous employons l'unité usitée, le Torr³. Nous rappelons que 1 Torr = 133 Pa [annexe 2].

La Figure II. 17 illustre différentes jauges utilisées pour la mesure du vide et de l'ultravide :

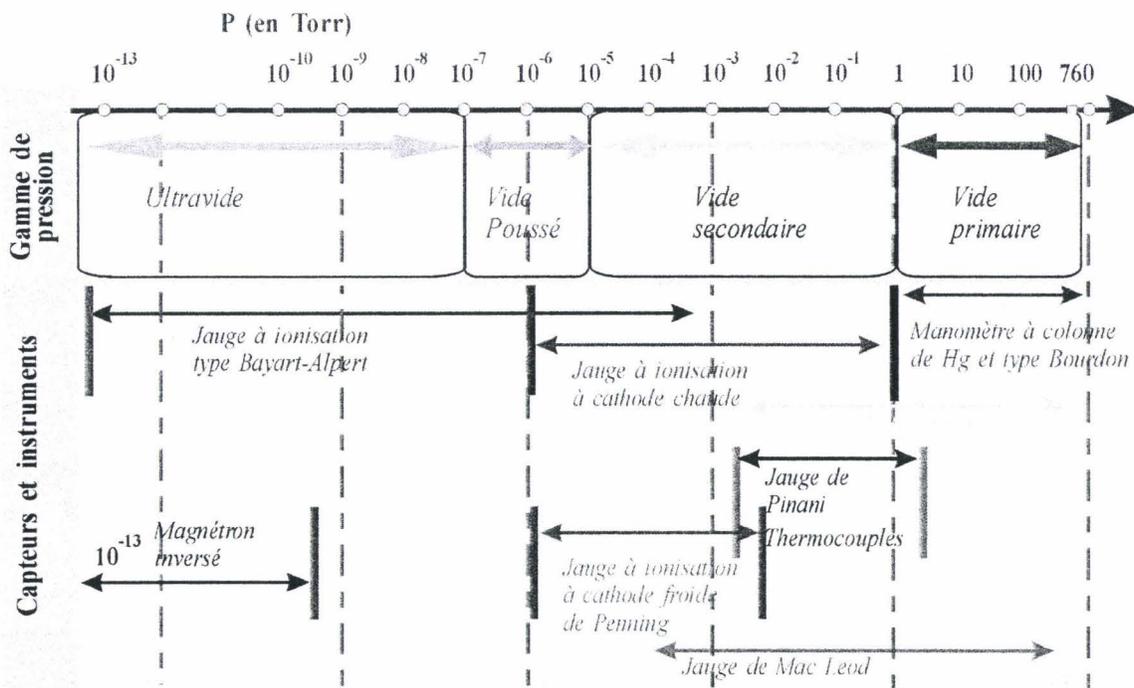


Figure II. 17 : Domaines d'utilisation de différentes jauges

B.I.1.3 Les techniques de base des dépôts sous vide

Elles sont au nombre de trois :

- l'évaporation,
- la pulvérisation cathodique (aussi appelée "sputtering"),
- les dépôts chimiques en phase vapeur (communément appelés C.V.D. pour "Chemical Vapor Deposition").

Ces techniques se classent selon le principe régissant le dépôt (physique pour l'évaporation et le "sputtering") ou l'environnement utile pour le procédé (vide poussé pour l'évaporation, plasma pour la pulvérisation et milieu de gaz réactifs pour les techniques C.V.D.).

La Figure II. 18 illustre de façon non exhaustive différentes techniques de dépôts issues de l'évolution et de l'association des trois méthodes précédemment citées.

³ En l'honneur du physicien italien Torricelli

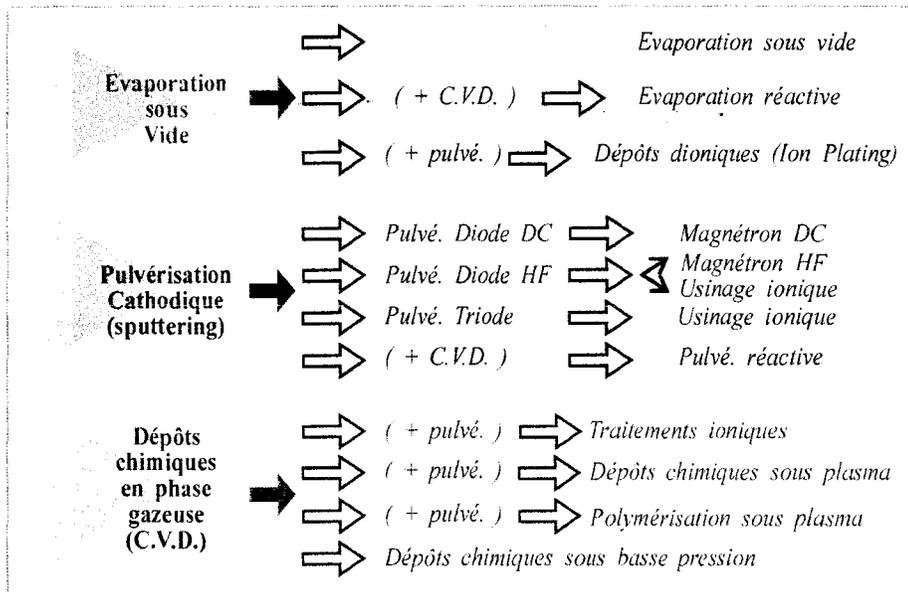


Figure II. 18 : Différentes techniques de dépôts sous vide

Le nombre et la variété des techniques de dépôt imposent de choisir le procédé le plus adéquat à ses besoins. Les critères pouvant motiver le recours à un procédé de dépôt plutôt qu'un autre sont :

- la matière du matériau à déposer,
- la pureté des matériaux envisagés,
- la vitesse de dépôt souhaitée,
- la complexité géométrique des motifs éventuels à réaliser,
- les limites imposées par le substrat (comme la température maximale supportée),
- l'adhérence du matériau déposé sur le substrat (" sticking coefficient "),
- les considérations écologiques liées à la nature des matériaux et la mise en œuvre des techniques de dépôts,
- l'approvisionnement des matériaux : la facilité (transports et prix) et la pérennité des fournisseurs.

B.I.2 L'évaporation

B.I.2.1 Le principe

La méthode de dépôt par évaporation, requérant un vide poussé (Figure II. 16), consiste en la vaporisation sous vide de matériaux et leur transport en phase vapeur sur un substrat. Les propriétés et le rendement du dépôt dépendent essentiellement de la nature du matériau à évaporer et de la pression. En effet, la température de vaporisation est fonction de la pression comme l'illustre le tableau suivant :

Elément	Nombre atomique	Température pour lesquelles on a les pressions de vapeur suivantes en mTorr		
		Z	0,001	0,01
Al	13	889	996	1123
Au	79	1316	1465	1646
Fe	26	1320	1447	1602
Pt	78	1904	2050	2313
Ti	22	1384	1546	1742

Tableau II. 7 : Température pour pression de vapeur saturante⁴

Les épaisseurs déposées par évaporation vont, en pratique, de la centaine d'Angstrom à deux ou trois micromètres. Cette technique est relativement coûteuse et lente, avec des vitesses de dépôt de l'ordre 30 nm.min⁻¹ pour l'or par exemple. Pour des épaisseurs plus importantes, il existe des techniques plus appropriées et rentables, notamment la pulvérisation cathodique et ses variantes (Figure II. 18).

L'intérêt de l'évaporation repose dans la grande densité et la propreté des couches (peu de contaminations par les gaz résiduels de l'enceinte). Toutefois, cette technique ne respecte pas la stœchiométrie des alliages et composés chimiques, il faut alors recourir à d'autres techniques comme la pulvérisation cathodique par exemple.

La qualité du vide requis pour ce genre de dépôt assure un libre parcours moyen élevé aux particules évaporées, et contribue au caractère directif de l'évaporation. Cette dernière propriété, illustrée par le faible recouvrement de marche obtenu (Figure II. 19), s'avère très utile pour la réalisation du procédé de type « lift-off » décrit au **chapitre 3 § B.II.2.2**.

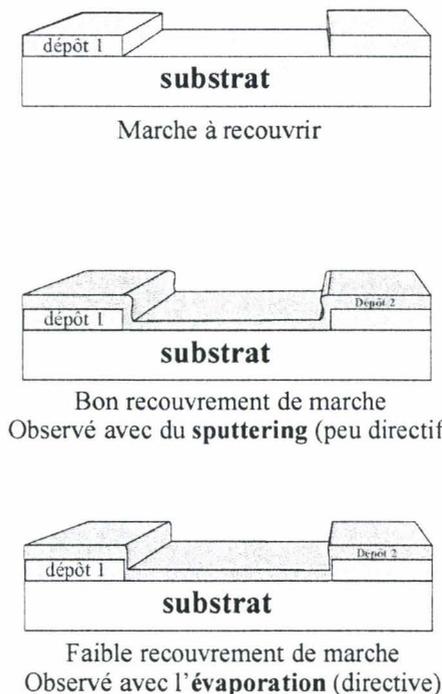


Figure II. 19 : Recouvrement de marche

⁴ ces valeurs peuvent être sujettes à d'importantes variations en fonction du matériau et de sa pureté

B.I.2.2 Matériel

Pour mettre en œuvre un tel procédé, un bâti standard demande :

- une enceinte et un groupe de pompage, pour réaliser le vide,
- un système de mesure du vide,
- un canon à ions pour décaper la surface du substrat avant le dépôt,
- un porte-échantillon avec un système de chauffage ou de refroidissement,
- un système de mesure de la vitesse et de l'épaisseur déposée,
- une source d'évaporation avec un cache.

Un schéma simplifié de ce type d'appareil est présenté à la Figure II. 20.

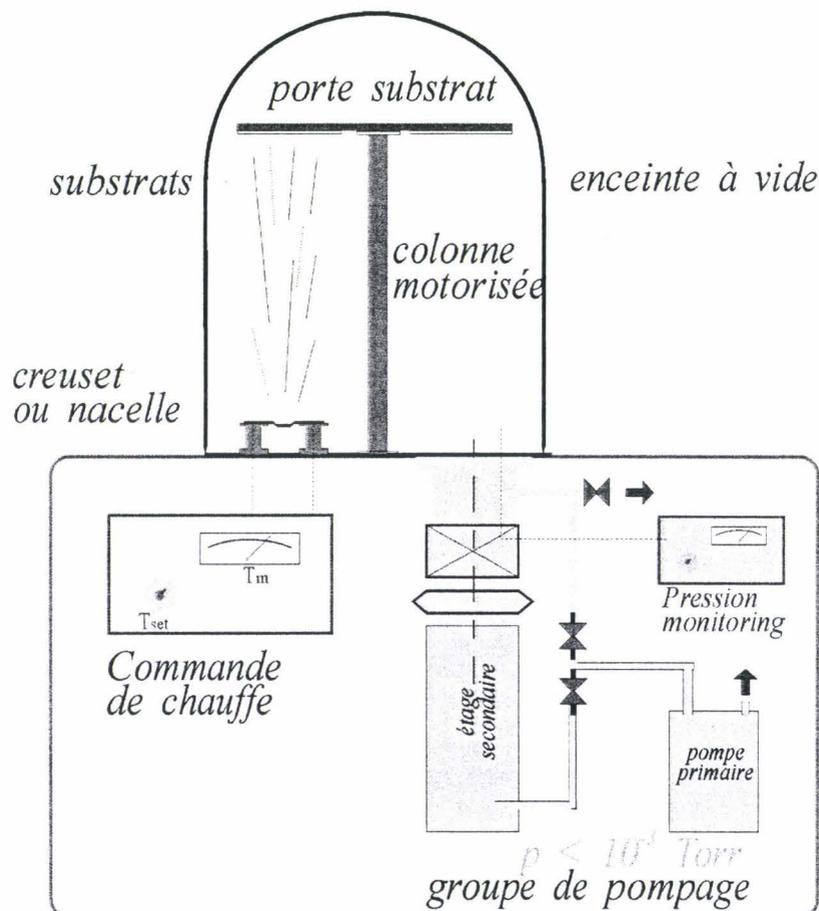


Figure II. 20 : Schéma de principe d'un système de dépôt par évaporation

Les bâtis d'évaporation utilisés au laboratoire pour nos procédés sont des bâtis Méca 2000. Leur constitution relève des considérations suivantes :

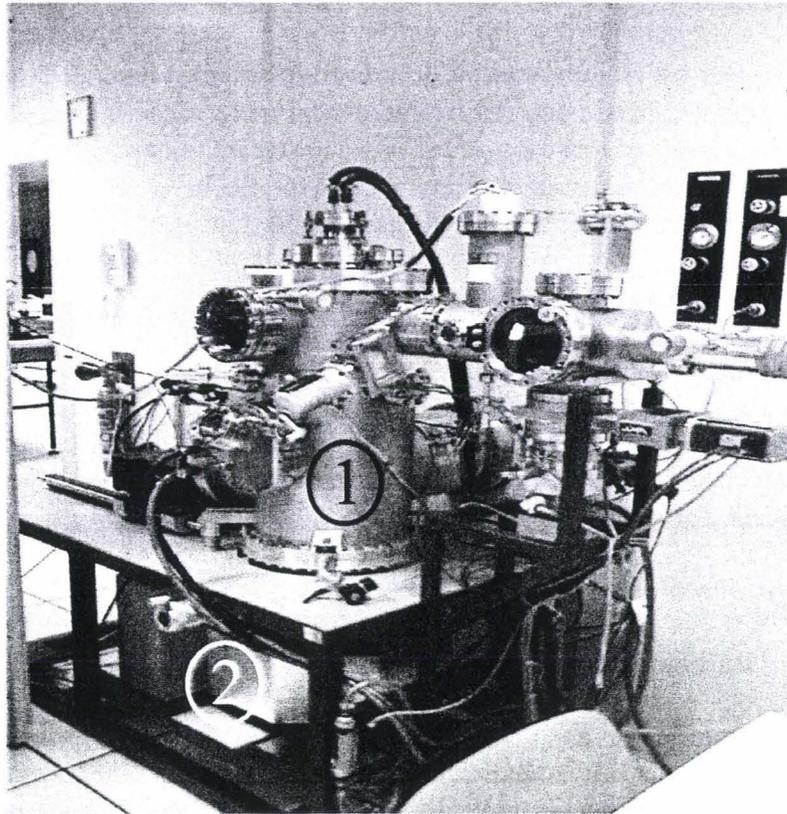


Figure II. 21 : Bâti d'évaporation Meca 2000 de l'IEMN

1. L'enceinte (repère n°1)

Elle est de forme cylindrique, en acier inoxydable, pour un volume de 157 litres avec un sas. Cette option évite une remise en pression atmosphérique systématique de la chambre lors de l'insertion du substrat. Le gain en temps de pompage et en qualité de vide est alors très appréciable.

2. Le groupe de pompage (repère n°2)

Le pompage est assuré par une pompe primaire (pompe à palette assurant un vide jusqu'à 10^{-3} Torr) de marque **BALZERS** et une pompe cryogénique CTI-Cryogenics de **Helix** permettant d'atteindre une limite ultravide de 10^{-8} Torr (Figure II. 16).

3. La mesure du vide

La mesure du vide est effectuée par une jauge thermique de type "Pirani" pour le sas et par une jauge à ionisation de type « Bayard-Alpert » pour la mesure de la pression dans l'enceinte. Cette dernière prend en compte les pressions inférieures à 10^{-4} Torr (Figure II. 17).

4. Le système de préparation de substrats (décapage)

Le système de décapage des échantillons (ou "dry etching"), dans le bâti, est un canon à ions de marque **IONTECH**. La source fait 3 cm de long, et permet un nettoyage en surface des substrats, avant dépôt, par un bombardement d'ions (par exemple, le retrait d'alumine natif sur une couche d'aluminium avant le dépôt d'un autre matériau).

5. Le porte-substrat

Le porte-substrat est une plaque de cuivre avec des moyens de fixation acceptant des substrats de 3 pouces de diamètre (7,62 cm, avec 1 inch \equiv 2,54 cm). Il présente la particularité d'être en contact avec un système de refroidissement par circulation d'eau. Cette option a été retenue par le laboratoire pour réduire les risques de brûlures des résines des masquages, occasionnées par un échauffement trop important de l'échantillon au cours du dépôt.

6. La mesure des vitesses et épaisseurs de dépôt.

La mesure de l'épaisseur déposée (et, par dérivation, de la vitesse de dépôt) est assurée par un quartz. Le principe de mesure repose sur la variation, en fonction de la masse (et donc de l'épaisseur de matière déposée), de la fréquence d'un cristal piézoélectrique ^[15]. La fréquence propre des quartz nus utilisés au laboratoire central de l'IEMN (i.e. sans matière déposée) est de 6 MHz.

7. La source d'évaporation avec balayage XY

7.a Le canon à électron

Le laboratoire a opté, dans ses bâtis pour des sources dites à « bombardement électronique » à filament de tungstène (ou canon thermionique à Bombardement Electronique - BE -). Cette source permet un contrôle aisé de la vitesse de dépôt par la puissance appliquée. Le filament en tungstène impose une pression maximale de travail autour de 10^{-3} Torr limitant ainsi la dispersion des électrons et les collisions avec les atomes des gaz résiduels. Le filament n'est pas placé en vue ⁵ de la source et les électrons émis par le filament sont défléchis par un électroaimant empêchant ainsi la contamination de la source (Figure II. 23).

Les sources sont installées dans un dispositif comportant jusqu'à six creusets en cuivre ($\lambda_{Cu} = 400. W.m^{-1}.K^{-1}$) refroidi par circulation d'eau. Pour les très bons conducteurs thermiques comme l'argent ($Z_{Ag} = 47$, $\lambda_{Ag} = 419 W.m^{-1}.K^{-1}$), le système de refroidissement associé la conductivité thermique du cuivre peuvent nuire au rendement du dépôt. En effet, lorsque les pertes thermiques par dissipation à travers le creuset sont trop importantes, la vaporisation en est affectée. L'utilisation de "liners" (Figure II. 22) se justifie alors pour éviter des réductions de vitesse d'évaporation.

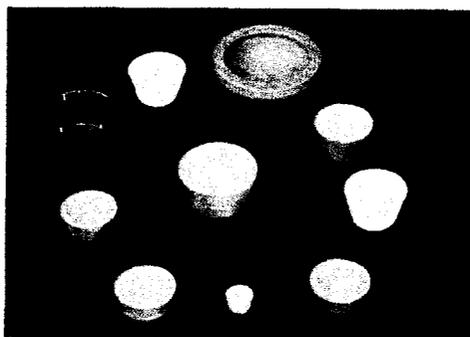


Figure II. 22 : Liners de forme et de matières différentes

⁵ La déflexion subie par le faisceau d'électron permet aussi d'éviter la génération d'arcs électriques.

On appelle « liner » de petits conteneurs de différentes matières s'emboîtant dans les creusets. Ceux utilisés au laboratoire sont en graphite ou en molybdène. Leur utilisation permet aussi d'interchanger les charges d'évaporation facilement en limitant les risques de contamination entre deux matériaux déposés consécutivement dans le même creuset. Ils présentent cependant des inconvénients pour le dépôt de certains matériaux comme l'or ou l'aluminium. On peut, en effet, observer la contamination par du carbone d'une couche d'or déposée si le faisceau d'électrons vient frapper sur le liner en graphite.

Le canon à électrons disponible au laboratoire est équipé d'un système de balayage en XY de la source. Cette option assure une plus grande homogénéité des épaisseurs des couches déposées.

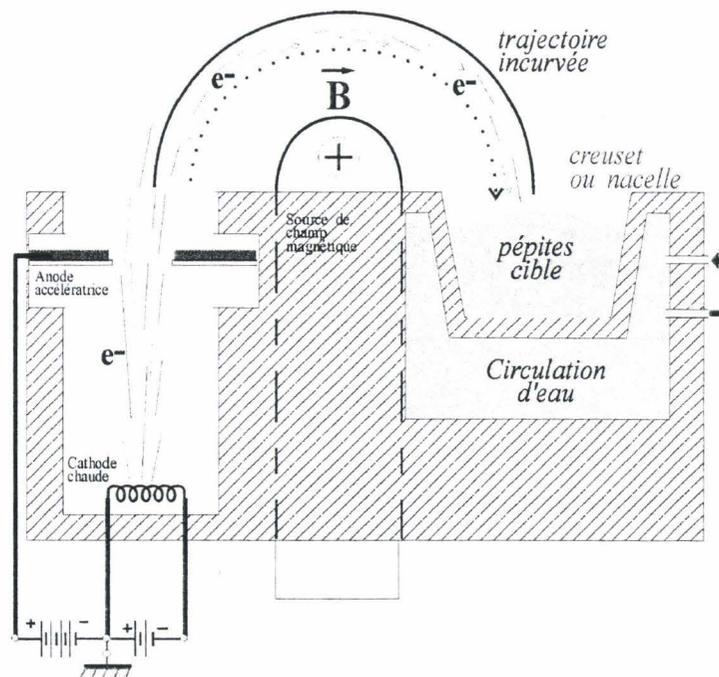


Figure II. 23 : Principe de l'évaporation par canon à électrons

7.b Les autres sources d'évaporation

Il n'existe pas de source universelle d'évaporation. Le choix est motivé par la nature du matériau à déposer, car il peut exister des interactions chimiques, à haute température, entre la source et le creuset contenant le matériau. En pratique, les sources d'évaporation sont classées selon le mode de chauffage utilisé pour évaporer le matériau. Bien que nous ne les ayons que peu mises en œuvre, une présentation succincte d'autres sources d'évaporation couramment utilisées est faite dans le paragraphe suivant.

i) Les sources à effet joule

La fusion et la vaporisation sont assurées par le passage d'un courant dans une résistance directement en contact avec la source. Cette technique très usitée compromet généralement la pureté des dépôts et limite aussi le choix des matériaux. En effet, il peut exister une interaction chimique entre les deux matériaux et le point de fusion de la source doit pouvoir être atteint par ce biais. Les formes les plus utilisées sont illustrées dans la Figure II. 24.

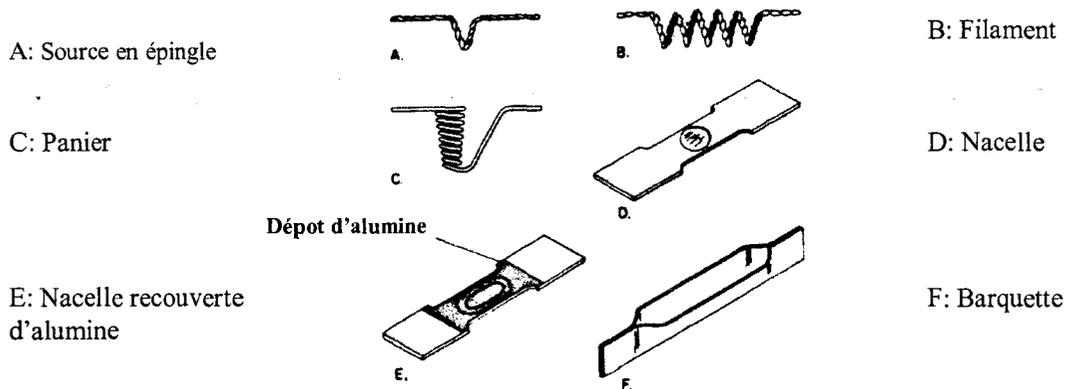


Figure II. 24 : Sources à effet joule ^[13]

ii) Les sources à chauffage indirect

C'est un système similaire aux sources à effet joule. Le matériau est placé dans un creuset en matériau réfractaire. Il est chauffé indirectement par un chauffe-creuset généralement constitué de tantale ou par un filament de tungstène (Figure II. 25).

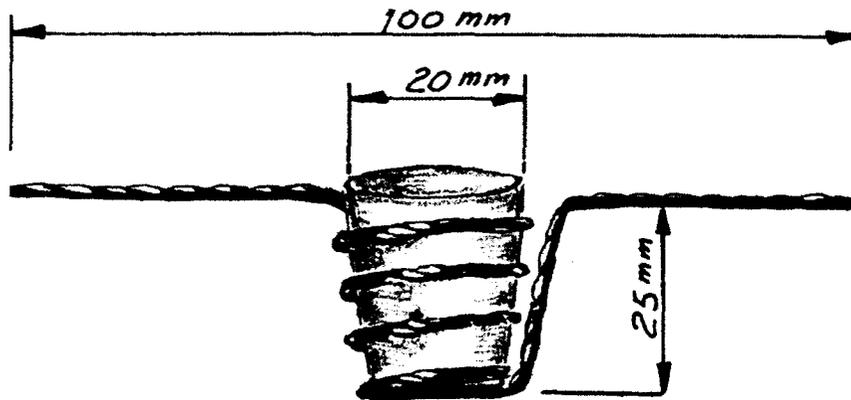


Figure II. 25 : Exemple de creuset pour évaporation par chauffage indirect ^[13]

Les sources à effet Joule présentent l'inconvénient notable d'être limitées en température. Il est difficile, en pratique, de dépasser 1600 °C

iii) Les sources à chauffage par induction

Dans cette configuration, le matériau est disposé dans un creuset réfractaire. La vaporisation est assurée par un couplage haute-fréquence sur le matériau dont le principe est illustré par la Figure II. 26.

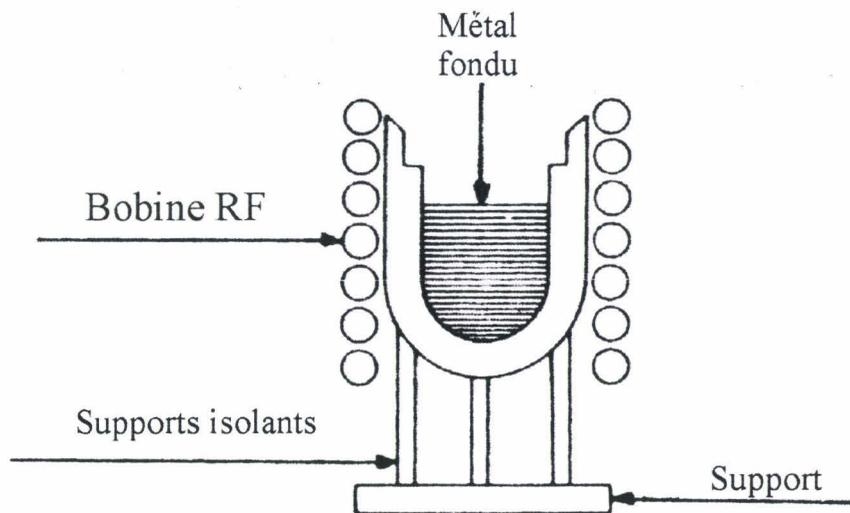


Figure II. 26 : Chauffage de la source par induction ^[14]

Les dépôts par évaporation ne permettent pas de réaliser de façon simple et fiable des dépôts d'alliages ou de matériaux non métalliques. En effet, les températures d'évaporation de chaque constituant étant différentes, le plus volatil des composés se vaporise plus rapidement et nuira au respect de la stœchiométrie de l'alliage de la couche déposée. Ces limitations peuvent être contournées en ayant recours soit à la pulvérisation cathodique présentée dans la section suivante, soit aux méthodes basées sur les dépôts chimiques en phase vapeur C.V.D.

B.I.3 La pulvérisation cathodique

B.I.3.1 Le principe

La pulvérisation cathodique est la méthode de dépôt que nous avons la plus utilisée au cours de notre travail. C'est pourquoi nous en développons les généralités, avant d'aborder la particularité de nos process. Elle a été réalisée observée pour la première fois au milieu du 19^{ème} siècle par Grove (1852) puis Plücker. Ils ont réalisé un dépôt du métal constituant la cathode sur la paroi de verre de tubes à décharge. En 1877, Wright propose d'exploiter ce phénomène pour réaliser industriellement des couches minces. Les faibles rendements et la contamination fréquente des dépôts limitent les applications et provisoirement la viabilité industrielle du procédé. Les évolutions des techniques du vide et des décharges radiofréquences après la seconde guerre mondiale, ont permis de développer l'idée de Wright.

1. Mécanisme de pulvérisation

La pulvérisation est un procédé par lequel un ion primaire (projectile) interagit avec une surface solide (cible). Parmi les différentes hypothèses émises pour expliquer le « sputtering », seules trois émergent sans vraiment être considérées comme entièrement satisfaisantes. Les deux premières émises respectivement par Stark et Von Hippel en 1908, expliquent le phénomène soit par un transfert de moment entre un ion incident et un atome de la cathode soit par un échauffement local provoqué par le projectile entraînant une

vaporisation locale de la cathode. Cette dernière hypothèse suppose une relation linéaire entre la masse de l'élément pulvérisé et l'énergie de l'ion incident ^[14]. La troisième hypothèse, théorie des moments, considérée aujourd'hui comme standard, est due à Wehner vers 1950. Il explique la pulvérisation comme résultant d'un processus dit de « cascade de collisions ». C'est un procédé purement mécanique comparable, à l'échelle atomique, au choc entre des boules de billard.

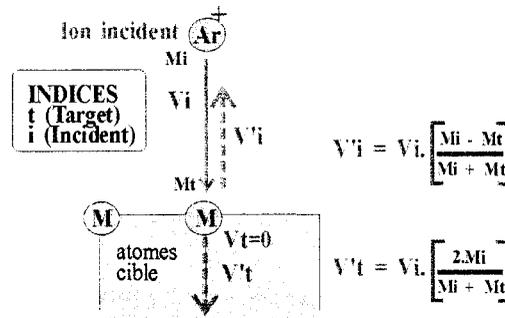


Figure II. 27 : Interaction en incidence normale entre un projectile et un atome de la cible

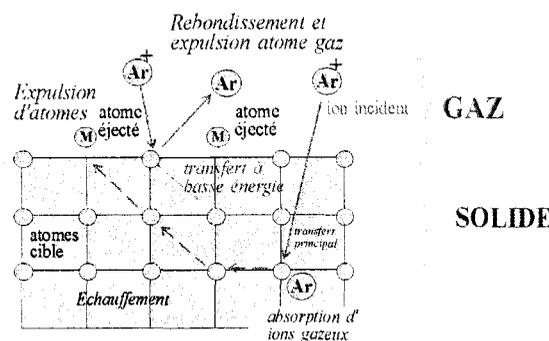
Comme l'illustre la Figure II. 27, un atome de la cible, frappé par un ion ayant une énergie pouvant aller jusqu'à quelques KeV, acquiert de l'énergie et une certaine quantité de mouvement. Le principe de conservation de l'énergie, appliqué à cette configuration, permet de calculer la fraction de l'énergie ϵ transférée à l'atome au cours de la collision.

Un calcul élémentaire montre que ^[24] :

$$\epsilon = \frac{E'}{E} = \frac{4M_i M_t}{(M_i + M_t)^2} \quad (\text{Ø}) \quad \text{Eq. [II.1]}$$

avec : M_i et M_t masse des projectiles incidents et cible respectivement
 E et E' énergie des projectiles incidents et cible respectivement

En fait la fraction énergétique ϵ permet de mettre cet atome en vibration, et ce dernier entre, à son tour, en collision avec d'autres atomes de la cible. Il s'ensuit alors un phénomène de cascade collisionnelle, distribuant l'énergie du projectile incident sur une zone étendue du réseau atomique (Figure II. 28).



Un ion incident entraîne une série de collisions en cascade affectant une profondeur de 10 nm

Figure II. 28 : Cascade de collisions

La condition énergétique de pulvérisation est vérifiée lorsque l'énergie transmise au cours du choc est supérieure au minimum à quatre fois l'énergie de sublimation du matériau cible (typiquement l'énergie de sublimation est comprise entre 2 et 10 eV). Si elle est remplie, on observe alors l'émission de particules issues de la cible. Ces dernières sont éjectées sous forme d'atomes neutres ou excités avec une énergie moyenne de 5 à 40 eV. Pour comparaison l'énergie des atomes évaporés varie entre 0,2 et 0,3 eV.

2. Rendement de pulvérisation

La pulvérisation cathodique est caractérisée par un rendement R défini par la relation :

$$R = \frac{\text{nombre d'atomes éjectés de la cible}}{\text{nombre d'ions incidents}} \quad (\text{Ø}) \quad \text{Eq. [II.2]}$$

Ce paramètre dépend de :

- la masse des ions incidents M_i et de leur énergie E
- la masse des atomes de la cible M_t
- la chaleur de sublimation du matériau U ⁶

Il peut aussi s'écrire :

$$R = Cte \cdot \varepsilon \cdot \frac{E}{U} \alpha \left(\frac{M_i}{M_t} \right) \quad (\text{en incidence normale}) \quad \text{Eq. [II.3]}$$

où α est une fonction quasiment linéaire du rapport des deux masses M_i et M_t , et ε est la fraction d'énergie transférée à l'atome cible.

Cette relation met en évidence la relative indépendance du sputtering vis à vis des propriétés du matériau cible. Le rendement de pulvérisation détermine la vitesse d'érosion⁷ de la cible. Cette grandeur varie avec la nature des projectiles employés, leur énergie et leur angle d'incidence sur la cible. Les projectiles communément utilisés sont des ions créés à partir de gaz nobles, chimiquement inertes (Ar, Kr, Xe, Ne...) ou d'un mélange gazeux réactif^[2,3]. Les ions lourds (comme Xe et Kr, Figure II. 29) présentent les meilleurs rendements de pulvérisation mais sont aussi les plus onéreux. On leur préfère en général l'argon, gaz neutre, présent dans l'air et moins coûteux. Son nombre de masse ($A=40$) est du même ordre de grandeur que celui des métaux couramment pulvérisés ($A_{Al}=27$ ou $A_{Fe}=56$).

⁶ Ceci à la différence des procédés chimiques ou thermiques qui eux sont fonction d'une énergie d'activation

⁷ La vitesse de pulvérisation est liée à la vitesse de dépôt mais il ne faut pas les confondre. La vitesse de pulvérisation exprime le nombre d'atomes de la cible éjectés par unité de temps, alors que la vitesse de dépôt rend compte de la rapidité de la croissance du film à déposer sur le substrat, exprimée en nm s⁻¹

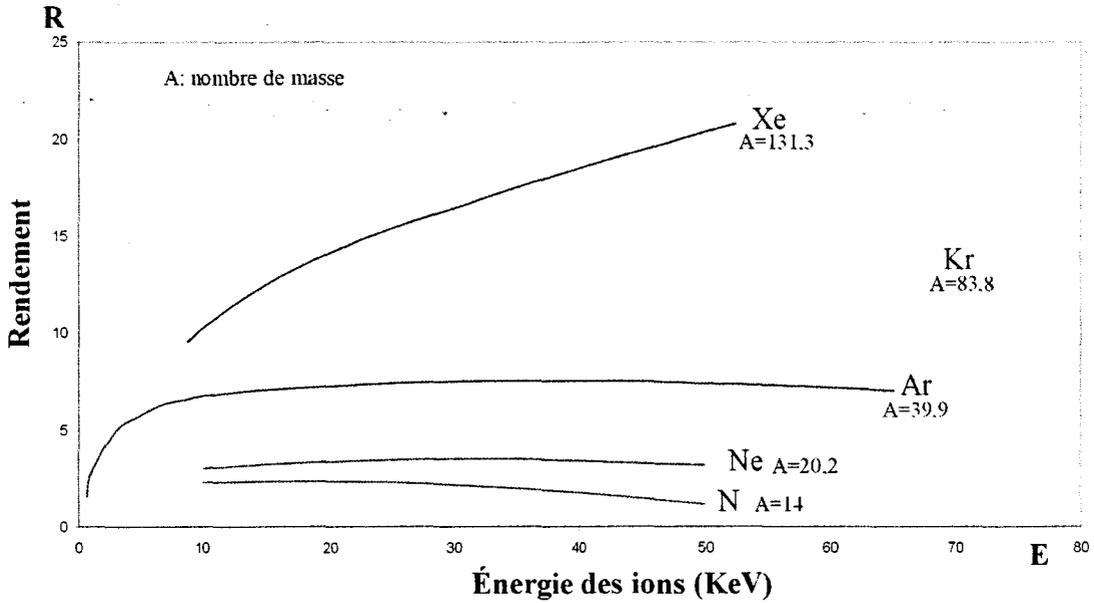


Figure II. 29 : Rendement de pulvérisation en fonction de la nature et de l'énergie des ions

Il existe un seuil d'énergie (environ 100 eV) en dessous duquel il n'y a pas de pulvérisation. La Figure II. 30 illustrant la variation du rendement (R) avec l'énergie des ions incidents met en évidence cette propriété.

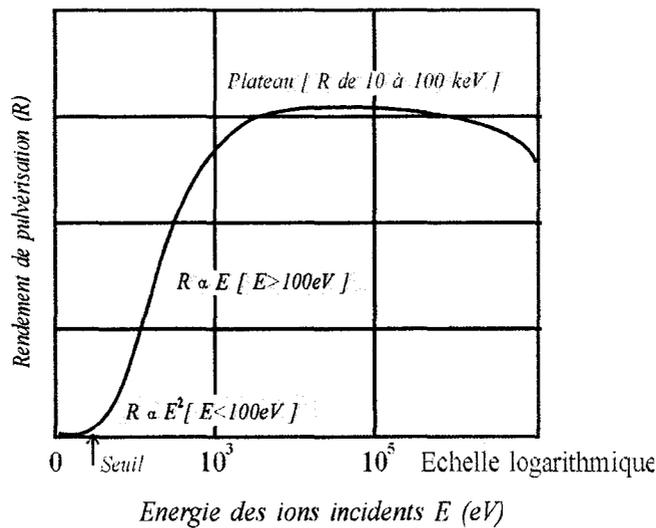


Figure II. 30 : Evolution du rendement en fonction de l'énergie des ions incidents

La figure montre aussi qu'aux énergies élevées ($E > 50$ KeV), le rendement diminue car les ions incidents peuvent s'implanter sous la surface de la cible du fait de leur énergie.

L'influence de la cible sur le rendement de pulvérisation se manifeste au travers de deux aspects :

- la nature du matériau par le biais du numéro atomique Z. Plus la taille des projectiles est proche de celle des atomes de la cible, meilleur sera le rendement.
- l'aspect plus ou moins rugueux de l'état de surface. Un état de surface plus rugueux permettra de meilleures performances qu'un état de surface lisse pour un même angle d'incidence. Anderson et Bay ^[14] ont étudié l'influence de l'angle d'incidence sur le rendement et leurs résultats sont illustrés dans la Figure II. 31.

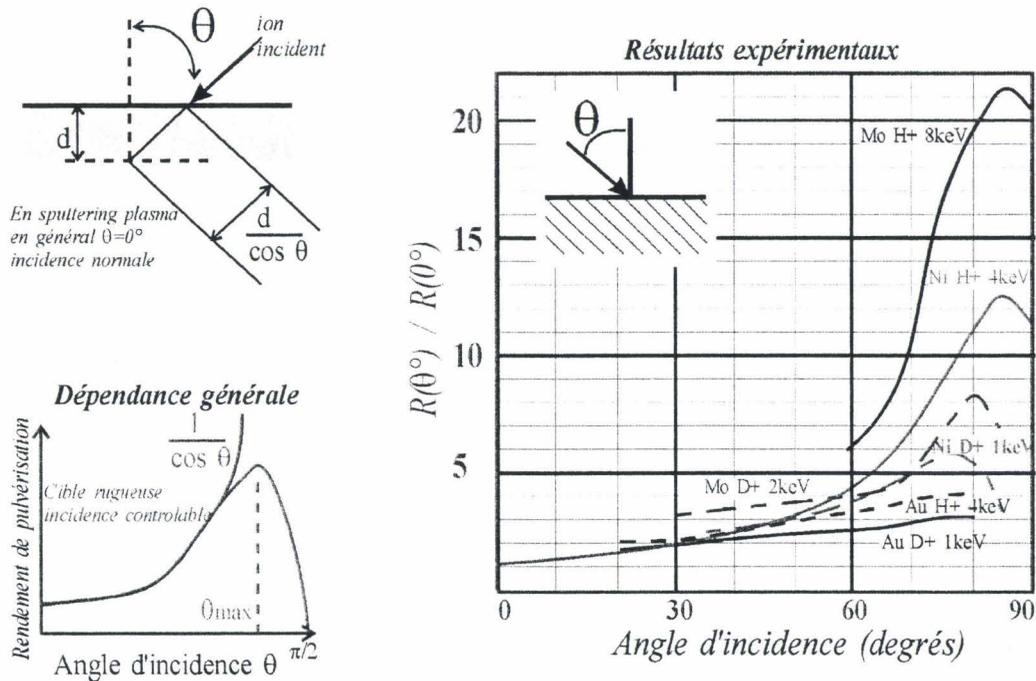


Figure II. 31 : Rendement de pulvérisation en fonction de l'angle d'incidence

Comme l'indique la figure précédente, l'angle d'incidence des projectiles n'a que très peu d'influence sur ce paramètre pour les matériaux à haut rendement. L'angle moyen d'incidence des projectiles sur la cible est considéré comme étant nul, $\theta = 0^\circ$, dans le cadre des réalisations pratiques⁸.

B.I.3.2 Pulvérisation en mode Direct Current (DC) et en mode radiofréquence (RF)

1. Pulvérisation DC

1.a Plasma

La réalisation pratique de la pulvérisation cathodique requiert la génération d'un plasma créé à partir d'argon.

⁸ Ce choix s'explique par le fait qu'il est plus facile et moins contraignant de placer le substrat et la cible en vis-à-vis afin de faciliter le transport des espèces pulvérisées. Cette configuration correspond à $\theta = 0^\circ$ selon la référence introduite sur la Figure II. 31.

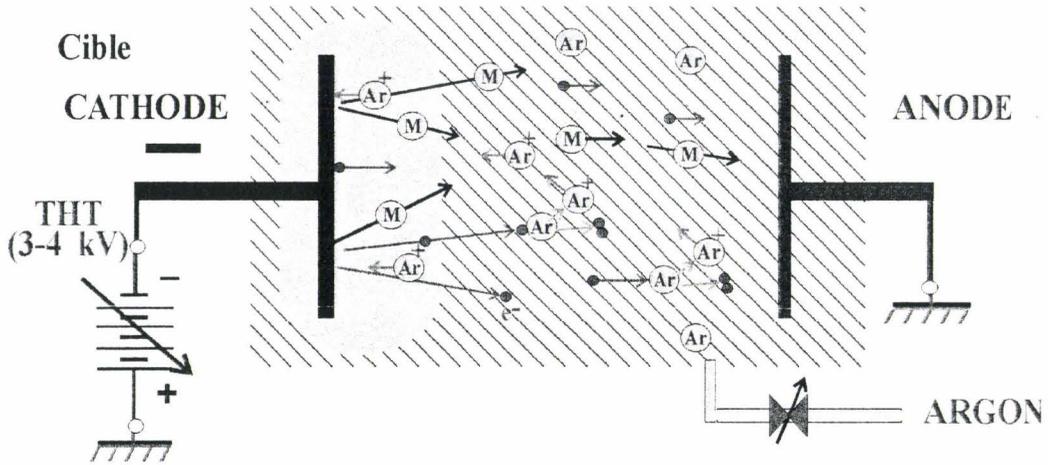


Figure II. 32 : La pulvérisation cathodique

Le plasma est un gaz, globalement électriquement ⁹ neutre, constitué à la fois d'espèces neutres et excitées, comprenant tout ou partie des particules suivantes (Figure II. 32) :

- électrons,
- cations,
- anions,
- atomes,
- molécules.

Ce milieu se définit notamment par son taux d'ionisation. Il exprime le pourcentage des espèces originales du gaz (atomes et molécules) ionisées. Les plasmas « faiblement ionisés » ont un taux inférieur à l'unité. La majorité des particules présentes est alors neutre. On retrouve la configuration opposée dans les plasmas dits « pleinement ionisés » ; les particules neutres y sont presque inexistantes.

Les électrons jouent un rôle important dans la physique de ce type d'environnement. En effet, les ions présents dans un plasma sont formés principalement par bombardement électronique. On caractérise leur présence par la densité électronique et la distribution de l'énergie conformément à la statistique de Boltzmann ^[22]. Les électrons ont une distribution maxwellienne et la fonction de normalisation de l'énergie s'écrit :

$$f(\varepsilon) = 2 \sqrt{\frac{\varepsilon}{\pi(kT)^3}} \exp(-\varepsilon/kT) \quad \text{avec} \quad \int f(\varepsilon) d\varepsilon = 1 \quad \text{Eq. [II.4]}$$

où $\varepsilon = \frac{1}{2} m v^2$ énergie d'un électron, k constante de Boltzmann et T la température en Kelvin.

L'énergie moyenne de l'électron s'écrit donc :

$$\int \varepsilon f(\varepsilon) d\varepsilon = \frac{3}{2} kT \quad (\text{J ou eV})^{10} \quad \text{Eq. [II.5]}$$

⁹ Tout déséquilibre de charges ferait apparaître un champ électrique tendant à déplacer les charges pour éliminer ce déséquilibre.

Les plasmas pour les dépôts en couche mince ont des densités électroniques allant de 10^9 à 10^{12} électrons par cm^3 . Leurs énergies moyennes sont comprises entre 1 et 10 eV. Ces plasmas présentent typiquement des taux d'ionisation variant de 10^{-6} pour les décharges DC à près de 0,3 pour les sources " Electron Cyclotron Resonance " (E.C.R) ^[13].

1.b Pulvérisation DC (Direct Current)

Pour créer et entretenir un plasma, il faut disposer d'une source d'énergie pour produire l'ionisation recherchée. De plus, à l'équilibre, le taux d'ionisation doit équilibrer les pertes d'ions et d'électrons par recombinaison, diffusion ou convection dans le volume de plasma.

Les plasmas amorcés et entretenus par un champ électrique DC et radiofréquence normalisée à 13,56 Mhz¹¹ sont décrits en regard des caractéristiques de l'appareil utilisé durant nos travaux (bâti Plassys MP450 S).

1.c Phénomène d'amorçage en tension continue

La création et la projection d'ions sur une cible sont obtenues à partir d'un plasma dans un système diode composé d'une cathode (cible) et d'une anode (le porte substrat). La Figure II. 33 présente une enceinte avec deux électrodes planes reliées à une alimentation DC délivrant une tension V via la résistance R.

On y introduit un gaz inerte de manière contrôlée jusqu'à une pression d'environ 30 mTorr (4 Pa).

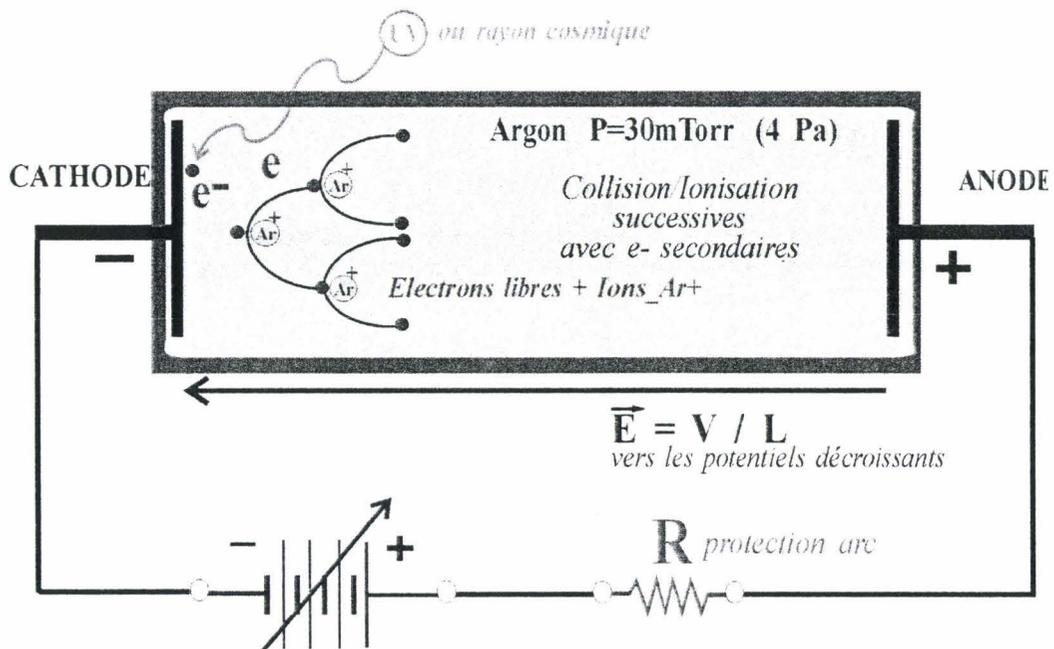


Figure II. 33 : Phénomène d'amorçage DC

¹⁰ Théorème d'équipartition de l'énergie. L'énergie de l'électron est liée à la température du plasma. Voir aussi annexe 2 sur la pression

¹¹ Ces plasmas sont aussi appelés décharges "électriques", "gazeuses" ou "luminescentes".

Un électron libre, formé près de la cathode (par un rayonnement UV par exemple), est accéléré vers l'anode. Si la distance entre les deux pôles électriques est suffisante (au minimum 3 à 4 libres parcours), cet électron va provoquer par des chocs inélastiques avec les atomes du gaz, l'ionisation de l'argon. Les ions ainsi formés vont eux aussi être accélérés, et provoquer, par collision avec la cible, l'émission d'électrons secondaires qui entretiendront le phénomène.

Paschen a établi ^[13] une relation entre la distance entre les électrodes, la pression et l'ionisation ; elle est synthétisée dans la relation:

$$V_{br} = A \frac{L.P}{C + \ln(L.P)} \quad (V) \quad \text{Eq. [II.6]}$$

où A et C sont des constantes, L la longueur entre les électrodes et P la pression de l'enceinte. Cette loi montre (Figure II. 34) l'existence d'un minimum de tension permettant le phénomène d'amorçage : le minimum de Paschen. Il est fonction uniquement du produit L.P (en Torr.cm). Une application importante de la notion d'amorçage est la réalisation d'écrans mis au potentiel de masse pour empêcher la formation de plasma sur les côtés et à l'arrière des électrodes. Ces écrans doivent remplir la condition

$$V_{scr} < V_{br}(PL_{scr}) \quad \text{Eq. [II.7]}$$

avec :

- V_{scr} : tension maximale de décharge de l'écran
- V_{br} : tension d'amorçage pour le gaz utilisé
- L_{scr} : distance entre l'électrode polarisée, l'écran et P la pression.

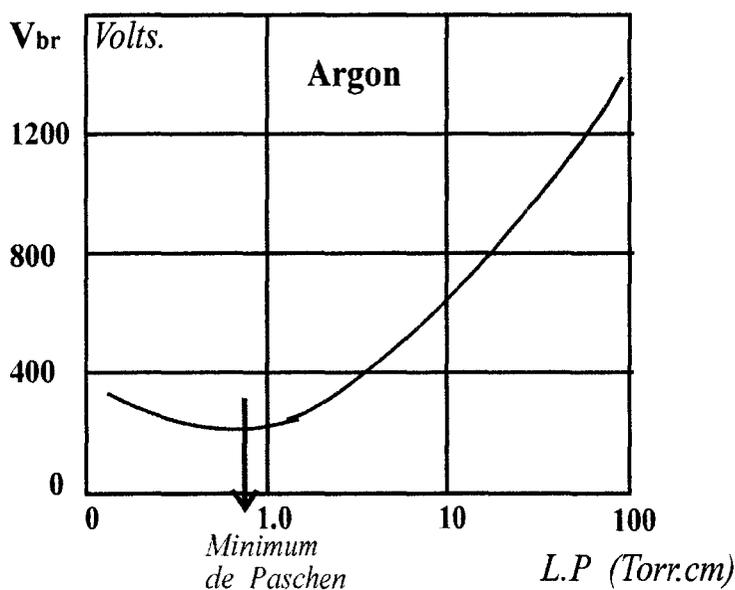


Figure II. 34 : Minimum de Paschen

.1.d Décharges luminescentes DC

Une décharge luminescente en courant continu est composée des différents domaines illustrés sur la Figure II. 35 :

- la gaine cathodique ¹² : c'est une zone de charge d'espace où la conduction est assurée par les ions. Des électrons sont émis par la cathode soit par thermo-émission, soit par bombardement ionique et sont accélérés vers le plasma.
- la zone de luminescence négative : les électrons accélérés dans la gaine cathodique relaxent leur énergie par collision avec les particules neutres en les ionisant ou en les excitant.
- l'espace sombre de Faraday : les électrons s'y trouvant ont perdu de l'énergie mais ne sont pas en équilibre avec le champ électrique local.
- la lueur de la colonne positive : l'ionisation y est assurée par des électrons thermalisés et s'accompagne d'une forte émission lumineuse.
- la lueur anodique : c'est une zone de charge d'espace où la conduction est assurée par les électrons.

¹² Cette zone s'appelle aussi « espace sombre de cathode » et est associée à un champ électrique très important.

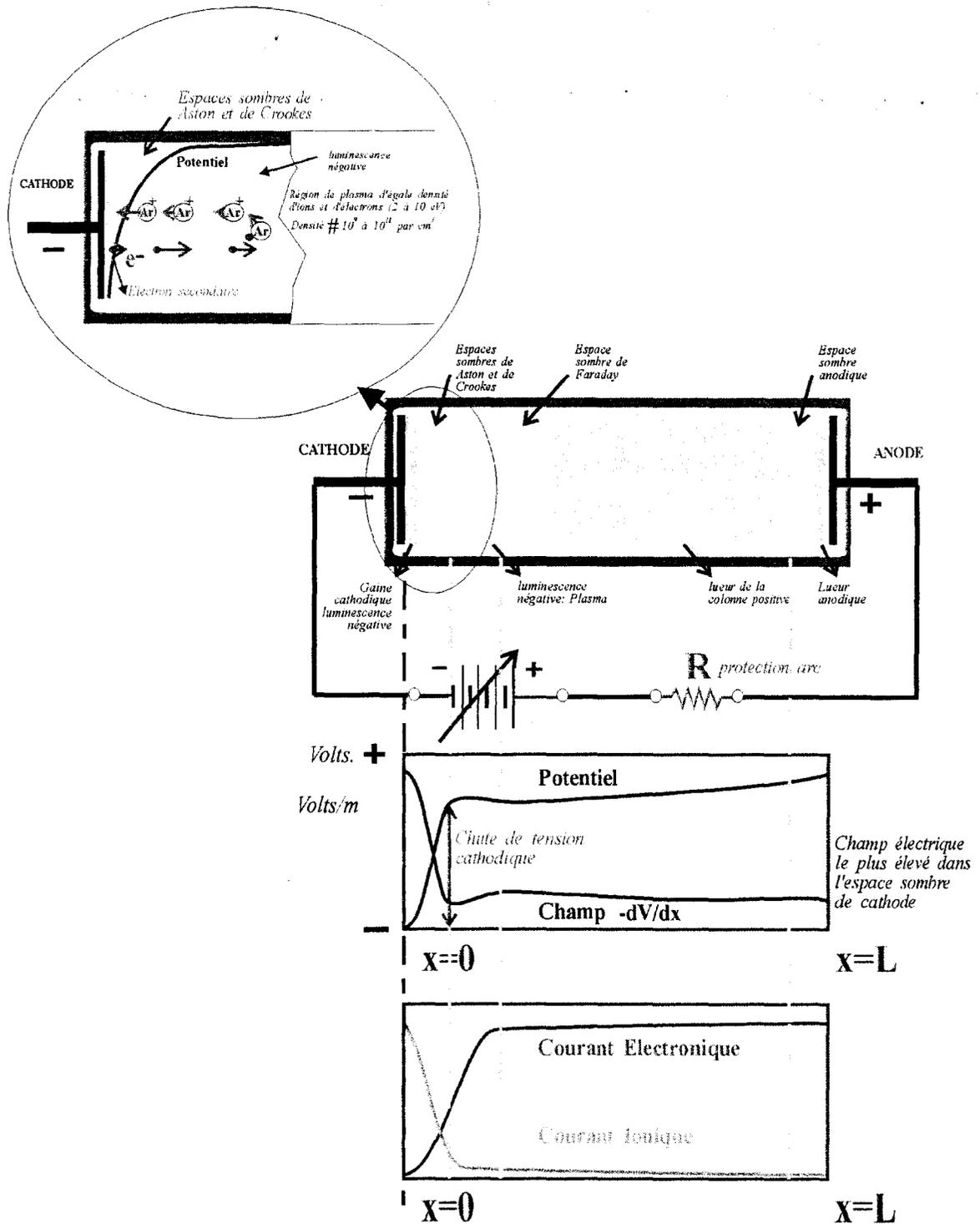


Figure II. 35 : Décharge lumineuse en courant continu (DC)

Le domaine de la décharge DC est constitué de la combinaison de la surface de la cathode, de la gaine cathodique et de la zone négative de luminescence. Les ions créés dans la gaine cathodique et la zone négative luminescente sont accélérés par le champ électrique inter électrodes vers la cathode. Ils impactent en pulvérisant les atomes superficiels. Ces derniers sont éjectés simultanément avec une émission d'électrons secondaires. Ces électrons sont accélérés, en sens opposé, par le champ électrique présent dans l'espace sombre puis rentrent dans le plasma où ils entretiennent l'ionisation.

Les domaines appelés "espace sombre (de Faraday)" et "colonne ionisée positive" (Figure II. 35) n'existent pas systématiquement. Lorsque cet espace existe, les électrons y sont chauffés par le champ électrique local avant de pénétrer dans le plasma. Cet apport d'énergie permet ensuite d'équilibrer l'ionisation et la perte de particules chargées en augmentant la probabilité de collision dans le plasma. La colonne positive peut être longue, courte, ou totalement absente ; elle ne sert qu'à connecter électriquement l'anode au reste de la décharge. Sa longueur diminue (et peut même disparaître complètement) avec la pression d'enceinte ou/et la longueur de la décharge (le plasma).

La Figure II. 36 illustre un exemple de module de pulvérisation DC à diode planaire ainsi que quelques paramètres types.

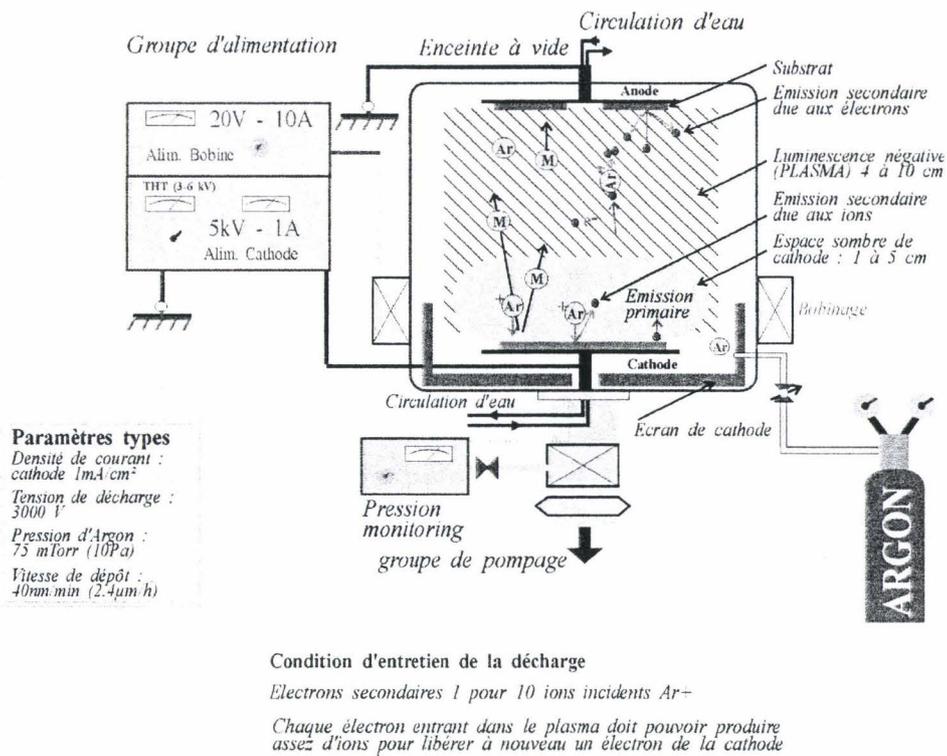


Figure II. 36 : Exemple de module de pulvérisation à diode planaire DC

Dans cette configuration, la quasi-totalité de la puissance électrique est destinée à accélérer des ions au travers de la gaine cathodique, et apparaît sous la forme d'un échauffement de la cible au cours des collisions entre les ions et la cathode. Ce type de décharge est considéré comme un générateur de plasma plutôt inefficace avec un coefficient d'émission d'électrons secondaires faible (typiquement $0,1^{13}$).

La nécessité de conduction des courants électriques constitue une limitation importante empêchant l'emploi de matériaux isolants pour des éléments présents dans l'enceinte de dépôt (les cibles et certains substrats). En effet, la présence d'isolants empêche le passage des courants ou rend la décharge instable et incontrôlable suite à la charge électrique du matériau. Pour pallier cette difficulté, il est possible de recourir à une décharge luminescente en haute fréquence assistée par magnétron.

¹³ C'est-à-dire 1 électron secondaire émis pour 10 ions incidents sur la cible

2. Pulvérisation magnéton radiofréquence

2.a Décharge lumineuse en haute fréquence

La décharge lumineuse dans une enceinte sous vide est assurée par un générateur alternatif et présente plusieurs caractéristiques communes à la décharge DC. Ceci inclut la formation des gaines (Figure II. 35) dans lesquelles les particules ionisées sont accélérées. Aux basses fréquences, les ions peuvent suivre les variations du champ électrique et la décharge se comporte de façon très similaire à une décharge DC. La fréquence la plus usitée est 13,56 MHz, fréquence dite « industrielle », car elle n'interfère pas avec le fonctionnement normal des systèmes de communication radioélectriques. Avec ce type d'alimentation, les ions dans le plasma n'arrivent pas à suivre, contrairement aux électrons, les variations rapides du champ électrique dans les zones de gaines, du fait d'une plus grande inertie. Cette différence de comportement entre les ions et les électrons permet de voir le plasma comme une diode redresseuse de mauvaise qualité présentant une résistance plus importante au passage du courant ionique qu'au courant électronique (Figure II. 37(b)).

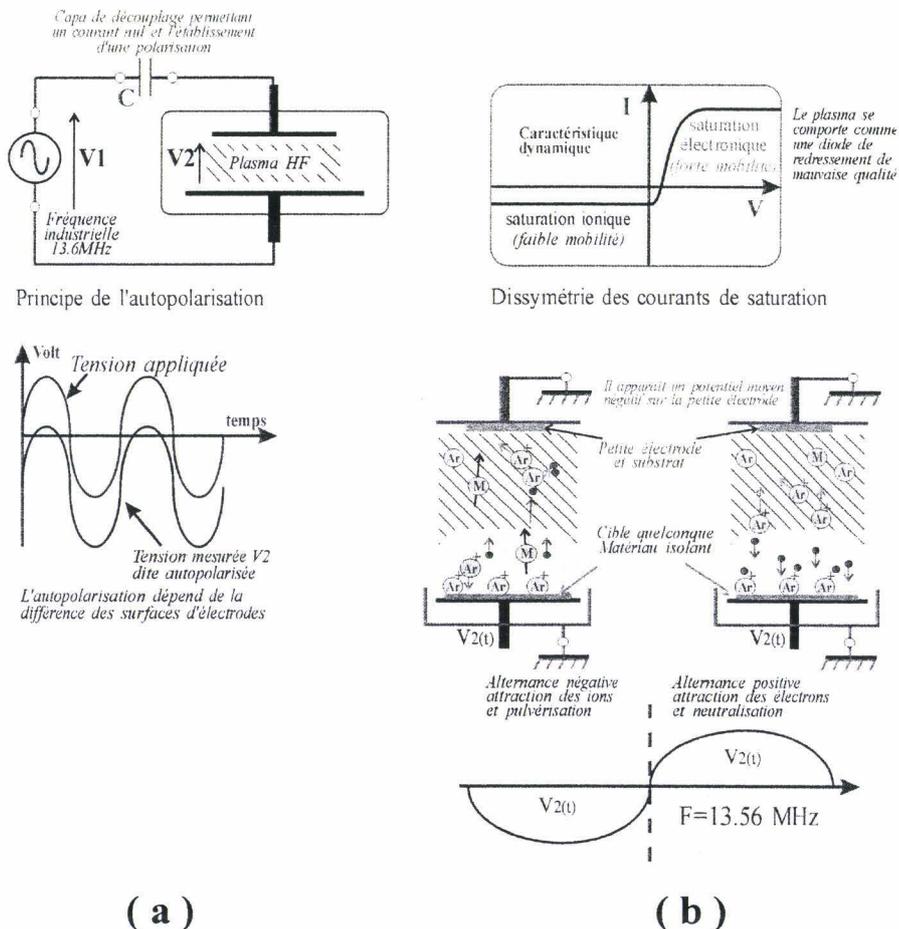


Figure II. 37 : Inertie des ions et décharge HF

Lorsque les électrodes sont de tailles différentes, cette différence de comportement des particules ionisées aux variations du champ électrique engendre une tension d'autopolarisation. Cette tension crée un potentiel moyen négatif sur la plus petite électrode et

les ions sont alors accélérés par la différence entre le potentiel moyen du plasma et le potentiel moyen d'autopolarisation.

Remarque :

L'énergie des ions augmente généralement avec la diminution de la fréquence et/ou de la pression du gaz. Cet effet est important pour optimiser les paramètres de dépôt.

La décharge en régime variable HF présente un intérêt parce que :

- la cible n'a pas besoin d'être chauffée (tout comme en sputtering DC)
- le champ HF permet le maintien de la décharge électrique dans des conditions de vide allant de 0,5 à 10^{-3} Torr
- à 13,56 MHz l'impédance de la cible est adaptable sous le standard de 50Ω (Figure II. 38)

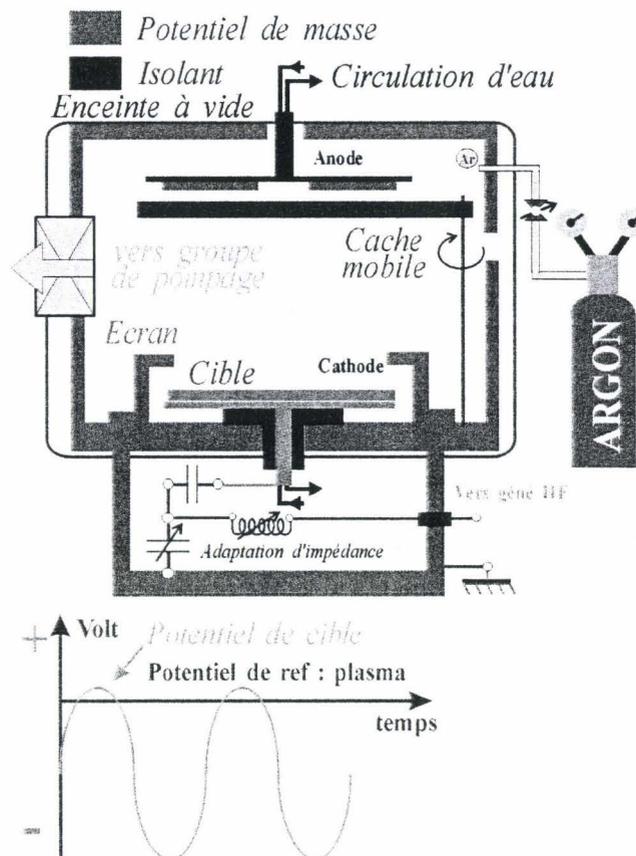


Figure II. 38 : Module de pulvérisation HF de type diode planaire

2.b Cathode magnétron

La principale limitation des deux méthodes de pulvérisation présentées jusqu'ici sont leurs faibles vitesses de dépôt et la difficulté de l'emploi de matériaux diélectriques (en pulvérisation DC par exemple). L'emploi d'une cathode magnétron permet de pallier ces inconvénients pour les cibles non magnétiques. En effet, un gaz ionisé soumis à un champ

magnétique de quelques Gauss¹⁴ voit sa densité électronique augmenter dans tout le volume baigné par ce champ. Ce phénomène est lié à « l'effet cyclotron ». En pratique, le champ magnétique est concentré au voisinage de la cible et orienté parallèlement à la surface bombardée par les ions (Figure II. 39). Les trajectoires des électrons s'enroulent autour des lignes de champ augmentant ainsi les probabilités d'ionisation par chocs au voisinage de la cible.

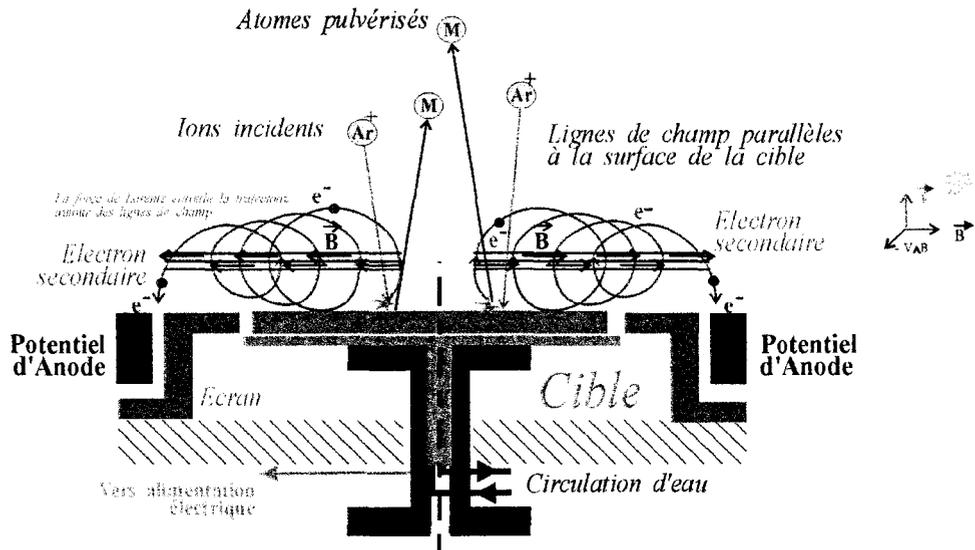


Figure II. 39 : Principe de la cathode magnétron

Les électrons secondaires, émis sous l'effet de l'impact des ions, augmentent alors considérablement la densité ionique dans la zone de plasma située au voisinage de la cible. Cette augmentation permet une plus grande ionisation du gaz, et conduit par la suite à un meilleur rendement de pulvérisation que celui obtenu, dans les mêmes conditions, en sputtering standard en l'absence de champ magnétique (Tableau II. 8).

Matériau	Vitesse de dépôt sans magnétron µm/heure	Vitesse de dépôt sans magnétron µm/heure
Ti	3	25
Cr	6	50
Cu	10	72

Tableau II. 8: Vitesses de dépôt en l'absence et en présence de magnétron

En moyenne, la vitesse de dépôt est améliorée d'un facteur 5 à 20 par rapport au "sputtering" DC, et de 3 par rapport à la technique RF. Dans un bâti utilisant une cathode magnétron en conformation plane (comme celui de la Figure II. 40), le champ magnétique est assuré par un aimant permanent circulaire disposé derrière la plaque porte-cible. Le diamètre de ces magnétites peut varier de 75 mm à 250 mm, voire plus dans l'industrie.

¹⁴ 1 Gauss = 10⁻⁴ T

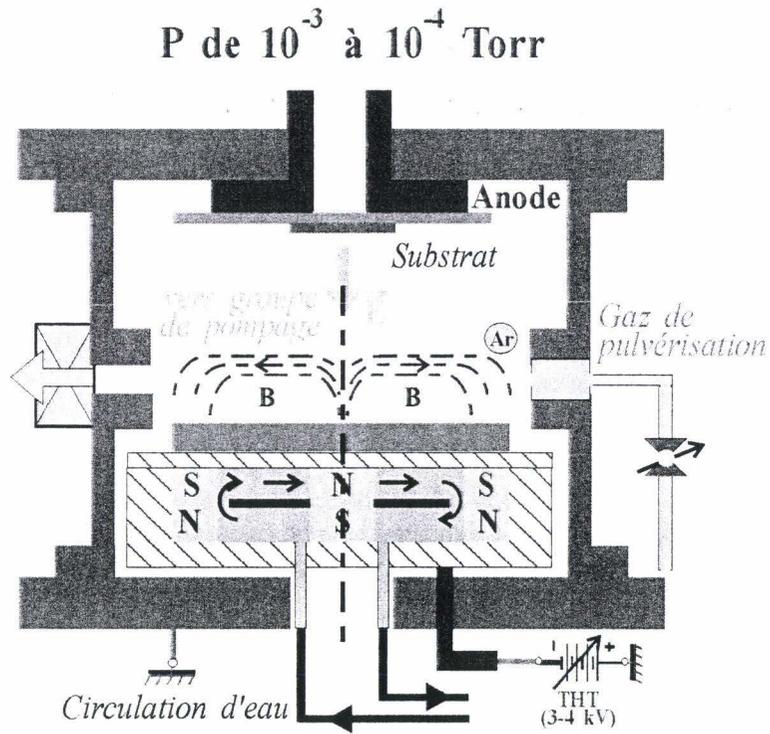


Figure II. 40 : Bâti à conformation plane

B.I.3.3 L'appareil de pulvérisation cathodique

Les dépôts par pulvérisation cathodique caractérisant l'essentiel de nos réalisations, ont été effectués avec le bâti modèle MP450S de la société Plassys.

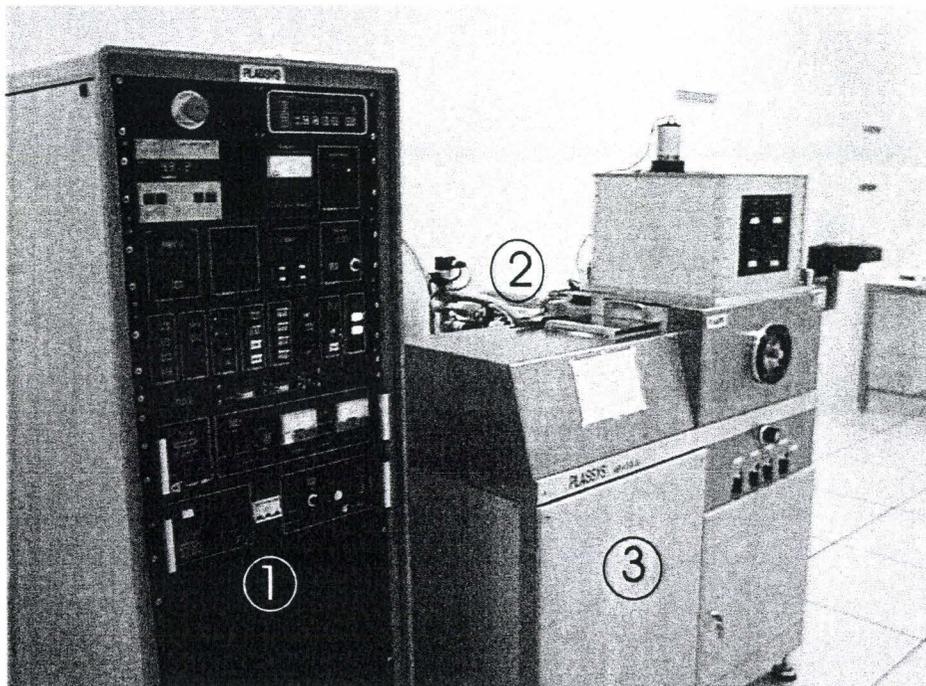


Figure II. 41 : Vue d'ensemble du bâti de pulvérisation Plassys MP450S

Cet appareil de "sputtering" permet d'effectuer des dépôts en mode RF et DC. Le gaz utilisé pour générer le plasma est l'argon. Cette unité est composée d'un panneau de commande (Figure II. 41, *repère 1*), d'un groupe de pompage (Figure II. 41, *repère 2*) et d'une enceinte sous vide munie d'un sas (Figure II. 41, *repère 3*). L'illustration des différentes étapes de réalisation d'un dépôt RF magnétron à partir d'une cible de constantan sera utilisée pour décrire les principales caractéristiques de ce bâti.

1. Introduction de l'échantillon dans le sas

L'introduction de l'échantillon dans l'enceinte de dépôt se fait par un sas afin d'éviter la rupture complète du vide dans la chambre principale lors de l'introduction des substrats. Une continuité dans la qualité du vide est ainsi maintenue, permettant une réduction du temps de pompage (typiquement, dix minutes pour passer de $6,5 \cdot 10^{-5}$ à $7 \cdot 10^{-7}$ mBar).

Le substrat est fixé sur le porte-échantillon (Figure II. 43) dont la nature cuivrée homogénéise la chaleur sur le substrat, minimisant les éventuelles contraintes liées aux gradients thermiques. Après la (ré)introduction du support dans le sas, le vide y est généré grâce à une pompe primaire (pompe à palette assurant un vide jusque 10^{-3} Torr) **Balzers**. Le bâti est muni d'une sécurité n'autorisant le transfert de l'échantillon dans l'enceinte de dépôt que lorsque la pression dans le sas atteint le seuil de 10 Pa (0,075 Torr) afin d'éviter des variations de pression trop brutales, susceptibles d'endommager le bâti. Le transfert dans la chambre de dépôt s'effectue alors à l'aide du bras coulissant actionné depuis la console (Figure II. 42).

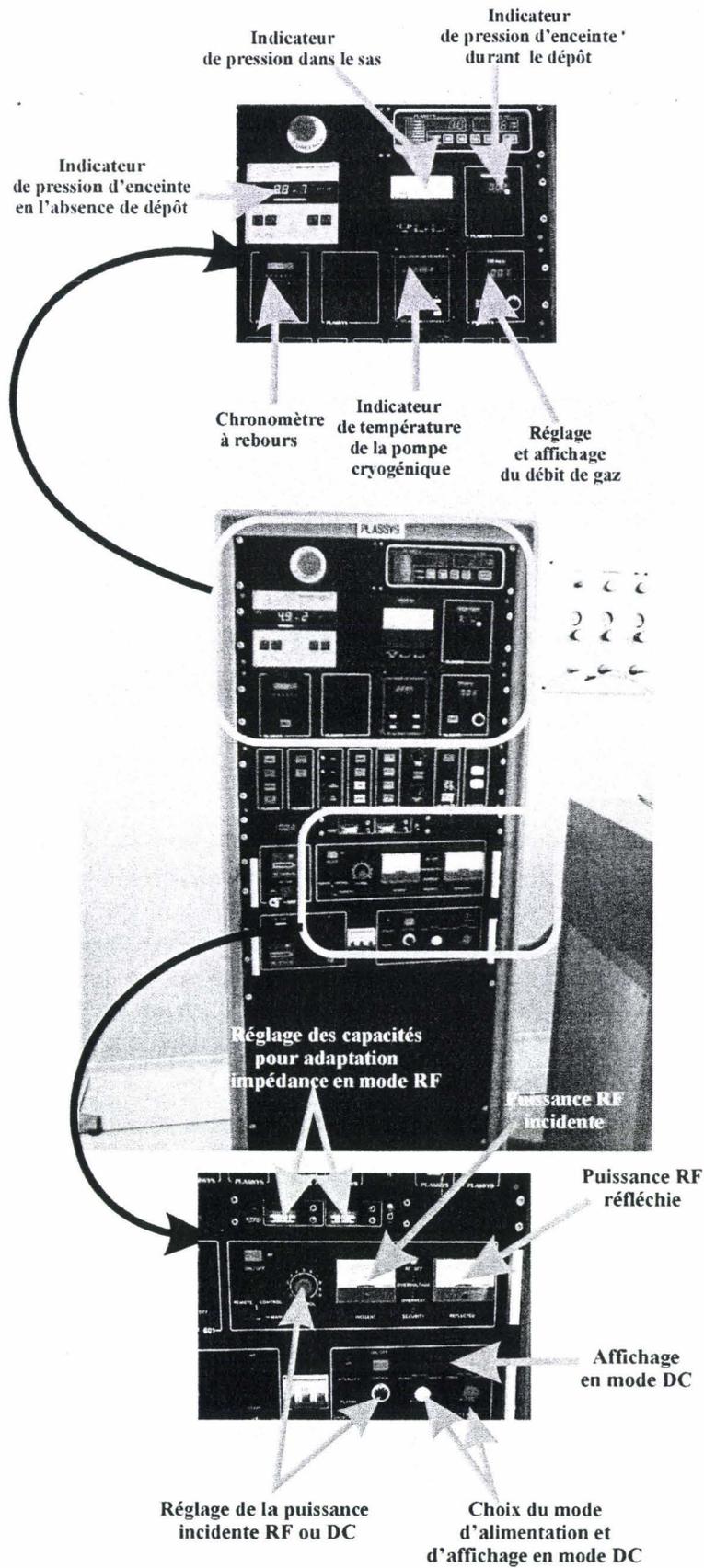


Figure II. 42 : Console du bâti Plassys.

Au retour du bras, et après rupture de la communication avec le sas, le pompage dans l'enceinte est assuré automatiquement par une pompe cryogénique **CTI-Cryogenics de Helix Corp** permettant d'atteindre un vide limite de 4.10^{-8} Torr. La pression avant dépôt apparaît alors sur l'un des afficheurs de la console (Figure II. 42).

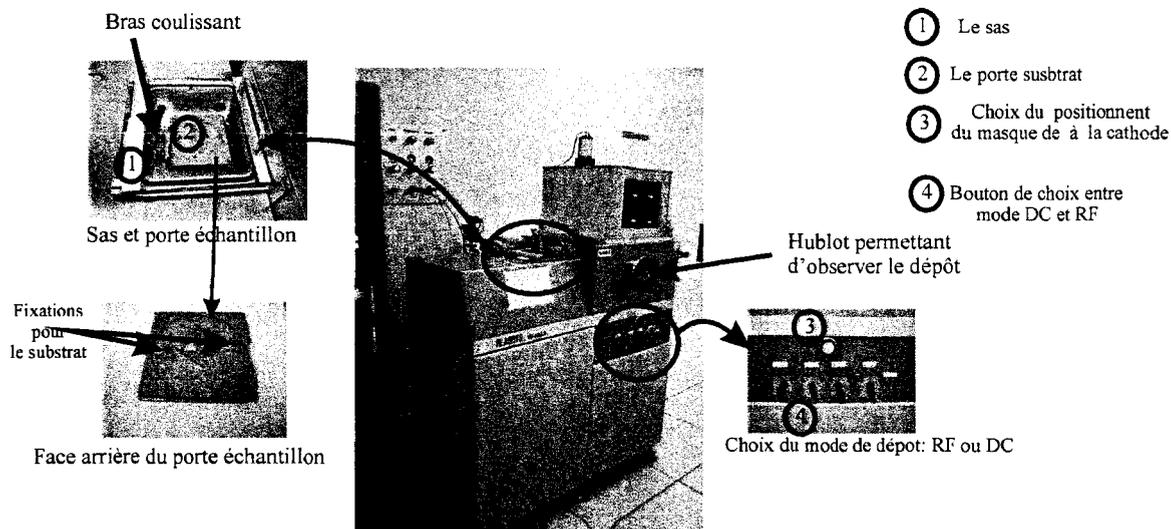


Figure II. 43 : Bloc de dépôt du bâti Plassys

2. Enceinte de dépôt

L'enceinte de dépôt comporte quatre cibles (Figure II. 44): trois cibles (notées respectivement #2, #3 et #4) de 4 pouces de diamètre (soit 10,24 cm avec 1 inch \equiv 2,54 cm), et une autre (notée #1) de 2 pouces de diamètre (soit 5,12 cm). Les cibles de quatre pouces sont affectées d'un magnétron amovible (Figure II. 45) contrairement à celle de deux pouces inamovibles. Les cibles 1, 2 et 3 permettent de déposer en mode RF ou DC, et la cible 4 autorise, outre les dépôts RF, l'inversion de polarisation. Cette option inverse le sens normal de parcours des ions dans la chambre et permet, éventuellement, de décaper la surface afin d'éliminer les constituants contaminateurs avant le dépôt.

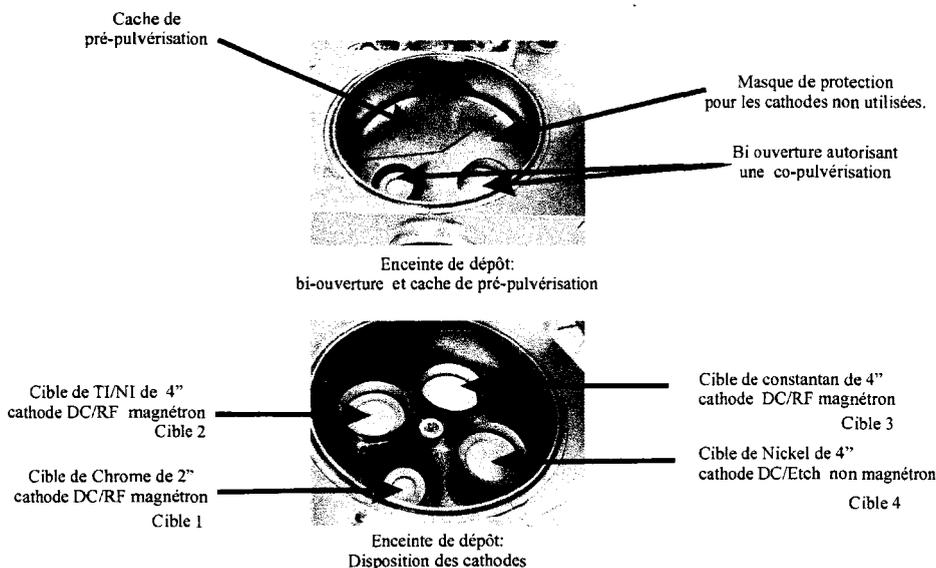


Figure II. 44 : Enceinte de dépôt Plassys

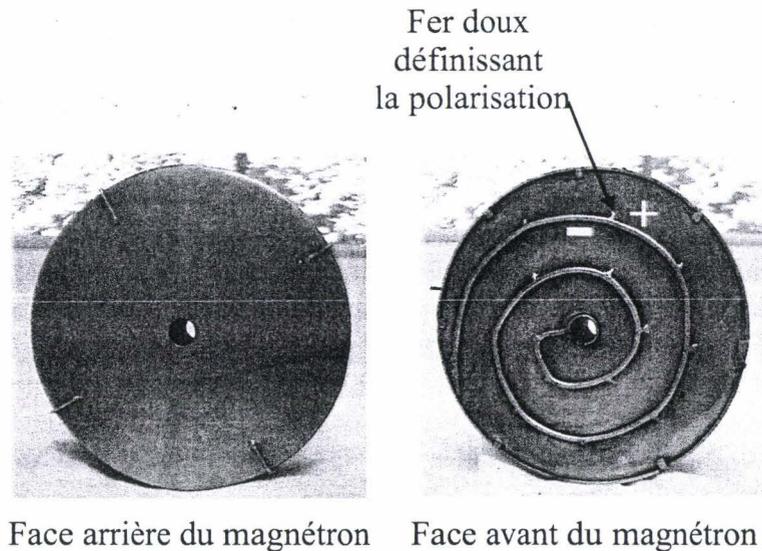


Figure II. 45 : Magnétron

3. Choix du mode de dépôt et procédure de dépôt

Le choix de la cathode et du mode de dépôt (RF ou DC) est piloté depuis la console et sur la face avant de l'enceinte de dépôt (Figure II. 43, repère 4). Le cache « pré-pulvérisation » situé entre la cible de constantan et le substrat est ajusté manuellement (Figure II. 43, repère 3). Après la mise sous tension de l'alimentation du bloc RF, une faible puissance (de l'ordre de 30 à 50 Watt) est appliquée entre la cathode et l'anode et le débit d'argon est ajusté. Le mode automatique du réglage des capacités permet l'auto adaptation d'impédance afin de minimiser la puissance RF réfléchiée qui peut endommager la cathode. Ce réglage terminé, la puissance de travail et le temps de dépôt sont fixés. Une pré-pulvérisation de trois minutes nettoie la cible avant le dépôt. A ce stade, le débit et la puissance de travail sont alors réglés strictement. Pour l'alliage constantan, ces réglages sont : un débit de 30 sccm¹⁵ et une puissance de 350 W correspondant peu ou prou à une usure de 300 nm de matière pour la durée de la pré-pulvérisation. L'ouverture du cache de pré-pulvérisation déclenche un compteur de durée du dépôt et la circulation d'eau dans les supports de la cathode et de l'anode. Le processus de dépôt s'interrompt au temps déterminé, et la circulation d'eau continue uniquement dans l'anode. Le substrat est alors refroidi pendant quelques minutes avant de pouvoir être sorti du bâti.

Remarque :

Le dépôt peut, le cas échéant, être précédé d'un décapage superficiel de l'échantillon (etching) en exploitant la possibilité d'inversion de polarité de la cible 4, comme indiqué précédemment.

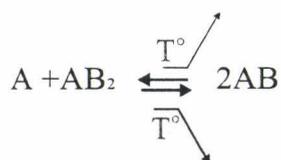
¹⁵ Sccm unité anglo-saxonne de débit défini comme $1 \text{ sccm} \equiv 1 \text{ cm}^3 \text{ s}^{-1}$

B.I.4 Dépôt par Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition, P.E.C.V.D.¹⁶

De même que le magnétron constitue une amélioration pour le sputtering, l'apport du plasma permet de pallier quelques limitations connues dans les techniques C.V.D.^[13]. En effet, ce procédé permet de s'affranchir des températures trop importantes nécessaires à l'activation thermique des espèces intervenant dans ce type de dépôt. L'activation chimique des espèces se fait ici par le biais du plasma, en effectuant une décharge dans un mélange gazeux permettant d'aboutir au dépôt du matériau voulu. La décharge induit des réactions chimiques aboutissant à la libération de radicaux libres, d'ions positifs et négatifs, d'atomes énergétiques, de métastables et d'électrons qui interagissent pour aboutir à la couche de matériau désirée. Le recours à la technique P.E.C.V.D. autorise des températures de travail inférieures à 300 °C, moins contraignantes pour le substrat que le procédé C.V.D.

Parmi la multitude de réactions possibles dans un tel milieu, nous retiendrons trois mécanismes chimiques participant de façon appréciable dans un procédé de dépôt P.E.C.V.D. :

- *la dismutation :*



Eq. [II.8]

Si la température baisse, l'équilibre de cette réaction se déplace vers la gauche en dismutant AB en A et AB₂. Si par contre elle s'élève, elle favorise la formation de AB en déplaçant l'équilibre de la réaction vers la droite.

- *la décomposition thermique :* Sous l'action de la température, le corps gazeux AB se décompose en un produit solide A et un produit gazeux B



Eq. [II.9]

- *Oxydo-réduction des halogénures :*

L'exemple du dépôt de Silice illustre cette voie : La présence d'un gaz réactif comme l'oxygène (ou l'azote pour le nitrure de silicium) entraîne une réaction avec le(s) halogénure(s) présent(s) dans le réacteur pour former le composé recherché. Ainsi, une décharge dans du silane produisant du silicium et la présence d'oxygène conduit à la formation de silice.



Eq. [II.10]

¹⁶Le sigle anglais PECVD, « Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition » désigne le dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma.

Remarque :

Des conditions de sécurité strictes doivent être mises en œuvre du fait du caractère hautement réactif (explosif) des composés engagés par la réaction. D'autre part, le silane SiH_4 est un composé extrêmement toxique.

Le dispositif de dépôt chimique assisté par plasma est constitué d'une enceinte (réacteur) munie d'un groupe de pompage permettant d'obtenir des pressions de travail inférieures à 1 Torr (Figure II. 46). Cette enceinte doit être aussi équipée de deux électrodes planes :

- une cathode polarisée en tension HF (13,56 Mhz) créant la décharge
- une anode

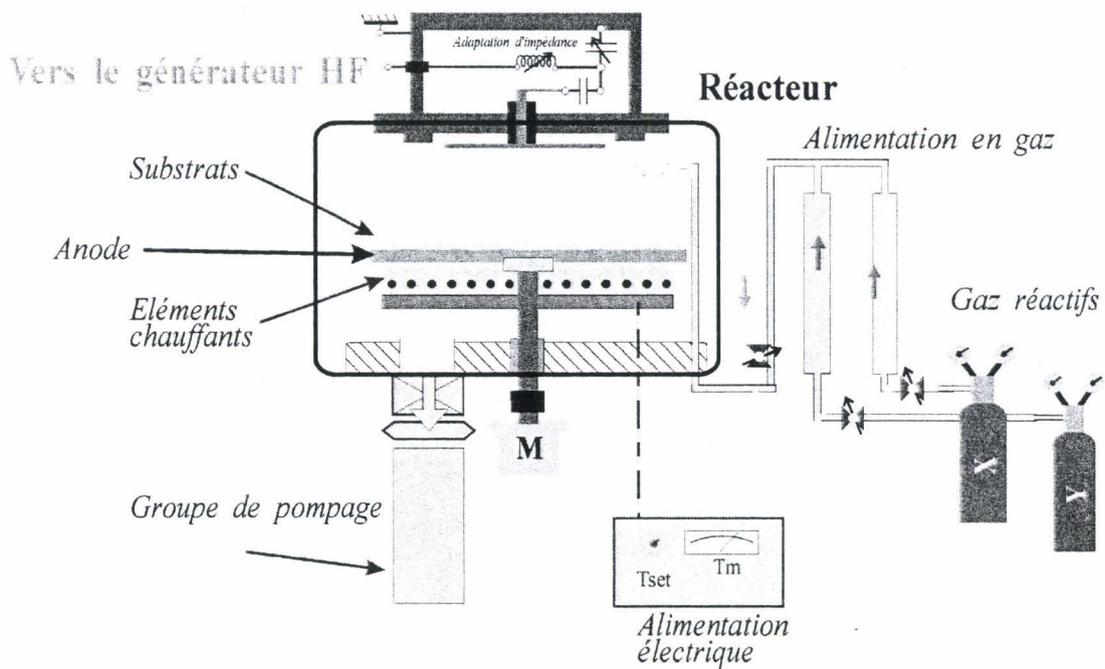


Figure II. 46 : Principe d'un module de dépôt par P.E.C.V.D.

Un dispositif de dépôt comme celui ci-dessus doit être muni d'un système d'injection contrôlée du débit des gaz dans l'espace inter-électrodes pour assurer le respect des proportions du mélange gazeux.

Sous l'effet du champ électrique HF, le gaz s'ionise en formant un plasma lumineux constitué des molécules du mélange gazeux introduit dans le réacteur et des différentes espèces intervenant dans le dépôt (radicaux libres, ions positifs et négatifs, atomes énergétiques, métastables et électrons). Les éléments solides, résultant des processus chimiques dans le plasma, se déposent alors sur les surfaces auxquelles ils peuvent adhérer, y compris le substrat et les parois de l'enceinte. Les éléments gazeux, eux, sont évacués. Ce procédé est toutefois limité par l'impossibilité de déposer des matériaux purs. En effet, les faibles températures de travail employées, et les interactions entre le substrat et le plasma ne

permettent pas la désorption des gaz du substrat et conduisent donc à une contamination des couches déposées.

Les matériaux déposés par P.E.C.V.D., essentiellement les diélectriques Si_3N_4 et SiO_2 , au cours de nos travaux ont été effectués dans un bâti **Plasmalab 80^{Plus}** (Figure II. 47)

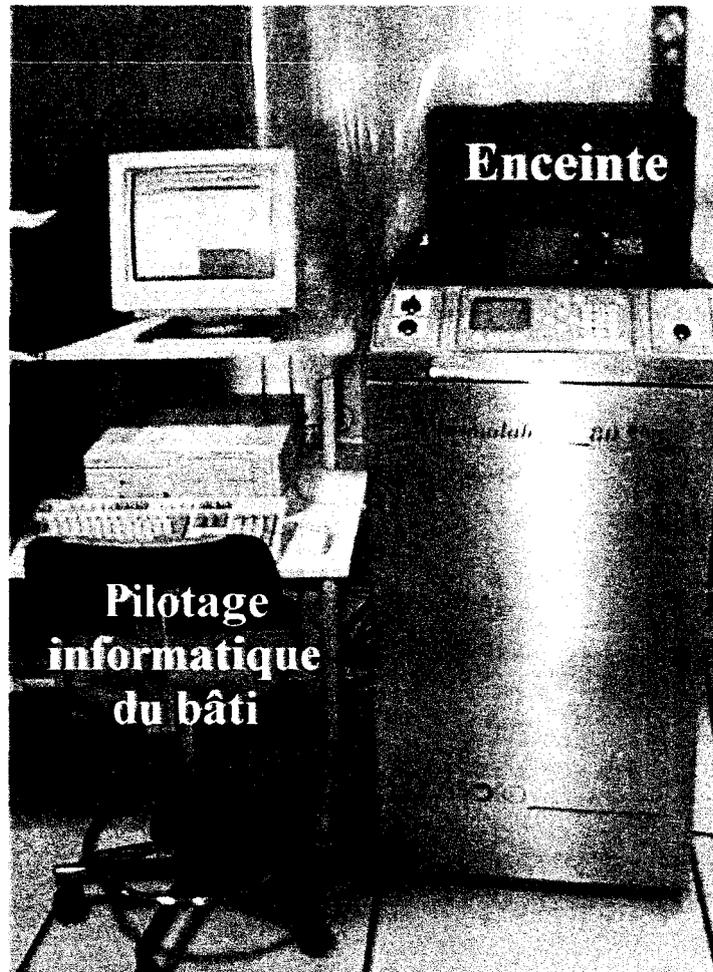


Figure II. 47 : Bâti de dépôt P.E.C.V.D. Plasmalab 80^{plus}

B.II Enduction et lithographie optique UV

Pour localiser les matériaux déposés par les techniques de dépôt sous vide, il faut recourir à des techniques de masquage nécessitant des enductions à la tournette (spin coating). Ce procédé consiste en la dispense d'une résine (ou d'une autre substance, comme certains polyimides) sensible aux U.V, par centrifugation sur l'échantillon. Le transfert des motifs d'un masque sur un substrat se fait alors soit par gravure soit par "lift-off". Cette étape requiert l'utilisation d'un masque physique (Cf. chapitre 3) et un traitement de photolithographie UV permettant l'alignement des motifs et l'insolation de la résine.

Le synoptique de la Figure II. 48 illustre l'ensemble des étapes du transfert d'un motif du masque sur la couche photosensible déposée.

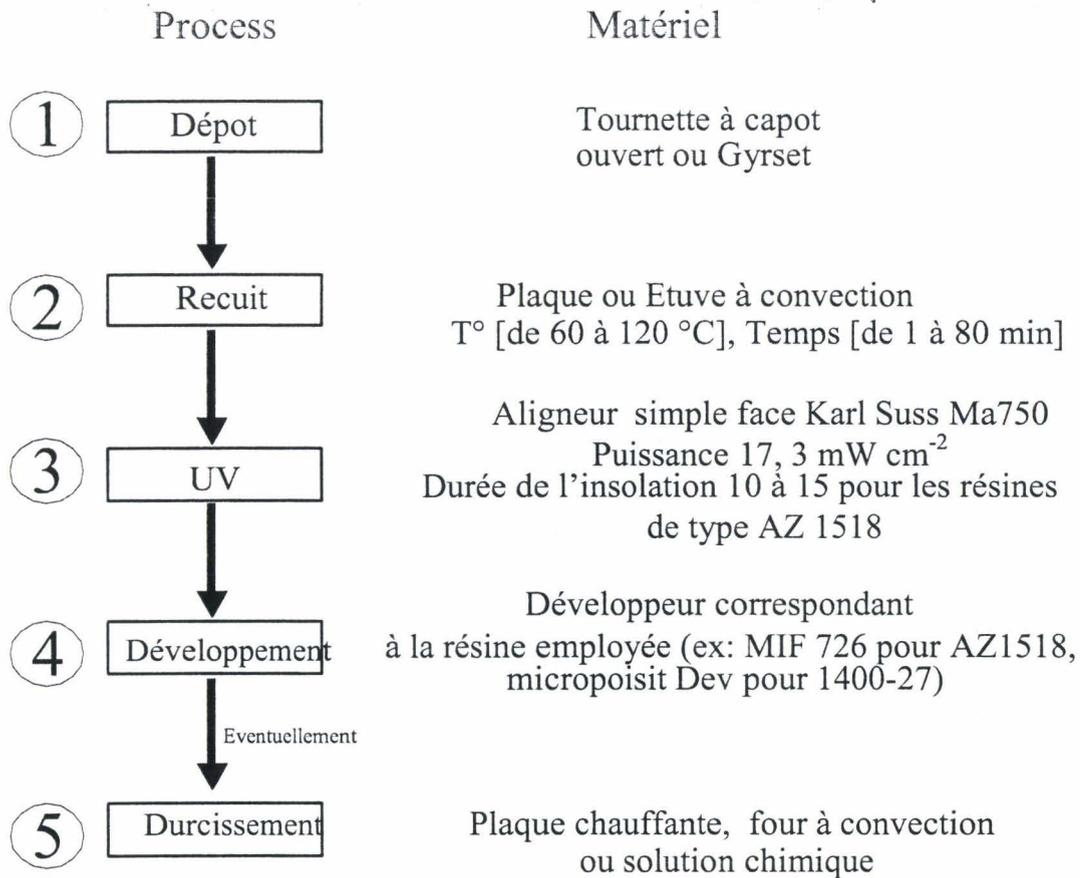


Figure II. 48 : Synoptique du transfert de motifs

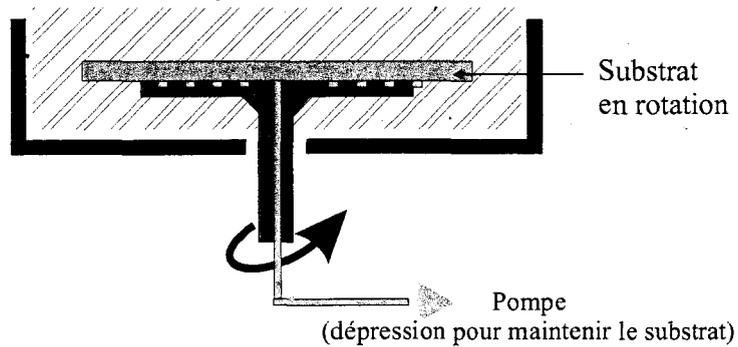
Les points 1 et 3 de ce synoptique seront traités et les autres seront décrits et discutés au **chapitre 3**. Une brève présentation des tournettes disponibles au laboratoire ainsi que l'aligneur est faite en regard des apports ou des limitations qu'ils apportent ou imposent de manière spécifique dans le cas de la mise au point du procédé de fabrication des radiomètres A.D.D.

B.II.1 Enduction des fluides

B.II.1.1 Tournette à capot ouvert

L'enduction des résines ou d'autres fluides liquides plus ou moins visqueux¹⁷ se fait principalement par centrifugation au moyen d'une tournette ou "spinner" dont une représentation est proposée à la Figure II. 49.

¹⁷ Les polyimides liquides ou les résines de types SU-8 par exemple sont très visqueuses (~10 poises)



(A) schéma de principe

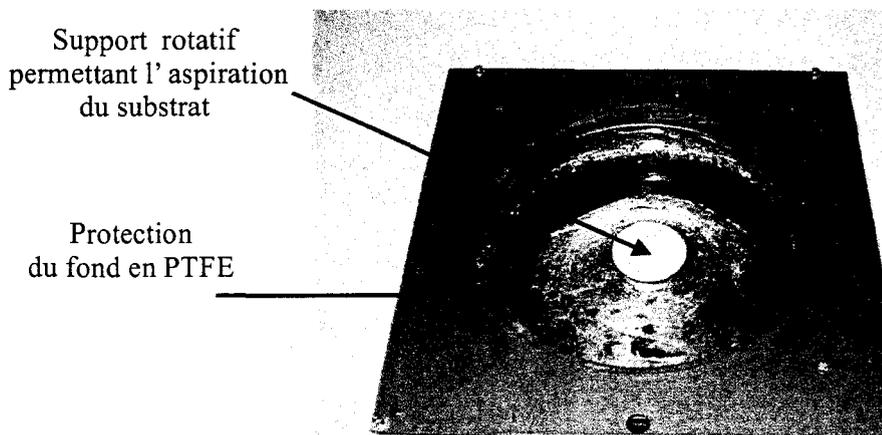


Figure II. 49 : Tournette de type capot ouvert

Les caractéristiques de la couche obtenue par ce biais avant recuit dépendent de la fixation de trois paramètres :

- l'accélération, exprimée en nombre de tours par minute et par seconde, ou RPMS¹⁸
- la vitesse de rotation, exprimée en nombre de tours par minute, ou RPM¹⁹
- le temps d'enduction, exprimé en seconde.

Les réglages de ces paramètres influent sur l'épaisseur et l'homogénéité du dépôt et doivent être ajustés pour l'enduction de chaque fluide. Une tournette classique (Figure II. 50) ne permet pas d'obtenir des dépôts parfaitement homogènes sur l'ensemble de l'échantillon, surtout si celui-ci présente des angles saillants. En effet, la centrifugation crée des "bourrelets" de fluides se déplaçant vers la périphérie du substrat limitant ainsi l'obtention de l'homogénéité recherchée, comme l'illustre la Figure II. 51.

¹⁸ RPMS: rate per minute and second

¹⁹ RPM: rate per minute

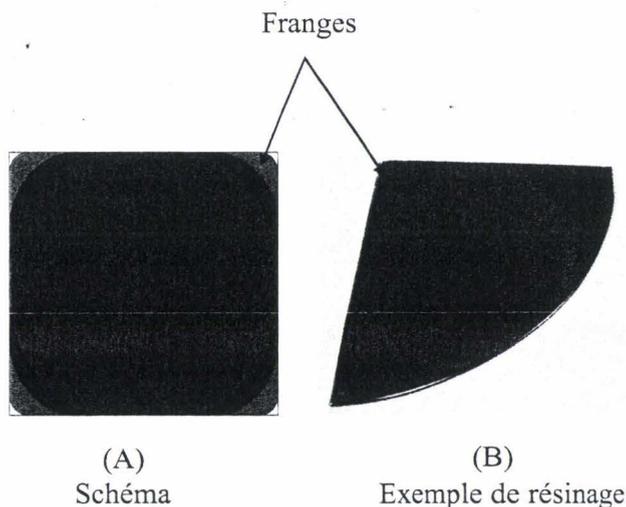


Figure II. 50 : Inhomogénéité périphérique des dépôts par tournette à capot ouvert

Cette absence d'uniformité d'épaisseur de la résine déposée peut gêner pour l'exposition du substrat aux ultraviolets. En effet, des irrégularités d'épaisseur de résine sur le substrat entraînent alors une mauvaise reproduction des motifs initiaux dus à des diffractions du faisceau optique incident à cause d'un mauvais plaquage entre le masque et le substrat. Cette inhomogénéité est d'autant plus critique que les dimensions des motifs sont petites (typiquement inférieures à $5\ \mu\text{m}$) et le substrat réfléchissant par les rétro-insulations et les effets liés à l'irrégularité de la surface de l'échantillon (effet speckles ^[25]). Le problème de l'uniformité du film enduit peut être partiellement résolu en augmentant l'accélération. Cependant, cette correction accroît les contraintes internes dans la couche déposée. Un effet collatéral de ces contraintes peut, par exemple, être la rupture, sous la différence des contraintes internes des films déposés sous vide, à la surface des résines ou polyimides, comme illustré sur la Figure II. 51.

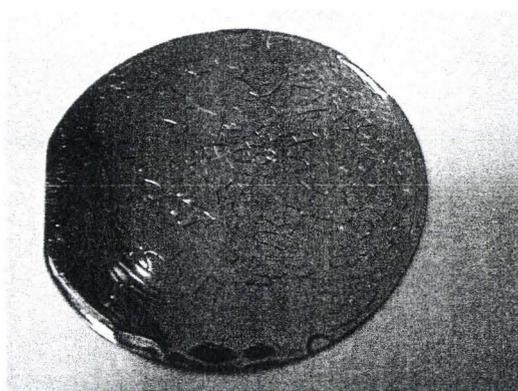
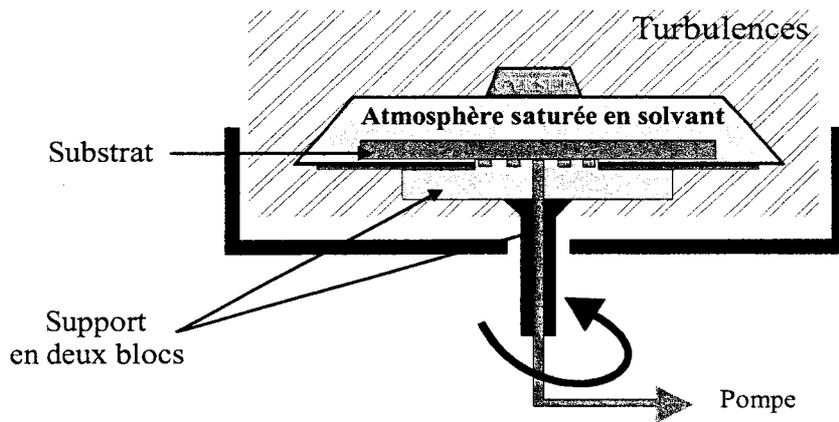


Figure II. 51 : Rupture d'un film de constantan sur un polyimide trop contraint déposé sur un wafer de silicium de 2 pouces

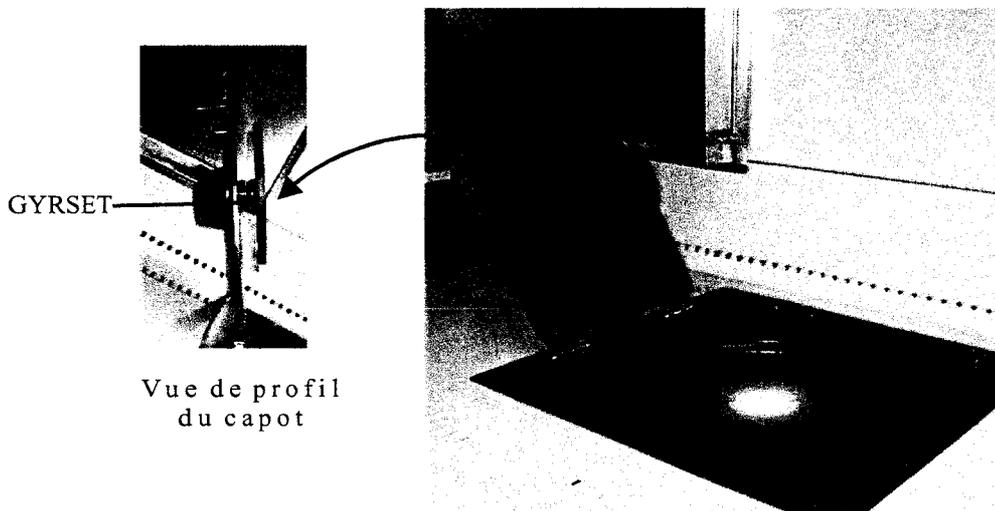
Il existe donc un équilibre à établir entre l'uniformité recherchée et le taux de contraintes admissibles suivant les matériaux employés et les étapes de process suivantes. Nos travaux ont été axés sur une approche qualitative quant à l'établissement de ces paramètres en ce qui concerne les dépôts de polyimides. Les paramètres de vitesse et d'accélération mis au point permettent d'obtenir les caractéristiques désirées pour nos enductions de résines et de polyimides liquides.

B.II.1.2 Tournette à capot fermé munie d'un Gyrset

Il existe un second type de tournette dont le fonctionnement est basé sur un mécanisme appelé GYRSET (Figure II. 52) permettant de pallier les manques des "enducteurs" classiques. Il s'agit d'un procédé permettant de créer, par confinement, une atmosphère saturée en solvants présents dans la résine. Celle-ci est alors à nouveau diluée dans cet environnement au cours du dépôt. Ceci permet de réaliser un dépôt de matière homogène sur l'ensemble de l'échantillon par centrifugation en mettant l'atmosphère environnante en rotation. Cette mise en rotation de l'atmosphère permet de limiter les turbulences.



(A) Schéma de principe



(B) Tournette Tp6000

Figure II. 52 : Tournette GYRSET

La plus grande homogénéité du dépôt de résine obtenu avec ce type de tournette réduit nettement les effets de bord des angles saillants (Figure II. 53) et permet aussi une diminution des vitesses et accélérations de travail ainsi que le volume de matière employé (il faut moins d'un millilitre de résine AZ1518 pour l'enduction d'un wafer de 2 pouces au lieu de 2 à 3 ml sans les propriétés du Gyrset).

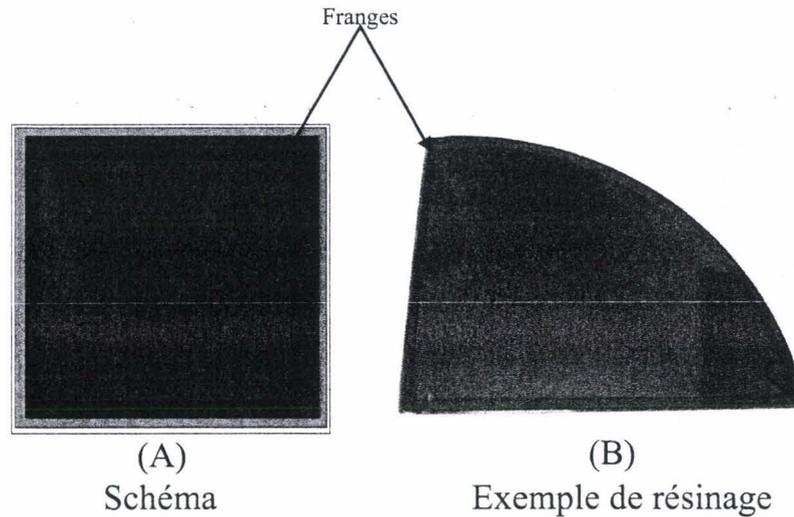


Figure II. 53 : Illustration de l'homogénéité des dépôts par GYRSET

Il existe d'autres techniques permettant de dispenser des matériaux photosensibles ou non sur les substrats. Le Tableau II. 9 synthétise les gammes d'épaisseur autorisées par chacun de ces procédés ainsi que l'uniformité qu'il confère à la couche déposée.

Technique	Gamme d'épaisseur (μm)	Uniformité (%)
Tournette	0.001-10	± 1
vaporisateur	1-20	± 10
Rouleau	1-20	± 5
Dépôt plasma	0.001-2	± 5
Polymérisation d'un monomère	0.001-0.1	± 2

Tableau II. 9 : Techniques et gammes d'épaisseur de dépôt de substances photosensibles

Nous avons appelé "rouleau", les films photosensibles comme ceux utilisés dans le procédé de fabrication des radiomètres avec la technologie classique des circuits imprimés.

B.II Appareil de photolithographie UV en contact

Il existe en microtechnologie trois méthodes de transfert d'un motif sur une substance photosensible par photolithographie (Figure II. 54):

- *la lithographie en contact* : La précision des motifs réalisables à l'aide de cette technique est de l'ordre du micron. Le principal inconvénient de cette méthode est l'usure du masque au cours du temps et sa grande sensibilité à la présence de poussières entre le substrat et le masque.

- *la lithographie en proximité* : les motifs sont réalisés avec une précision moyenne (typiquement de $3\mu\text{m}$ pour un gap de $10\mu\text{m}$ pour les motifs transférés par ce biais) mais en revanche cette technique préserve le masque d'une usure prématurée.

- la lithographie par projection : la précision sur les motifs réalisés à l'aide de ce procédé peut être inférieure au micron. La répétition de motifs plus ou moins complexes à différents endroits d'un substrat peut être effectuée en associant à cette technique un mode de balayage déplaçant le faisceau ou le substrat l'un par rapport à l'autre (on trouve alors aussi l'appellation "Stepper"). De plus, cette répétition peut se faire avec ou sans modification de la taille du motif de base en adaptant le système optique.

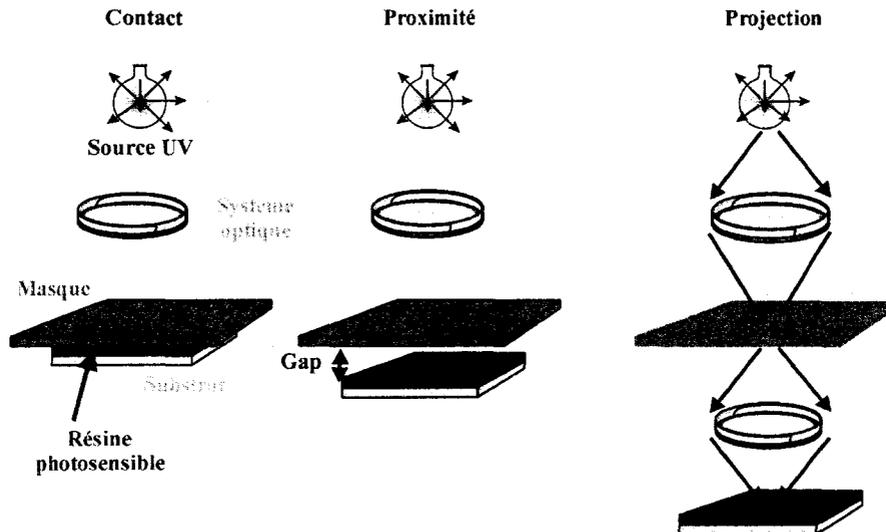


Figure II. 54 : Principales méthodes de transfert de l'image d'un masque sur un substrat

L'aligneur du laboratoire utilise le principe de transfert par contact. Le schéma de principe de cette technique est illustré par la Figure II. 55.

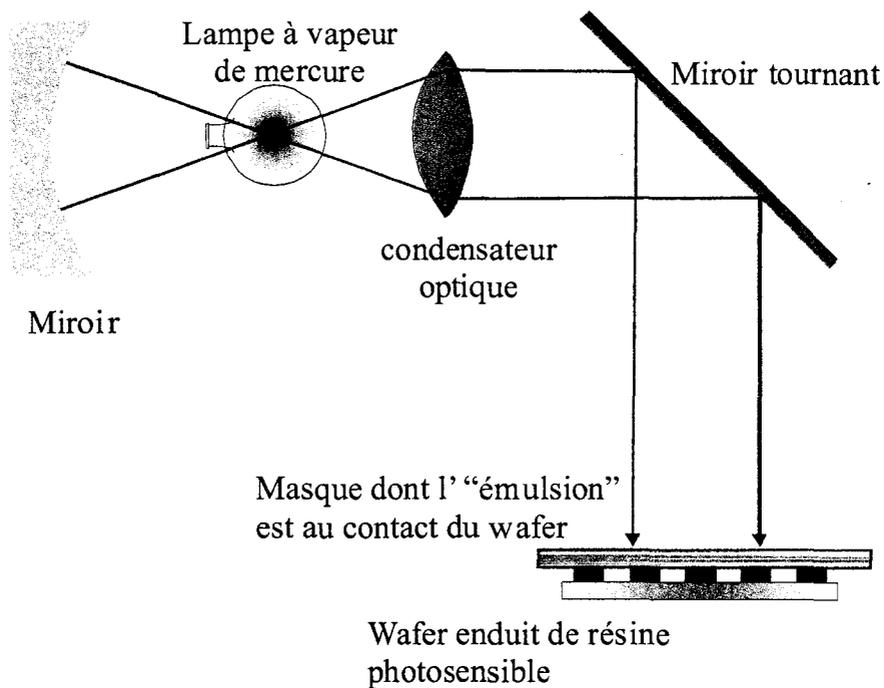


Figure II. 55 : Schéma de principe de la lithographie par contact

Les insulations et les alignements établis pour le procédé ont été effectués à l'aide d'un aligneur modèle **MA750** de la société **Karlsüss** (Figure II. 56).

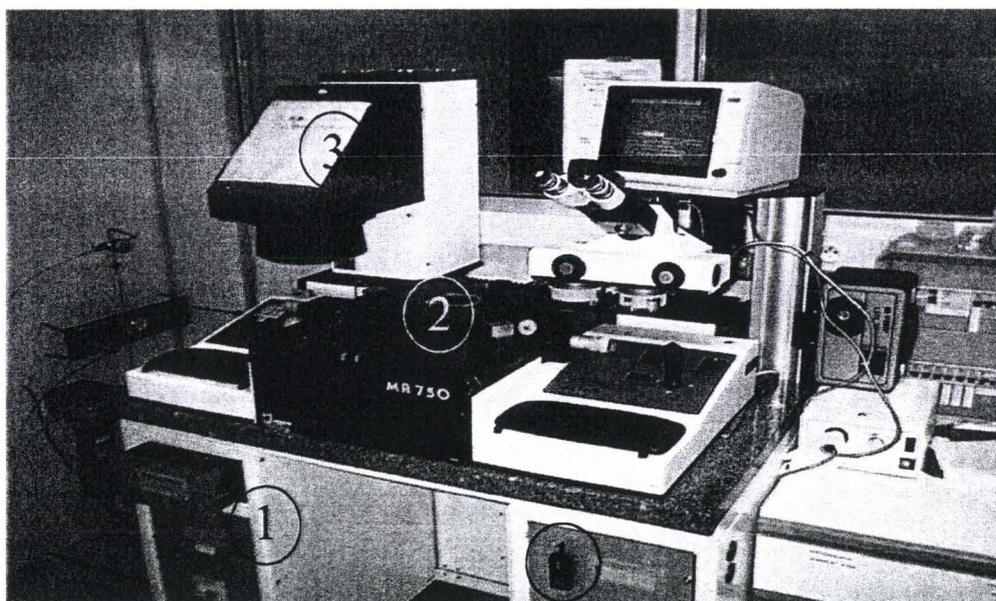


Figure II. 56 : Aligneurs Karlsüss modèle MA750

Cet appareil est constitué de trois modules :

- une alimentation avec l'électronique de pilotage de l'aligneur (Figure II. 56, repère 1)
- les plateaux porte-masque et porte-substrat mobiles (Figure II. 56, repère 2)
- une source UV (Figure II. 56, repère 3)

Les paramètres réglables sont la durée d'insolation, la distance entre le masque et le substrat (de 80 à 200 μm), ou encore la force de contact (typiquement de l'ordre de 500 g) entre le masque et le substrat. Le porte-masque est monté sur une table de micro déplacements à trois degrés de liberté X, Y et θ (Figure II. 57) par rapport au substrat.

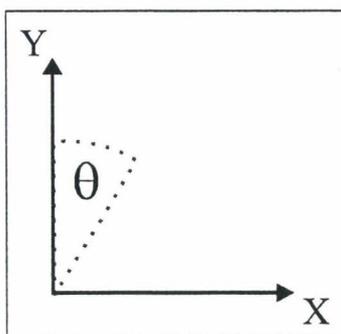


Figure II. 57 : Déplacements possibles du porte-masque par rapport au substrat

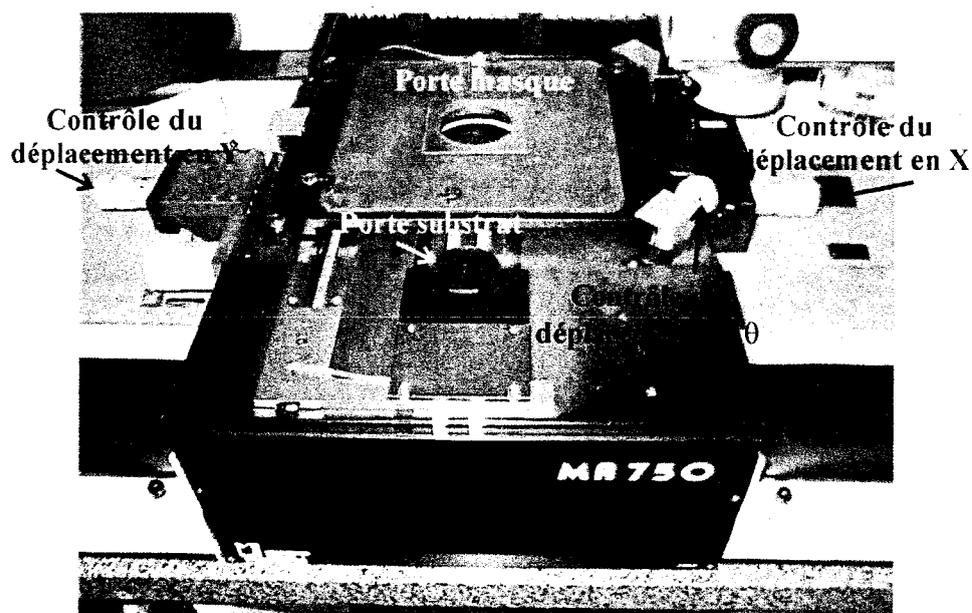


Figure II. 58 : Porte masque et porte substrat

Un microscope muni de trois grossissements est prévu pour repérer les motifs d'alignement (cf. chapitre 3 §A.II.2.2) et effectuer correctement la superposition éventuelle de motifs.

La densité de puissance de la source UV est de $17,2 \text{ m.W.cm}^{-2}$ et comprend les raies **g**, **h** et **i** mesurables sur la Figure II. 59.

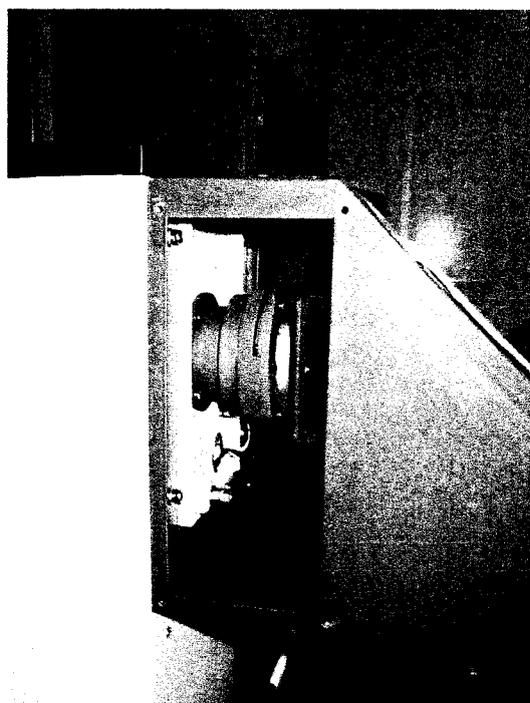


Figure II. 59 : Source UV de l'aligneur

Il est encore possible d'ajouter un filtre UV "passe-bande", entre 300 et 420 nm contenant les raies **h** et **i** mesurable sur la Figure II. 60.

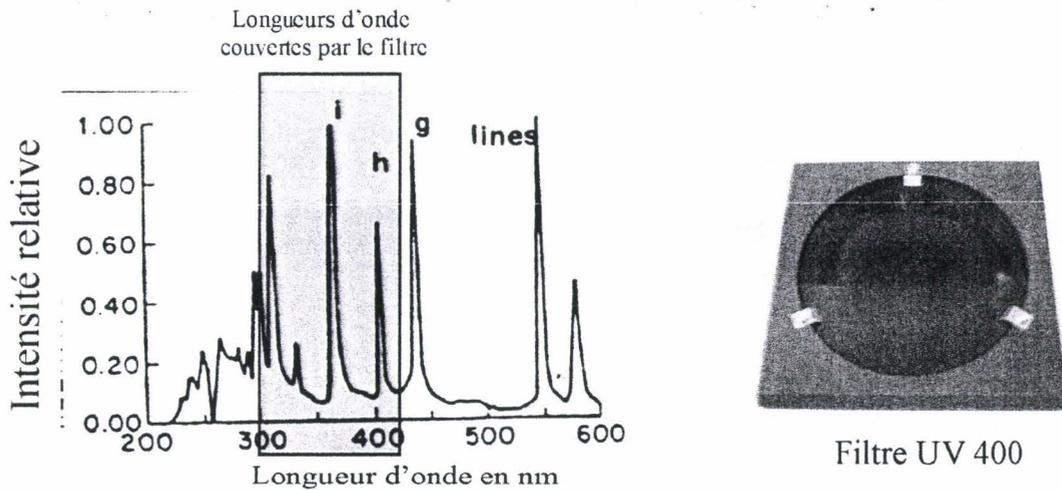


Figure II. 60 : Filtre UV 400

La présence de ce filtre permet de réduire les effets de diffraction et d'obtenir des flancs plus droits après développement (résines de type AZ15xx). Sa présence ramène la densité de puissance disponible pour l'insolation aux environs de 7 mW cm^{-2} ²⁰. Lors de l'usage d'un tel filtre, pour adapter les procédés de lithographie, il suffit alors d'appliquer une simple règle de trois pour accorder le temps d'insolation.

B.III Gravure humide et gravure sèche

La réalisation de motifs, en microtechnologie, s'effectue soit par « dépôt et gravure » soit à l'aide d'une technique de "lift-off" décrite et discutée au **chapitre 3**. La méthode de « dépôt et gravure » suppose une étape de dépôt homogène du premier conducteur thermoélectrique, suivi d'une phase de gravure par voie humide ou sèche. Le choix entre ces deux techniques dépend des matériaux employés et de la compatibilité de ceux-ci avec les autres étapes du procédé de fabrication. Les techniques de gravure humide et sèche seront décrites en regard des avantages et des limitations qu'elles introduisent dans la mise au point du procédé de fabrication des radiomètres A.D.D.

B.III.1 Gravure par voie humide (wet etching)

Nous avons utilisé le silicium comme support de structures sur polyimide (**cf. chapitre 4**). Dans ce procédé nous avons mis en œuvre les méthodes de gravures humides du silicium.

Le principe de gravure par voie humide utilisé est une réaction d'oxydoréduction en solution aqueuse se déroulant généralement en deux étapes : une phase d'oxydation du matériau et une autre de gravure de l'oxyde par un acide ou une base. Ces attaques peuvent être isotropes (attaque du silicium à partir d'une solution de HNO₃ et HF) ou anisotropes

²⁰ La mesure de cette densité est régulièrement effectuée au sein du laboratoire.

(attaque du silicium par KOH). Il est possible au cours de ces gravures d'observer des phénomènes de sous gravures, se traduisant par la condition $e \gg s$, en utilisant la nomenclature adoptée sur la figure Figure II. 61. Le procédé de gravure humide (chimique) est contraint par la proportion de chacune des espèces chimiques, l'agitation et la température du bain. Un contrôle strict de ces trois paramètres permet le maintien du pH et assure ainsi la reproductibilité du procédé chimique de la gravure.

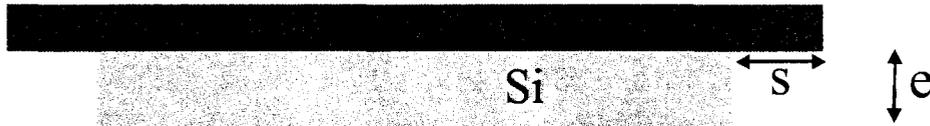
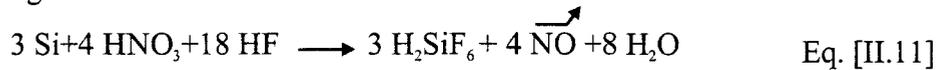


Figure II. 61 : Epaisseur de gravure [e] et de sous gravure [s]

Exemple de réaction de gravure du Silicium par HNO_3+HF :

La réaction globale ^[26] est :



Dans le cas présent, l'acide nitrique oxyde le silicium et l'acide fluorhydrique dissout l'oxyde.

B.III.2 Gravure sèche (dry etching)

Dans le cadre des techniques de dépôt sous vide, la gravure sèche requiert la création d'une atmosphère riche en particules réactives et un niveau de vide plus ou moins important selon la méthode employée. Le tableau suivant synthétise les principales techniques :

Domaine de pression de travail	Technologies :	Aspect de la gravure	Energie d'excitation
$< 10^{-2}$ Torr	<p>Pulvérisation et usinage ionique^[13]. Fonctionne par transfert de moment des ions aux atomes de surface</p> <p>Attaque directionnelle (anisotropique) possible Peu de sélectivité Possibilité de dommages dus aux énergies élevées</p>	<p>The diagram shows a cross-section of a surface with a 'Masque' (mask) on the left. An arrow labeled 'Ions Incidents' points down towards the surface. On the right, a shaded area is labeled 'Espèce pulvérisée' (pulverized species).</p>	Elevée

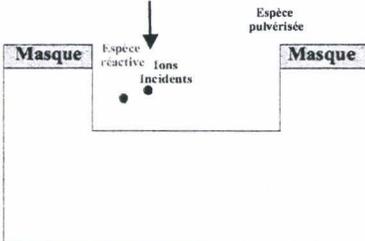
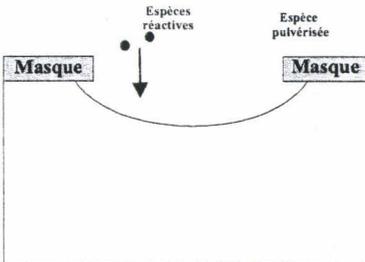
<p>10^{-1} à 10^{-2} Torr</p>	<p>Gravure Ionique Réactive (GIR) ou R.I.E. (Reactive Ion Etching). Fonctionne à la fois par pulvérisation physique et attaque chimique</p> <p>Attaque directionnelle (anisotropique) Plus sélectif que la pulvérisation cathodique et l'usinage ionique</p>		<p>Assez faible</p>
<p>10^{-1} à plusieurs Torrs</p>	<p>Gravure par plasma Fonctionne par attaque chimique de radicaux très réactifs</p> <p>Isotropie Plus sélectif Ne provoque pas de dommages dus aux énergies des particules incidentes</p>		<p>De faible à nulle</p>

Tableau II. 10 : Principales techniques de gravure sèche.

Le bâti de gravure sèche disponible au laboratoire (Figure II. 62) permet d'effectuer des gravures de type G.I.R. jusqu'à des profondeurs de 30 µm environ.

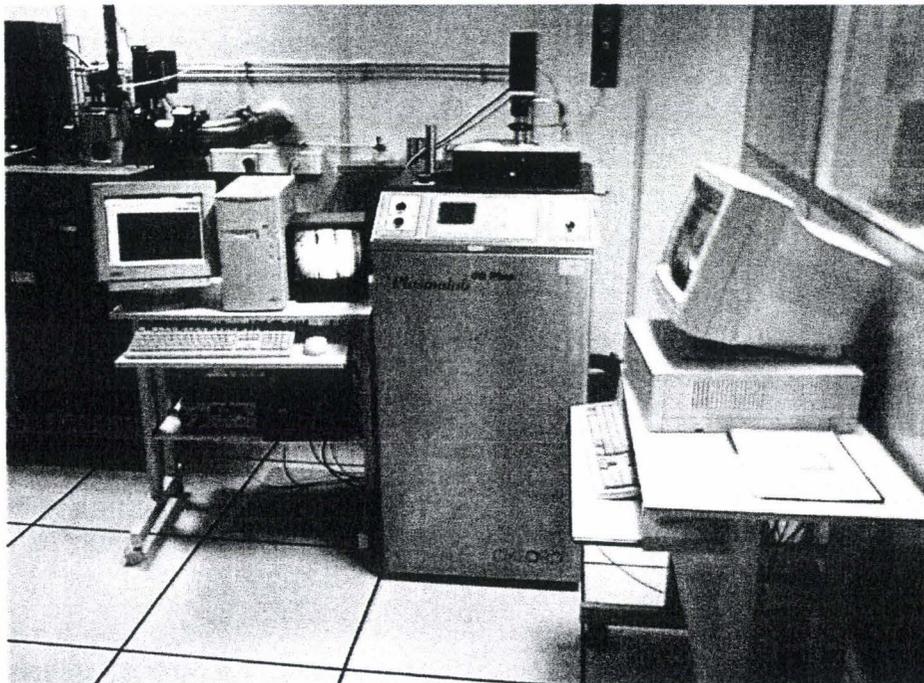


Figure II. 62 : Bâti de gravure sèche Plasmalab 80^{plus}

Tout comme la pulvérisation cathodique, le bombardement ionique utilisé dans cette gravure est obtenu par l'application d'une tension radiofréquence (RF) entre deux électrodes planes dans une enceinte sous vide. La principale différence entre ces deux techniques réside dans la nature de l'atmosphère de l'enceinte. Dans le cas du "sputtering", elle est généralement constituée d'un gaz inerte (Argon), alors que dans celui du GIR c'est un mélange gazeux réactif choisi en fonction du matériau à attaquer. Il est possible de graver des motifs d'une très grande finesse (typiquement $\# 0.5 \mu\text{m}$), et ce, avec une grande anisotropie. La qualité de la gravure est fonction de la puissance RF appliquée au plasma, du débit et de la nature des gaz utilisés.

Remarque :

Pour des puissances élevées, la gravure est essentiellement physique, très peu sélective et très directionnelle. Par contre, pour les faibles puissances, elle est essentiellement chimique, très sélective et isotrope. Il s'avère donc nécessaire de calibrer correctement ces deux paramètres pour optimiser les gravures selon le matériau.

Le caractère directif de la gravure GIR a été cependant contredit par les gravures de polyimides effectuées dans ce bâti. Ces essais ont permis de mettre en évidence le caractère centripète (Figure II. 63) de la gravure du polyimide. Les paramètres types de cette attaque sont une puissance appliquée de 250W, pour un mélange CHF_3 , SF_6 et O_2 de débits de 20, 10 et 5 sccm respectivement. Cette propriété s'avère contraignante dans la réalisation du procédé de fabrication des capteurs car cela affecte l'uniformité en épaisseur de couches gravées par ce biais.

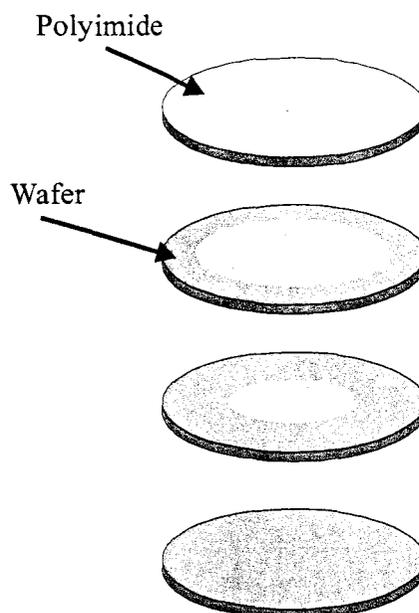


Figure II. 63 : Evolution de la gravure de polyimide liquide recuit dans le bâti Plasmalab 80^{plus}

Il est possible de pallier cet inconvénient en recourant à l'introduction d'un masque que le mélange gazeux attaquerait peu ou pas. L'aluminium est très souvent utilisé dans ce cas. Le phénomène d'inhomogénéité spatiale du procédé de gravure du polyimide a conduit à

considérer d'autres voies de dépôt et gravure pour le matériau absorbant du collecteur notamment. Cette démarche exploite les caractéristiques des polyimides photosensibles et les résultats de cette démarche seront présentés dans le **chapitre 3**.

Il est possible au cours de la procédure de gravure de contrôler l'épaisseur de matière ôtée. Il existe sur le bâti Plasmalab 80 deux moyens d'apprécier l'épaisseur gravée :

- un système visuel reposant sur la présence d'une caméra optique renvoyant l'image du substrat au cours de la gravure sur un écran.

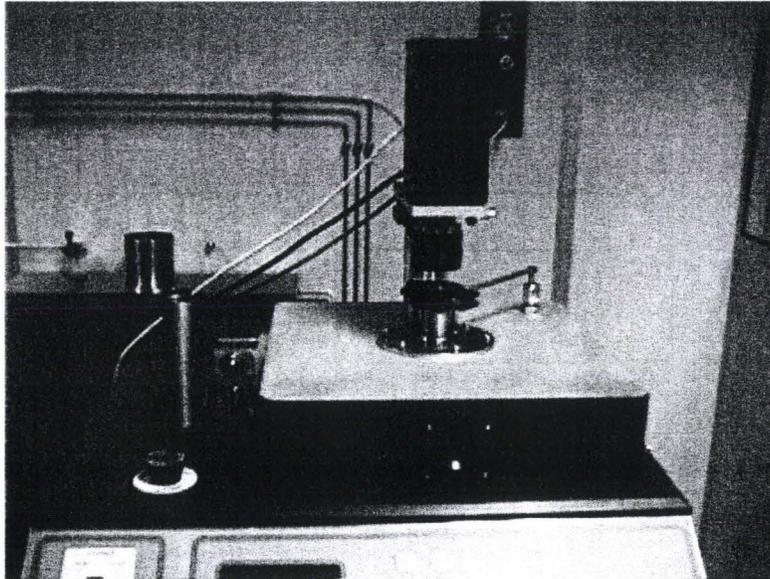


Figure II. 64 : Caméra couplée à un interféromètre Laser

- un système de mesure d'épaisseur par interférométrie Laser couplé à la caméra (Figure II. 64).

Principe de la mesure d'épaisseur par interférométrie laser sur le bâti Plasmalab 80^{plus}

La mesure de l'épaisseur gravée au GIR par interférométrie LASER suppose que le matériau soit transparent à la longueur d'onde du LASER employée. Le substrat sur lequel repose ce matériau doit réfléchir les ondes incidentes pour les longueurs d'onde pour lesquelles le matériau à graver est transparent.

La longueur du LASER du système d'interférométrie est de 657 nm (couleur rouge). En pratique, la loi reliant l'épaisseur des matériaux (transparents pour 657 nm) à graver aux oscillations sur une période (Figure II. 65) ^[Dt.4] est $e = \frac{\lambda}{2n}$ où λ est la longueur du laser et n l'indice de réfraction du matériau à graver. Pour les polyimides liquides l'indice de réfraction est $n \approx 1,7$, ce qui correspond à une attaque effective de 0,2 μm par période.

Le logiciel utilisé pour la visualisation des oscillations interférométriques permet de calculer et d'afficher la dérivé et la dérivée seconde du signal observé ^[Dt.4]. Cette caractéristique est exploitée lorsque qu'il n'est pas possible d'avoir accès à l'indice de réfraction pour déterminer la fin d'attaque lors de la mise au point des paramètres de gravure. Le changement de signe de la dérivée seconde traduit alors le changement de la nature de la

couche gravée (fin de gravure du matériau en cours et début de gravure de la couche suivante).

La Figure II. 65 donne un exemple type de la figure observable sur l'écran lorsque lors du contrôle d'une gravure par interférométrie LASER sur le bâti Plasmalab 80.

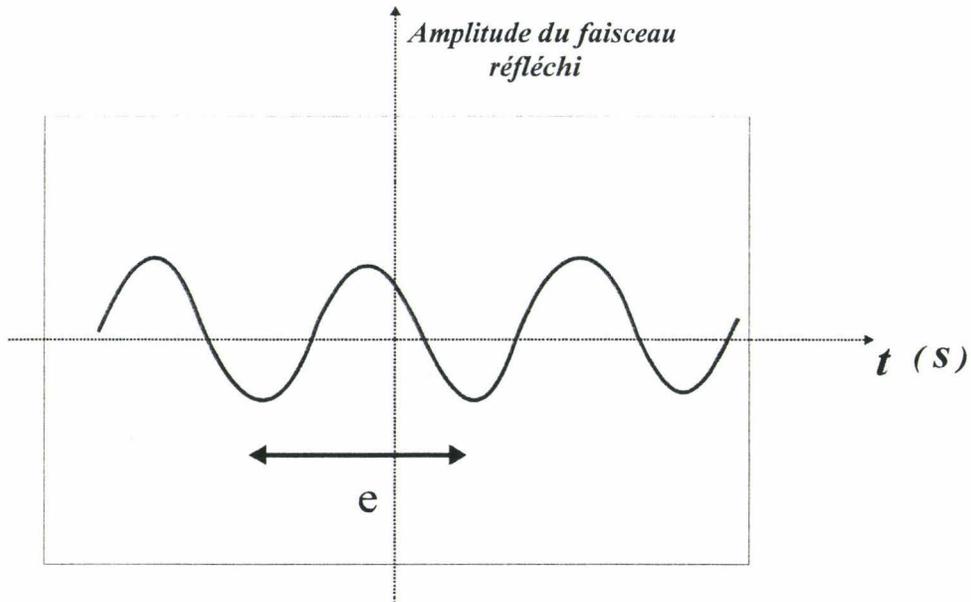


Figure II. 65 : Oscillation représentant la gravure par interférométrie

B.IV conclusions

Les réalisations microtechnologiques requièrent la mise en œuvre de techniques sophistiquées nécessitant un environnement de travail contrôlé : les salles propres. Les outils et moyens décrits dans cette partie ont été utilisés dans le cadre des réalisations des radiomètres A.D.D.

Ces outils permettent des réalisations collectives de grande qualité (jusque 80 unités par substrat en phase industrielle) permettant de réduire la dispersion des performances et les coûts de production par capteur.

Bibliographie du chapitre 2

Bibliographie**Ouvrages généraux, articles et thèses**

- [1] **E. Gaviot**, "Conception et optimisation des radiomètres thermiques à absorption différentielle distribuée", HDR, Université de Lille, juin 1998.
- [2] **L. Camberlein**, "Capteurs de température à réseau planaire distribué de thermopiles en couches minces", Thèse de doctorat, Université de Lille, juin 1997.
- [3] **D. Leclercq**, "Contribution à l'étude de l'effet Peltier dans les structures bimétalliques à électrodes plaquées. Application à la conception de nouveaux capteurs", thèse d'état, Université de Lille, 1991.
- [4] **E. Gaviot, F. Polet, F. Raucoules, F. Brachelet**, "Planar differential radiometers : a quantitative approach for designing enhanced units", Measurement Science and Technology, Vol. 10, Issue II, février 1999.
- [5] **E. Gaviot, D. Leclercq, F. Raucoules, C. Machut**, "Un nouveau capteur radiatif appliqué aux mesures de température sans contact", Communication et publication au congrès SFT 1995, mai 1995, Poitiers.
- [6] **F. Polet**, "Etudes théorique et expérimentale de la radiométrie par à absorption différentielle distribuée appliquée au contrôle de températures sans contact", Thèse de doctorat, Université de Lille, juillet 1999.
- [7] **F. Brachelet**, "Conception et réalisation d'une instrumentation appliquée aux mesures de flux thermiques en milieu industriel", Thèse de doctorat, Université de Lille, mars 2001.
- [8] **H. Randrianarisoa**, "Etude et réalisation d'un banc de mesure pour capteurs de rayonnement infrarouge. Application à la caractérisation de microradiomètres", Thèse de doctorat, Université de Lille, décembre 1998.
- [9] **K. Ziouche**, "Etude des propriétés spectrales des matériaux. Application à la réalisation de microcapteurs de rayonnement infrarouge et ultraviolet", Thèse de l'Université de Lille, octobre 1999
- [10] **S. Sakly**, "Etude et réalisation de microcapteurs en technologie couches minces à structure distribuée périodique", Thèse de doctorat, université de Lille, juin 1998
- [11] **D.M. Rowe**, "CRC Handbook of Thermoelectrics", CRC Press, London, 1995
- [12] **D.D. Pollock**, "Thermocouples, Theory and Properties", CRC Press, Boca Raton, FL, 1991
- [13] **A. Richardt & Al.**, "Le vide, les couches minces, les couches dures", In Fine, Paris 1994
- [14] **A-M. Durant & Al**, "Interactions ions énergétiques-solides", In Fine, Paris 1997
- [15] **G. Sauerbrey**, Arch. electrton. Ubertr., 18:617, 1964
- [16] **O. Almen, G. Bruce**, Transc. 8th National Vacuum Symposium, p245, Pergamon press, New-York, 1962
- [17] **R.W. Hoffman**, "In Physics of Thin Films", Vol. 3, Academic press, New-York, 1974
- [18] **A. Ashok, S.J Fonash, R. Singh, P. Wiley**, IEEE Electron devices Lett. EDL2,184, 1981
- [19] **B. Chapman**, "Glow discharge Process", Wiley-Interscience, 1980

- [20] **L.I Maissel, R. Glang**, "Handbook of thin films technology", McGraw-Hill, 1970
- [21] **N.L. Allinger et Al.**, "Chimie Organique", McGraw-Hill, Paris, 1987
- [22] **B. Diu et Al.**, "Physique statistique", Editions Hermann, Paris, 1989
- [23] **J-J. Bessot**, "Nouvelles techniques de dépôts sous vide, évolution et tendances"
- [24] **G. Bruhat** , "Cours de physique générale", Vol. Mécanique, 6^{ème} ed., Masson, Paris 1967
- [25] **I. Main**, "Vibrations and Waves in physics", Cambridge Un. Press, Cambridge. 1993
- [26] Journal of microelectromechanical Systems, Vol. 5, n°4, Dec 1996
- [27] **W. Whyte, S. Bresin**, "Les salles propres", édition PYC, 1990
- [28] **P. Thieffry**, "Droit européen de l'environnement", édition Dalloz, 1998

Ouvrages techniques

- [Dt.1] **Kapton film polyimide**, Plaque de présentation commerciale de Dupont Films, Société Dupont de Nemours France (S.A) Z.A de Courtaboeuf 3 Avenue du Canada BP85 Les Ulis Cedex
- [Dt.2] **Système Cryogénique CTI** documentation technique Helix
- [Dt.3] **Documentation Aligneur Karlsüe**, MA750
- [Dt.4] **A. Deudon & D. Debarge**, Plasmascop, Manuel d'utilisation, Stage IMA2^{ème} année, EUDIL et Documentation Plasmalab.

Chapitre 3

Réalisation des radiomètres A.D.D.

A Réalisation des Masques

Le dessin des masques a été orienté de façon à ce que les radiomètres fabriqués présentent les meilleures performances avec l'utilisation de substrats de très faible conductivité thermique comme le Kapton par exemple ($\approx 0,15 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$). Cependant, pour la mise en place des procédures de réalisation, nous avons effectué les premières réalisations sur des substrats de verre. En effet, l'utilisation de ces masques avec un substrat de verre permet d'améliorer les performances des réalisations antérieures effectuées au laboratoire sur ce type de substrat ^{[3], [2]}.

A.I Dessins des masques : paramètres clés

Les performances des capteurs sont liées à la géométrie des motifs et aux propriétés thermo-physiques des matériaux employés dans leur fabrication. Ces deux aspects conditionnent les résultats en termes de sensibilité ainsi que l'immunité relative aux phénomènes de convection naturelle.

A.I.1 La sensibilité

La sensibilité du capteur est liée à la longueur effective de la thermopile par la relation :

$$S = S_{\mathcal{L}} \cdot \mathcal{L} \quad (\mu\text{V}/(\text{W} \cdot \text{m}^{-2})) \quad \text{Eq. [III.1]}$$

où $S_{\mathcal{L}}$ sensibilité linéique du capteur $([\mu\text{V}/(\text{W} \cdot \text{m}^{-2})]/\text{m})$
 \mathcal{L} longueur effective de la thermopile (m)

La sensibilité est d'autant plus grande que les valeurs de $S_{\mathcal{L}}$ et \mathcal{L} sont grandes. Néanmoins, seule la grandeur \mathcal{L} a une influence sur le dessin des masques. En effet, elle impose de maximiser la longueur totale de la piste. Cette condition est cependant bornée par la surface active que l'on impose au capteur et par la résolution de lithographie autorisée par le matériel utilisé.

La solution la plus simple est d'enrouler la piste sur elle-même afin de minimiser l'espace occupé. Le choix de la figure d'enroulement doit prendre en compte les procédés technologiques envisageables. Une disposition en méandrique de la piste thermoélectrique (Figure III. 1) est une structure simple ne présentant pas a priori de difficulté vis-à-vis des réalisations microtechnologiques. Le principe de "va-et-vient" de la piste ne suffit pas en tant que tel à fournir la plus grande valeur de longueur effective possible. Cette dernière est reliée à la largeur des pistes p et la largeur des d'interpistes ip . Deux groupes de paramètres contraignent le minimum de largeur de piste à considérer :

- les moyens de photolithographie disponibles
- les matériaux (nature et épaisseur) employés pour la réalisation de la thermopile.

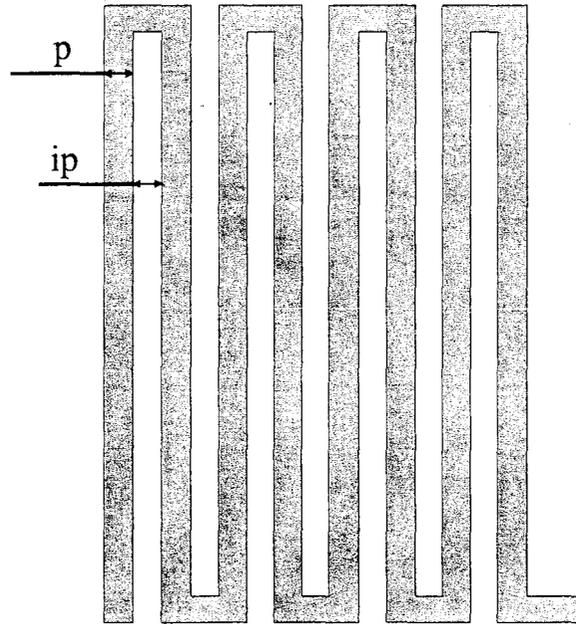


Figure III. 1 : Tracé méandrique (en forme de " grecque ") à la base des thermopiles plaquées du laboratoire

A.I.2 Matériaux et techniques

Les matériaux employés influent sur la dimension des pistes p et des interpistes ip . Associés aux choix des techniques de réalisation des différentes étapes, ils permettent aussi de déterminer le choix de l'"émulsion" des différents niveaux de masquage.

Remarque :

Nous emploierons abusivement le terme "émulsion" par analogie aux techniques photographiques. La Figure III. 2 illustre pour un même motif, la notion de masque positif ou négatif tel que nous l'employons. La partie blanche représente les zones transparentes et la partie grise les zones opaques aux rayonnements UV employés.

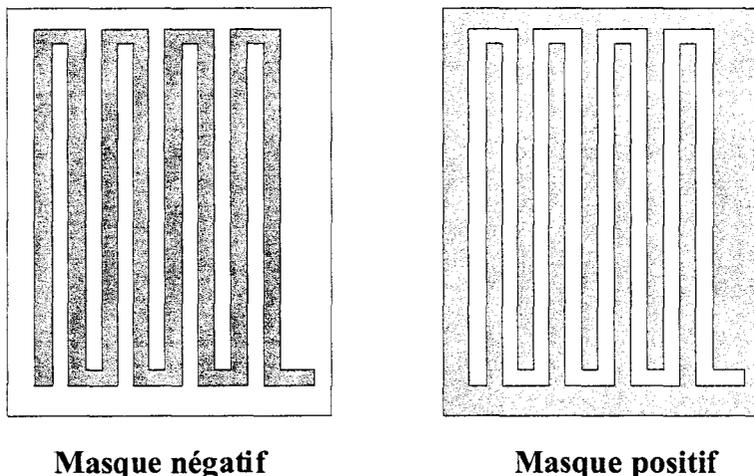


Figure III. 2 : Définition du caractère positif ou négatif des "émulsions" des masques

A.I.2.1 Largeurs des pistes et des interpistes

Les minima envisageables de p et ip sont déterminés en tenant compte des plus petites largeurs réalisables avec les méthodes de photolithographie UV et gravures humides¹ à disposition pour les matériaux thermoélectriques envisagés. Cette détermination est pondérée par la nécessité de faire des compromis entre la longueur effective de la thermopile (liée à la sensibilité) et une résistance électrique compatible avec l'intégration du capteur dans un système industriel (en pratique, nous avons fixé $R < 100 \text{ k}\Omega$).

A.I.2.2 Emulsion des niveaux de masquage

Une fois les dimensions du tracé méandrique (p , ip , surface active, dimension des plots d'accès) fixées, l'aspect positif ou négatif de l'émulsion doit être déterminé pour chacun des niveaux de masquage. Ce choix implique de connaître le mode de dépôt de chacun des matériaux ainsi que les techniques employées pour les traiter au cours du procédé de fabrication.

Exemple : Choix de l'émulsion pour la réalisation du méandrique avec le premier matériau thermoélectrique.

Nous avons utilisé deux techniques différentes pour déposer les matériaux thermoélectriques sous vide : l'évaporation et la pulvérisation cathodique. Avec ces deux techniques, le transfert des motifs du masque au substrat peut se faire soit par gravure par voie humide (Figure III. 3) ou soit par "lift-off" (Figure III. 4). Cette opération requiert une étape de photolithographie impliquant un choix entre une résine positive et négative. Le couplage entre le choix de la technique de dépôt et celui de la résine détermine la nature positive ou négative de l'émulsion du masque.

La plupart des résines optiques disponibles au laboratoire sont positives. Ce type de résine présente une transparence, après traitement de révélation aux endroits impressionnés par le faisceau UV ; corrélativement les parties cachées définissent une éprouve opaque.

La résine de photolithographie UV la plus usitée au laboratoire est celle référencée AZ 1518 de la société **Shipley**. La réalisation de motifs par gravure humide en utilisant cette résine nécessite un dépôt par pulvérisation cathodique ou par évaporation. Le masque employé doit alors être négatif pour permettre le transfert du motif du masque sur la couche à graver comme l'illustre la Figure III. 3. Le principe de cette procédure est analogue à celle décrite dans le cas des technologies classiques (C.I.) au **paragraphe A.II.2.2 du chapitre 2**.

¹ Le choix d'une contrainte par la gravure humide se justifie par le fait que cette technique présente plus souvent de la sous gravure en comparaison avec la gravure sèche.

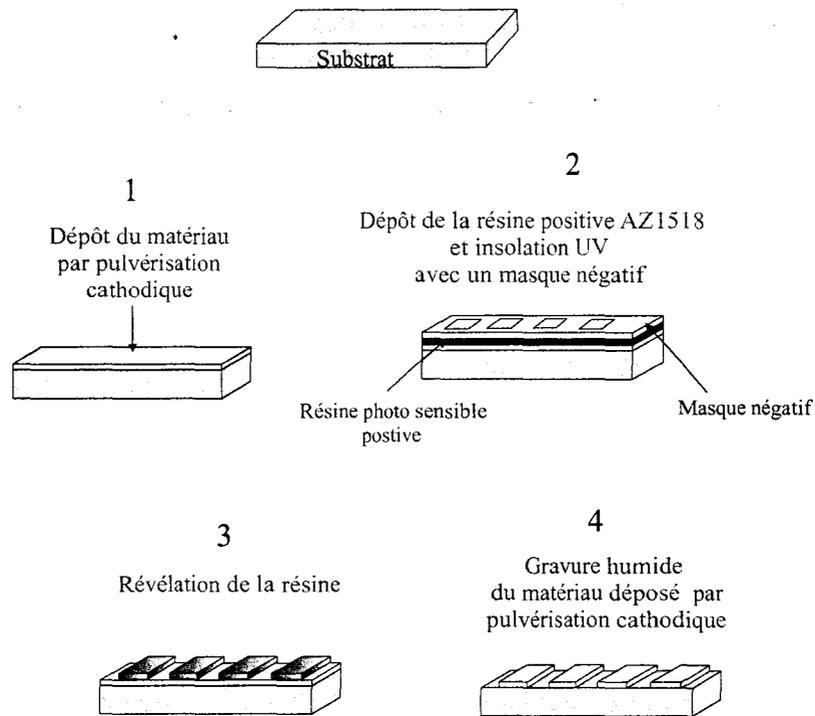


Figure III. 3 : Réalisation de motifs par gravure humide employant une résine photo positive

La réalisation de motifs en utilisant la même résine (AZ 1518) mais en l'aide d'une technique de "lift-off" requiert, quant à elle, l'utilisation d'un masque positif. La Figure III. 4 schématise les différentes étapes d'un procédé de "lift-off".

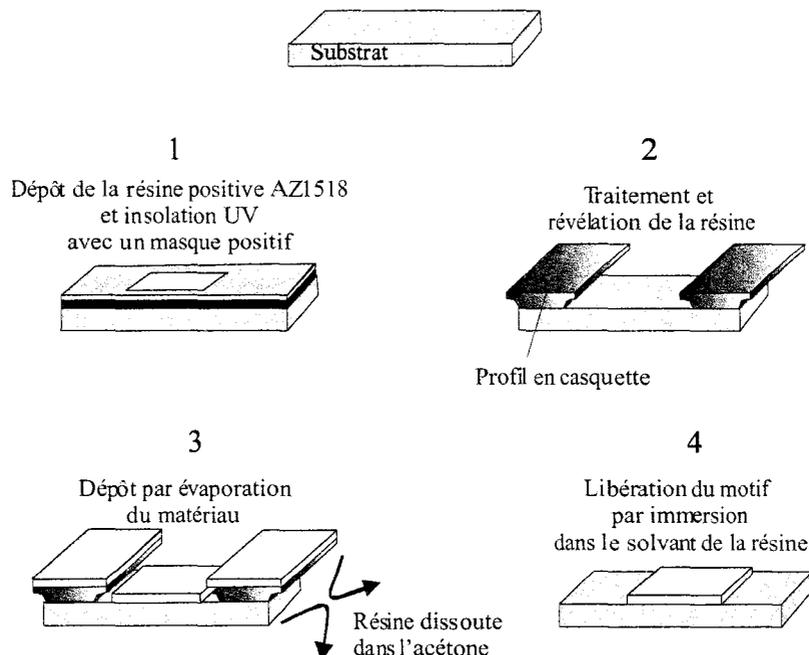


Figure III. 4 : Les différentes étapes du procédé de "lift-off"

La première étape décrite sur la figure ci-dessus est le dépôt de la résine et son traitement pour la durcir superficiellement. Une insolation aux rayonnements UV à travers le masque positif permet, après révélation, d'obtenir un "profil en casquette" (deuxième phase). En effet, le durcissement superficiel entraîne une variation de la vitesse de développement de la résine entre la surface et le bas de la résine conduisant au résultat observé. Il est alors possible de déposer par évaporation (car c'est un dépôt plus directif) le matériau sur la structure comme l'illustre la troisième étape. La quatrième étape permet la révélation du motif par immersion de la structure dans un solvant de la résine (l'acétone par exemple). Cette opération conduit à la dissolution du "profil en casquette" et au décollement de la matière s'y étant déposée. La fin du processus se traduit par l'apparition d'un motif identique à celui du masque.

A.II Réalisation des masques

Compte tenu de notre démarche expérimentale, les masques ont été conçus de façon à maintenir des performances optimales pour différentes combinaisons de matériaux thermoélectriques et de substrats.

A.II.1 Dimensions

A.II.1.1 Dimensions extérieures du capteur

Le capteur étant destiné à une application industrielle, ses dimensions extérieures ont été déterminées de façon à permettre son encapsulation, si besoin est, dans un boîtier de type TO5. C'est pourquoi les dimensions extérieures retenues pour le capteur sont normalisées à 6,35x5 mm (Figure III. 5).

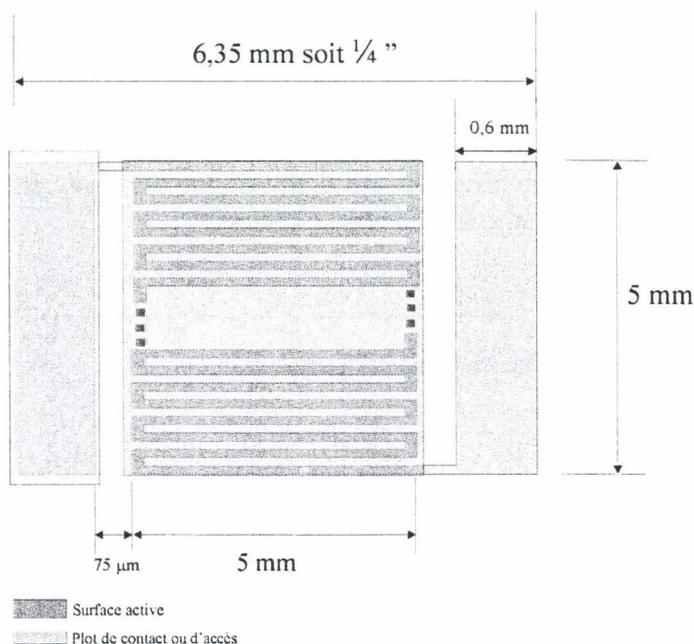


Figure III. 5 : Dimensions extérieures du capteur

Les réalisations applicatives effectuées par F. Polet ^[9] ont montré l'adéquation de ce format au standard de l'encapsulation dans l'industrie.

A.II.1.2 Dimensions internes du capteur

Les masques sont conçus et dessinés en fonction de la disposition des matériaux utilisés sur la surface active. L'agencement des zones absorbantes et réfléchissantes par rapport à la thermopile ainsi que la disposition des éléments constituant la thermopile l'un par rapport à l'autre sont illustrés sur la figure ci dessous.

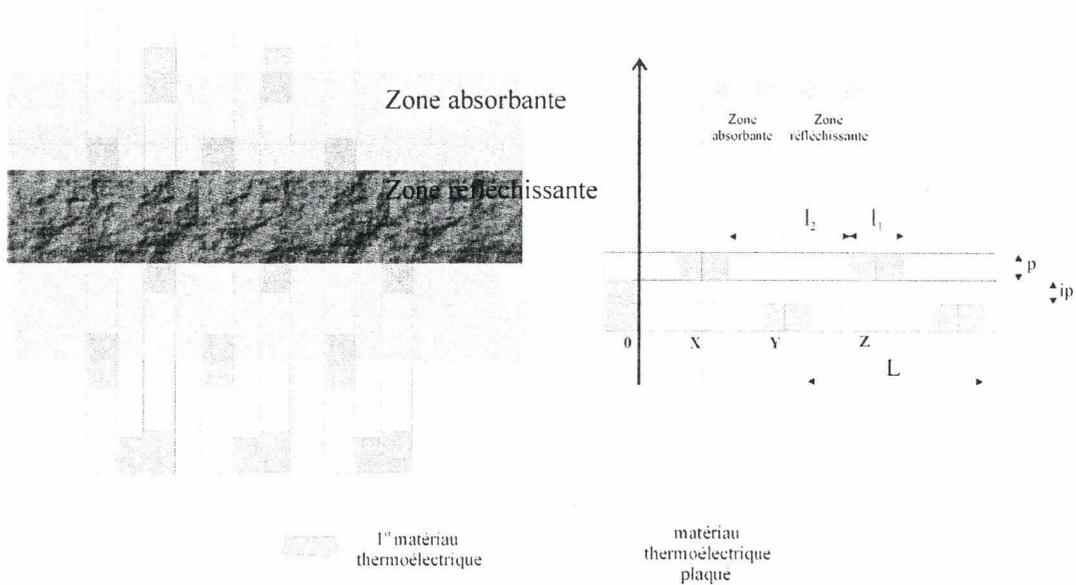


Figure III. 6 : Disposition des matériaux sur la surface active

Sur cette figure, L représente la longueur d'une cellule thermoélectrique, l₂ la longueur de la zone plaquée, et l₁ est la longueur de la cellule non couverte par le placage. L, l₁ et l₂ sont alors définis tel que :

$$L = l_1 + l_2 \quad (\text{m}) \quad \text{Eq. [III.2]}$$

On définit R_c, la raison cyclique de placage comme étant le pourcentage de matériau plaqué sur la longueur L de la cellule thermoélectrique :

$$R_c = \frac{l_2}{L} \quad (\%) \quad \text{Eq. [III.3]}$$

Les valeurs de x, y et z se définissent comme suit

$$\begin{aligned} x &= R_c \cdot \frac{L}{2} \\ y &= (1 + R_c) \cdot \frac{L}{2} \\ z &= (2 + R_c) \cdot \frac{L}{2} \end{aligned} \quad \text{Eq. [III.4]}$$

Pour faciliter la mise en œuvre technologique des réalisations, deux jeux de masques ont été conçus avec les mêmes dimensions extérieures mais avec des ensembles de valeurs dimensionnelles différentes pour les grandeurs L , l_2 , et ip . Le tableau suivant synthétise les principaux paramètres de ces deux séries de masques.

		Série de masques 12JAY		Série de masques 10JAY	
Dimensions extérieures		6,35x 5mm		6,35x 5mm	
Surface active		5 x 5 mm ²		5 x 5 mm ²	
p	ip	12 μm	12 μm	12 μm	10 μm
R _c	L	65%	625 μm	65%	500 μm

Tableau III. 1 : paramètres des masques

A.II.2 Fabrication des masques

Les réalisations microtechnologiques se font généralement soit par "croissance-gravure" (utilisation des différentes techniques de dépôt et de gravures disponibles), soit par croissance de motifs prédéterminés (technique de "lift-off"). Dans ces deux cas, une protection totale ou partielle de certains motifs sur le substrat est impérative. C'est le rôle dévolu au masque.

Pour la réalisation de microradiomètres A.D.D., plusieurs masques sont nécessaires. L'ensemble de ces masques est appelé "série", et on appelle "niveau de masquage", un masque conçu et réalisé pour une étape donnée d'un procédé de réalisation microtechnologique. Généralement, les niveaux de masquage sont numérotés en fonction de leur première (ou seule) utilisation au cours du procédé de fabrication.

Dans un premier temps, les masques ont été dessinés à l'aide du logiciel Mastek. Les fichiers ont ensuite été convertis au format GDS² à l'aide du logiciel Wavemaker[®]. Par la suite, seul ce dernier logiciel a été utilisé.

A.II.2.1 "Emulsion" et fonction de chaque niveau de masquage

Les figures et tableaux suivants résument les caractéristiques et la fonction de chaque niveau de masquage dessiné et réalisé.

Premier niveau de masquage (#1)

Ce premier niveau a pour objet de déposer la piste conductrice, et d'assurer une continuité de conduction sur son ensemble. Les deux masques réalisés présentent une longueur effective de piste respectivement \mathcal{L} de 1,041 m pour la série 12JAY et 1,136 m pour la série 10JAY. C'est à ce niveau qu'il importe de travailler dans un environnement de classe 100 (ou mieux) en raison du risque de rupture du circuit qu'engendrerait la présence d'une simple poussière sur le masque considérant le ratio entre la longueur effective et la largeur de piste p (plus de 1 m de long pour 10 à 12 μm de largeur).

² Format standard de présentation « lay-out » dans l'industrie microélectronique. Voir aussi Glossaire.

Type de masque	Objectif
Négative	Réaliser par gravure humide le dessin du méandrique avec le matériau 1.

Tableau III. 2 : Masque pour le méandrique

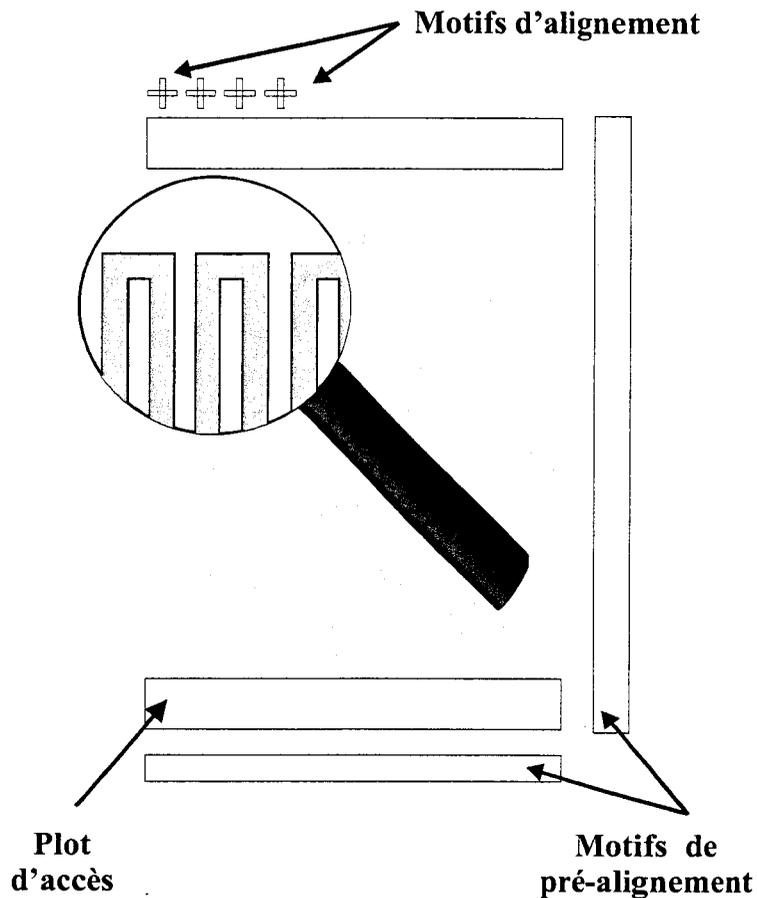


Figure III. 7 : Présentation du niveau #1 de masquage

Second niveau de masquage (#2)

Le second niveau de masquage a pour objet de définir la localisation des dépôts du second matériau thermoélectrique : d'une manière générale, l'épaisseur du second conducteur doit rester inférieure à celle de la piste continue sans toutefois présenter une valeur inférieure à 300 nm, afin de conserver un pouvoir thermoélectrique proche de celui des matériaux "en masse" (bulk material).

Type de masque	Objectif
Positive	Réaliser par "lift-off" le dépôt du matériau thermoélectrique plaqué.

Tableau III. 3 : Masque pour les plots des thermoéléments plaqués

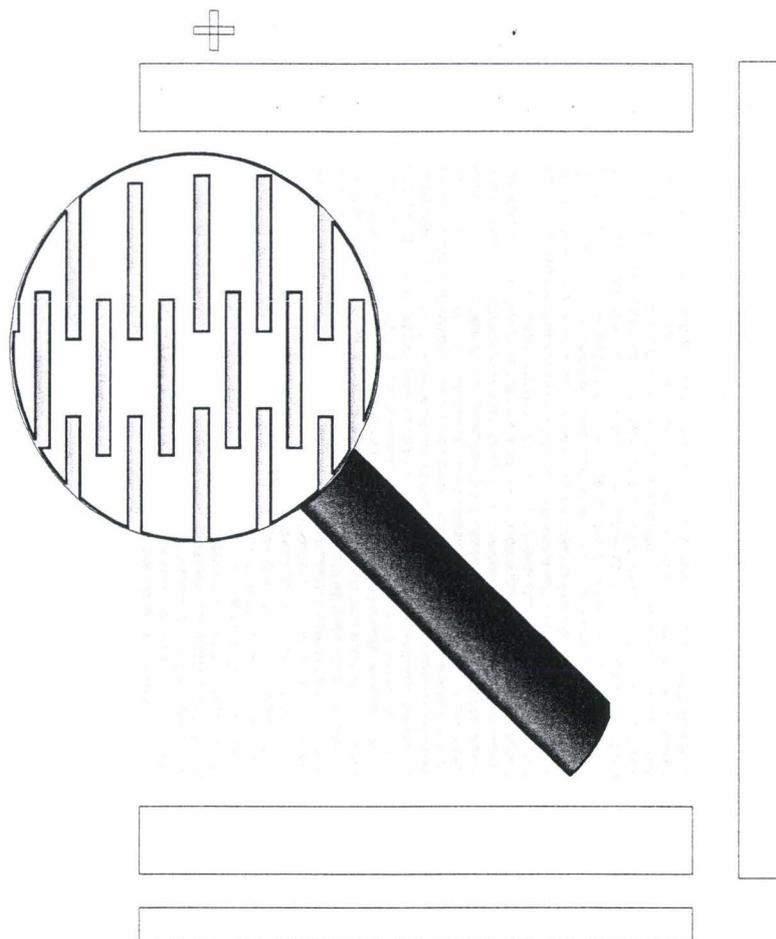


Figure III. 8 : Présentation du niveau #2 de masquage

Troisième niveau de masquage (#3)

Deux réalisations de masques ont été prévues pour ce niveau de masquage (l'un avec une émulsion de type positif et l'autre de type négatif) pour permettre l'utilisation de deux procédés différents conduisant à l'ouverture de l'absorbant au niveau des plots d'accès. Cette étape est réalisée en utilisant des matériaux photosensibles comme certains polyimides liquides (généralement photonégatif) ou des matériaux requérant une gravure sèche pour le dégagement des plots d'accès (nitrure de silicium ou polyimide non photosensible).

Il importe ensuite de prévoir un process d'épaississement des plots de contacts de chaque capteur afin de permettre la soudure sans risque de diffusion excessive de matière et de création d'un thermocouple parasite entre les bornes du capteur ; à c'est égard, le plan de mesure doit rester isotherme (c'est à dire exempt de gradient tangentiel parasite).

Type de masque	Objectif
Positive (gravure plasma)/ négative (polyimide photosensible négatif)	Dégagement des plots et épaississement pour contact électrique.

Tableau III. 4 : Masque pour le dégagement de plots

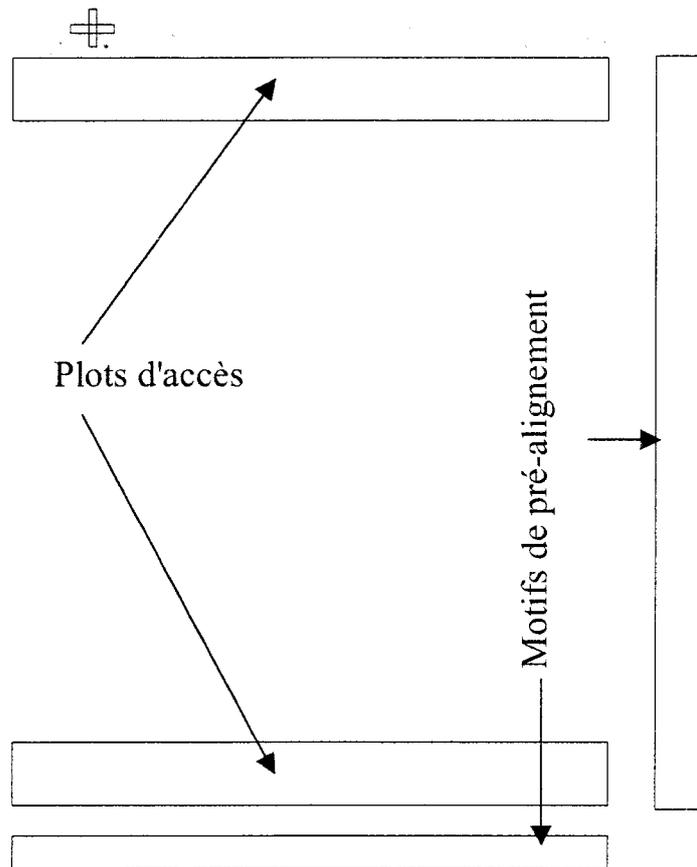


Figure III. 9 : Présentation du niveau #3 de masquage

Quatrième niveau de masquage (#4)

Après avoir réalisé une thermopile planaire complète, son application en radiomètre A.D.D. demande l'association d'un collecteur comportant une alternance de lames absorbantes et réfléchissantes de l'infrarouge : à cet égard, l'ensemble de la thermopile est recouvert entièrement du matériau absorbant (nitrure de silicium ou polyimide liquide) et des motifs en formes de bandes réfléchissantes sont déposés relativement en dessous d'une thermojonction sur deux (comme illustré sur la Figure III. 6).

Ce niveau de masque a pour objet de localiser les dépôts du film réflecteur.

Type de masque	Objectif
positive	Réaliser par "lift-off" le dépôt du matériau des réflecteurs.

Tableau III. 5 : Masque pour le dépôt des réflecteurs

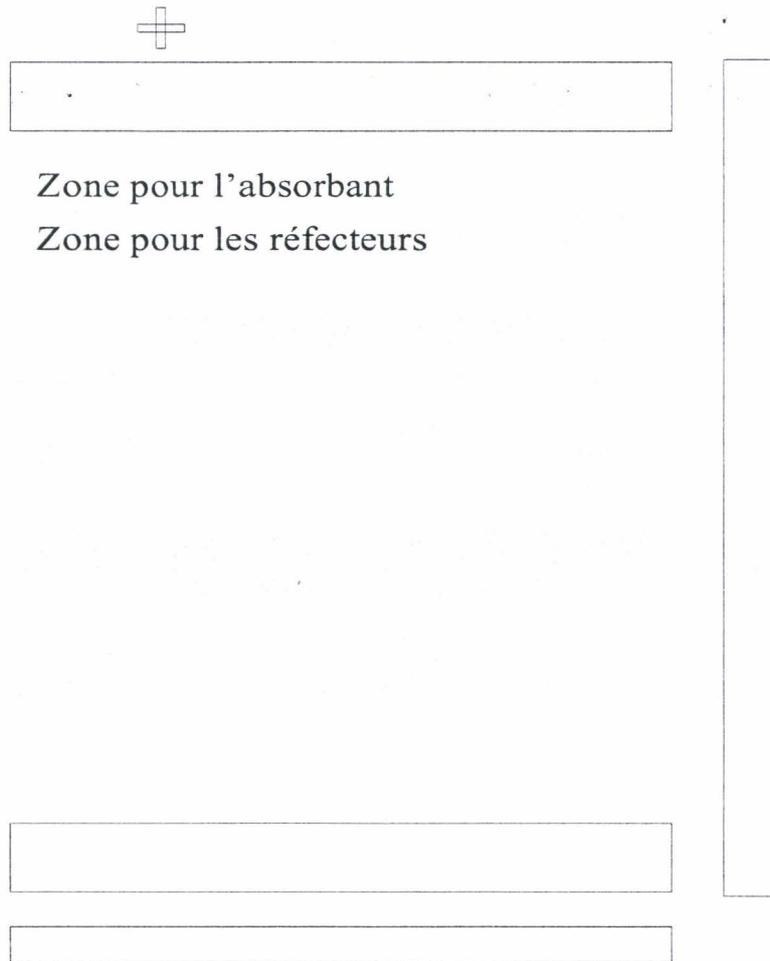


Figure III. 10 : Présentation du niveau #4 de masquage

AII.2.2 Motifs d'alignement

Un bon alignement des différents niveaux du capteur nécessite de prévoir des repères, encore appelés "motifs d'alignement" :

- des motifs de pré-alignement (Figure III. 7) permettant une superposition grossière entre deux niveaux (\approx à 3 μm près).
- des motifs d'alignement permettant d'ajuster et d'affiner la superposition obtenue par le pré-alignement. (\approx 0,5 à 1 μm près).

Le premier niveau de masquage contient autant de marques d'alignement qu'il y a en tout de masquages prévus pour la réalisation complète des radiomètres. Il possède aussi les marques de pré-alignement, visibles sur la Figure III. 7. Les autres niveaux possèdent eux aussi les motifs de pré-alignement mais ne comportent qu'un seul d'alignement, venant se superposer ou compléter un des motifs du niveau 1 comme illustré sur la Figure III. 11.

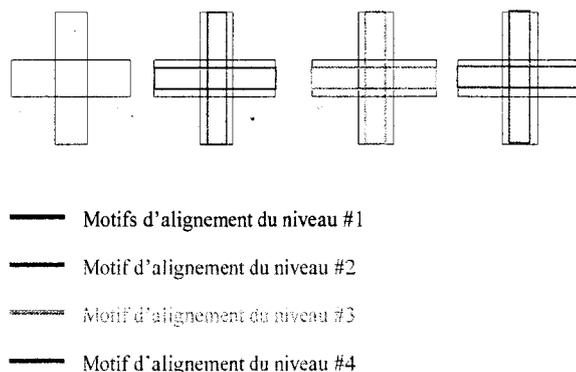


Figure III. 11 : Motifs d'alignement des niveaux de masque

A.II.2.3 Procédé de fabrication des masques

La réalisation des masques, décrite ci-dessous, a été confiée au service "techno" spécifique au sein de l'institut.

Ils sont fabriqués sur des carrés de verre "soda lime" de 3 mm d'épaisseur et 4 pouces de côté, recouverts sur une face d'un film de chrome de 80 nm d'épaisseur. Pour réaliser les masques, la surface chromée est enduite, pour les masques positifs, de la résine copolymère MMA³ à 33% ^[glossaire] et SAL601 de **Shipley**, pour les masques négatifs. L'image du niveau à réaliser est transférée du fichier au format GDS vers le masqueur électronique EBP 5000⁺ de marque **Leica**.

Pour la résine destinée aux masques négatifs, le recuit se fait en deux étapes. Le premier se fait sur plaque à 105 °C pendant trois minutes. L'insolation au masqueur électronique dure environ deux heures par masque. Le second recuit, consécutif à l'insolation, se fait alors sur plaque à 115 °C sur plaque pendant trois minutes. La résine est révélée avec le développeur MF322 (pur) de **Shipley**. La gravure du film de chrome peut alors être effectuée avec la solution "Chrome Etch" de **Shipley** à base de sulfate de cérique. La vitesse d'attaque de cette solution à 25 °C est d'environ 100 nm par minute.

Pour la résine destinée aux masques positifs, le recuit se fait dans une étuve à 180 °C pendant 20 minutes. L'insolation dure pratiquement le même temps que pour les masques négatifs, soit environ deux heures par masque. Cette résine se développe avec du MIBK mélangé avec de l'iso-2-propanol (IPA) en proportion 1 pour 2 en volume. La gravure du film de chrome se fait soit avec la solution commerciale citée précédemment soit avec la préparation dont les paramètres rappelés dans le tableau ci-dessous :

Matériau	Proportion
H ₂ SO ₄	50 cm ³
CeS (II) ^[Dt.10]	100 g
Eau désionisée	1000 cm ³

Tableau III. 6 : Solution d'attaque du chrome à base de sulfate de cérique II

³ Méthyl Methacrylate

La durée de la gravure pour 100 nm est de trois à quatre minutes avec cette solution.

En principe, un niveau de masque permet d'opérer collectivement sur 120 unités. Les figures suivantes montrent l'aspect du niveau 1 de masque ainsi qu'un détail du tracé méandriforme et des plots pour le placage du second matériau.

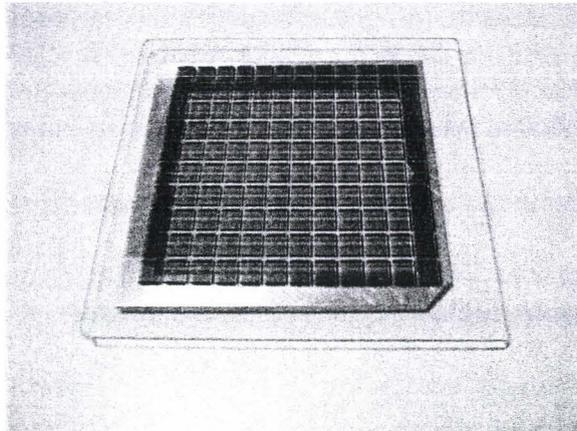


Figure III. 12 : Masque en chrome sur verre du niveau #1

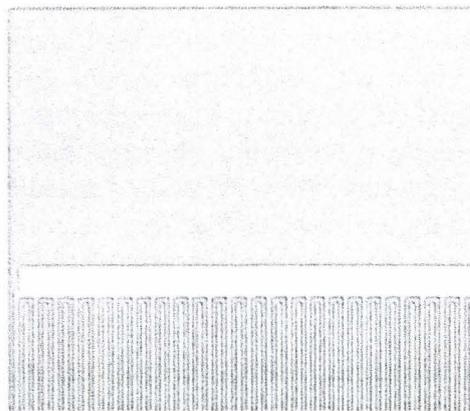


Figure III. 13 : Détail de la connexion à un plot de contact sur le niveau #1 de masquage



Figure III. 14 : Ouverture pour la réalisation des thermoéléments plaqués sur niveau # 2 de masquage

B Réalisation microtechnologique des capteurs sur verre

B.I Introduction

Les premières réalisations des microradiomètres reposaient sur une technologie développée sur un substrat de verre ^[2]. La thermopile était réalisée avec les matériaux thermoélectriques or et constantan, et le collecteur comportait du nitrure de silicium (Si_3N_4) comme absorbant et de l'or pour les réflecteurs. Ces choix étaient motivés par :

- la relative simplicité des opérations technologiques de fabrication de la structure.
- les résultats obtenus par extrapolation des performances relatives aux capteurs classiques (technologie C.I.) développés au laboratoire.

En effet, le substrat retenu doit thermiquement être le plus isolant possible, ce qui exclut *de facto* les substrats semi-conducteurs standards tels que le Silicium (Si , $\lambda=140 \text{ W.K}^{-1}.\text{m}^{-1}$) ou l'arséniure de gallium (GaAs , $\lambda=52 \text{ W.K}^{-1}.\text{m}^{-1}$). De plus, une bonne tenue en température ainsi qu'un état de surface suffisamment plan sont nécessaires au bon déroulement des différentes opérations technologiques. La recherche de matériaux s'est limitée, dans un premier temps, aux matériaux usuels en microtechnologie. Les caractéristiques mécaniques et chimiques du verre ($\lambda=1 \text{ W.K}^{-1}.\text{m}^{-1}$) en ont fait le meilleur compromis pour servir de substrat. Il possède en effet une surface plane, rigide et compacte, sa tenue en température atteint les 1000°C et il n'est pas hygroscopique. Ce matériau présente aussi la propriété appréciable d'être biologiquement compatible. Cela permettrait d'étendre éventuellement l'utilisation de ces radiomètres à des applications biologiques. Le seul inconvénient est toutefois sa conductivité thermique, environ 5 fois supérieure à celles du Kapton utilisé dans la technologie classique C.I. (**chapitre 2 § A.II**).

Le dépôt d'or, couramment utilisé et maîtrisé en microélectronique est l'un des deux éléments de la thermopile ; cependant, d'un point de vue thermoélectrique ce n'est pas un bon choix. En effet, son pouvoir thermoélectrique est négligeable ($\alpha=1.94 \mu\text{V/K}$) et sa qualité essentielle réside dans sa conductivité électrique ($\sigma = 4,545.10^7 \Omega^{-1}.\text{m}^{-1}$). Il a fallu alors déterminer le matériau le plus adéquat pour former une thermopile performante. Ce matériau devait être facile à déposer et conduire à un pouvoir thermoélectrique convenable une fois associé à l'or. L'étude des caractéristiques thermo-physiques de différents matériaux ^[1] a permis de sélectionner le constantan. Ce choix a été conforté par la facilité de dépôt de ce dernier par pulvérisation cathodique.

Le matériau utilisé comme absorbant infrarouge (le nitrure de silicium) pour le collecteur est déposé par PECVD (**chapitre 2 § B.I.4**). Les réflecteurs, en or, sont déposés par évaporation par canon à électrons (**chapitre 2 § B.I.2**). Ces deux techniques de dépôts sont parfaitement maîtrisées au laboratoire.

Ces choix concordent avec différents résultats de travaux menés au laboratoire ^{[2], [3]} et nous les avons dans un premier temps conservés devant la nécessité d'obtention rapide de prototypes industrialisables, et en vue de l'amélioration progressive du procédé de fabrication et des performances de capteurs.

B.II Réalisations microtechnologiques

La réalisation des capteurs en microtechnologie nécessite l'enchaînement de différentes étapes. Elles sont présentées dans les paragraphes suivants relativement à la fabrication des radiomètres sur un substrat de verre. Les caractéristiques des radiomètres ainsi fabriqués sont résumées dans le tableau ci-dessous :

Capteur sur verre	
substrat verre ($1W.m^{-1}.K^{-1}$)	400 μm
Thermoélément 1 : Cn	≈ 600 nm
Thermoélément 2 : Au	≈ 250 nm
Pouvoir thermoélectrique équivalent du couple : $\Delta\alpha$	34 $\mu V.K^{-1}$
Absorbant : Si_3N_4	1 μm
Réflecteur : Au	200 nm
Surface active	5 x 5 mm^2
Largeur des pistes p	12 μm
Largeur des interpistes i_p	10 μm
Longueur effective de la piste	1,136 m
Résistance moyenne	50 k Ω
Sensibilité moyenne	2,5 $\mu V/(Wm^{-2})$
Temps de réponse à 90%	13 ms
Dynamique de mesure	80 dB
NEPD (à 20 °C)	13,5 $10^{-3} Wm^{-2}/Hz^{1/2}$
NETD (à 20 °C)	1,98 mK

Absorbant Si_3N_4 : 1 μm

Piste de constantan : 600 nm

Verre : 400 μm

Plot en Or : 250 nm

Section et dimensions des premières thermopiles sur verre

Tableau III. 7 : Synthèse des caractéristiques et des performances

B.II.1 Réalisation du méandrique

B.II.1.1 Préparation du substrat de verre

La préparation consiste essentiellement en un nettoyage. C'est une étape cruciale nécessitant une préparation minutieuse car la surface du verre est fréquemment grasse, et accroche très facilement les poussières de petit diamètre (typiquement de l'ordre du micron) avec des liens de type Van der Waals difficiles à rompre. Une surface contaminée peut entraver le dépôt, faute d'adhérence, du premier matériau thermoélectrique sur le verre (Figure III. 15) et/ou entraîner une rupture de la piste due à la présence de poussière (Figure III. 16).



Figure III. 15 : Décollement par manque d'adhérence d'un film de constantan de 800 nm sur un substrat de verre altéré par un corps gras

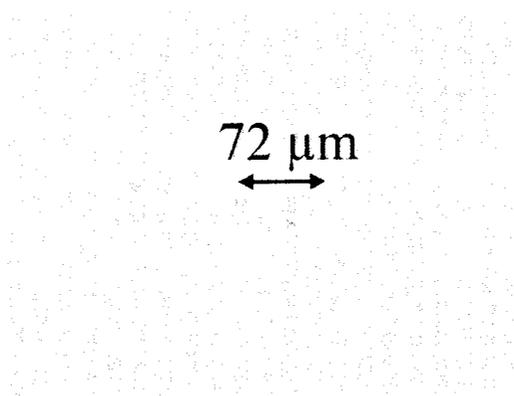


Figure III. 16 : Ruptures sur la piste dues à une poussière

Pour cette étape du procédé, une technique classique de nettoyage repose sur l'immersion de la lame de verre dans un bain d'acétone avec décapage par ultrasons pendant 5 minutes afin d'éliminer les poussières et les matières grasses de la surface. Cette opération est suivie d'un rinçage à l'iso-2-propanol et d'un séchage sous flux d'azote. Cette méthode ne s'étant pas avérée suffisamment fiable, une étape préalable de lavage avec un tensioactif (aussi utilisé

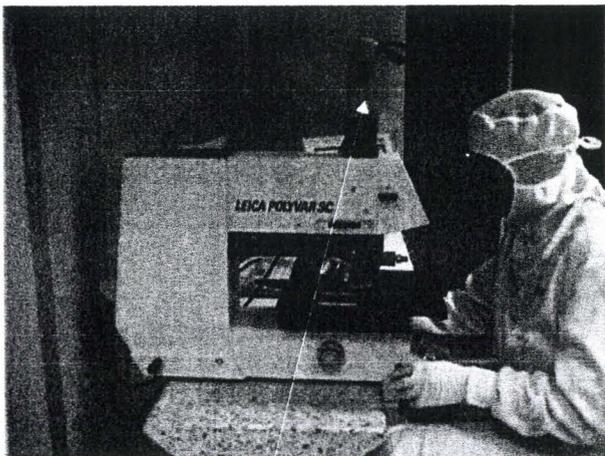
comme solution de nettoyage de verrerie pour salles blanches, Tex-Pure/TX160, de **TexWipe**) a été introduite. Ce produit se mélange avec de l'eau désionisée (résistivité $>10\text{M}\Omega$) selon les proportions : 1 volume de produit pour 16 volumes d'eau. Après l'immersion et le frottement de la lame de verre dans cette solution, cette dernière est abondamment rincée à l'eau désionisée. Enfin, une préparation supplémentaire de la surface du substrat présente les avantages de nettoyer la surface de façon plus agressive, et de favoriser l'adhérence des matériaux déposés sous vide. Deux voies ont été testées :

- *décapage en milieu acide* : c'est un procédé de nettoyage très agressif donnant de bons résultats en immergeant le substrat dans une solution fraîche d'eau oxygénée (H_2O_2) et d'acide fluorhydrique (HF). Ce mélange est très abrasif et exothermique (plus de 120°C au cours du mélange).
- *décapage in situ* : il s'effectue en utilisant la possibilité d'inversion de la polarisation de la cible 4 du bâti **Plassys**. Les ions d'argon du plasma vont alors frapper la surface du substrat (et non plus la cible) et légèrement l'éroder.

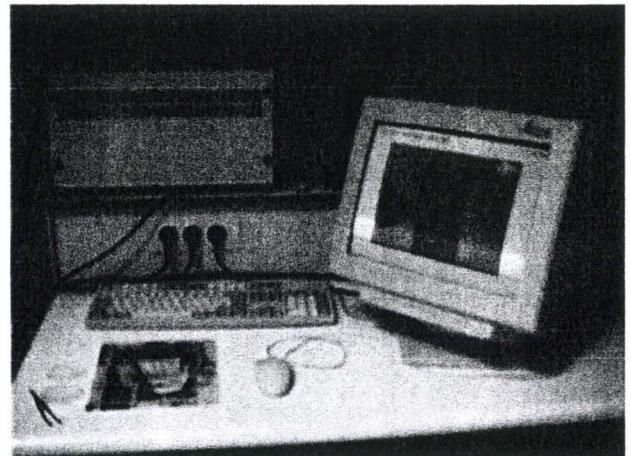
Cette dernière solution a été finalement adoptée car les risques de recontaminations par des poussières sont minimales : l'échantillon reste dans le bâti jusqu'à la fin du dépôt de constantan.

Toutes ces opérations s'effectuent sous hotte, en classe 100 (hormis le décapage), en respectant les précautions d'usage en chimie (port de gants, de lunettes ...). La validation de cette étape se fait par un contrôle au microscope de la propreté de la surface, et permet de valider le passage à l'étape suivante : le dépôt du premier matériau thermoélectrique, le constantan.

Nous disposons, pour le contrôle optique de la qualité des réalisations des étapes du procédé, de deux microscopes optiques en centrale de technologie. Ils sont équipés d'un système de mesure et d'une caméra CCD (Figure III. 17) ; ils permettent ainsi, outre le contrôle visuel de la qualité de réalisation d'une étape, la sauvegarde d'images.



Caméra CCD



Visualisation et acquisition

Figure III. 17 : Système de contrôle optique des process

B.II.1.2 Dépôt d'une couche uniforme de constantan

La méthode la plus utilisée au laboratoire pour déposer l'alliage de constantan, est la pulvérisation cathodique assistée par magnétron avec l'argon comme gaz d'ionisation pour le plasma. Les dépôts ont été effectués initialement avec une cible de deux pouces (la seule disponible alors) dans le bâti de dépôt **Plassys**. Pour assurer la pureté du matériau déposé (Figure III. 18), un décapage superficiel de la cible est effectué en pulvérisant à vide au préalable, c'est à dire sur le cache situé dans le bâti.

Composition constante des couches minces composites

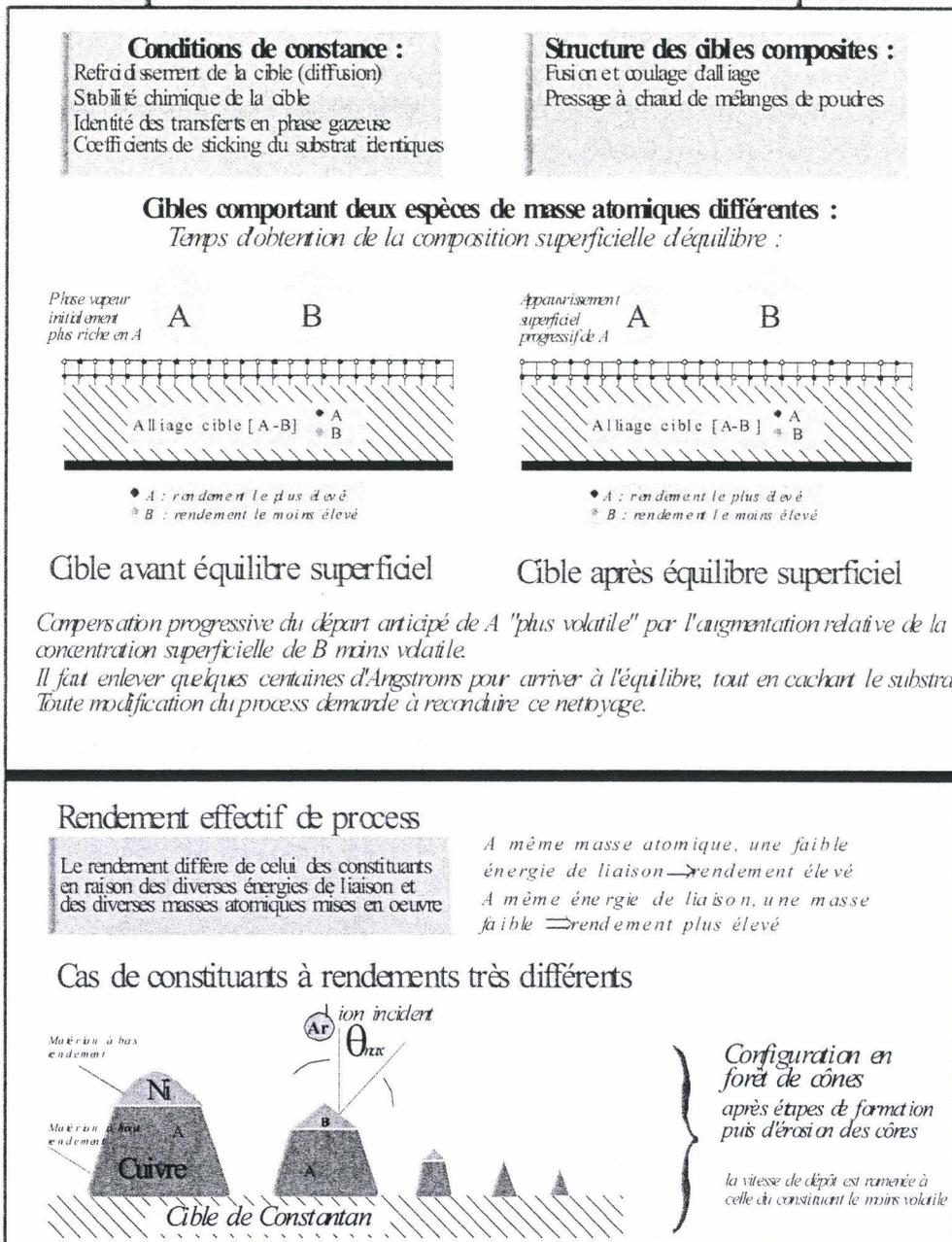


Figure III. 18 : Pulvérisation cathodique d'alliages ou de composés

Les paramètres de dépôt pour obtenir une épaisseur de film de 600 nm de constantan nécessaire à une réalisation sur verre sont résumés dans le tableau suivant :

	Cible 2''	Cible 4''
Matériau	Constantan	Constantan
Source	RF	RF
Débit d'argon	82 sccm	30 sccm
Pression	20 mTorr ($\approx 2,6$ Pa)	7,5 mTorr (≈ 1 Pa)
Tension de polarisation	800 V	500 V
Puissance	300 W	350 W
Temps de dépôt	9 min	11 min 30
Magnétron	OUI	OUI

Tableau III. 8 : Paramètres de dépôt en mode RF du constantan pour une épaisseur 600 nm avec une cible de 2 et 4 pouces de diamètre

La qualité cristallographique des couches déposées reste toutefois moyenne. En effet, les résistivités mesurées pour les films déposés (70 à 100 $\mu\Omega$.cm avant recuit) peuvent être jusque deux fois supérieures à celle du constantan volumique (52 $\mu\Omega$.cm). Par ailleurs des mesures effectuées par K. Ziouche ^[4] montrent que la résistivité du constantan déposé varie avec le débit d'argon. Ceci met en avant la nécessité d'effectuer un recuit du film après dépôt. Cette opération a pour effet la stabilisation des structures cristallographiques et homogénéise les résistivités. Elle est effectuée en utilisant le four de recuit rapide Heatpulse 210 (Figure III. 19, **AG associate**) doté d'une circulation d'azote hydrogéné, afin d'éviter les éventuelles oxydations thermiques des couches.

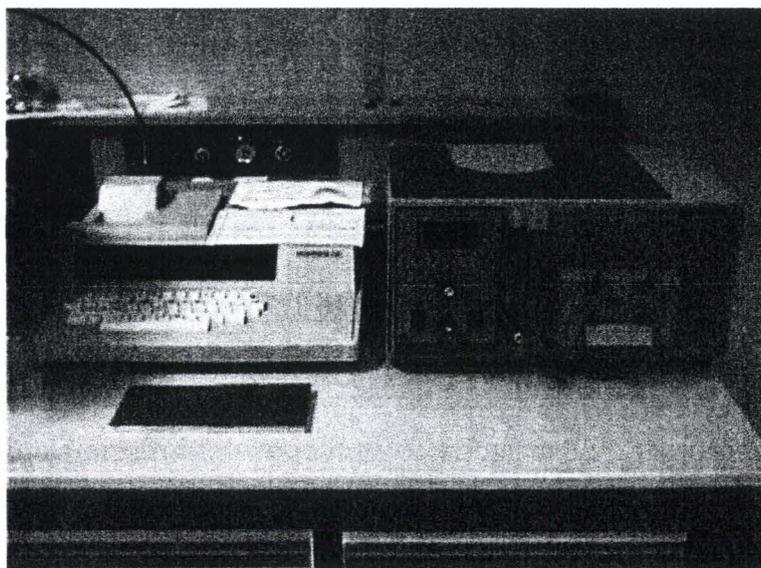


Figure III. 19 : Four a recuit rapide Heatpulse 210

La Figure III. 20, résumant les résultats obtenus, résulte des récents travaux de K. Ziouche. Elle montre que la température de recuit rapide doit être de l'ordre de 420 °C pendant au moins 40 secondes pour retrouver des valeurs de résistivités conformes aux valeurs du constantan volumique.

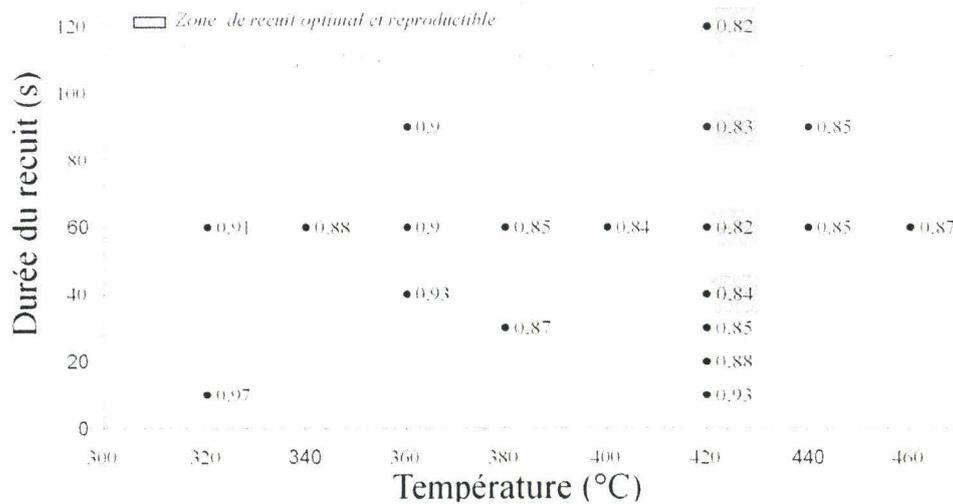


Figure III. 20 : Influence de la durée du recuit sur le rapport entre les résistivités après et avant recuit du constantan ($R_{\text{après}}/R_{\text{avant}}$)

B.II.1.3 Préparation du masquage

Pour réaliser le tracé méandrique, l'image du premier niveau de masquage doit être transférée sur l'épaisseur de constantan préalablement recuit. Ce transfert se fait par l'intermédiaire d'une résine photosensible résistante aux solutions chimiques dans laquelle le substrat est plongé au cours du process. La résine photosensible positive⁴ utilisée, S 1400-27 de Shipley, permet de réaliser des motifs avec une résolution de l'ordre du micron. Elle est constituée de trois éléments : une substance photoactive, une résine de base et un agent solvant organique. Ce dernier est généralement évacué au cours des procédés de dépôt et de recuit de la résine. Les paramètres établis pour le dépôt de cette résine à la tournette (KarlSüss TP 1100 à capot ouvert) sont :

Résine	Shipley S1400-27
Vitesse (Tr.min^{-1})	3000
Accélération ($\text{Tr.min}^{-1}.\text{s}^{-1}$)	4000
Durée (s)	60
Épaisseur (μm)	1.8

Tableau III. 9: Paramètres d'enduction de la résine Shipley S1400-27

La résine déposée est recuite sur plaque chauffante à 120°C pendant 2 minutes. Une exposition aux UV (12 secondes avec le filtre) permet d'insoler les parties de la résine non masquées, sensibles à l'énergie des photons absorbés ($\lambda_{\text{optique}}=365\text{nm}$). Cette étape permet de rompre les molécules du polymère insolées en détruisant le composé photoactif. Le taux de développement de la résine est alors de l'ordre de 100 à 200 nm/s (contre ≈ 1 nm/s avant l'insolation) aux endroits soumis aux rayonnements UV. L'échantillon est ensuite immergé dans le développeur correspondant ("Microposit Developer") dans les proportions : (2/3) de

⁴ La partie soumise à une exposition UV est soluble dans un développeur de la résine

produit pour (1/3) d'eau désionisée, le tout maintenu à 20 °C. Cette réaction permettant d'ôter sélectivement les parties insolées de la résine dure 15 secondes. Le substrat est ensuite immédiatement rincé à l'eau désionisée (à 20 °C) pendant deux minutes, pour éviter un surdéveloppement pouvant modifier les dimensions prévues pour les motifs.

B.II.1.4 Gravure du constantan

Après la réalisation du masque de résine, la gravure humide permet de libérer le motif désiré. Il importe de maîtriser au mieux cette étape du procédé car une gravure mal effectuée est réhilitoire pour la réalisation des opérations à venir. Il est alors nécessaire de prendre des précautions afin d'assurer la reproductibilité du procédé de gravure en exerçant un contrôle strict sur les grandeurs pouvant modifier les conditions expérimentales comme la composition de la solution chimique, la température et l'agitation.

Le constantan est un matériau dont la gravure est difficile à contrôler. Il faut, par exemple, éviter les sous gravures pour assurer la même résistance électrique à tous les capteurs du substrat ou encore vérifier la reproductibilité du procédé. Nous avons testé et éprouvé pour cela plusieurs solutions. La première solution utilisée ^[2] a été un mélange d'acide sulfurique, de sulfate cérique (se présentant sous forme de poudre) et d'eau désionisée dans les proportions suivantes :

Matériau	Proportion
H ₂ SO ₄	5 cm ³
CeS (II) ^[Dt.10]	10 g
Eau désionisée	100 cm ³

Tableau III. 10 : Solution d'attaque du constantan à base de sulfate de cérium

Bien que très efficace et parfaitement contrôlable (vitesse de gravure lente et homogène, de 25 secondes à 1 minute), cette attaque présente l'inconvénient de laisser des traces blanchâtres de sulfate. Ces tâches nuisent beaucoup à l'adhérence d'autres matériaux sur l'échantillon et peuvent modifier considérablement les propriétés d'absorption du rayonnement au niveau des interpistes des capteurs. Il est possible de les enlever en utilisant un mélange de tensioactif (TexPure) et d'iso-2-propanol. Le principal inconvénient de cette solution de gravure est son coût dans une optique d'industrialisation car le cérium est assez difficile à extraire de son minerai ^[Dt.10] avec pour conséquence un prix élevé.

Pour permettre une mise en œuvre du procédé de fabrication à "moindre" coût, nous avons consulté les données de l'ASTM ^[Dt.7] ainsi que les tables d'oxydoréduction ^[5] pour trouver de nouvelles solutions de gravure efficaces et compatibles avec les considérations de prix.

Parmi les différentes possibilités adaptées à la microélectronique, la formulation de Marble, le perchlorure de fer et l'acide nitrique HNO₃ ont été retenus.

Préparation des solutions d'attaque :**1. Formulation de Marble**

Ce mélange est constitué de sulfate de cuivre en poudre CuSO_4 , d'acide chlorhydrique (HCl) et d'eau désionisée. Les proportions du mélange sont :

Matériau	proportion
CuSO_4	90 g
HCl à 37%	450 cm^3
Eau désionisée	450 cm^3

Tableau III. 11 : Proportions de la Formulation de Marble

Les essais, menés pour des températures allant de 25 à 50 °C, ont montré une attaque trop rapide (moins de 10 s) et difficilement contrôlable. Des dilutions ont été effectuées mais les améliorations escomptées pour le process n'ont pas été probantes.

2. Solution de perchlorure de fer

Ce mélange, utilisé régulièrement dans les réalisations à l'aide des techniques classiques des circuits-imprimés (C.I.), est constitué de perchlorure de fer FeCl_3 (se présentant sous forme de poudre) et d'eau désionisée. Les proportions du mélange sont :

Matériau	Proportion
FeCl_3	40 g
Eau désionisée	100 cm^3

Tableau III. 12 : Proportions de la solution de perchlorure de fer

Il existe une version commerciale de cette solution distribuée par la société **KF- CRC industrie**. Les essais ont été menés à différentes températures avec cette solution, et un optimum à 40°C a été trouvé. A cette température, l'attaque est tout à fait convenable dans une optique d'industrialisation, bien qu'elle soit plus difficile à contrôler à cause des faibles épaisseurs de matière en comparaison avec le procédé de fabrication C.I. (600 mn pour la μT contre 2,5 μm pour le C.I.).

3. Solution d'acide nitrique

Ce mélange est constitué d'acide nitrique (HNO_3) et d'eau désionisée. Différentes dilutions de l'acide commercial (**Carlo Erba**) à 67 % ont été effectuées pour des essais de gravures à différentes températures. La figure ci-dessous, réalisée en collaboration avec K. Ziouche, synthétise l'ensemble des essais effectués pour cette attaque :

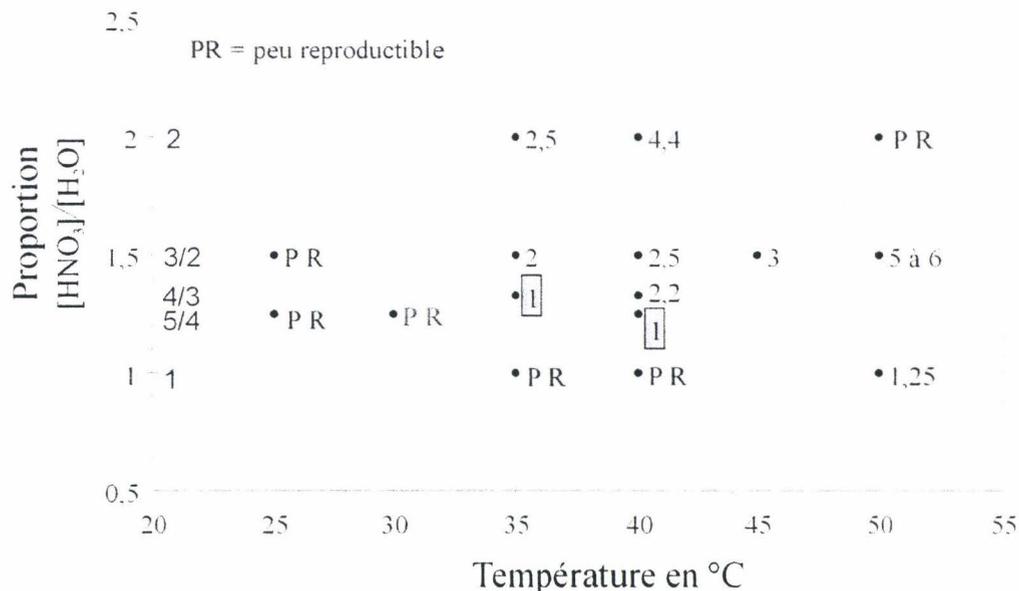
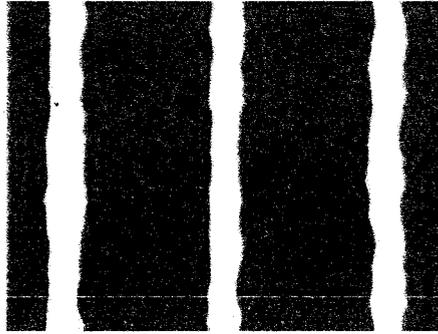


Figure III. 21 : Optimisation de la gravure par acide nitrique du constantan (proportion, température)

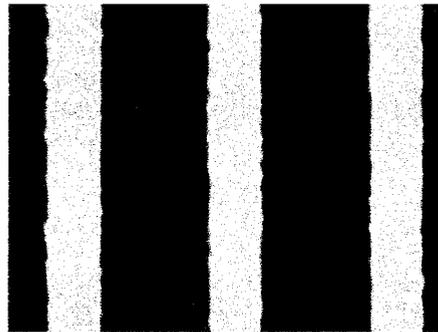
Remarque :

En ordonnée, nous avons représenté le rapport des concentrations d'acide nitrique (HNO₃ à 67 %) et d'eau désionisée. En abscisse, nous avons indiqué la température des solutions. Les valeurs dans le tableau représentent le rapport (s/e), entre les épaisseurs de sous gravure et de gravure du constantan. La mention PR représente les configurations peu reproductibles.

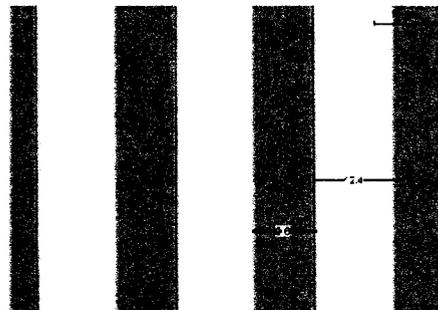
Nous avons retenu cette solution, compte tenu de sa facilité de mise en œuvre, de sa durée de conservation illimitée, et de la reproductibilité du processus. A cet égard, le temps de gravure, pour une température préférentielle comprise entre 20 et 45 °C, a fait l'objet de multiples étalonnages. La Figure III. 22 illustre les résultats qualitatifs de la gravure d'une couche de 500 nm de constantan pour différentes concentrations et températures. Pour des raisons de reproductibilité, il importe de ne pas travailler sur des temps trop courts (< 15 s).



Gravure du Constantan [HNO₃:2 vol] / [H₂O :1 vol] à 50 °C
temps de gravure 2 s



Gravure du Constantan [HNO₃:3 vol] / [H₂O :2 vol] à 45°C
temps de gravure 10 s



Gravure du Constantan [HNO₃:5 vol] / [H₂O :5 vol] à 40°C
temps de gravure 25 s

Figure III. 22 : Gravure du constantan à l'acide nitrique, grossissement 5x

La gravure terminée, le masque de résine est dissout dans de l'acétone puis l'échantillon est rincé à l'iso-2-propanol et séché sous un flux d'azote. Les résultats les plus probants ont été obtenus avec un mélange ayant 5 volumes d'acide nitrique HNO₃ à 67% pour 4 volumes d'eau désionisée, le tout thermostaté à 40°C avec une durée d'attaque de 25 secondes environ.

Ces investigations sur le process ont montré que la solution diluée d'acide nitrique présente le meilleur compromis quant à la qualité de la gravure, à la facilité de mise en œuvre et à l'estimation du coût sur le plan industriel. Avant de procéder aux étapes suivantes, une "cartographie" de l'épaisseur de constantan déposé sur l'échantillon est effectuée à l'aide du profilomètre **Tencor P10** (Figure III. 23).

La profilométrie est une technique restituant le relief des matériaux (résines, alliages et métaux...) déposés ou gravés sur une zone donnée d'un échantillon. Le principe de fonctionnement de cet appareil (*Alphastep P10 Tencor*) est basé sur le déplacement d'un stylet de rayon de courbure compris entre 0.1 et 0.2 μm sur la surface à tester. Il permet d'effectuer des mesures avec une résolution de quelques nanomètres grâce au logiciel fourni.

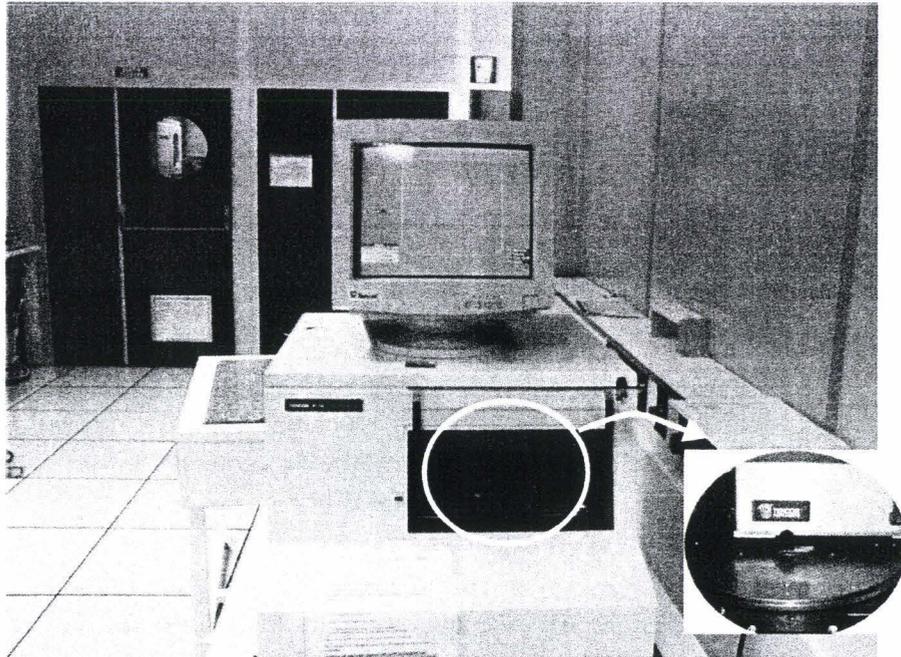


Figure III. 23 : Profilomètre Tencor P10

La Figure III. 24 montre une capture d'écran du logiciel permettant les mesures d'épaisseur avec cet appareil. On y observe des sections droites des pistes d'un tracé méandrique. L'abscisse représente la distance parcourue par le stylet du profilomètre et l'ordonnée l'épaisseur mesurée. La largeur de piste **p**, en vert sur la figure ci-dessous peut être approximée mais pas mesurée précisément à l'aide du profilomètre car le rayon de courbure du stylet introduit une trop grande erreur. Un exemple de l'erreur introduite par cette pointe est visible sur la dimension de l'interpiste **ip** en bleu sur la figure ci-dessous : il semble que **ip** soit deux fois moins large que **p** alors que ce n'est pas le cas en réalité.

Dans l'encadré rouge de cette figure apparaît l'épaisseur moyenne entre les curseurs " LL " et " RR ".

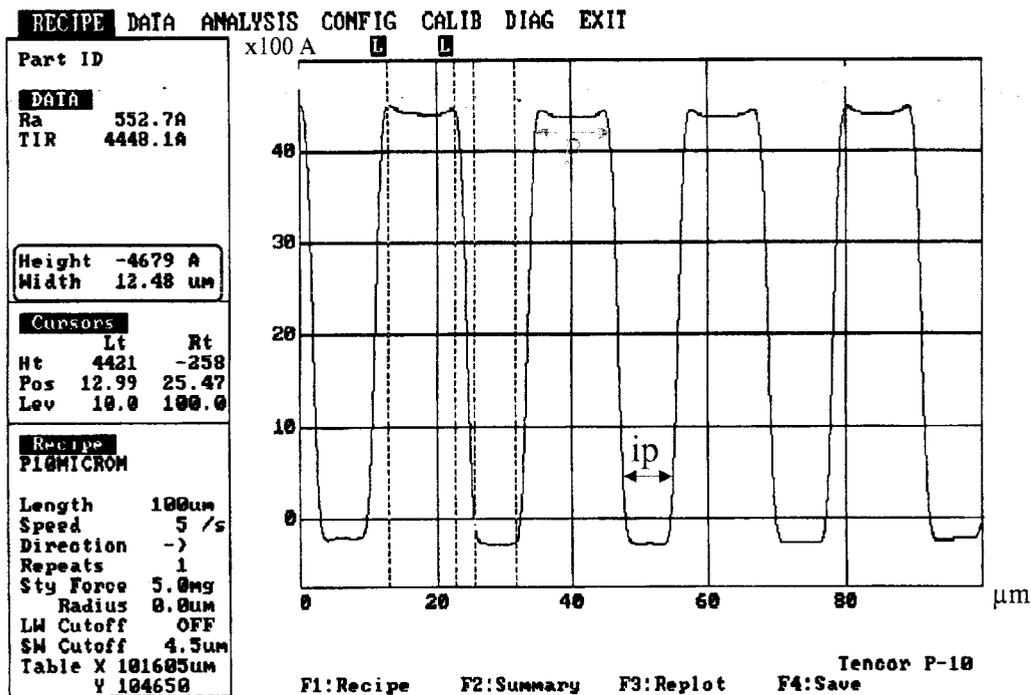


Figure III. 24 : Capture de l'écran du profilomètre au cours d'une mesure d'épaisseur de constantan

Après la mesure de l'épaisseur, il est indispensable d'évaluer les résistances électriques à l'aide d'un multimètre (Figure III. 25), compte tenu du risque de rupture de circuit et de dispersion de performances entre le centre et la périphérie de l'échantillon. Cette évaluation permet aussi d'évaluer le nombre minimum de capteurs "viabes" sur la plaquette.

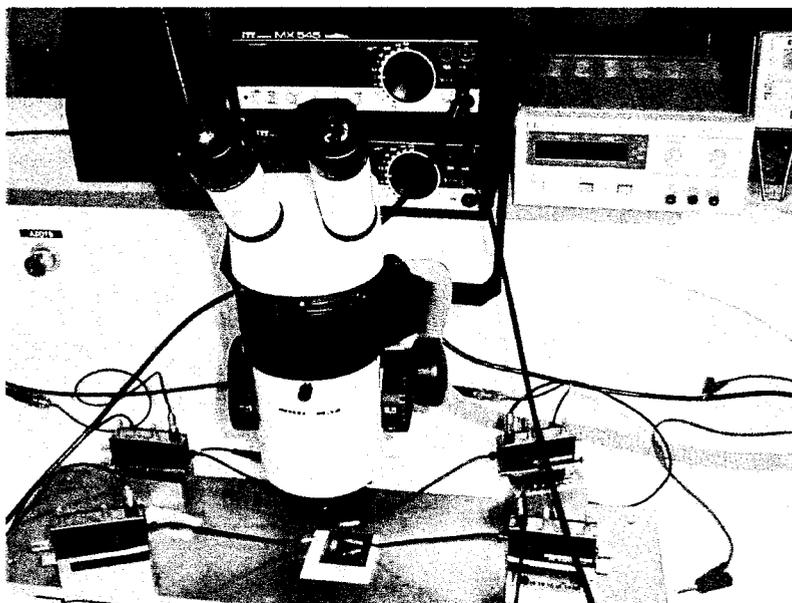


Figure III. 25: Banc de mesure électrique

Une mesure donnant lieu à une résistance infinie traduit la rupture de la piste concernée. Une telle situation ne conditionne pas néanmoins définitivement la possibilité d'obtenir un capteur fonctionnel. En effet, une interruption de la piste de constantan peut éventuellement être comblée lors du dépôt du second matériau thermoélectrique si elle se trouve dans une zone à recouvrir par ce dernier.

La résistance électrique moyenne mesurée pour les pistes est de 87 k Ω pour des épaisseurs de 600 nm de constantan. Un calcul rapide ($R = \rho \frac{l}{s} = \rho \frac{l_{effective}}{pe_{dépôtée}}$) donne pour les caractéristiques de la série **10JAY** une valeur théorique de 82 k Ω . Cette différence s'explique par le fait qu'en pratique l'épaisseur des matériaux déposés par pulvérisation cathodique n'est pas tout à fait homogène sur tout l'échantillon et que la gravure humide introduite de la sous-gravure au cours de la réalisation des tracés méandriques.

B.II.2 Réalisation de la thermopile

La réalisation de la thermopile s'effectue avec une technique dite de "lift-off", décrite ci-dessous et sur la **Figure III. 4**. Au cours de cette étape, des plots d'or sont déposés sur le tracé méandrique de constantan selon le dessin du second niveau de masquage.

B.II.2.1 Réalisation des thermoéléments d'or déposés en plot

Pour réaliser la thermopile, il est nécessaire de concevoir et de réaliser un masque autorisant un dépôt de matière par endroit uniquement. Pour ce faire, la résine photosensible positive, **S1400-27** est déposée sur la plaque avec les paramètres indiqués au **Tableau III. 9**. Ce masque de résine ("profil en casquette") doit permettre de libérer un motif tout en résistant aux acides auxquels il pourrait être confronté au cours du process et surtout aux contraintes mécaniques présentes dans la matière déposée.

Pour réaliser le profil en casquette, un durcissement superficiel du film de résine doit être effectué. Pour ce faire, le substrat est recuit dans une étuve à convection, à 60 °C, pendant 20 minutes, puis immergé dans du chlorobenzène pendant 18 minutes. Un second recuit de 20 minutes à 80 °C dans l'étuve est nécessaire suite à l'immersion. Un recuit à l'étuve est utilisé, car il est moins agressif que celui sur plaque, et limite l'apparition de contraintes thermiques dans le film. Après le recuit, la résine subit une insolation de 4 secondes (sans filtre UV 400) permettant de rompre les liens dans la résine aux endroits autorisés par le masque. L'apparition des motifs du masquage se fait au bout de 45 secondes dans un bain de révélation à température ambiante constitué d'un volume de "Microposit Developer" pour 1 volume d'eau désionisée.

En pratique pour réaliser un "lift-off", la hauteur de la casquette doit être deux à trois fois supérieure à l'épaisseur de matière à déposer. La **Figure III. 26** illustre la section droite d'une réalisation permettant d'observer un "profil en casquette".

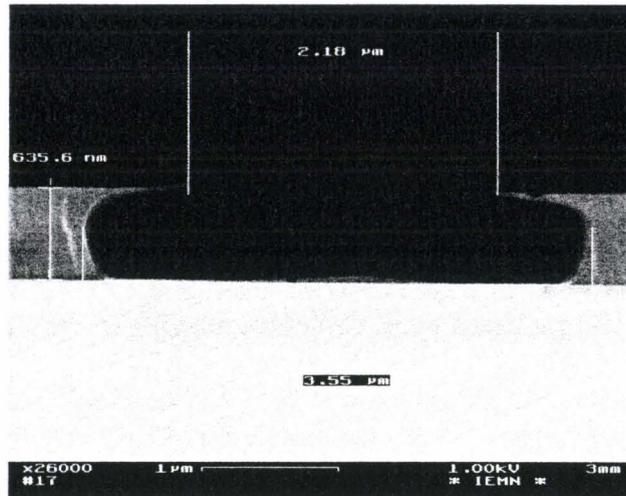


Figure III. 26 : profil en casquette, section droite prise en photo au MEB ⁵

Pour assurer l'adhérence de l'or sur le constantan, une couche d'accrochage de 20 nm de titane est déposée avant le dépôt de l'or. Les dépôts de titane et d'or s'effectuent par évaporation au canon à électron avec des vitesses de dépôts de $0,3 \text{ nm.s}^{-1}$ et $0,5 \text{ nm.s}^{-1}$ respectivement. Il n'est pas nécessaire d'effectuer un pompage entre le dépôt des deux matériaux car la qualité du vide n'est pas altérée. L'ensemble du processus de dépôt dure environ 4 heures en incluant le pompage dans le sas (où s'effectue éventuellement un décapage de l'échantillon) et le dépôt du titane et de l'or.

B.II.2.2 Le "lift-off"

La libération des plots d'or se fait par immersion du substrat dans un bain d'acétone, à la température ambiante. Cette solution dissout la résine en emportant les matériaux s'y trouvant. Il ne reste alors plus que les motifs définis par les ouvertures du deuxième niveau de masquage : l'ensemble des plots d'or plaqués (250 nm) (Figure III. 27) sur le tracé méandrique (600 nm) de constantan. La résistance moyenne mesurée des thermopiles ainsi réalisées est $R_{\text{mesurée}} \approx 50 \text{ k}\Omega$.

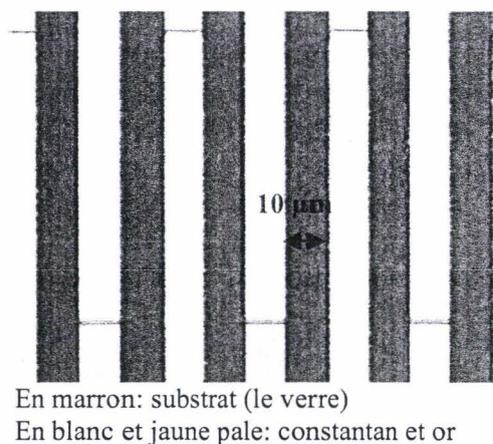


Figure III. 27 : Thermopile réalisée sur verre

⁵ Image réalisée avec les collaborations de M. P. Tilman et C. Boyaval

B.II.2.3 Limitations de ce procédé et évolution du procédé de "lift-off"

Le chlorobenzène a été interdit dans les laboratoires et les industries microélectroniques peu après nos premières réalisations en fin 1998 parce que cancérigène et polluant. Le remplacement du procédé de réalisation des profils en casquette s'est donc avéré indispensable. La solution retenue, et validée par l'équipe de lithographie, a été l'utilisation d'une double enduction constituée de polyméthylglutarimide (PMGI) SF11 et de résine Shipley SRJ 5138.

Les paramètres essentiels du nouveau procédé de réalisation du profil en casquette sont résumés dans les deux tableaux suivants :

Enduction avec la tournette TP1100 du PMGI (à 21 °C) :

Résine	PMGI SF11
Vitesse (Tr.min^{-1})	3500
Accélération ($\text{Tr.min}^{-1}.\text{s}^{-1}$)	2000
Durée (s)	20
Epaisseur (nm)	580
Recuit sur plaque (°C, min)	170, 7

Tableau III. 13 : Paramètres de dépôt et de recuit de la PMGI SF11

Enduction avec une tournette de type GYRSET TP6000 de la SRJ 5138 (à 21 °C) :

Résine	SRJ 5138
Vitesse (Tr.min^{-1})	4000
Accélération ($\text{Tr.min}^{-1}.\text{s}^{-1}$)	2000
Durée (s)	10
Epaisseur (nm)	580
Recuit sur plaque (°C, min)	110, 3

Tableau III. 14 : Paramètres de dépôt et de recuit de la SRJ 5138

Le transfert des motifs sur la résine nécessite une insolation aux UV de 6 secondes. La révélation, à température ambiante, s'effectue dans un bain de 1 volume de révélateur Shipley 2401 pour 4 volumes d'eau désionisée. Après le dépôt de l'or précédé de sa couche d'accrochage de 20 nm de titane par évaporation, le "lift-off" s'effectue par immersion de l'échantillon dans une solution de "Edge beam remover", communément appelée EBR PG⁶, suivie d'un rinçage à l'iso-2-propanol et d'un séchage sous flux d'azote.

Ces paramètres sont toujours valables au moment de la rédaction de ce mémoire.

⁶ L'EBR PG est en général employé pour retirer le surplus de matière et les « effets moustaches » des bords des substrats pour les résines de type PMGI

B.II.2.4 Caractérisation électrique de la thermopile

A ce stade du procédé de fabrication, un contrôle de la résistance des thermopiles permet de déterminer le nombre de capteurs effectivement viables sur la plaquette. La résistance moyenne attendue pour cette thermopile est de 50 k Ω . Cette mesure permet, comme nous l'avons indiqué précédemment, de localiser les capteurs défectueux (résistance infinie ou incohérente par rapport aux autres échantillons). Un contrôle visuel permet de confirmer ou d'infirmer la présence de défauts dans la structure, et éventuellement de remédier à leur présence pour les réalisations ultérieures.

B.II.3 Réalisation du collecteur

La réalisation du collecteur se fait en deux étapes séparées par la libération des plots d'accès (contacts des conducteurs de sortie du capteur) :

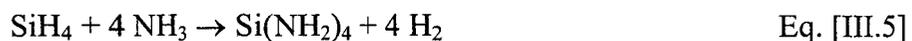
- le dépôt du matériau absorbant dans l'infrarouge (le nitrure de silicium, Si₃N₄). Cette opération assure aussi la passivation électrique de la thermopile vis-à-vis des réflecteurs du collecteur,
- le dépôt des lamelles d'or constituant les réflecteurs (200 nm).

B.II.3.1 Dépôt de nitrure de silicium

Le nitrure de silicium (Si₃N₄) est déposé par PECVD (**chapitre 2, §B.I.1.4**) pour des épaisseurs comprises entre 0,8 et 1,5 μm . Pour notre process, la recombinaison de Si₃N₄ s'effectue à partir de deux gaz :

- le Silane (SiH₄), utilisé comme source de silicium,
- le gaz ammoniac (NH₃), utilisé comme source d'azote^[7].

En pratique, ces gaz sont dilués dans un gaz porteur tel que l'azote (gaz utilisé pour notre process). Le dépôt est effectué dans un système à tube ouvert sur une surface chaude (Figure II. 41) où se produit la pyrolyse du silane et du gaz ammoniac. Le premier effet de cette réaction est la formation d'un gaz précurseur (le Tétra-amino-Silane Si(NH₂)₄) et d'Hydrogène (H₂) pouvant se résumer par la réaction chimique :



La perte du groupe aminé (NH₂) du gaz précurseur facilite l'adsorption des molécules de silicium en surface. Le chauffage du substrat permet alors l'élimination des molécules d'hydrogène pour former une couche réticulée par des liaisons Silicium-Azote. Ce processus s'accompagne d'un dégagement d'ammoniac et est résumé dans la relation suivante :



D'après la littérature sur les dépôts de nitrure de silicium^{[7], [8]}, il est indispensable de contrôler précisément les paramètres critiques :

- la composition des mélanges et les flux gazeux,
- la pression dans le réacteur,
- la température du substrat,
- la puissance et la fréquence de l'excitation radiofréquence ^[8].

Dans le bâti utilisé, la fréquence d'excitation est standard (13.56 MHz) et la température nominale est de 300 °C. Dans ces conditions, les autres paramètres de dépôt sont les suivantes :

- le gaz ammoniac (NH₃) est introduit sans dilution avec un débit de 20 sccm,
- le Silane (SiH₄) est fortement dilué dans le diazote (N₂) dans une proportion de 3 % avec un débit de 600 sccm,
- la pression dans l'enceinte est fixée à 1 Torr (\approx 133.32 Pa),
- la puissance radiofréquence est inférieure à une dizaine de watts.

Avec ces paramètres, la vitesse moyenne de dépôt est de l'ordre de 100 Å/min, vitesse relativement lente car les constituants de base sont chimiquement stables. Une épaisseur de dépôt d'un micron demande une durée de dépôt totale de 2h40 min, en intégrant l'heure de stabilisation à 300°C Le contrôle de la qualité de dépôt du nitrure de silicium se fait avec la mesure de l'indice de réfraction par ellipsométrie (Figure III. 28).

L'appareil d'ellipsométrie disponible au laboratoire permet un contrôle des épaisseurs des matériaux transparents dont l'indice de réfraction est connu (polymères ou diélectriques déposés). La résolution atteinte est de quelques angströms ; par exemple la précision sur la mesure d'une épaisseur de silice déposée sur le silicium atteint 1 Å (0,1 nm) ^{[36], [37]}.

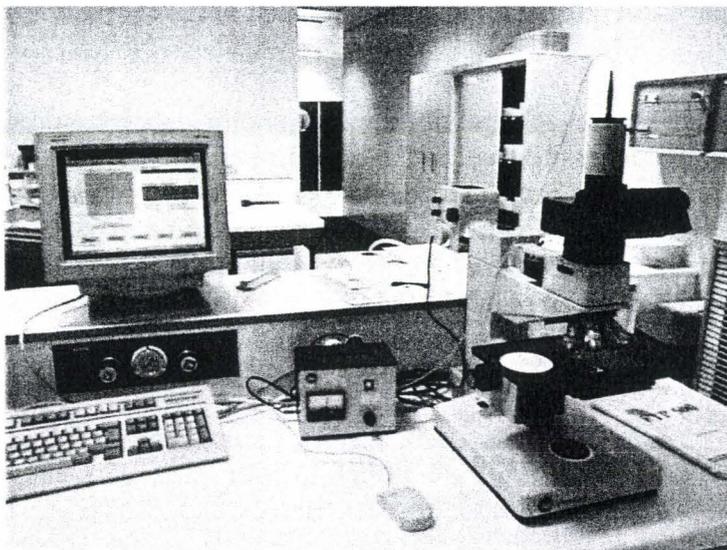


Figure III. 28 : Ellipsomètre et système de visualisation de mesure

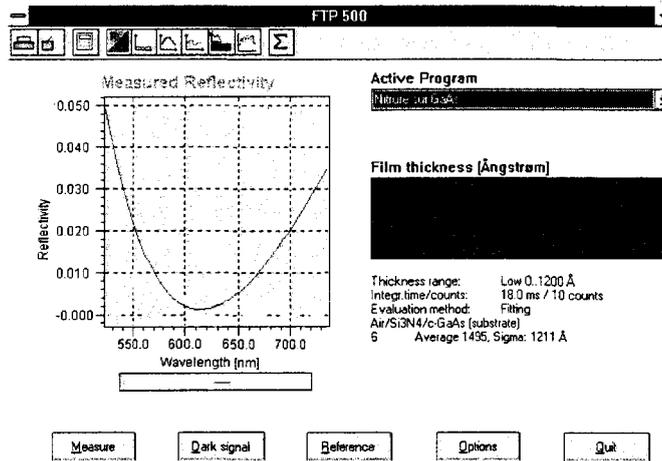


Figure III. 29 : Capture d'écran d'une mesure à l'ellipsomètre

La figure ci-dessus montre une capture d'écran du logiciel couplé à l'ellipsomètre permettant les mesures que nous avons effectuées.

B.II.3.2 Dégagement des plots d'accès

Pour accéder aux plots de contact de la thermopile, la couche d'absorbant doit être gravée sur toute son épaisseur. Le procédé d'attaque utilisé pour cette opération repose sur la réactivité chimique d'une surface solide attaquée avec des espèces gazeuses plus ou moins énergiquement activées par un bombardement ionique ¹⁶¹ (**G.I.R.** : Gravure Ionique Réactivée ou **R.I.E** : Reactive Ion Etching). Le bâti employé est le PLASMALAB 80^{plus}. Nous précisons simplement que cette technique d'attaque permet l'obtention de gravures d'une très grande finesse (typiquement $\approx 0.5 \mu\text{m}$) avec une grande anisotropie et une profondeur pouvant aller jusque $100 \mu\text{m}$ pour certains matériaux (réalisation de trou dans un wafer de GaAs).

La gravure du nitrure de silicium, dont les paramètres caractéristiques sont résumés dans le Tableau III. 15, nécessite l'emploi d'hexafluorure de soufre (SF_6) et la réalisation d'un masque physique (avec la résine Shipley 1400-37) pour protéger les parties de l'échantillon à ne pas attaquer. La résine est, elle aussi, attaquée au cours de ce processus et a tendance à se redéposer sur le substrat. De l'oxygène a donc été ajouté au mélange gazeux afin d'éliminer les traces de polymères résiduelles. Cependant, la présence d'oxygène diminue aussi l'épaisseur de résine au cours du procédé; il est alors nécessaire de contrôler précisément l'évolution de la gravure de la résine et Si_3N_4 . Ceci est effectué par interférométrie LASER (chapitre 2 §B.II.2).

Débit SF_6 (sccm)	10
Débit CHF_3 (sccm)	20
Débit O_2 (sccm)	5
Pression d'enceinte (mTorr)	300
Puissance RF (W)	250
Tension d'auto polarisation (V)	115

Tableau III. 15 : Paramètres de gravure au GIR de l'absorbant en nitrure de silicium (Si_3N_4)

B.II.3.3 Dépôt des réflecteurs

Le dépôt des films minces d'or constituant les réflecteurs infrarouges s'effectue à l'aide de la technique de "lift-off", décrite précédemment (A.I.2.2). Une couche intermédiaire d'accrochage de 20 nm de titane assure l'adhérence de l'or sur le nitrure de silicium. L'épaisseur d'or à déposer doit rester la plus faible possible pour minimiser l'effet de pont thermique entre les jonctions de la thermopile, et suffisamment élevée pour ne pas être transparente au rayonnement infrarouge. Ainsi l'optimum établi correspond à une épaisseur d'or de 200 nm.

B.III Synthèse des étapes technologiques de réalisation des radiomètres sur substrat de verre

Les tableaux suivants renferment les paramètres nécessaires aux diverses étapes de réalisation des capteurs :

Nettoyage :

Etape	durée
Nettoyage du verre avec détergent et ultrasons	7 à 10 min
Nettoyage du verre avec acétone, iso-2-propanol et ultrasons	7 à 10 min
Nettoyage du verre par plasma à l'argon	20 min

Métallisation du constantan :

Etape	durée
Dépôt 1 du constantan épaisseur ≈ 300 nm par pulvérisation cathodique	9 min pour le dépôt + 15 min de pompage
Recuit flash à 400°C sous azote hydrogéné	2 min 1 min pour le recuit 1 min pour le refroidissement

Réalisation du tracé méandriforme :

Masque de gravure chimique :

Etape	durée
Dépôt de la résine 1400-27 pour faire apparaître le motif voulu lors de la gravure chimique	2 min
Recuit de la résine sur plaque à 120 °C	1 min
Masquage, insolation et développement de la résine insolée	5 min

Gravure chimique du constantan :

Etape	durée
Préparation de la solution d'attaque, HNO ₃ dilué et porté à 40 °C	15 min
Gravure chimique du constantan à l'acide nitrique et rinçage	3 min

Réalisation de la thermopile :

Réalisation du masque de dépôt : la casquette

Etape	durée
Dépôt et recuit de la PMGI SF11	10 min
Dépôt et recuit de la résine SRJ-5138	5 min
Masquage, alignement, insolation et développement	20 min

Métallisation de l'or :

Etape	durée
Dépôt par évaporation des couches d'accrochage (en titane) et d'or : respectivement 20 et 250 nm	240 min

Dégagement des motifs d'or :

Etape	durée
Dégagement de la résine; apparition de la thermopile	15 min

Réalisation du collecteur et dégagement des plots :

Dépôt de l'absorbant :

Etape	durée
Dépôt du nitrure de silicium sur la thermopile	180 min

Dégagement des plots :

Gravure du nitrure de silicium :

Etape	durée
Dépôt de la résine 1400-37 pour dégagement des plots de contact	3 min
Masquage, alignement, insolation et développement	20 min
Gravure plasma SF ₆ , CHF ₃ et O ₂	15 min

Dépôt des réflecteurs :

Réalisation du masque de dépôt : la casquette

Etape	Durée
Dépôt et recuit de la PMGI SF11	10 min
Dépôt et recuit de la résine SRJ-5138	5 min
Masquage, alignement, insolation et développement	20 min

Métallisation de l'or :

Etape	Durée
Dépôt par évaporation des couches d'accrochage (en titane) et d'or : respectivement 20 et 200 nm	90 min

Dégagement des motifs d'or :

Etape	Durée
Dégagement de la résine; apparition du collecteur	15 min

Pré-découpe des capteurs :

Etape	Durée
Pré-découpe des capteurs à la scie diamant	120 min

Remarque :

La réalisation d'une plaquette comptant 20 capteurs demande environ 15 heures en intégrant les deux heures de pré-découpe à la scie diamant pour faciliter la séparation de capteurs de la plaquette. Notre travail dans la suite a consisté à écourter cette durée, et à augmenter notablement la sensibilité des radiomètres en transposant les processus de réalisation sur un substrat thermiquement plus isolant comme le Kapton.

L'ensemble du procédé décrit ci-dessus a conduit à des réalisations de radiomètres A.D.D. sur substrat de verre dont une image est présentée sur la figure ci-dessous

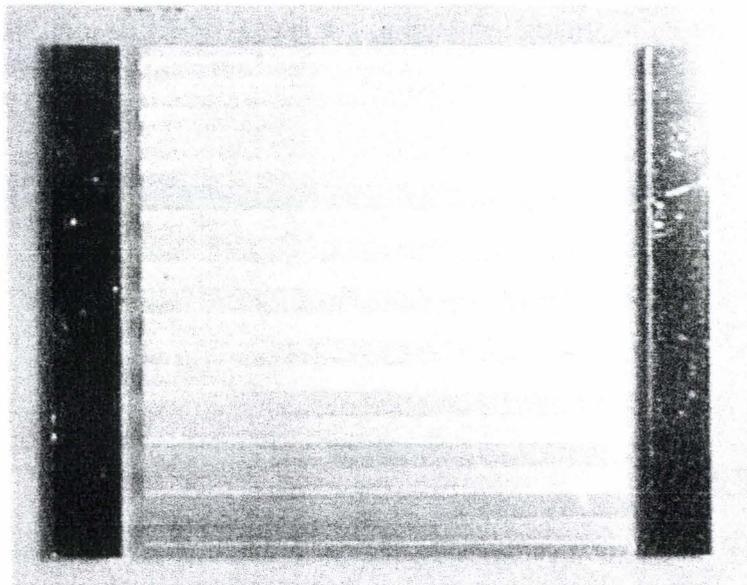


Figure III. 30 : Présentation d'un radiomètre sur substrat de verre après sa réalisation

C Principes pour l'amélioration des capteurs

La sensibilité des capteurs sur verre s'est avérée insuffisante par rapport aux besoins d'une détection en milieu industriel. En effet, pour un bon fonctionnement de l'application Jay Electronique et la conformité avec les directives PrEn 61496-4 du CENELEC⁷ et 89/392/CEE^[Dt.9] relatives à la sécurité des machines, la sensibilité du radiomètre doit être au moins de $10 \mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$. A cet effet, deux voies sont à considérer (hormis l'optimisation du rapport cyclique de placage fixée à 65% du tracé des masques) :

- un changement des matériaux, développé dans ce chapitre
- une modification du design et de la lithographie, faisant l'objet du chapitre suivant

La principale contrepartie à l'augmentation de la sensibilité est une dégradation du temps de réponse des capteurs. Cependant, les modèles développés au laboratoire^{[9], [3], [4]} indiquent qu'il reste possible de maintenir le temps de réponse à 90% en dessous de 100 ms, ce qui est compatible avec la norme en vigueur pour ce type d'application.

Dans un souci de continuité, et afin d'évaluer l'impact de chacune des modifications sur la sensibilité du capteur, le collecteur, le substrat, puis la thermopile ont été modifiés dans cet ordre. Le but était d'apporter une nette amélioration de la sensibilité, par rapport aux réalisations sur verre, en restant conforme aux besoins de l'application sécuritaire dans laquelle ces radiomètres doivent être intégrés.

C.I Modification du collecteur

Pour notre étude, l'élément le plus simple à modifier dans le procédé de fabrication conduisant à une amélioration de la sensibilité des capteurs sur verre est le collecteur. En effet, seule la dernière partie du process sur verre est alors changée (§ B.II.3).

Il s'agit de substituer l'ensemble absorbant (en nitrure de silicium, Si_3N_4 , $\lambda = 19 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) et réflecteur (en or, $\lambda = 318 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) par un "couple" collecteur plus efficace. Le nitrure de silicium doit être remplacé par un matériau présentant un meilleur compromis absorption / faible conductivité thermique dans la bande 5 - 20 μm . Il en est de même pour le réflecteur mais avec une réflectivité maximale.

C.I.1 Les absorbants

La première caractéristique investiguée, pour le choix de l'absorbant, est l'absorptivité (ou absorptance) dans l'infrarouge. Il existe plusieurs techniques d'échantillonnage et d'analyse^[Dt.11] pour ce type d'étude parmi lesquelles compte la spectroscopie infrarouge par transformée de fourrier (FTIR, acronyme anglais).

⁷ European Committee for Electrotechnical Standardisation

La spectroscopie infrarouge est une méthode de caractérisation et de contrôle non destructif très utilisée dans l'industrie permettant de caractériser les liaisons chimiques dans un composé organique ou inorganique. Elle repose sur les propriétés de vibration ou de "rotation-vibration" des molécules dont les fréquences se situent dans les infrarouges. L'appareil à disposition au laboratoire pour ces manipulations est le Spectrum 2000 commercialisé par la société **Perkin Elmer**. Il nous permet d'obtenir des spectres en transmission (taux de transmission en puissance ou transmittance) dans la bande $10000-370 \text{ cm}^{-1}$ ($1-27 \text{ }\mu\text{m}$). Il est constitué de deux parties :

- une "source d'émission", un filament de tungstène chauffé à 1400K
- un ensemble "détection et analyse" : détection pyroélectrique et analyse par transformée de Fourier.

Le faisceau est émis perpendiculairement à l'échantillon. Lorsque celui-ci est soumis à un éclairage infrarouge d'intensité I_0 , il transmet une partie de ce rayonnement d'intensité I , absorbe et réfléchit les autres (Figure III. 31).

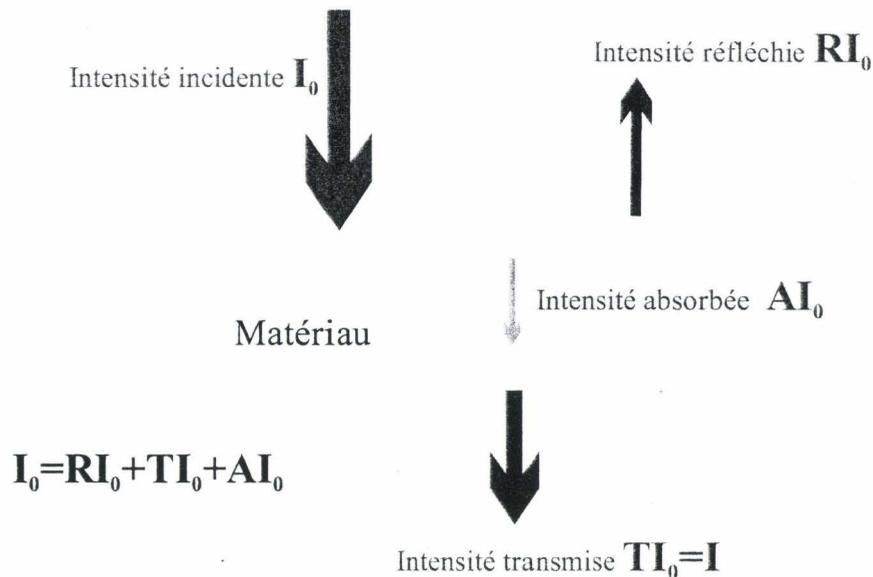


Figure III. 31 : Bilan énergétique sur une lame mince soumise à un rayonnement électromagnétique incident normal

Pour minimiser l'erreur et s'affranchir de grandeurs parasites affectant les mesures, le logiciel de traitement du spectromètre réalise une moyenne sur le calcul de la fraction d'énergie transmise sur un très grand nombre de mesures avec au moins 1000 balayages.

Cet appareil permet donc d'accéder à la grandeur transmittance spectrale (ou transmittivité) définie expérimentalement par la relation :

$$T(\lambda) = \frac{I_0}{I} \quad (\%) \quad \text{Eq. [III.7]}$$

Il est possible de relier le coefficient de réflexion r en amplitude (ou R , celui en puissance) du matériau à la transmittance, à l'absorbance et à la réflectance par des lois

simples ^[annexe 1]. Dans certains cas, il est possible, à partir des résultats expérimentaux, connaissant $T(\lambda)$, de déterminer l'absorptance $A(\lambda)$ comme nous le montrons dans la suite.

Le nitrure de silicium et la silice sont fréquemment utilisés comme absorbants pour réaliser des radiomètres sensibles aux infrarouges ^[15] et sont disponibles au laboratoire. Les caractéristiques du polyimide Kapton utilisé dans le procédé de réalisation de la technologie C.I., nous ont conduit à considérer aussi les polyimides liquides déposables en couches minces.

Nous nous sommes procurés, pour la première étude, quatre polyimides fabriqués par la société **AMOCO Chemicals**. :

- ULTRADEL 3112
- ULTRADEL 4208
- ULTRADEL 4212
- ULTRADEL 7505 (photosensible négatif)

Pour les caractériser, nous avons réalisé des membranes ^[4] compatibles avec les dimensions des échantillons adaptés au FTIR spectrum 2000. La réalisation de ces membranes permet de s'affranchir des problèmes de références et d'interférences existantes lors des mesures quand les films à caractériser sont déposés sur un support comme un wafer de silicium ou de GaAs, à cause des réflexions à l'interface entre les deux matériaux ^[4].

C.I.1.1 Détermination des coefficients d'absorption, de réflexion et de transmission en puissance

La détermination de ces coefficients revient à l'étude de l'interaction entre une onde électromagnétique et une lame mince d'indice n et d'épaisseur d . Dans cette configuration, une partie de l'onde incidente est absorbée et l'autre transmise (ou réfléchi) à travers (ou sur) le matériau en subissant une infinité de réflexions dans la lame. Dans ce cas, la transmittance, la réflectance et l'absorptance s'écrivent :

$$T(\lambda) = \frac{a^2 T^2}{1 - 2a^2 R \cos(\phi) + a^4 R^2} \quad \text{Eq. [III.8]}$$

$$R(\lambda) = R \frac{1 + a^4 (R+T)^2 - 2a^2 (R+T) \cos(\phi)}{1 + a^4 R^2 - 2a^2 R \cos(\phi)} \quad \text{Eq. [III.9]}$$

$$A(\lambda) = \frac{1 - R - a^2 T^2 - 2a^2 R(1 - (R+T)) \cos(\phi) + a^4 R(1 - (R+T)^2)}{1 + a^4 R^2 - 2a^2 R \cos(\phi)} \quad \text{Eq. [III.10]}$$

$$\text{où } T(\lambda) + R(\lambda) + A(\lambda) = 1 : \text{ conservation de l'énergie.} \quad \text{Eq. [III.11]}$$

avec R coefficient de réflexion en puissance du matériau,

T coefficient de transmission en puissance du matériau,

a facteur d'atténuation de l'onde dans le matériau 2. $a = e^{-k(\lambda)d}$, loi de Bert Lambert où d est l'épaisseur de la lame et $k(\lambda)$ le coefficient d'atténuation (en m^{-1}),

$$\phi = \frac{2\pi}{\lambda} 2nd, \text{ déphasage entre deux ondes consécutives transmises ou réfléchies.}$$

Les détails de ce calcul sont explicités dans l'annexe 1. Nous rappelons simplement que nous avons posé : $t_{12} t_{21} = T$ et $R = r^2$, avec $r_{21} = -r_{12} = r$ ($r > 0$) avec :

- t_{12} et t_{21} coefficients de transmission en amplitude à l'interface des matériaux 1 vers 2 et inversement

$$t_{12} = \frac{2}{n+1} \text{ et } t_{21} = \frac{2n}{n+1} \tag{Eq. [III.12]}$$

- r_{12} et r_{21} coefficients de réflexion en amplitude à l'interface des matériaux 1 vers 2 et inversement.

$$r_{12} = \frac{1-n}{n+1} \text{ et } r_{21} = \frac{n-1}{n+1} \tag{Eq. [III.13]}$$

C.I.1.2 Cas des faibles absorptions

Lorsque le matériau étudié est transparent pour certaines plages de longueurs d'onde, les ondes incidentes traversant le matériau subissent une atténuation négligeable et leur coefficient d'extinction k dans ce milieu est très faible. Il s'ensuit donc que le coefficient a est proche de l'unité. Dans ce cas, le coefficient d'absorption en puissance est nul ($A(\lambda) = 0$) et le bilan énergétique s'écrit $R(\lambda) + T(\lambda) = 1$. L'équation III.8 s'écrit alors :

$$T(\lambda) = \frac{1}{1 + M \cdot \sin^2\left(\frac{2\pi}{\lambda} nd\right)} \text{ avec } M = \frac{4r^2}{(1-r^2)^2} = \frac{4R}{(1-R)^2} \tag{Eq. [III.14]}$$

On reconnaît une fonction de Airy dont une représentation est faite pour trois valeurs de R sur la Figure III. 32. Dans ce type de matériau, le phénomène de réflexions multiples fait apparaître des ondulations, et on constate que la transmittance est une fonction périodique du nombre d'onde $\nu = 1/\lambda$.

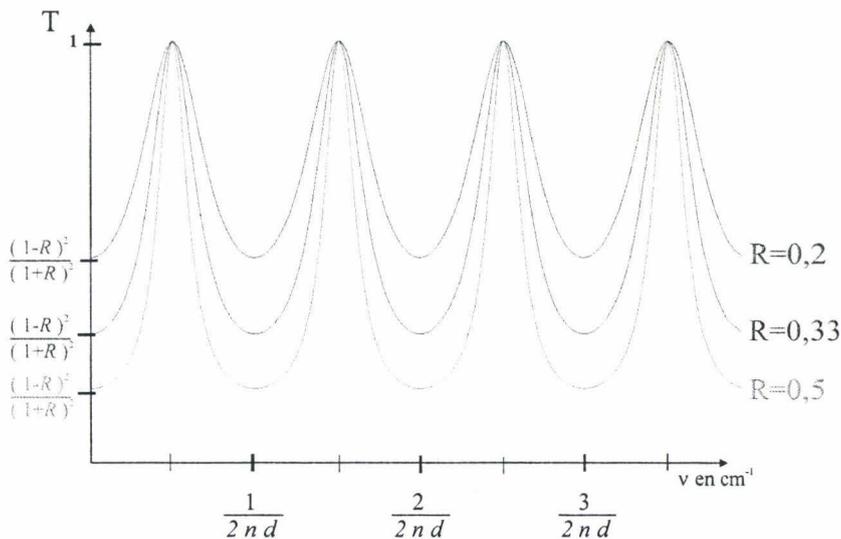


Figure III. 32 : Taux de transmission fonction du nombre d'onde pour un milieu peu absorbant ($a \approx 1$)

Il est alors possible de déterminer, à partir de la période des ondulations, la valeur exacte de l'épaisseur de la lame, la valeur minimale de la transmittance, et la valeur exacte du coefficient de réflexion en amplitude r . Ces grandeurs permettent d'évaluer par la suite les absorptivités spectrales des matériaux étudiés.

C.I.1.3 Cas des fortes absorptions

Lorsque l'absorption est significative, le coefficient d'extinction est très grand. Ceci se traduit par $a = e^{-kd} \ll 1$. Il est alors possible de négliger les termes d'ordre supérieur des développements limités en fonction de a des fonctions $T(\lambda)$ et $A(\lambda)$.

Pour la transmittance, l'expression simplifiée en fonction de l'indice du matériau s'écrit :

$$T(\lambda) \approx \frac{4n}{(1+n)^2} e^{-2k(\lambda)d} \quad \text{Eq. [III.15]}$$

d'après les relations A.13 et A.6.b de l'annexe 1

Pour l'absorbance, l'expression simplifiée en fonction de l'indice du matériau s'écrit :

$$A(\lambda) \approx \frac{4n}{(1+n)^2} \left[1 - \frac{4n}{(1+n)^2} e^{-2k(\lambda)d} \right] \quad \text{Eq. [III.16]}$$

d'après les relations A.20, A.6.b et A.8 de l'annexe 1.

Les mesures expérimentales de $T(\lambda)$ permettent, à partir des équations III.15 et III.16, de déterminer l'absorptivité spectrale $A(\lambda)$: $A(\lambda) = \frac{4n}{(1+n)^2} [1 - T(\lambda)]$ Eq. [III.16b]

C.I.1.4 Caractérisations spectrales : mesures des absorptivités spectrales des matériaux

Ces caractérisations ont été effectuées sur toute la gamme de longueur d'onde couverte par le FTIR spectrum 2000, soit en nombre d'onde de 10000 à 370 cm^{-1} ou en longueur d'onde de 1 à 27 μm .

1. Cas de faibles absorptions : Détermination des coefficients de réflexion en amplitude et calcul des indices

Les caractéristiques des matériaux étudiés (Figure III. 33 à Figure III. 35) montrent que dans la bande 10000-2000 cm^{-1} (soit 1-5 μm), leurs spectres en transmission sont le siège d'ondulations caractéristiques de la présence du phénomène de réflexions multiples. Pour ces longueurs d'onde, l'absorption de ces matériaux est quasiment nulle. Il est alors possible de remonter, avec les valeurs des minima de transmittance, aux valeurs des coefficients de réflexion en amplitude pour chaque matériau ou à l'indice de réfraction, en connaissant l'épaisseur de la membrane.

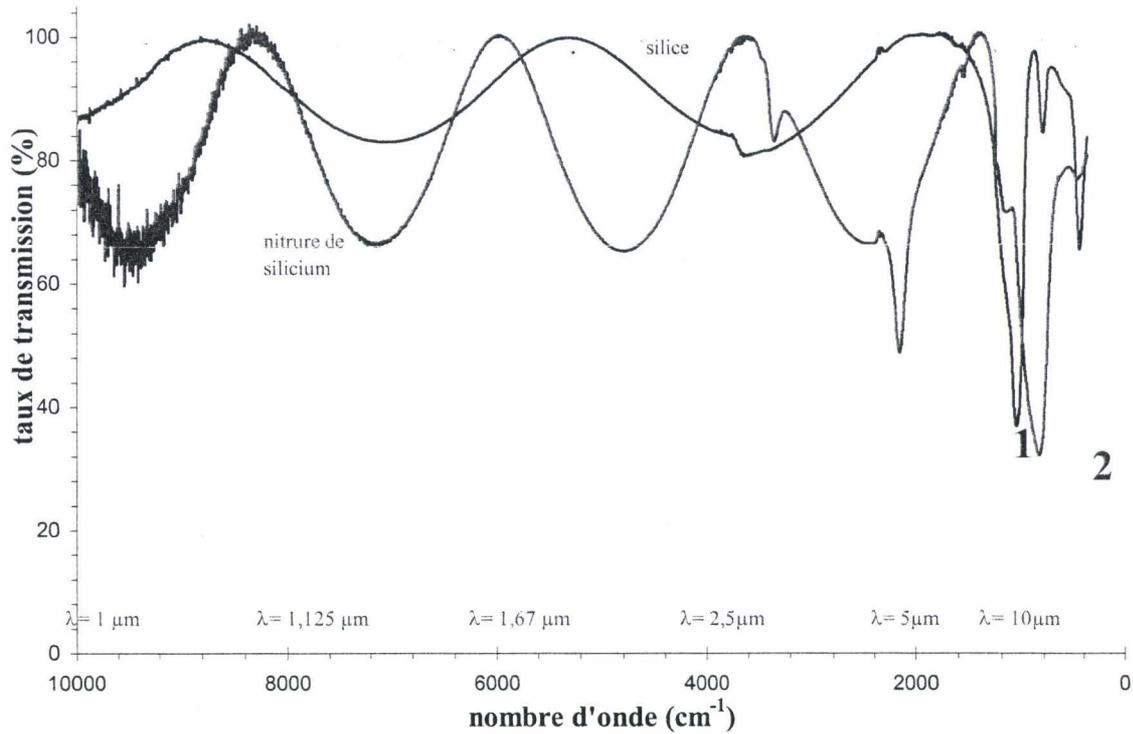


Figure III. 33 : Spectre en transmission de couche de 1μm de Si₃N₄ et SiO₂

Les marques 1 et 2 sur la figure ci-dessus correspondent au maximum d'absorption pour la silice et le nitruire de silicium, respectivement. Le pic est centré sur 9,1 μm et le pic 2 sur 11,8 μm.

Spectre en transmission de Ultradel 4208 d=3,27μm

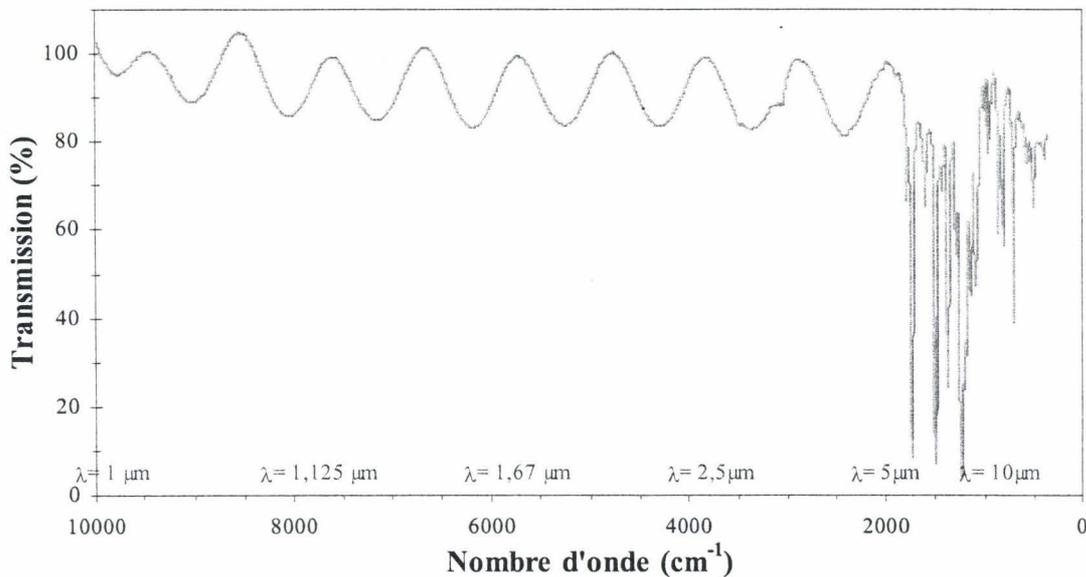


Figure III. 34 : Spectre en transmission du polyimide 4208

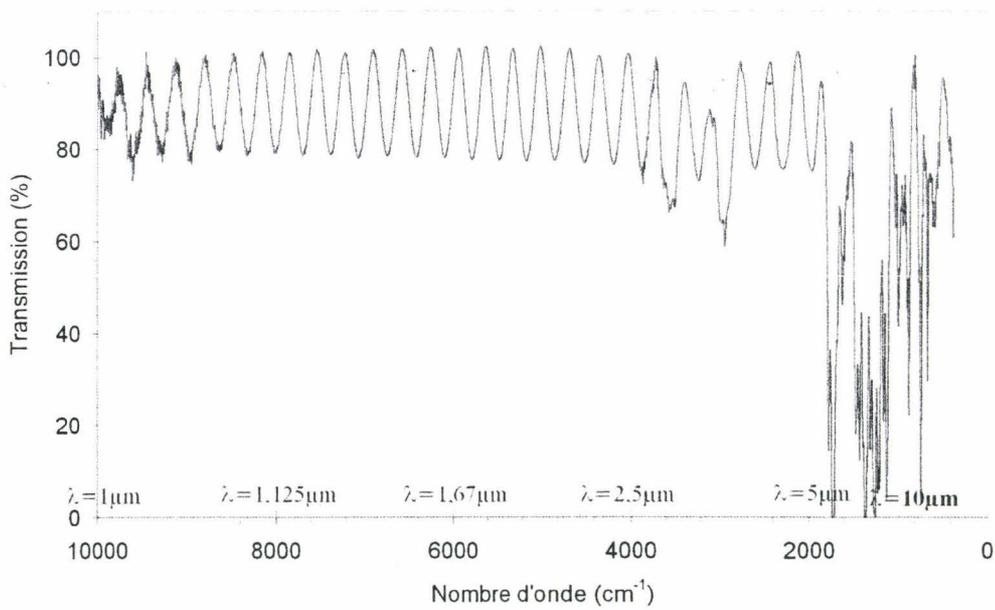


Figure III. 35 : Spectre en transmission du polyimide 7505, d=10µm

La connaissance de l'indice de réfraction permet de calculer l'absorptivité spectrale (dans la bande $2000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ ou $5\text{-}25\mu\text{m}$) grâce à la relation [III.16b]. Le Tableau III. 16 résume les valeurs d'indice calculées pour les différents matériaux testés. Les valeurs théoriques ou données par le constructeur sont indiquées pour permettre une comparaison avec nos résultats.

Les calculs à partir des mesures expérimentales, montrent des écarts sur les indices de réfraction inférieures à 4 % par rapport aux valeurs théoriques ou à celles du constructeur.

Matériau étudié	Epaisseur	Minima de transmittance mesurée	r mesuré	n mesuré	n théorique
Nitru de Silicium	1 µm	0,656	0,324	1,96	1,98
Silice	1 µm	0,83	0,215	1,55	1,51
Polyimide 3112	1,22µm	0,823	0,220	1,57	1,62
Polyimide 4208	3,27µm	0,825	0,219	1,56	1,62
Polyimide 4212	5,17µm	0,827	0,218	1,56	1,62
Polyimide 7505	10µm	0,795	0,239	1,62	1,59

Tableau III. 16 : Valeurs mesurées des coefficients de réflexion en amplitude

Remarque :

Les valeurs théoriques ne concernent que la partie réelle des indices de réfraction. En réalité l'indice est une grandeur complexe lorsque le matériau est absorbant et $\tilde{n} = n - j.k$. Cette différence peut expliquer le faible écart avec l'expérience (le coefficient k pouvant être négligé ^[19]).

2. Cas des fortes absorptions : influence de l'épaisseur sur l'absorption

La transmittance des polyimides diminue avec l'augmentation de l'épaisseur. Ceci est prévisible (et nous exploitons cette propriété) car si R ne change pas, une épaisseur de matériau plus importante absorbe plus et transmet moins. D'autre part, le problème de la détection du vivant, et au regard de la levée de doute concernant d'autres sources parasites, il importe de ne considérer qu'une bande spectrale plus restreinte (moins énergétique) comprise entre $[\lambda=5 \mu\text{m}$ et $\lambda=25 \mu\text{m}]$ respectivement $[2000 \text{ cm}^{-1} \dots 400 \text{ cm}^{-1}]$. Ces observations sont illustrées sur la Figure III. 36 et sur la Figure III. 37 pour les polyimides *Ultradell* 4212 et 3112. Ceci a bien sûr une incidence sur le choix du matériau retenu comme absorbant.

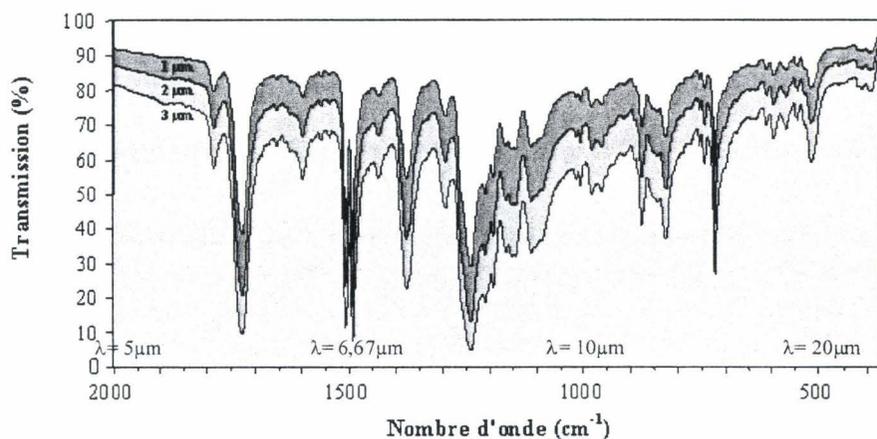


Figure III. 36 : Spectres en transmission du polyimide 3112 pour différentes épaisseurs (bande 2000-370 cm^{-1})

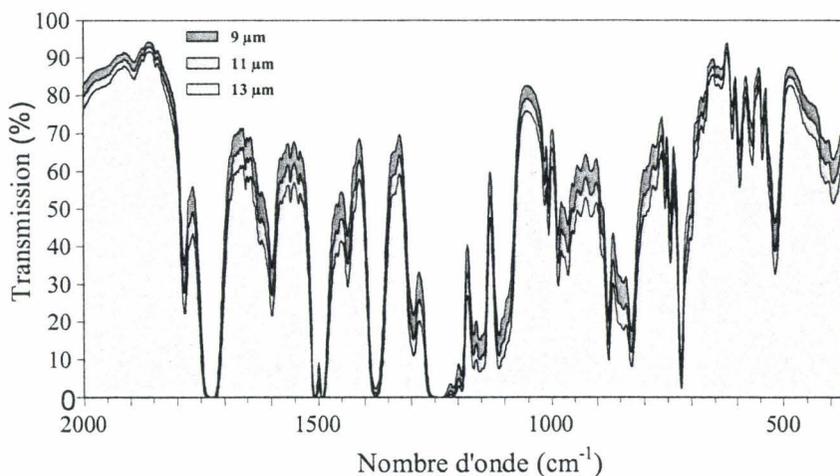


Figure III. 37 : Spectres en transmission du polyimide 4212 pour différentes épaisseurs (bande 2000-370 cm^{-1})

Les produits des séries 40xx (dans notre étude 4208 et 4212) et 30xx (dans notre étude 3112) possèdent la même base chimique ^[Dt.31]. La différence entre ces produits est le solvant et la quantité de solvant qu'ils contiennent si bien qu'il est possible d'observer une similitude de comportement spectral (indépendamment des épaisseurs) entre les différents polyimides comme l'illustre la Figure III. 38.

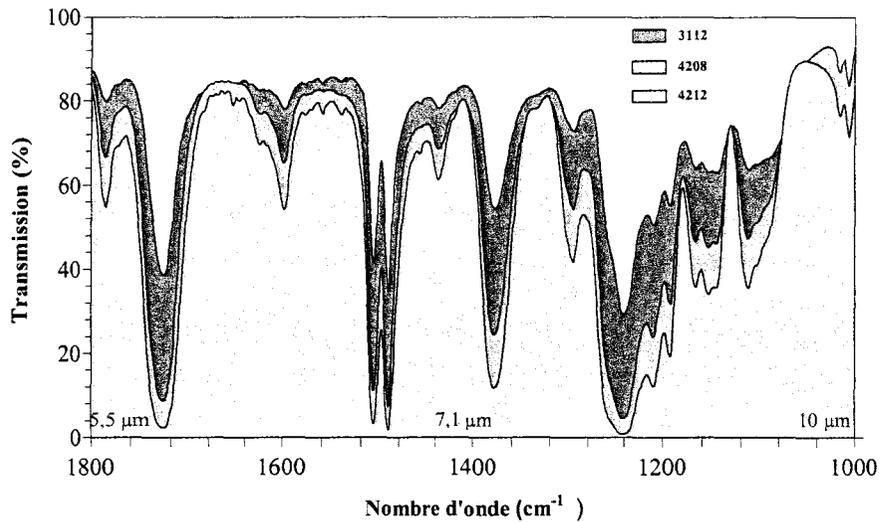


Figure III. 38: Similitude de comportement spectral des polyimides des séries 40 et 30 de Ultradell

Du fait d'une présence de solvant plus importante que dans les polyimides 4208 et 4212, le polyimide 3112 ne permet des dépôts que pour des épaisseurs comprises entre 1 et 3,5 μm . Cette caractéristique exclut l'utilisation de ce dernier comme absorbant car les épaisseurs envisagées sont de l'ordre de la dizaine de micromètres au minimum. Le choix de l'absorbant doit donc se faire entre les polyimides 4208, 4212 et 7505. La figure ci-dessous montre la différence de comportement spectrale entre les polyimides de la série 40xx et le polyimide 7505, traduisant aussi une différence de composition chimique.

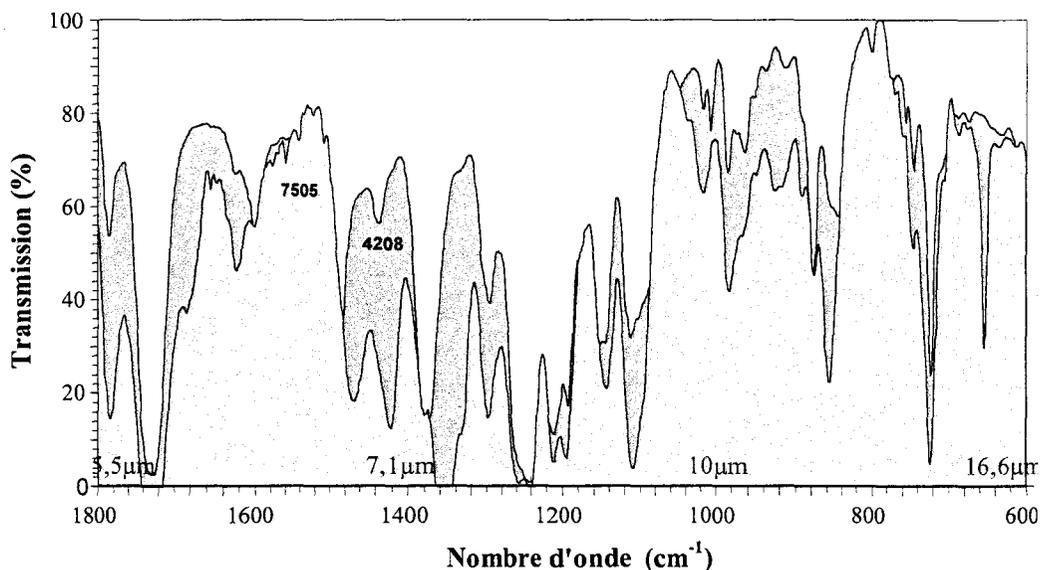


Figure III. 39 : Spectres en transmission des polyimides 4208 et 7505 épaisseurs respectives 5 μm et 10 μm

3. Détermination de l'absorptance

Pour tous les matériaux étudiés, (Figure III. 33 à Figure III. 35) les pics d'absorption se situent dans la plage $2000-370 \text{ cm}^{-1}$ ($5-27 \mu\text{m}$).

La détermination de l'absorptance spectrale s'effectue à partir des équations III.16b, et des données expérimentales obtenues à partir du FTIR. La bande spectrale concernée est comprise entre 2000 et 370 cm^{-1} .

Un exemple des calculs effectués est illustré dans le cas du polyimide Ultradell 4212 ($5 \mu\text{m}$ d'épaisseur) pour le nombre d'onde 1732 cm^{-1} ($5,8 \mu\text{m}$). Le pourcentage en transmission obtenu à partir des mesures au FTIR, pour ce nombre d'onde, est $2,68 \%$. L'indice de réfraction de ce polyimide est $1,62$. En appliquant ces deux valeurs à la relation III.16b on obtient:

$$A(1732) = \frac{4 * 1,62}{(1 + 1,62)^2} [100 - T(1732)] = 91,86.$$

Ce principe est appliqué aux différents polyimides disponibles (4212, 4208 et 3112); on obtient alors les courbes illustrées de la Figure III. 40 à la Figure III. 42. Les pics d'absorption sont décrits sur la courbe d'absorptivité du polyimide 4212 uniquement car les trois polyimide ont la même composition chimique et une similitude de comportement spectral (Figure III. 38).

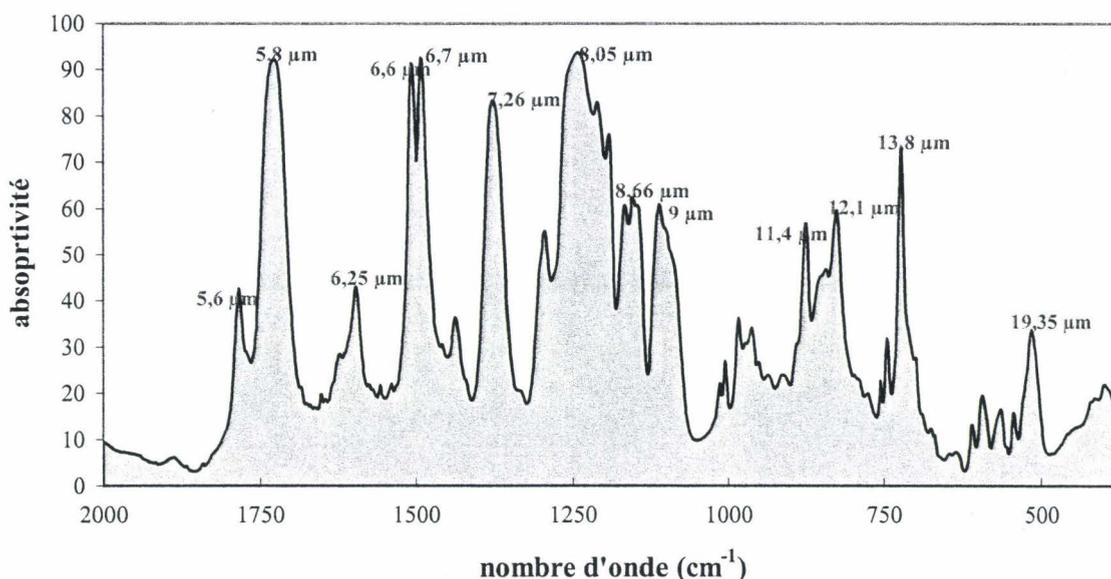


Figure III. 40 : Absorptivité spectrale du polyimide Ultradell 4212 ($5 \mu\text{m}$)

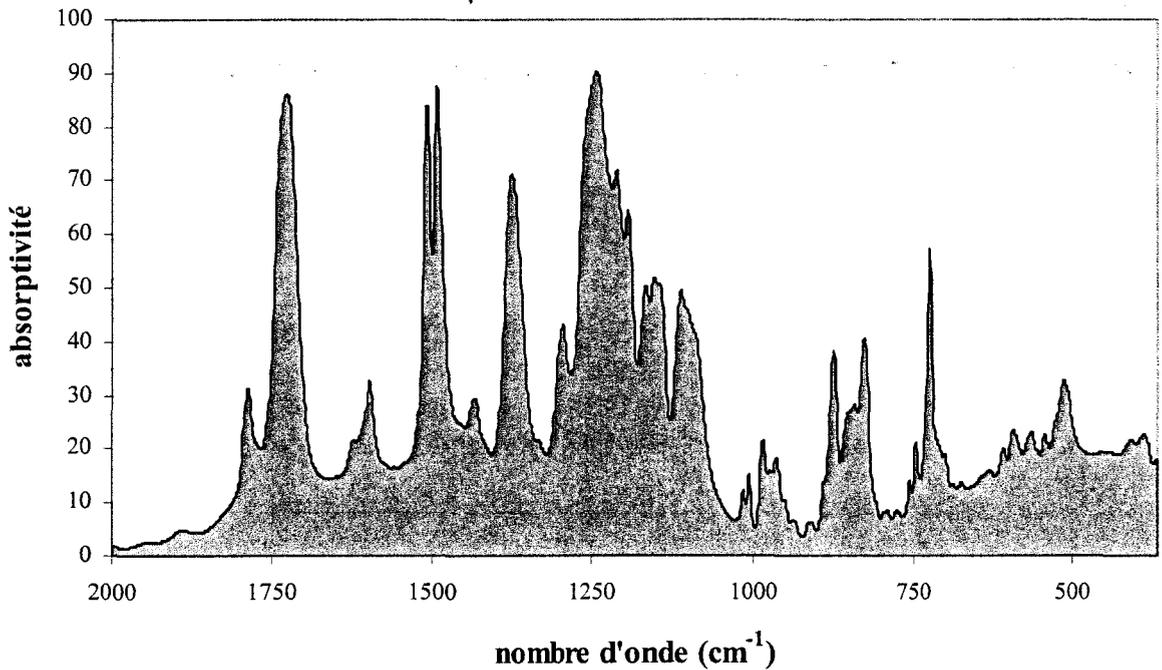


Figure III. 41 : Absorptivité spectrale du polyimide Ultradell 4208 (2 µm)

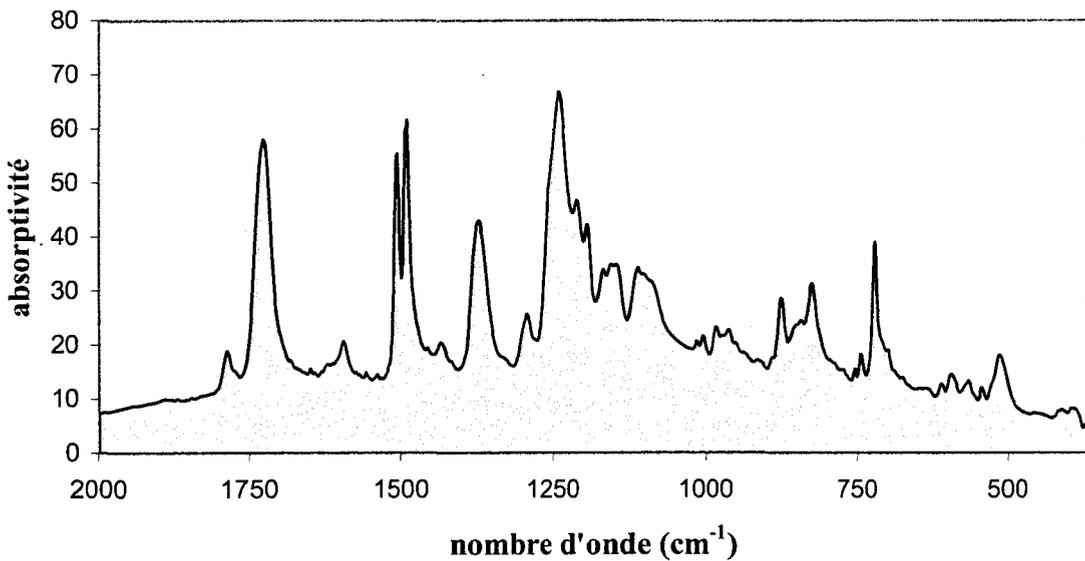


Figure III. 42 : Absorptivité spectrale du polyimide Ultradell 3112 (0,5 µm)

La comparaison des absorptivités (ou absorptances) est plus aisée lorsque l'on considère la valeur moyenne. Cela implique une intégration sur tout le spectre 2000-370 cm^{-1} des absorptivités spectrales calculées précédemment (Figure III. 40 à Figure III. 42). Le Tableau III. 17 résume les valeurs moyennes trouvées par le calcul par ce biais.

Matériau absorbant	Conductivité thermique (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	Absorptivité moyenne (%)
Polyimide 7505	0,14 à 0,2	43,5 (10 μm)
Polyimides 3112 4208 4212	0,14 à 0,2	21,1 (1,22 μm) 24,6 (3,57 μm) 30,4 (5,17 μm)
Nitrure de Silicium	20	15,2 (1μm)
Silice	1,5	10,2 (1μm)

Tableau III. 17 : Conductivités thermiques et absorptivités moyenne des matériaux semi-transparents étudiés

Le choix du matériau absorbant est aussi grandement dépendant de la conductivité thermique de celui-ci ; elle doit être la plus faible possible pour éviter l'effet de pont thermique entre les thermojonctions de la thermopile situé au contact du collecteur. Ainsi, le meilleur compromis absorptivité/conductivité thermique est donné par les polyimides. Cela les impose donc comme absorbant, ce choix étant aussi justifié par le fait que le nitrure est difficilement déposable pour des épaisseurs supérieures au micromètre. En revanche, le process des polyimides autorise des couches relativement épaisses par dépôt à la tournette (plus de 12μm).

L'ensemble des mesures effectuées pour le calcul de l'absorptivité est présenté sur la Figure III. 43. Nous y avons fait figurer les points correspondant aux différents polyimides ainsi que l'évolution de la courbe interpolée à l'aide du Logiciel TBLCURVE donnant l'évolution pour des épaisseurs de membrane plus importantes.

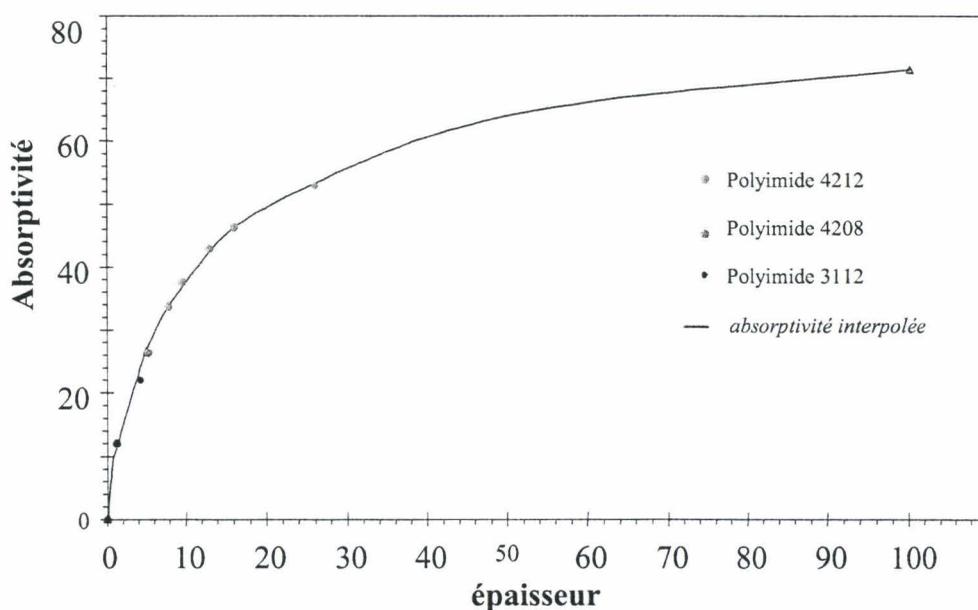


Figure III. 43 : Absorptivité moyenne des polyimides 3112, 4208 et 4212 en fonction de l'épaisseur déposée

Parmi les polyimides disponibles à ce moment-là, le plus performant s'avère être le polyimide "4212", l'autre "candidat" étant le polyimide liquide photonégatif "7505". La facilité de mise en oeuvre technologique est un critère prépondérant dans le choix pour les matériaux évalués.

A priori, l'aspect photosensible du polyimide "7505" constitue un avantage car cette propriété facilite la procédure d'ouverture des plots d'accès. Pour la même étape, le polyimide "4212" nécessite l'ajout de 4 étapes supplémentaires (elles sont détaillées dans la réalisation des capteurs sur Kapton (**paragraphe D**)). Cependant, le polyimide "4212" a été retenu dans un premier temps car la recherche expérimentale des paramètres de dépôt optimal (enduction, recuit et insolation) du polyimide "7505" s'est avérée plus compliquée. Par ailleurs, la société **Amoco chemicals**, fabricant du polyimide "7505", a arrêté la commercialisation de ses polyimides assez rapidement après le début des paramétrages. Nous avons donc dû changer de fournisseur et établir de nouveaux paramètres. Cette démarche est présentée dans le **chapitre 4**.

C.I.2 Optimisation expérimentale des réflecteurs

Dans paragraphe, nous présentons les éléments de réflexions et les considérations ayant motivé le choix du nouveau réflecteur. Le matériau retenu doit, encore une fois, faire l'objet de compromis entre deux caractéristiques :

- une réflectivité maximale dans l'infrarouge
- une conductivité thermique minimale.

La première idée est, logiquement, de rechercher le nouveau matériau parmi les métaux et les alliages métalliques, généralement très bons réflecteurs des domaines du visible à l'infrarouge (Figure III. 44).

Facteurs de réflexion

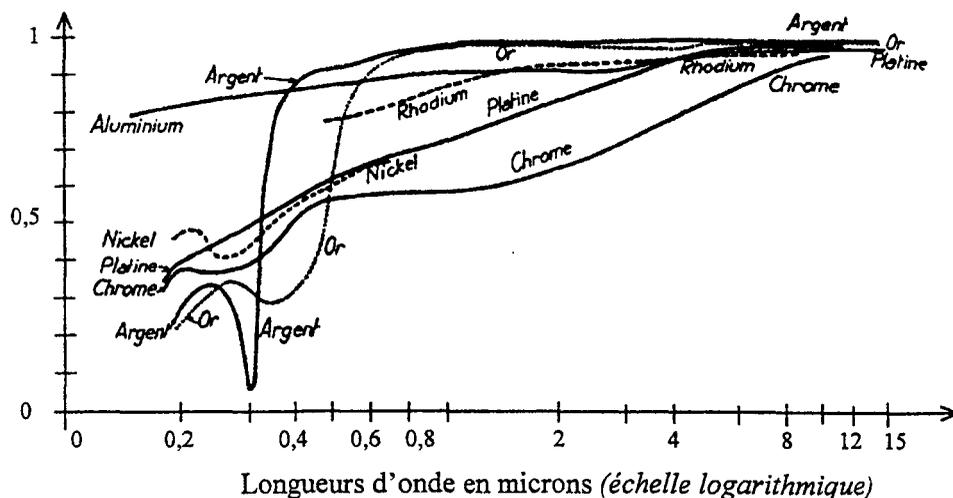


Figure III. 44 : Réflectivité spectrale de quelques métaux dans l'infrarouge ^[29].

Selon la loi de Kirchhoff ^{[11], [16]}, les surfaces grises émettent autant qu'elles absorbent dans leur direction normale. La surface des métaux et alliages peut être considérée comme grise. Chercher un bon réflecteur revient donc à trouver un matériau à très faible émissivité dans l'infrarouge. D'une manière générale, on recherchera, quel que soit le matériau choisi, le meilleur état de surface de dépôt pour maintenir une bonne réflexion spéculaire.

Il existe quelques tables donnant les absorptivités, les émissivités ou les réflectivités. Cependant, notre recherche est compliquée par le fait que les épaisseurs à considérer sont très faibles et rien ne garantit que les valeurs trouvées dans la littérature ^{[32], [29], [5]} (en général données pour des matériaux volumiques, « bulk ») soient applicables dans notre cas. Nous considérerons cependant, en première approximation, que cela est vrai.

Matériau	Absorptivité solaire α	Emissivité normale ϵ_n	Conductivité thermique λ_{th} ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	Matériau processable au sputtering
Aluminium poli	0,16	0,03	238	Oui
Cuivre poli	0,3	0,03	395	Oui
Constantan laminé	0,37	0,09	395	Oui
Cuivre ruban mince: sablé	0,26	0,04	395	Oui
Cuivre ruban mince : terni	0,55	0,04	395	Oui
Or (électrodéposé)	0,23	0,03	318	Oui
Inconel	0,52	0,1		Oui
Platine (feuille)	0,33	0,04	71,6	Oui
Acier non contraint : poli	0,42	0,11	16,3	Non
Acier non contraint : 1 mil (25,4 μ m) d'acier 304	0,4	0,05	16,3	Non
Tantale (feuille)	0,4	0,05	0,05	Oui
Tungstène Poli	0,44	0,03	173	Oui

Tableau III. 18 : Emissivités de quelques métaux et alliages pour différents états de surface selon une étude de la NASA (1995) ^[Dt.1]

Les différences entre les valeurs d'émissivité trouvées dans les tables peuvent s'expliquer, entre autre, par l'influence de l'état de surface du matériau dans ce type de mesure ^[17] (Tableau III. 18). En effet, la specularité liée au degré d'oxydation, ou plus généralement la rugosité, joue un rôle critique dans la réflectivité. Cet aspect complique d'autant plus cette investigation. Toutefois, elle doit être prise en compte pour donner une orientation dans cette recherche.

L'émissivité n'est pas la seule caractéristique à observer comme nous l'avons indiqué précédemment. Il importe aussi de considérer la conductivité thermique des métaux et des alliages étudiés. Il existe, dans la littérature, des relations reliant les deux grandeurs critiques pour notre choix comme celle établit par I.P. Zhuk & Al. ^[18]. Ces auteurs établissent une relation entre l'émissivité normale et la conductivité thermique à 1000K.

$$\epsilon_{normale} = 2,09 \cdot \exp(-1,23 \cdot \lambda_{th}^{0,18}) \quad \text{Eq. [III.17]}$$

où λ_{th} est la conductivité thermique.

L'application de cette relation au cas de l'argent, par exemple, donne une valeur de 0,054 pour l'émissivité normale. Cette valeur est très proche de celle mesurée dans une étude de la NASA de 1995 et confirme l'intérêt de cette relation pour dégager des tendances facilitant le choix du matériau réflecteur.

La Figure III. 45 compare l'évolution de la relation de Zhuk avec des mesures ou des données de la littérature ^{[23], [24]} pour différents métaux. Il apparaît clairement dans cette figure que les matériaux présentant les meilleurs compromis sont ceux se trouvant autour du platine, au sens de la courbe et au sens physico-chimique, considérant les métaux du groupe du platine (Rh, Pd, Os, Ir, Pt) ^[27]. A l'extrémité droite de la courbe, se trouvent les matériaux les plus intéressants sur le plan de la réflectivité, et à gauche, les matériaux présentant la meilleure conductivité thermique.

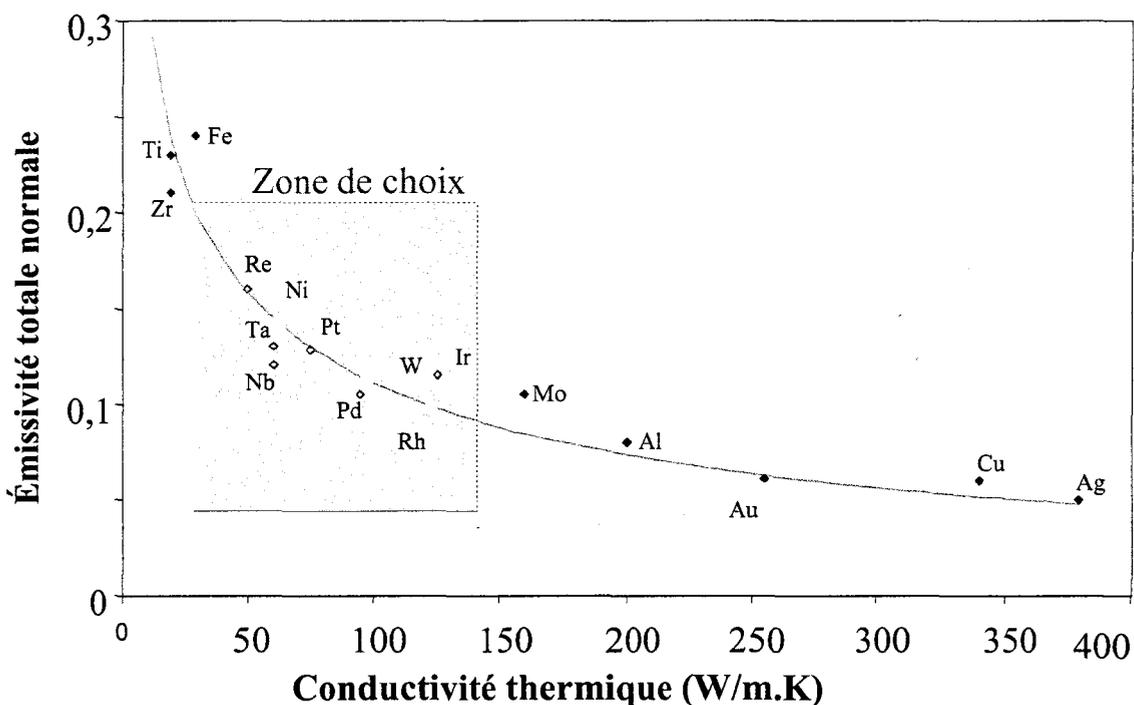


Figure III. 45 : Emissivité normale de quelques métaux en fonction de leur conductivité thermique

Sur l'Internet, on peut trouver des valeurs d'émissivité normale pour quelques matériaux déposés par évaporation selon la NASA ^[Dt.1]. Nous avons représenté sur la Figure III. 46 les valeurs indiquées pour quelques matériaux, d'après les données de la NASA, en fonction de leurs conductivités thermiques λ_{th} .

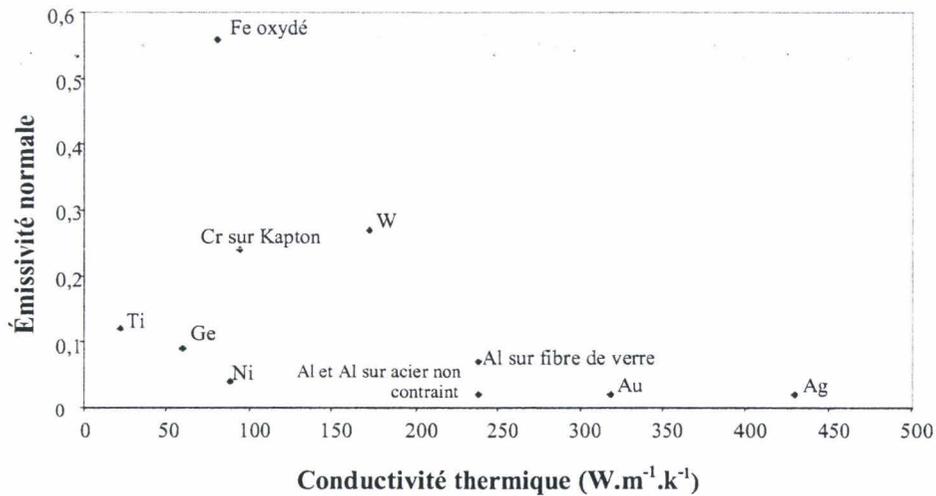


Figure III. 46 : Émissivité normale de quelques métaux déposés par évaporation selon une étude de la NASA (1995) ^[Dt.1].

Une première phase a permis de sélectionner à partir de la "zone de choix" (Figure III. 45), les métaux présentant le meilleur compromis entre les propriétés thermophysiques (émissivité et conductivité thermique), le prix la matière première (par exemple le rhodium en pépite coûte un peu de plus de 100 € le gramme) et la disponibilité au laboratoire (permettant une mise en route rapide d'essais). Ainsi nous avons retenu le platine et le nickel, et nous avons ajouté le titane et le constantan pour le bon compromis qu'ils offrent entre faible émissivité et faible conductivité thermique alors qu'ils ne sont pas dans la "zone de choix" de la Figure III. 45.

Une seconde phase a consisté à déterminer de l'optimum d'épaisseur par une méthode dichotomique, pour chacun des matériaux retenus après la première phase, afin de maximiser la sensibilité du radiomètre. Les bornes en épaisseur ont été déterminées, pour la limite inférieure, par l'épaisseur en deçà de laquelle les propriétés "bulk" des matériaux ne sont plus garanties (200 nm), et pour la limite supérieure par l'épaisseur maximale permettant, à l'aide du modèle, d'assurer une distribution périodique satisfaisante du flux incident sur la thermopile (1000 nm).

Les lamelles réalisées avec ces matériaux ont été recouvertes d'une faible couche d'or (environ 20 nm) pour assurer une réflexion dans l'infrarouge maximale, et minimiser le risque d'une éventuelle oxydation des couches réfléchissantes.

La démarche suivie a consisté à tester sur une thermopile identique (constantan_or), les différentes épaisseurs de matériaux réfléchissants, dictée par la démarche dichotomique, et de retenir celle pour laquelle la sensibilité était maximale. Ces matériaux ont été déposés sur 12 µm de polyimide Ultradell 4212 : nous avons ainsi pu établir les épaisseurs optimales suivantes pour la configuration utilisée :

- 300 nm de constantan + 20 nm Au
- 250 nm de platine+ 20 nm Au
- 300 nm de Ti +20 nm Au
- 280 nm de Ni + 20 nm Au

L'épaisseur de 12 μm de polyimide est le maximum que nous avons pu déposer et graver par plasma sans trop de difficultés. Au-delà de cette épaisseur, il nous a été difficile d'effectuer des dépôts et des gravures suffisamment reproductibles à cause de redépôts trop importants de polyimide sur le fond (§ **D.II.5.2**).

Les meilleures performances ont été obtenues pour le titane et le platine. Néanmoins, afin de pouvoir réaliser rapidement des prototypes validant la démarche, nous avons choisi le constantan car il nous permet d'avoir un plus grand contrôle sur la chaîne de réalisation.

C.II Modification du substrat

C.II.1 Eléments de choix du substrat

Le changement du substrat s'est avéré nécessaire car la conductivité thermique du verre ($1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) constituait une limitation notable à l'obtention de meilleures sensibilités. Nous avons indiqué (§ **B.I**) que les substrats standards des microtechnologies sont des conducteurs thermiques trop performant pour être candidats. Une solution de remplacement a donc été recherchée parmi des matériaux organiques de faible conductivité thermique, compatibles avec les contraintes des réalisations microtechnologiques.

Rappelons très brièvement les principales caractéristiques et les tendances sur lesquelles repose la recherche du nouveau matériau remplaçant le verre :

Caractéristiques thermo-physiques	Contraintes technologiques
Conductivité thermique ↓ ⁸	Conditionnement (propreté et prix)
Coefficient d'expansion thermique ↓	Tenue sous vide ↑
Hygroscopie ↓	Résistance aux solvants ↑
Tenue en température ↑	Résistance aux UV ↑
Tension de claquage ↑	Rugosité ↓
	Adhérence avec les métaux et alliages métalliques ↑

Tableau III. 19 : Principales caractéristiques recherche pour le substrat

Cette investigation à large spectre a été menée au regard des produits disponibles sur le marché, et largement utilisés dans l'industrie ^{[Dt.3] [Dt.4], [Dt.5] [Dt.6]}. Les données des constructeurs ont été corrélées avec celles, plus récentes, disponibles sur l'Internet à partir des noms commerciaux de substances pouvant correspondre notre recherche. Cette étude a permis de présélectionner une vingtaine de produits compatibles avec l'une ou plusieurs de nos exigences.

Pour établir une liste restreinte de substrats potentiels, trois critères ont été privilégiés : la faible conductivité thermique, le coefficient d'expansion thermique et la tenue en température la plus élevée possible.

⁸ en rouge, on a représenté la tendance à suivre pour les valeurs des caractéristiques cités.

Le tableau suivant précise les ordres de grandeurs à considérer pour ces trois caractéristiques :

Conductivité thermique	0,1 – 0,4 W.m ⁻¹ .K ⁻¹
Coefficient d'expansion thermique	< 10 ⁻⁴ K ⁻¹
Tenue en température	≥ 150 °C

Tableau III. 20 : Les trois principaux critères de sélection du substrat

Le procédé de sélection intégrant les critères du tableau ci-dessus a permis de sélectionner 13 matériaux à éprouver par l'ensemble des étapes du procédé. Leurs caractéristiques sont référencées dans Tableau III. 21.

Matériau	Conductivité thermique W.K ⁻¹ .m ⁻¹	T _{max} (°C)	Absorption d'eau pendant 24 H (% en masse)	Coefficient d'expansion thermique (x 10 ⁻⁶ K ⁻¹)	Supporte
					Ne supporte pas
Poly Ether Ether Cétone (PEEK), semi cristallin	0,25	250	0,1	47 - 110	Acides dilués
					Acides concentrés
Poly Ether Imide (PEI)	0,22	170	0,25	56	Alcalins et aux acides dilués
					Acides concentrés
Poly Ether Sulfone (PES)	0,13 - 0,18	180 - 200	0,4 - 1	55	Cétone, acides concentrés
Poly Ethylène tétréphthlate Polyester (PETB)	0,15 - 0,4	115	0,1	30 - 65	Acides
					Alcalins
Polyimide, PI	0,1- 0,35	250	0,2 - 3	30 - 65	Acides
					Alcalins
Polyimides liquides	0,1- 0,35	250	0,2 - 3	30 - 65	Acides
					Alcalins
PolyBenzoImide, PBI	0,41	260	0,4	23	Acides concentrés
Polyoxyméthylène copolymère acétal, POMC	0,23 - 0,3	80 - 120		80	Acides
Polycarbonate, PC	0,19 - 0,22	115 - 130	0,1	70	Acides
					Alcalins et cétones

Polyamide Imide	0,26 - 0,54	200 - 260	0,3	25 - 31	Acides Alcalins
Poly Acrylo nitrile Butadiène Styrene, ABS	0,17	80	0,3 - 0,7	80	Acides
Polyméthyl pentène, TPX [®]	0,17	75	0,01	117	Acides concentrés
Polyimide Kapton [®] VN ou HPPST	0,12	280°C ⁹	0,4	30	Acides Alcalins

Tableau III. 21: Liste des matériaux envisageables comme substrat de la thermopile

C.II.2 Critères de choix expérimentaux du matériau substrat

Les tests de compatibilité des matériaux du Tableau III. 21 avec le process ont été basés sur l'utilisation d'une thermopile constantan_or, et d'un collecteur comportant un absorbant réalisé avec du polyimide liquide. La température de recuit la plus basse possible pour les polyimides Ultradell, selon la documentation à notre disposition [De.8], est de 200 °C. Nous avons donc effectué sur ces matériaux des tests portant sur :

- la tenue en température (au moins 200 °C),
- la résistance aux produits chimiques nécessaires au process (comme l'acide nitrique ou l'acétone),
- le dépôt sous vide par pulvérisation cathodique pour vérifier l'adhérence avec le constantan.

Les essais ont permis de mettre en évidence l'inadéquation d'une grande partie des matériaux par rapport aux procédés. Par exemple, dans le cas du "PES" (Figure III. 47), ce matériau subit un changement d'état de surface assez drastique après un traitement à l'acétone. Cette modification s'est avérée rédhibitoire pour l'adhérence du constantan déposé par pulvérisation cathodique.

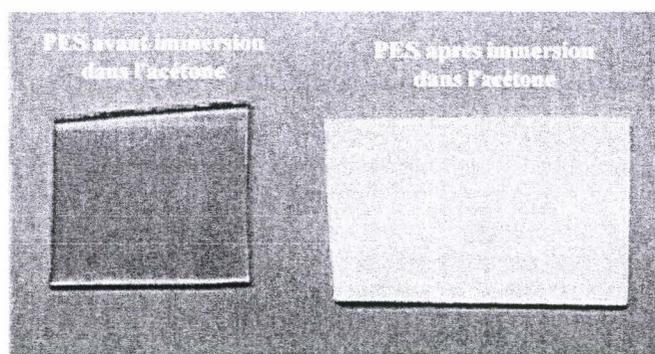


Figure III. 47 : Dégradation du PES par l'acétone

⁹ Température d'usage continue : D'après les tests conformes à la norme UL, standard USA, le kapton conserve au mois 50% de ces caractéristiques lorsqu'il est soumis à cette température de façon continue pendant 10 000 heures.

Dans certains cas (PETB, POMC, ABS) prévisibles, la tenue en température maximale du matériau s'est révélée un facteur critique pour une réalisation industrielle de la thermopile.

La Figure III. 48 illustre les effets d'un recuit rapide à 200 °C de constantan déposé sur un film de Kapton VN de 127 µm d'épaisseur. Le recuit est effectué sous atmosphère azotée dans le four de recuit rapide Heatpulse 210. La température de 200 °C est atteinte en 5 secondes et le recuit dure 30 secondes. Comparativement, un recuit lent (la montée en température est plus lente, de l'ordre de 4 à 5 °C par minute) conduit à une déformation (flambage) de l'échantillon bien qu'il n'induisse pas de cloques comme sur la figure ci-dessous. L'état de surface obtenu dans le cas du recuit lent est tout aussi rédhibitoire pour une réalisation industrielle de la thermopile.

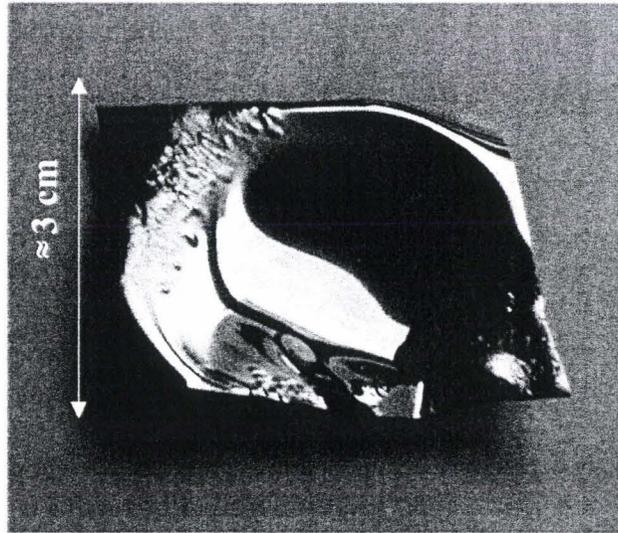


Figure III. 48 : Effet d'un recuit rapide sur un film de Kapton sous atmosphère azoté

Les effets de la chaleur sur les échantillons peuvent être moins impressionnants mais tout aussi rédhibitoires, comme le montre le flambage d'une lamelle de PEEK de 400 µm d'épaisseur soumise à une température de 220 °C (Figure III. 49) pendant 10 minutes. La montée en température s'est faite à raison de 5 °C par minute.

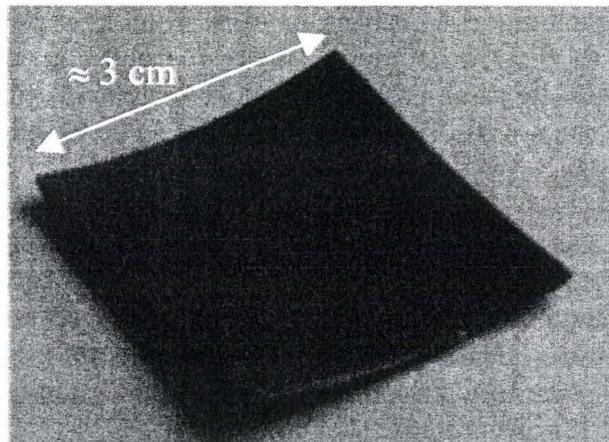


Figure III. 49 : Flambage d'un échantillon de 400 µm d'épaisseur de PEEK soumis à 220 °C durant 10 minutes sous atmosphère azotée

De nombreux essais de dépôt de constantan conduits sur une large plage de paramètres ont permis d'écartier certains matériaux (polyimide PI, PBI, PEI) à cause d'un manque d'adhérence ou d'un problème de croissance du film au-delà de 250 nm (Figure III. 50).

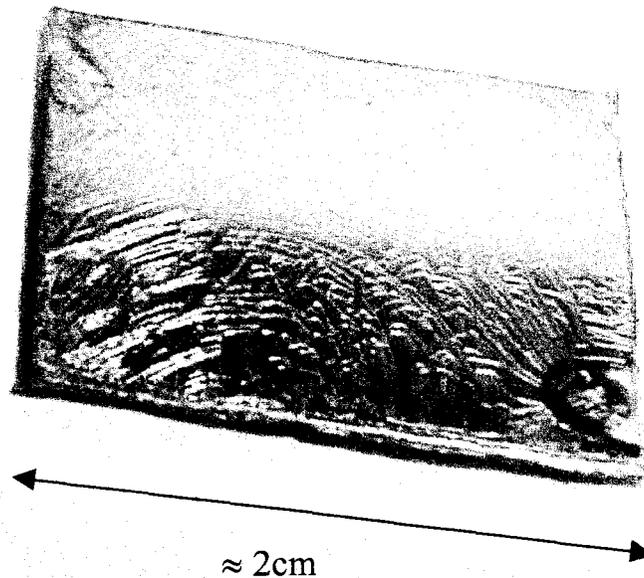


Figure III. 50 : Rupture d'un film de constantan de 300 nm d'épaisseur sur substrat de Polyimide PI

Suite à ces tests, les matériaux les plus aptes à être utilisés restent les polyimides liquides et solides (film ou plaque Kapton[®], PI). Le Kapton et le polyimide PI présentent globalement les caractéristiques les plus intéressantes, et les meilleurs dépôts et essais de process ont été effectués sur ces matériaux. Néanmoins, le Kapton en film de 127 μm d'épaisseur n'est pas assez rigide et nécessite une fixation sur un support plus rigide. Ces caractéristiques constituent les principaux inconvénients de ce matériau. De son côté, le PI, conditionné en plaque de 1,5 mm d'épaisseur, présente un état de surface beaucoup trop rugueux pour les procédés microtechnologiques à réaliser. Nous avons donc effectué des essais de polissage à la poudre de diamant (jusqu'à 1 μm de diamètre de poudre) pour améliorer l'état de surface. Les résultats n'ont pas été assez probants (manque de reproductibilité et temps nécessaire (>3 heures pour cette opération)). Le Kapton a finalement été retenu pour servir de nouveau substrat pour le capteur.

Notons cependant que certains matériaux comme le polycarbonate présentent des propriétés très intéressantes sur le plan physique et thermique. Ce dernier possède toutefois une tenue en température (<130 °C) insuffisante pour le process, et une faible résistance aux solvants. Il est toutefois envisageable de s'en servir comme « substrat final » à condition de réaliser le capteur sur un film très fin de polyimide liquide (environ 10 μm d'épaisseur) et de le coller ensuite sur le polycarbonate (Cf. Chapitre 4).

C.III Modification de la thermopile

La recherche d'un couple thermoélectrique plus performant doit permettre d'améliorer notablement la sensibilité du capteur. Le premier critère de sélection pour les matériaux possibles est de présenter un pouvoir thermoélectrique ou coefficient Seebeck.

Les critères de sélection, hormis la nécessité d'adhérence des matériaux entre eux, pour le couple thermoélectrique (**chapitre 2, § A.I.2.2**) sont :

- un contraste significatif de pouvoir thermoélectrique : les signes des coefficients Seebeck doivent être opposés,
- une faible de conductivité thermique commune,
- un contraste marqué de conductivité électrique,
- une compatibilité avec les directives européennes ^[35].

Les tables ^{[5], [20]} ont permis de sélectionner des matériaux présentant un fort pouvoir thermoélectrique en valeur absolue et le Tableau III. 22 en illustre principales caractéristiques.

	$\lambda_{th}(W/m.K)$	$\rho(\mu\Omega. cm)$	$\alpha(\mu V/K)$	Facteur de mérite ^[9] (K^{-1})
Métaux	(réf : Pt à 300K)			
Au	318	2,2	1,94	$5,38.10^{-7}$
Ag	419	1,63	2,53	$9,37.10^{-7}$
Cu	400	1,69	1,83	$4,95.10^{-7}$
Fe	80,4	10,1	15	$277,08.10^{-7}$
Pt	71.6	10,58	3	$11,88.10^{-7}$
Cr	94	13,2	20	$322,4.10^{-7}$
Ni	90,9	6,9	-19,5	$606,25.10^{-7}$
Alliages métalliques				
Constantan (Ni45Cu55)	19,5	50,2	-38,35	$1502,42.10^{-7}$
Nickel 80-Chrome 20	13,4	108	27	$503,73.10^{-7}$
Nickel 90-Chrome 10	19	76,6	30	$618,4.10^{-7}$
Ni 95-(Al+Mn+Si) 5	32	30	-13	$176,04.10^{-7}$

Tableau III. 22 : Propriétés de quelques métaux et alliages présentant un pouvoir thermoélectrique

A partir des données du Tableau III. 22, nous avons calculé $\Delta\alpha = |\alpha_1 - \alpha_2|$ ainsi que le facteur de mérite thermoélectrique ^{[20], [9]} résultant des ces associations. Nous rappelons que pour une association de matériaux thermoélectriques en conformation plaquée le facteur de

mérite s'exprime: $Z_{12} = \left[\frac{\alpha_1 - \alpha_2}{\sqrt{\lambda_1/\sigma_1} + \sqrt{\lambda_2/\sigma_2}} \right]^2$.

	$\Delta\alpha$ ($\mu\text{V/K}$)	Z_{12} (K^{-1})
Association (1 2)		
Constantan or	40,29	$4,869 \cdot 10^{-5}$
Ni80Cr20 Ni	46,5	$5,433 \cdot 10^{-5}$
Ni80Cr20 constantan	65,35	$8,885 \cdot 10^{-5}$
Constantan platine	41,35	$4,941 \cdot 10^{-5}$
Constantan chrome	58,35	$7,692 \cdot 10^{-5}$
Constantan fer	53,35	$7,963 \cdot 10^{-5}$
Antimoine bismuth	101	$2,69 \cdot 10^{-4}$

Tableau III. 23 : Facteur de mérite thermoélectrique pour quelques associations courantes

Le facteur de mérite et la différence de coefficients Seebeck permettent d'établir une première hiérarchie dans les couples envisagés. Il s'en dégage a priori que le couple antimoine_bismuth présente les meilleures performances. Toutefois, notre étude est assujettie à des considérations écologiques rédhibitoires pour le choix de ces matériaux. Les deux meilleurs couples sont alors le Ni80Cr20_constantan, et le constantan_fer.

La réalisation pratique des capteurs doit tenir compte de l'épaisseur des matériaux employés. Pour une association plaquée, le *pouvoir thermoélectrique effectif* $\Delta\alpha_{eff}$ tient compte des propriétés du placage du second conducteur, et est défini par la relation ^{[31],[30],[19]} :

$$\Delta\alpha_{eff} = (\alpha_1 - \alpha_2) \cdot \frac{\sigma_2 \cdot S_2}{\sigma_1 \cdot S_1 + \sigma_2 \cdot S_2} = (\alpha_1 - \alpha_2) \cdot \frac{\sigma_2 \cdot e_2}{\sigma_1 \cdot e_1 + \sigma_2 \cdot e_2} \quad (\mu\text{V/K}) \quad \text{Eq. [III.18]}$$

Afin que le choix d'un couple de matériaux, en fonction de sa faculté à posséder un bon pouvoir thermoélectrique pour une épaisseur réduite de placage, soit plus aisé, il importe d'introduire la variable globale sx , sans dimension. Elle permet de caractériser le comportement d'une structure plaquée indépendamment de ses constituants.

En posant $s = \frac{\sigma_2}{\sigma_1}$, et $x = \frac{e_2}{e_1}$, où e_1 et e_2 sont les épaisseurs respectives des conducteurs 1 et 2, l'équation III.18 conduit à définir l'effectivité thermoélectrique d'une structure plaquée, en normalisant au regard de l'assemblage de deux matériaux distincts :

$$\eta_\alpha = \left| \frac{\Delta\alpha_{eff}}{\alpha_1 - \alpha_2} \right| = \frac{sx}{1 + sx} \quad \text{Eq. [III.19]}$$

Le produit sx , sans dimension, apparaît comme une variable structurale contribuant à elle seule à la description de l'action relative du placage vis-à-vis du pouvoir thermoélectrique résultant du couple plaqué.

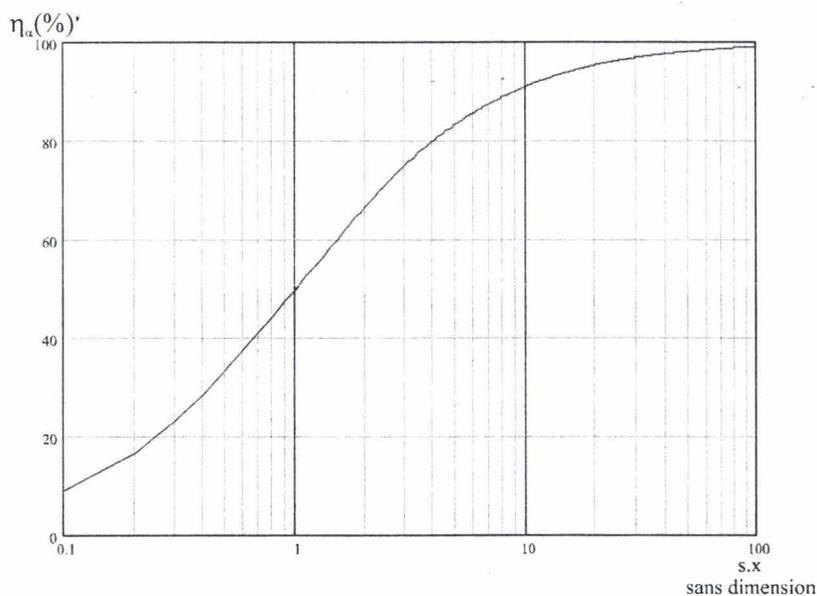


Figure III. 51 : Représentation normalisée de l'effectivité thermoélectrique

Nous avons représenté, sur la Figure III. 52, l'évolution de l'effectivité thermoélectrique en fonction du rapport des épaisseurs pour différents couples techniquement envisageables. Pour avoir un capteur performant, il faut une effectivité thermoélectrique d'au moins de 80%. Ainsi, pour un faible contraste de conductivité électrique, le choix du couple NiCr_Ni demanderait donc une épaisseur égale de constantan déposée au-dessus d'une piste de Ni_Cr. Pour un fort contraste de conductivité électrique (Cu, Ag, Au, sur une piste de constantan) le placage idéal présente une trop faible épaisseur pour garantir le pouvoir thermoélectrique présent dans les tables. De plus, augmenter l'épaisseur de placage dessert la sensibilité globale de la thermopile en regard de l'effet de pont thermique entre les thermojonctions.

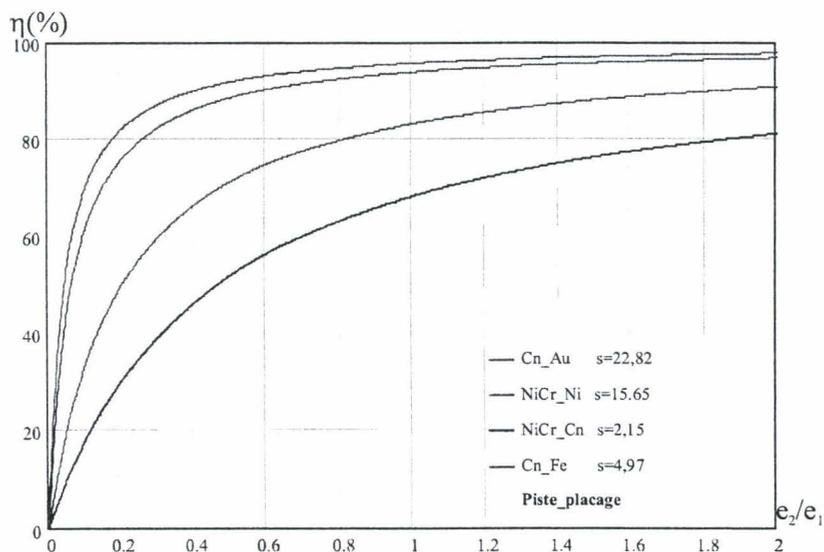


Figure III. 52 : Représentation de l'effectivité thermoélectrique en fonction des épaisseurs pour quelques couples praticables

D Réalisation des Radiomètres A.D.D. sur Kapton

Les démarches d'amélioration de la sensibilité de radiomètres ont conduit à la modification du substrat, de la thermopile et du collecteur. Afin d'effectuer graduellement les modifications et d'évaluer leurs conséquences, nous avons tout d'abord changé le substrat et le collecteur.

La base sur laquelle le premier radiomètre A.D.D. sur Kapton a été réalisé est :

- un substrat polyimide Kapton 127 μm ,
- une thermopile constantan_or,
- un collecteur polyimide *ultradell* 4212 muni de réflecteurs en constantan.

D.I Préparations des échantillons

La réalisation des radiomètres nécessite la fixation préalable du film Kapton sur un support rigide, et à faible rugosité. Le recours à une plaque de cuivre de 0,3 mm d'épaisseur a été préféré au wafer de silicium car le découpage d'échantillons carrés s'est avéré plus aisé sur ce support. La seconde motivation de ce choix est que le cuivre peut être laissé après réalisation sur la face arrière, et servir ainsi de puits thermique à l'ensemble du radiomètre.

D.I.1 Collage des films Kapton sur des supports en cuivre

Les collages sont effectués avec une colle bicomposant de type *Araldite*® standard, de la société **Sodiema**. Les types de Kapton utilisés sont le Kapton VN dont les caractéristiques sont présentées au **chapitre 2, § A.II.1.1** et le Kapton HPP-ST dont la particularité est d'avoir subi un traitement thermique "corona" favorisant l'adhérence des métaux ou alliages sur sa surface ^[Dt.2].

La colle est enduite sur une plaque de cuivre de surface légèrement inférieure à celle du film de Kapton pour éviter que l'adhésif ne se dépose sur la surface de travail. En effet, le collage doit être aplani et uniformisé. Cette opération s'effectue en passant l'échantillon (cuivre + colle + feuille Kapton, Figure III. 53) maintenu entre deux feuilles de téflon dans un laminateur (Figure III. 54) à 80 °C sous une pression de 2 bars. Le rôle des feuilles de téflon est de protéger le rouleau contre les fuites éventuelles de colle entre le cuivre et le Kapton.

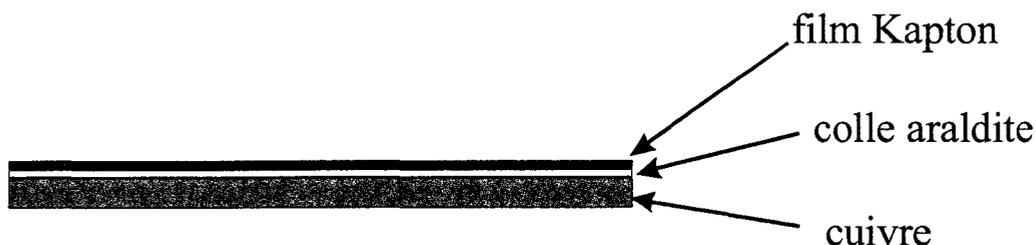


Figure III. 53 : Préparation des échantillons



Figure III. 54 : Lamineur Dynachem H350

Le recuit du collage se fait dans une étuve à convection **Climats** (Figure III. 55) à 80 °C pendant deux heures.

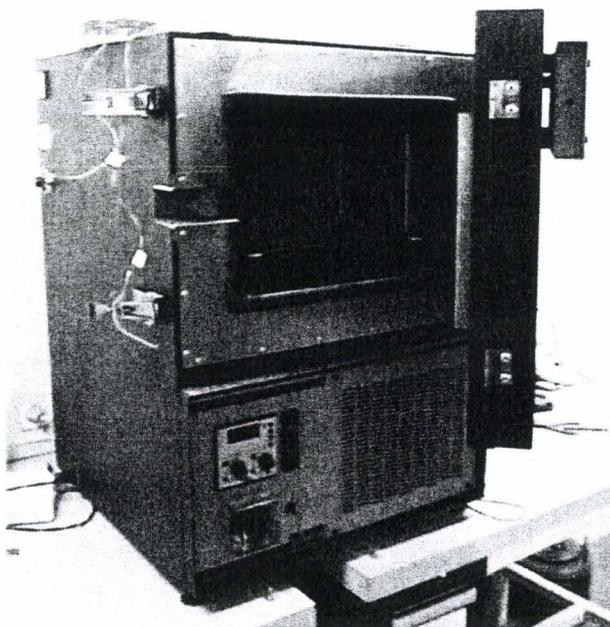


Figure III. 55 : Etuve à convection utilisée pour le recuit de la préparation des échantillons (2 heures à 80 °C)

Au cours de ce recuit, l'échantillon reste protégé entre deux feuilles de téflon, d'une part, et entre deux plaques de cuivre sur lesquelles une masse est posée pour assurer un contact total entre le Kapton et le cuivre, d'autre part. Ceci permet d'éviter l'apparition de bulles d'air dans la colle au cours de cette étape de préparation du substrat.

Les premiers essais de dépôt de constantan sur ces échantillons ont montré la très mauvaise qualité de l'état de surface du Kapton VN (Figure III. 56).

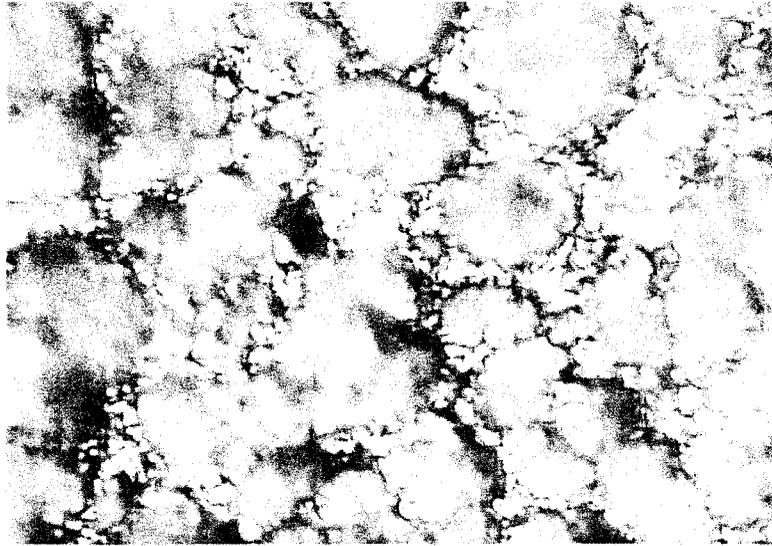


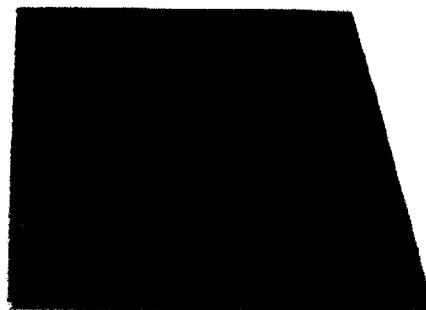
Figure III. 56 : Aspect d'un dépôt de constantan (700 nm) sur un film de Kapton VN (G x10)

Il s'est avéré nécessaire, soit d'améliorer l'état de surface soit de trouver un Kapton présentant une plus faible rugosité. La société **Dupont de Nemours France** nous a alors orientés vers le Kapton HPP-ST. C'est avec les échantillons de ce type de Kapton que tous les autres collages et essais avec le film Kapton ont été effectués.

Afin de pouvoir travailler plus aisément avec les échantillons collés, nous les avons découpés en carrés de 3 cm de côté (Figure III. 57).



Plaque de cuivre



Plaque de cuivre + film Kapton après collage à l'araldite

Figure III. 57 : Aspect des échantillons avant et après collage du Kapton

D.I.2 Nettoyage et couche d'aplanissement

La préparation des substrats étant effectuée en dehors de la salle blanche, un nettoyage minutieux s'impose avant de réaliser les étapes du process. Les échantillons sont nettoyés avec un détergent pour salle blanche (*Tex-Pure*), de l'acétone et de l'iso-2-propanol, avant un traitement aux ultrasons. Le tableau suivant résume les différentes opérations et leur durée approximative.

Etape	Durée
Nettoyage mécanique au <i>Tex-Pure</i>	5 min
Rinçage eau désionisée	5 min
Bain Acétone + U S	10 min
Rinçage iso-2-propanol	~30 s
Séchage à l'azote	~30 s

Tableau III. 24 : Actions de nettoyage des échantillons

Les premiers dépôts de constantan sur le Kapton HPP-ST ont été de meilleure qualité que ceux sur "VN". Cependant la qualité de la couche film déposée restait insuffisante par rapport aux nécessités d'un procédé microtechnologique. Il subsistait systématiquement des "nervures" (Figure III. 58) sur la surface du film, provoquées par les irrégularités de la surface du Kapton.

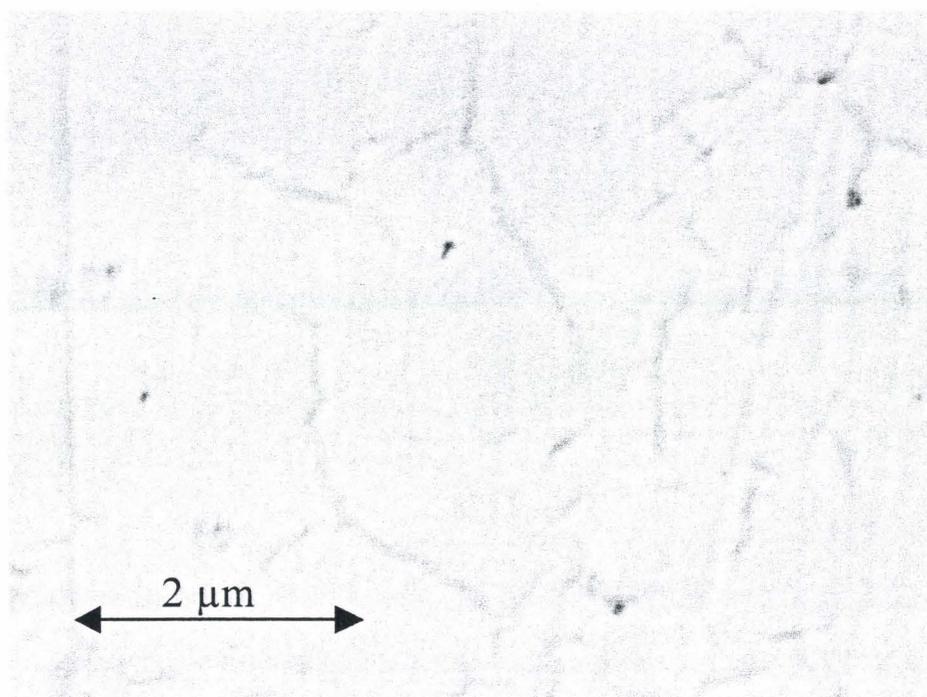


Figure III. 58 : Nervures observées sur un film de constantan (500nm) déposé sur Kapton HPP-ST

Pour pallier cette difficulté, une fine couche d'aplanissement de polyimide *ultradell* 3112 peut être avantageusement déposée sur les échantillons. Il est en effet possible d'utiliser les

polyimides liquides pour cette opération car leurs caractéristiques sont très proches de celles du Kapton (en terme de conductivité thermique, d'indice et d'absorption dans l'infrarouge), et ils sont compatibles avec les procédés microtechnologiques envisagés. L'enduction de ce polyimide se fait avec la tournette TP 1100 et les paramètres de dépôts sont :

		Ultradell 3112	Pyralin 2560
Quantité		2 ml	2 ml
Enduction	Vitesse	2500 Tr.min ⁻¹	2500 Tr.min ⁻¹
	Accélération	2000 Tr.min ⁻¹ .s ⁻¹	2500 Tr.min ⁻¹ .s ⁻¹
	Temps	60 s	20 s
Epaisseur		3 μm	8 μm

Tableau III. 25 : Paramètres d'enduction des polyimides 3112 et Pyralin 2560 pour aplanissement

Le cycle de recuit de ce polyimide, dans le four tubulaire (Figure III. 59) sous circulation d'azote à raison de 10 litres par heure, est représenté sur la Figure III. 60.



Figure III. 59 : Four de recuit programmable Carbolite doté de programmeur 2416C avec circulation de gaz

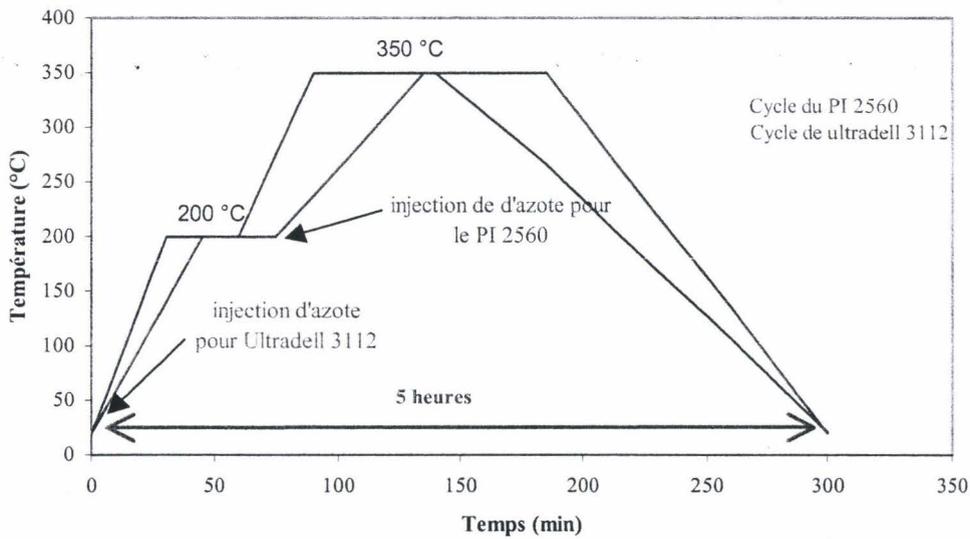


Figure III. 60 : Cycle de recuit des polyimides Ultradell 3112 et Pyralin 2560 sous azote

Le principal problème concerne la haute température observée dans la partie finale du recuit (350°C pendant 1 heure). En effet, les colles bicomposant de type *Araldite* ne sont pas sensées supporter une telle température. Quant au polyimide Kapton, la société **Dupont de Nemours** nous a confirmé que ce polyimide pouvait tenir, dans les conditions de recuit indiquées, jusque 400 °C. Il s’est avéré que la colle tenait à deux conditions :

- une absence totale de bulle d’air entre la colle et le Kapton
- un recouvrement partiel ou total par le polyimide des tranches de l’échantillon.

Des images de l’état de surface, avec et sans polyimide (Figure III. 61 et Figure III. 62) sur les substrats, ont été effectuées au microscope à force atomique (AFM¹⁰). Elles peuvent être comparées à la surface d’un wafer de silicium recouvert d’oxyde de silicium, (Figure III. 63), dont la planéité est idéale pour les procédés microtechnologiques.

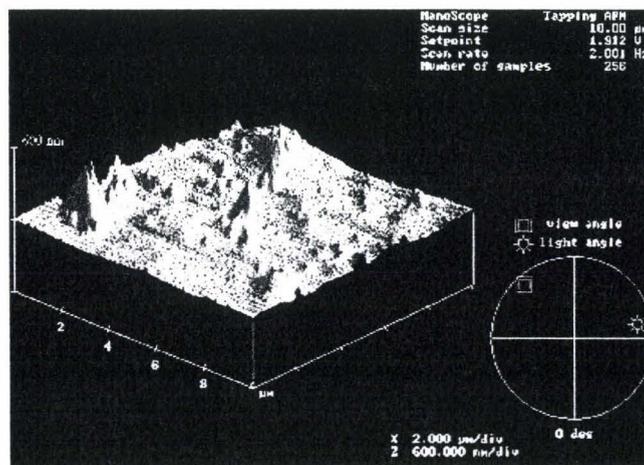


Figure III. 61 : Vue en 3D d’une partie du Kapton sans polyimide

¹⁰ AFM : Atomic Force Microscope.

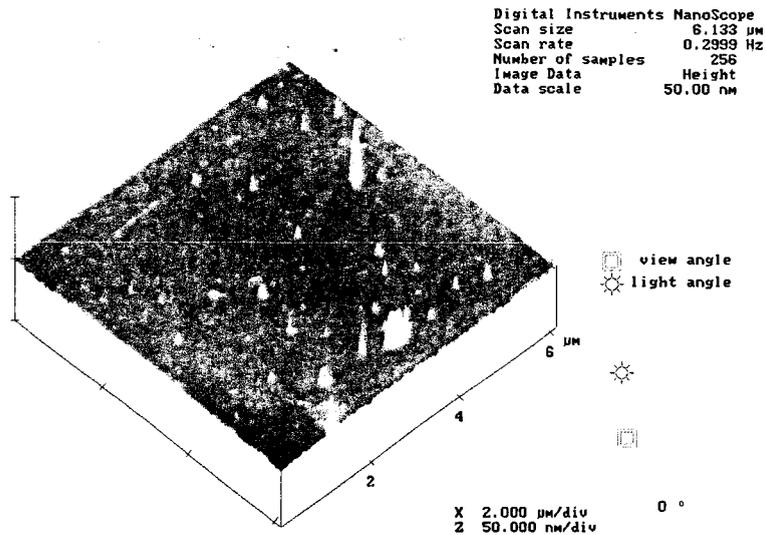


Figure III. 62 : Vue en 3D d'une partie du Kapton avec polyimide

Les quelques pointes observées sont des poussières, liées au caractère fortement électrostatique du polymère: il capte et retient très facilement la poussière une fois sortie de la salle blanche.

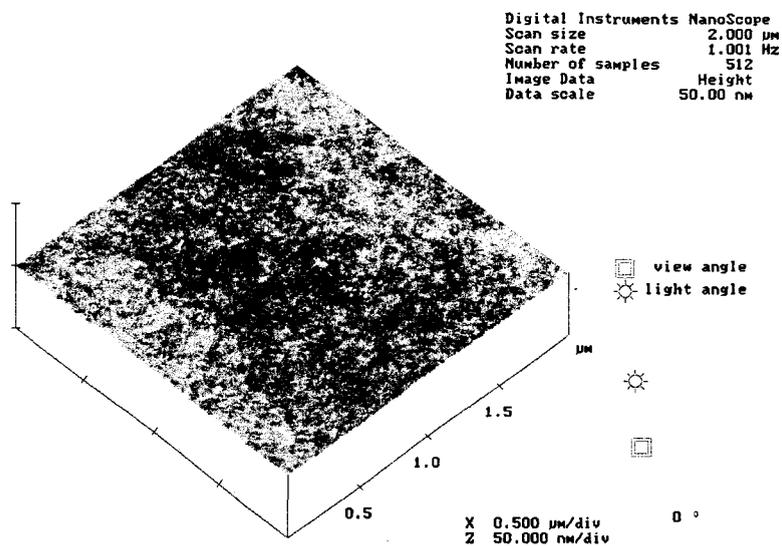


Figure III. 63 : Vue en 3D d'une partie de wafer de Si parfaitement plan

On peut constater le meilleur état de surface de silicium même avec une résolution plus fine à l'observation (2000 $\mu\text{m}/\text{div}$, Figure III. 62, contre 500 $\mu\text{m}/\text{div}$, Figure III. 63). Malgré ces imperfections résiduelles, les résultats obtenus permettent de réaliser des thermopiles de bonne qualité, et d'assurer une reproductibilité des performances.

D.II Procédé de fabrication des radiomètres A.D.D. sur substrat polyimide

D.II.1 Paramétrage de la nouvelle cible de constantan de 4 pouces

Nous avons montré qu'il était nécessaire de recourir à la cible de constantan de 4 pouces de diamètre, pour remplacer celle de deux pouces (en fin de vie). Ce diamètre permet l'obtention d'une plus grande uniformité des dépôts de constantan sur les substrats. Nous avons donc paramétré la cible (réglage de l'impédance de l'adaptation, fonctions **Load** et **Tune**) et déterminé la vitesse de dépôt pour notre process. Cette dernière est quasi linéaire en fonction du temps de dépôt comme le montre la Figure III. 64.

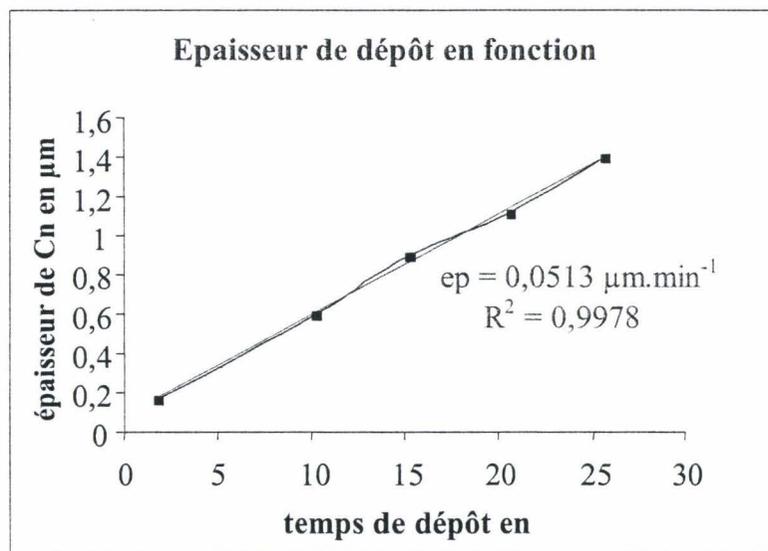


Figure III. 64 : Calibrage de la cible de constantan

Les mesures pour le calibrage de la vitesse de dépôt ont été effectuées avec les paramètres suivants :

Matériau	Constantan
Source	RF
Débit d'argon	82 sccm
Pression	20 mTorr
Tension de polarisation	480 V
Puissance	250 W
Temps de dépôt	<i>Variable</i>
Magnétron	Oui

Tableau III. 26 : Paramètres de dépôt pour le calibrage de la source

La vitesse de dépôt dépend essentiellement du temps de dépôt et peu ou pas du débit d'argon. Ce dernier paramètre influe uniquement sur la qualité de la couche déposée par pulvérisation.

D.II.2 Dépôt de constantan

Les premières réalisations de film de constantan sur la structure Kapton et polyimide avec les paramètres du Tableau III. 26 se sont soldées par des ruptures systématiques du film au cours de la croissance pour des épaisseurs supérieures à 400 nm comme l'illustre la Figure III. 65. Il était cependant nécessaire d'obtenir des épaisseurs allant jusque 2 μm pour garantir une faible résistance interne aux thermopiles réalisées ($< 100 \text{ k}\Omega$).

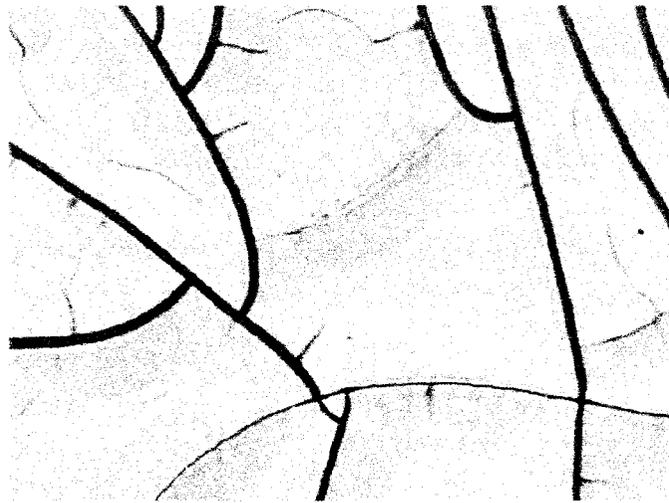


Figure III. 65 : Rupture du constantan (500 nm) sur la structure Kapton + polyimide Utradell 3112

D.II.2.1 Contraintes dans les couches minces; application au constantan déposé par pulvérisation cathodique

Le phénomène observé sur la Figure III. 65 est imputable aux contraintes planes apparaissant dans le film au cours de sa croissance. La Figure III. 66 rappelle l'allure typique d'une courbe classique "effort - déformation" en traction.

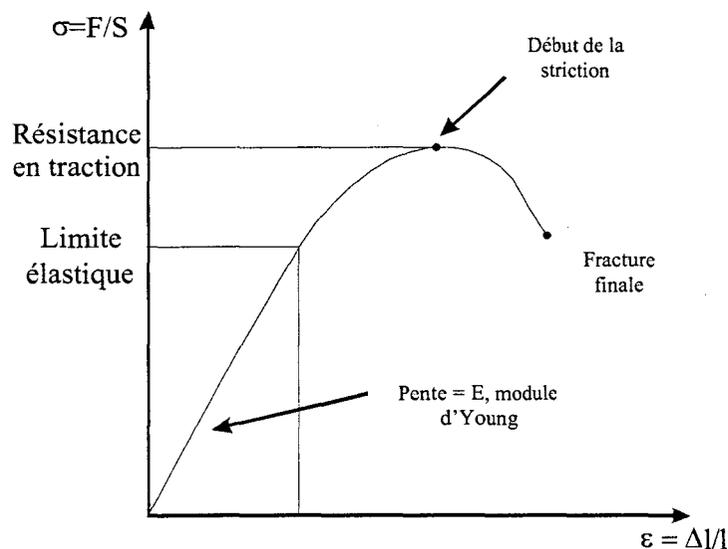


Figure III. 66 : Allure typique d'une courbe de traction

Dans le cas le plus général, les déformations thermomécaniques peuvent se résumer par la relation :

$$\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ij}^e + \varepsilon_{ij}^{th} + \varepsilon_{ij}^p + \dots$$

où $\varepsilon_{ij}^e = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{ij} - \frac{\nu}{E} \delta_{ij} \sigma_{kk}$ déformation élastique (milieu anisotrope)

$\varepsilon_{ij}^{th} = \alpha_{ij} \Delta T \delta_{ij}$ déformation thermique (milieu anisotrope). Eq. [III.20]

α_{ij} coefficient d'expansion thermique

E module d'Young (Mpa)

ν coefficient de poisson (\emptyset)

$\delta_{ij} = 1$ pour $i=j$ et $\delta_{ij} = 0$ pour $i \neq j$

Nous n'exprisons pas ici l'expression différentielle de la plasticité ε_{ij}^p car il est raisonnable de considérer que les croissances étudiées (dépôt de constantan) se font avec peu ou pas de plasticité [21]. En effet, la plasticité correspond à une déformation irréversible et permanente de la matière, et les déformations observables sont trop faibles (bien en deçà du micromètre) pour générer de la plasticité. Il existe d'autres composantes contribuant à la déformation comme les contributions piézoélectriques ou encore magnétostrictives mais le but n'est ni de dresser une liste exhaustive, ni de prendre en compte des paramètres sans conséquences directes.

Convention de signe

Par convention de signe, la contrainte est considérée comme positive pour une couche en tension et négative pour un film en compression (Figure III. 67).

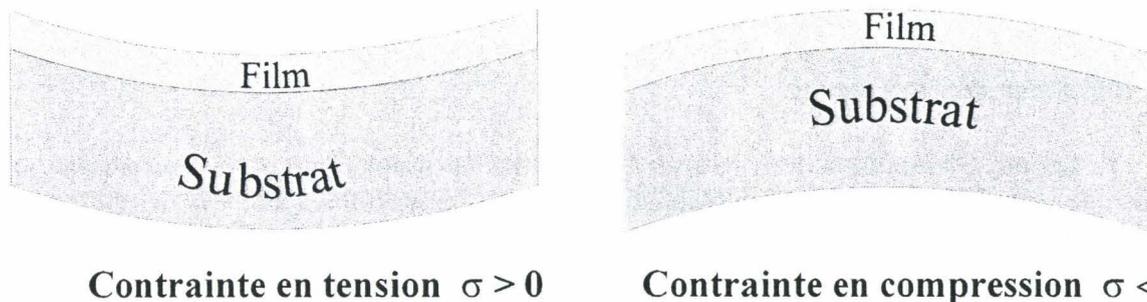


Figure III. 67 : Convention de signe de la contrainte mécanique

L'origine phénoménologique de la contrainte résiduelle dans les films déposés peut être schématisée de la façon suivante :

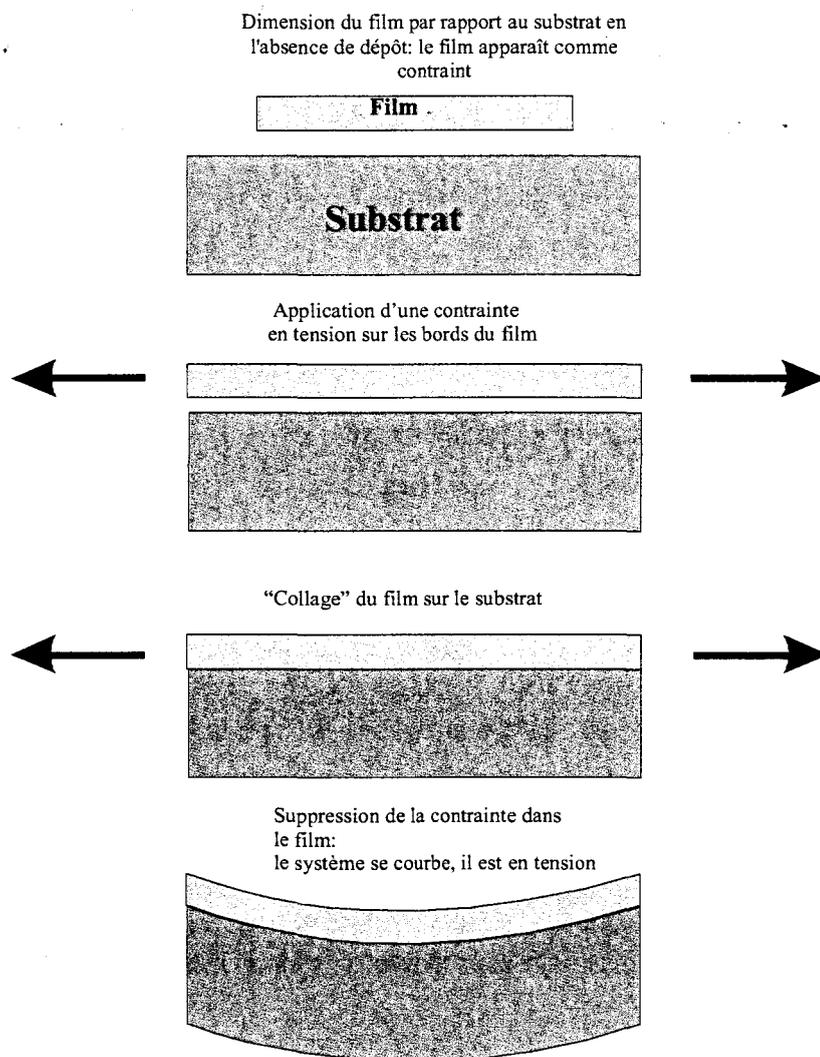


Figure III. 68 : Représentation schématique de l'origine phénoménologique des contraintes résiduelles dans un système film/ substrat.

L'expression de cette contrainte peut s'écrire :

$$\sigma_{\text{Totale}} = \sigma_{\text{extrinsèque}} + \sigma_{\text{intrinsèque}} \quad (\text{Pa}) \quad \text{Eq. [III.21]}$$

1. Contraintes extrinsèques

On appelle "contraintes extrinsèques" toutes les contraintes non liées au processus de croissance d'un film. Ce sont essentiellement les contraintes d'origine thermique. Mais, il existe d'autres contributions pour les matériaux magnétiques, piézoélectriques ou encore ferroélectriques.

En simplifiant (à outrance), et en considérant une interaction isotrope, la déformation ϵ_{film} liée aux contraintes d'origine thermique dans le film peut s'écrire :

$$\epsilon_{\text{film}} = \int_T^{T_{\text{dépôt}}} (\alpha_{\text{film}} - \alpha_{\text{substrat}}) dT \quad \text{Eq. [III.22]}$$

où T représente la température du substrat et $T_{\text{dépôt}}$ la température à la quelle le dépôt se fait.

Dans le plan du film, l'état de contraintes planes s'écrit :

$$\sigma_{film} = \sigma_{xx} = \sigma_{yy} = \frac{E_{film}}{1 - \nu_{film}} \varepsilon_{film} \quad \text{Eq. [III.23]}$$

alors

$$\sigma_{film} = \int_T^{T_{dépôt}} \frac{E_{film}}{1 - \nu_{film}} (\alpha_{film} - \alpha_{substrat}) dT. \quad \text{Eq. [III.24]}$$

Remarque :

Considérant le cas particulier d'un matériau isotrope où il est possible d'admettre des conditions telles que E_{film} , ν_{film} , α_{film} et $\alpha_{substrat}$ soient indépendants de la température T , l'équation III.24 s'écrit :

$$\sigma_{film} = \frac{E_f}{1 - \nu_f} (\alpha_{film} - \alpha_{substrat}) (T_d - T) \quad (\text{Mpa}) \quad \text{Eq. [III.25]}$$

Comme souvent $T_d > T$ et $\alpha_{substrat} > \alpha_{film}$, on observe un état compressif, $\sigma < 0$, (cas des métaux sur les semi-conducteurs); sinon, on a un système en tension.

Pour le dépôt de constantan sur polyimide par pulvérisation cathodique, les contraintes d'origine thermiques sont en fait négligeables car le système de refroidissement par circulation d'eau dans le bâti permet de limiter cette composante. De plus, la température maximale de dépôt a été mesurée à l'aide de pastilles de température appliquées sur le porte substrat (Figure II. 38) ; ces systèmes non invasifs ont permis de montrer que la température au cours du dépôt n'excédait pas 90 °C comme le montre la Figure III. 69. Elle présente l'image de la pastille utilisée au cours de l'un des essais de mesure de la température au cours des dépôts de constantan.

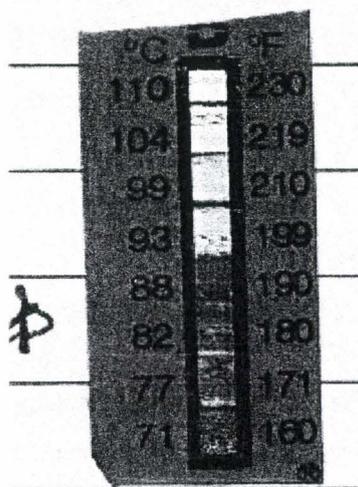


Figure III. 69 : Pastille de température permettant la vérification de la température des échantillons au cours du dépôt

2. Contraintes intrinsèques

On qualifie de "contraintes intrinsèques", l'ensemble des contraintes liées au processus de croissance d'un film. Ces contraintes sont liées à la croissance hors état d'équilibre des films minces. Elles sont fonction de la cinétique de croissance, du processus de densification, de la présence d'impuretés, de la nature du substrat et des technologies mises en œuvre ^[33] :

- Contribution de la cinétique de croissance : la croissance se faisant hors équilibre, on observe une compétition entre différents paramètres, notamment la vitesse de dépôt, la mobilité des atomes ou des adatoms (atomes adsorbés) sur surface du film, la rapidité des réarrangements atomiques.
- Contribution de la densification : elle génère fréquemment des contraintes extensives. Celles-ci sont corrélées à l'évolution microstructurale (croissance des grains, relaxation aux joints de grains, annihilation des lacunes, des dislocations, changements des phases et précipitation...) ^[33].
- Contribution des impuretés : introduites de façon volontaire (dopant) ou involontaires, les contraintes induites par les impuretés dépendent de leur réactivité avec le film, de leur position d'incorporation au sein de la structure mère, etc....
- Contribution de la technologie mise en œuvre (pulvérisation cathodique) : la contribution aux contraintes intrinsèques est fonction de la pression, de la puissance radiofréquence, de la nature du gaz inerte employé, et du substrat.

D.II.2.2 Evaluation des contraintes dans le substrat et dans le film de constantan

L'effet des contraintes intrinsèques d'une couche mince se manifeste par une flexion macroscopique du substrat. Pour évaluer cette déformation ^{[22], [Dt.12]} il existe principalement deux classes de méthodes expérimentales :

Les méthodes mécaniques statiques ou dynamiques. Elles consistent à remonter aux contraintes par sollicitations sur des éprouvettes ou des microdispositifs. Ceci peut se faire par :

- mesure du rayon de courbure (poutre wafers, micro-ponts etc...),
- essai en traction sur micro-éprouvette,
- gonflement de plaque (traction bi axiale)
- déflexion ponctuelle de membrane,
- essai de nano-dureté (nano indentation instrumentée, propagation de fissures au voisinage des interfaces,...),
- mesures de contraintes thermiques induites,
- vibrations de plaques, poutres ou microsystèmes encastrés,
- vitesses des ondes acoustiques.

Les méthodes physiques regroupent toutes les méthodes, autres que celles mécaniques, permettant de mesurer un paramètre sensible aux contraintes ou aux déformations dont les variations sont sensiblement linéaires. On compte parmi ces techniques :

- la diffraction des rayons X ou des neutrons,
- la spectroscopie Raman (on observe le décalage du spectre avec les contraintes),
- le bruit de Barkhausen (pour les matériaux magnétiques),
- la photo plasticité.

Les méthodes physiques nécessitent des équipements complexes, indisponibles au laboratoire. En revanche, nous disposons à l'I.E.M.N. d'un profilomètre P10 TENCOR ^[Dt.12] permettant d'évaluer le rayon de courbure d'un substrat sur lequel est déposé un film mince. Il est possible, en utilisant la formule de Stoney, de remonter à la valeur de la contrainte dans le film.

Pour mesurer la contrainte dans les films de constantan, nous en avons déposé sur des wafers de silicium. La mesure du rayon de courbure se fait en deux étapes. On le mesure d'abord sur tout le diamètre du wafer (deux pouces par exemples) sur lequel le film va être déposé puis on refait la mesure après le dépôt du film. Le rayon de courbure induit par la présence du film est donné, à température ambiante, par la relation :

$$\frac{1}{R_{film}} \approx \frac{1}{R_{total}} - \frac{1}{R_{substrat nu}} \quad \text{Eq. [III.26]}$$

Cette relation a été validée en effectuant des mesures sur différents wafers de silicium sur lesquels un film est déposé avec strictement les mêmes paramètres. L'erreur commise sur le calcul du rayon de courbure du matériau à caractériser est inférieure à 10 %. Les mesures avant et après dépôt sont effectuées au même endroit sur le wafer.

1. Relation de Stoney et ses limitations

Stoney ^{[25], [26]} a mis au point, en 1909, un formalisme reliant les contraintes σ et les courbures résiduelles. Par la suite, Hoffman ^[27] introduisit la notion de module élastique biaxial, étendant ainsi la formule de Stoney au cas d'une couche mince déposée sur une plaque. La relation reliant directement la contrainte du film σ_f aux rayons de courbure R et R_0 s'écrit :

$$\sigma_f = \left(\pm \frac{1}{6} \right) \frac{E_{substrat}}{1 - \nu_{substrat}} \cdot \frac{e_{substrat}}{e_{film}} \cdot \left(\frac{1}{R} - \frac{1}{R_0} \right) \quad (\text{Pa}) \quad \text{Eq. [III.27]}$$

où E et ν sont respectivement le module d'Young et le coefficient de poisson du substrat, $e_{substrat}$ l'épaisseur du substrat et e_{film} l'épaisseur du film. R et R_0 désignent les rayons de courbure avant et après dépôt.

Hypothèses d'application de la relation de Stoney

La relation de Stoney peut être appliquée aux couches minces ; cependant certaines conditions doivent être respectées ^[10,12] :

- le substrat doit être plat, c'est pourquoi une pré-mesure sur le substrat de Si est réalisée afin de vérifier cette hypothèse,
- les films déposés doivent être beaucoup plus fins que le substrat. Dans notre cas l'épaisseur des films est de l'ordre du micron soit plusieurs centaines de fois plus faible que celle du substrat (250 μm environ),
- la plaque est supposée conserver une température homogène pendant la mesure
- les dépôts réalisés ont une épaisseur isotrope uniforme : Tous les échantillons caractérisés sont homogènes avec des fluctuations d'épaisseur de l'ordre de 4 % ne remettant pas en cause cette hypothèse,
- les dimensions transversales de la couche sont beaucoup plus importantes que son épaisseur. Les mesures sont effectuées sur un diamètre complet (environ 50 mm afin de valider les approximations de calcul.

2. Mesure des contraintes dans un film constantan

Le logiciel de traitement du Tencor permet d'obtenir directement la nature (tendue ou compressive) et la valeur de la contrainte. La Figure III. 70 montre un exemple de l'affichage sur l'écran de l'appareil au cours d'une mesure faite pour calibrer l'appareil. La situation décrite est la mesure de la contrainte d'une épaisseur d'environ 0,9 μm de constantan déposé sur 450 μm silicium. La nature tendue ou compressive est indiquée dans la section "Stress" ainsi que les valeurs moyennes, maximales et centrale de la contrainte. L'écart des contraintes mesurées entre la valeur maximale, la moyenne et la valeur mesurée au centre du wafer est relativement faible (inférieur à 3 %, Figure III. 70), et permet de considérer que la contrainte est quasiment homogène sur tout le wafer.

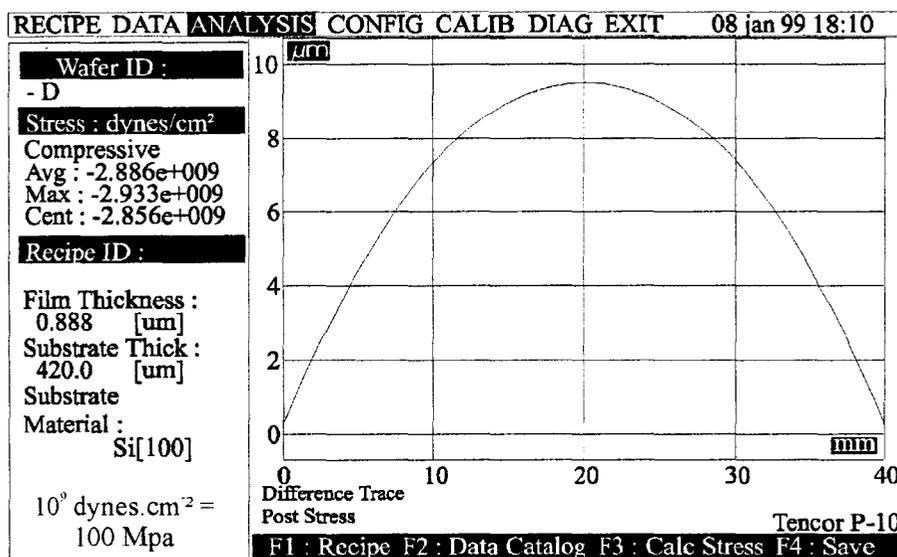


Figure III. 70 : Exemple de mesure de rayon de courbure avec le P-10 Tencor (0.888 μm de constantan en compression) ^[4]

Sur la Figure III. 70, l'abscisse représente la distance sur laquelle la mesure est effectuée (environ le diamètre du wafer) et l'ordonnée la flèche permettant de d'accéder à la valeur $1/R$.

Cette méthodologie a permis de mesurer l'évolution des contraintes intrinsèques dans un film de constantan en fonction de son épaisseur (Figure III. 71).

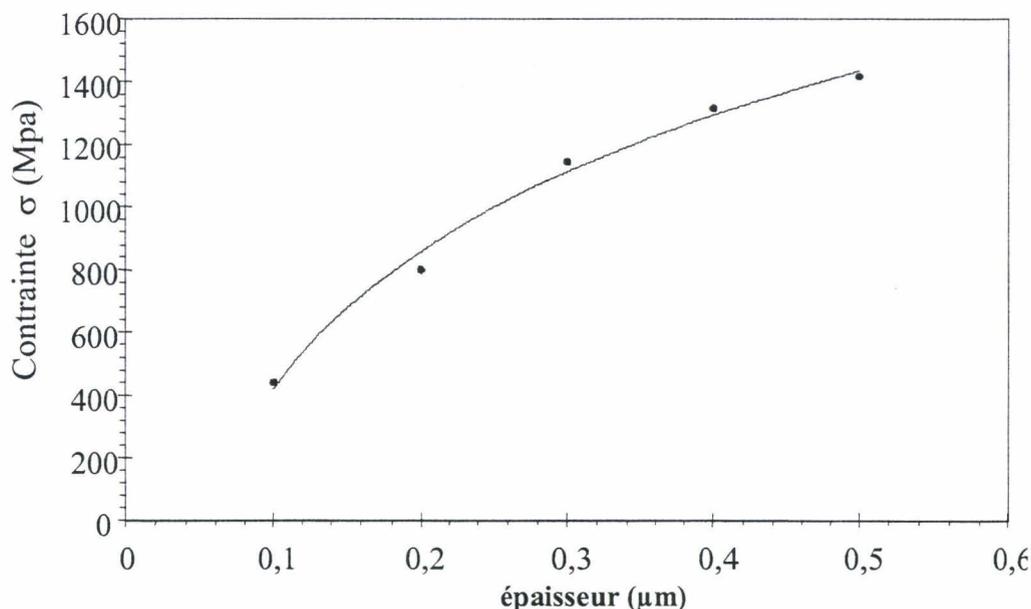


Figure III. 71 : Evolution de la contrainte d'une couche de constantan, en fonction de son épaisseur ($\sigma > 0$).

La courbe de la Figure III. 71, a été obtenue avec les paramètres suivants :

Matériau	Constantan
Source	RF
Débit d'argon	82 sccm
Pression	20 mTorr
Tension de polarisation	350 V
Puissance	170 W
Temps de dépôt	<i>Variable</i>

Tableau III. 27 : Paramètres de dépôt pour quantifier les contraintes vis-à-vis de l'épaisseur du constantan sur du silicium

3. Mesure des contraintes dans un film de polyimide

Le polyimide est un matériau très peu contraint sur lequel il ne nous a pas été possible de réaliser les mesures de rayon de courbure le P-10 Tencor. Cependant, des mesures de contraintes de ce polyimide ont pu être réalisées par P.Mounaix ^[28] par nano-indentation et gonflement de membrane (Bulging). Celles-ci ont montré que pour des épaisseurs de 5 μm de polyimide, la contrainte reste relativement faible avec des valeurs de tension de l'ordre de 25 Mpa.

La comparaison entre les valeurs de la Figure III. 71 et celles trouvées par P. Mounaix permet de comprendre partiellement la raison des ruptures du film de constantan sur le polyimide comme l'illustre la Figure III. 65. Ces fissures se produisent localement lorsque la contrainte mécanique du film dépasse l'énergie de cohésion des constituants internes de ce dernier. Cette déchirure autorise une relaxation permettant au matériau de retrouver une configuration énergiquement stable.

Compte tenu des remarques précédentes, nous pouvons considérer le processus de dépôt du constantan, afin d'en comprendre les mécanismes et essayer de limiter les contraintes intrinsèques consécutives aux conditions de dépôt.

D.II.2.3 Influence des conditions de dépôt sur la contrainte intrinsèque

Les paramètres d'influence sur les propriétés mécaniques de la couche mince sont :

- la microstructure,
- les inclusions d'impuretés,
- les contraintes internes : nous avons indiqué précédemment que la contribution de la technologie mise en œuvre (pulvérisation cathodique) pour réaliser les films de constantan introduisait des contraintes liées à la pression, à la puissance radiofréquence, à la nature du gaz inerte employé et au substrat, et sa température.

Pour éviter les fissurations des films de constantan, il est possible de minimiser la contrainte intrinsèque en optimisant les conditions de dépôt. L'étude du diagramme de Movchan-Demchishin (Figure III. 72) permet de montrer le rôle de la température et de la pression de gaz (pour notre process, l'argon) dans la structure du film réalisé ¹³³¹. L'approche structurelle est possible en ramenant la température (T) par rapport à la température de fusion (T_m). Ceci permet de distinguer quatre zones caractérisant la structure de la couche en fonction du rapport T/T_m .

- Les zones 1 et **T** sont constituées par une structure de type colonnaire (poreuse) avec des cristaux dont le diamètre va en diminuant dans l'épaisseur de la couche.
- La zone **T** est une zone de transition semblable à la structure de type I avec de plus petits cristaux de transition.
- La zone 2 est formée de grains colonnaires séparés par des joints intercrystallins denses.
- La zone 3 se caractérise par la diffusion massive de la couche. Dans ce cas, la structure colonnaire a totalement disparu et la réorganisation volumique limite les contraintes intrinsèques.

La zone la plus intéressante pour notre dépôt est la zone 3. Les paramètres à établir doivent conduire à l'obtention d'une structure aussi proche que possible de cette zone.

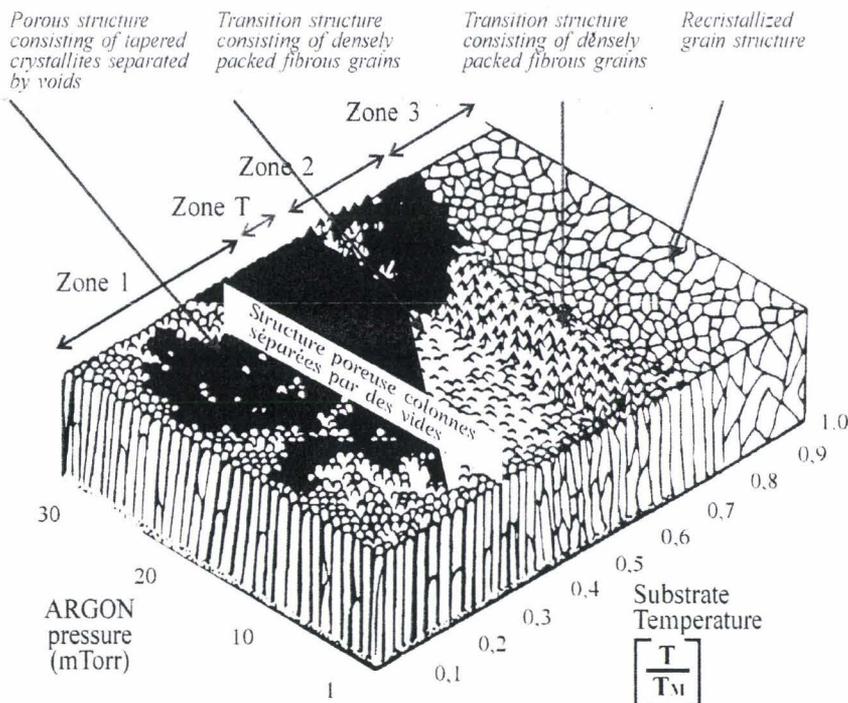


Diagramme M_D des zones structurales de matériaux condensés sous vide en fonction de la température de dépôt (T) et du point de fusion (T_m) du condensat (en K)

Figure III. 72 : Diagramme de zone complet de Movchan-Demchishin

Les paramètres sur lesquels nous pouvons réellement intervenir sont :

- la pression d'enceinte, par variation du débit d'argon. En effet, la pression dans la chambre de dépôt dépend directement du débit d'argon injecté. La quantité d'argon dans le plasma va fixer le nombre par unité de temps et l'énergie des atomes arrachés à la cible. A basse pression et pour une puissance donnée, le libre parcours moyen des atomes est important et ils viennent frapper la cible avec une plus forte énergie. Ce type de bombardement a pour effet de supprimer le développement des structures colonnaires (les contraintes intrinsèques en tension du constantan vont diminuer)
- la puissance radiofréquence : une augmentation de la puissance va permettre d'accroître le nombre d'atomes arrachés à la cible et l'énergie de ceux arrivant sur le substrat. Cette augmentation d'énergie va avoir pour effet de rendre le bombardement des atomes incidents plus efficace et les structures colonnaires vont être érodées.

Evolution des contraintes intrinsèques du constantan en fonction de la puissance et du débit d'argon

A partir des observations précédentes, une étude de l'évolution des contraintes internes en fonction de la puissance RF et du débit d'argon a été effectuée. Les contraintes ont été mesurées à l'aide du profilomètre **Tencor**. La Figure III. 73 et la Figure III. 74 montrent l'évolution de la contrainte résiduelle dans le film de constantan avec la puissance radiofréquence (pour un débit donné) et le débit d'argon (pour une puissance RF donnée).

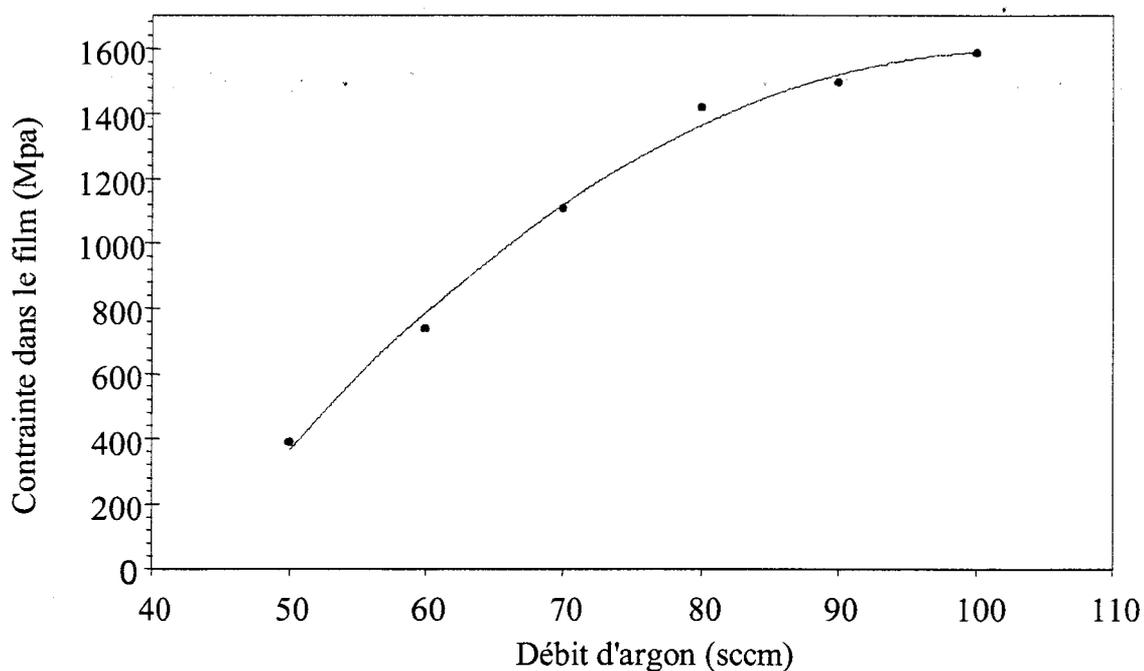


Figure III. 73 : Evolution expérimentale de la contrainte intrinsèque d'une couche de 5000Å de constantan avec le débit d'argon, $P_{RF}=170$ W

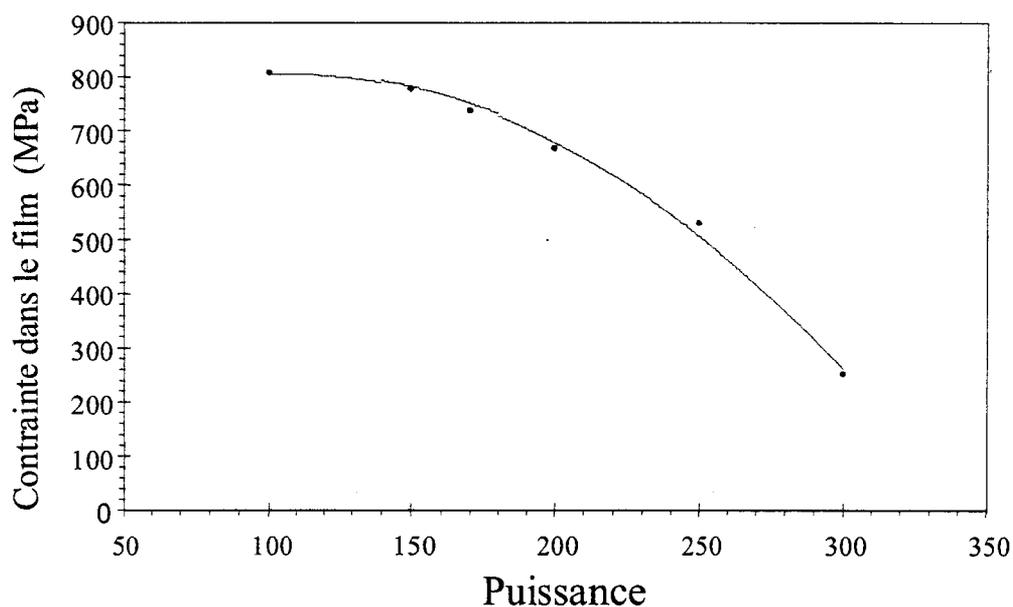


Figure III. 74 : Evolution expérimentale de la contrainte intrinsèque d'une couche de 5000Å de Constantan avec la puissance, débit d'argon de 60 sccm

D.II.2.4 Paramètre de dépôt mis au point

Ces deux figures précédentes montrent une très nette diminution de la contrainte intrinsèque dans les films de constantan avec l'augmentation de la puissance et la diminution du débit d'argon. Le choix des conditions de dépôts (faibles débits de gaz et fortes puissances RF), permet d'obtenir des couches dont la structure se rapproche de la zone 3 du diagramme M_D (Figure III. 72).

Remarque :

Si on suit le raisonnement indiqué par l'observation de la Figure III. 73 et de la Figure III. 74, on aboutit à la limite à la situation absurde où le dépôt idéal s'obtiendrait à pression nulle avec une puissance infinie. L'absence de pression impliquant une absence de débit d'argon, la situation décrite est rédhitoire pour effectuer un dépôt par pulvérisation cathodique. L'optimum des paramètres à mettre au point est donc nécessairement liés à l'établissement d'un compromis entre une forte puissance RF et un faible débit d'argon.

Les essais de dépôt effectués en modifiant le débit d'argon et la puissance RF selon les orientations indiquées ci-dessus ont permis d'aboutir à l'optimum caractérisé par les paramètres suivants pour le dépôt du constantan (Tableau III. 28) :

Alliage	Constantan
Source	RF
Débit d'argon	30 sccm
Pression d'enceinte	1 Pa
Tension de polarisation	500 V
Puissance	350 W
Temps	700 s
Vitesse de dépôt	10 Å/s
Temps de refroidissement	600 s

Tableau III. 28 : Paramètres de dépôt établi pour le constant sur substrat Polyimide

Des tolérances de 15 % et 10 % sont admises pour les valeurs de la puissance RF et du débit d'argon, respectivement. Nous avons observé qualitativement une augmentation de la vitesse de dépôt avec une dégradation de la qualité du dépôt lorsque ces tolérances sont dépassées. En effet, pour un dépôt avec un débit de 20 sccm et une puissance RF de 500 W, le dépôt va certes plus vite mais la brillance du dépôt métallique est moins importante. Tout se passe comme si les cations d'argon (moins nombreux mais plus énergétiques, par rapport à un débit de 30 sccm) arrachaient des groupes d'atomes plus gros de la cible. Ces groupes, en se déposant sur l'échantillon, ne forment pas un film aussi cohésif qu'avec des atomes ou des groupes d'atomes de plus petites tailles; cette situation peut expliquer nos observations qualitatives, mais seule une étude plus précise au microscope électronique permettra d'analyser de façon quantitative et plus précise l'incidence de la modification de ces paramètres sur la qualité du dépôt.

La figure ci-dessous illustre le résultat obtenu pour un dépôt de constantan avec les paramètres du Tableau III. 28 sur un substrat de 3 cm de coté en cuivre recouvert de Kapton et de polyimide liquide. L'épaisseur moyenne mesurée sur cet échantillon est de 6000 Å. Des mesures d'épaisseur, suite à la réalisation de tracés méandriformes, ont permis de montrer que l'épaisseur variait au plus de 200 Å sur l'ensemble de la plaquette. Une étude faite sur une vingtaine d'échantillons en respectant strictement les mêmes paramètres de dépôt a montré que la dispersion sur l'épaisseur moyenne n'excédait pas 5 %.



Figure III. 75 : Allure du dépôt de constantan sur le substrat Kapton+polyimide

D.II.3 Réalisation du tracé méandriforme

La principale difficulté de réalisation du tracé méandriforme de la piste de constantan est liée au procédé de collage du film de Kapton sur les lames de cuivre. Cette méthode peut entraîner des irrégularités sur la planéité de l'ensemble de la structure. Une telle situation est alors rédhibitoire pour le procédé de lithographie. C'est pourquoi l'échantillon de cuivre utilisé ne doit pas présenter la moindre irrégularité en surface ou des déflexions entre cotés opposés.

Pour la mise en place de cette étape, plusieurs modifications ont été apportées par rapport au procédé de réalisation sur verre (**paragraphe B**). Après de nombreux essais de dépôt, recuits, insolation et révélation avec différentes résines, nous avons établi que la résine donnant les meilleurs résultats pour notre application est la résine positive AZ 1518 de **Hoechst**. Son enduction sur le substrat se fait avec la tournette à capot fermé "TP6000" de type "Gyrset" avec les paramètres présentés dans le Tableau III. 29.

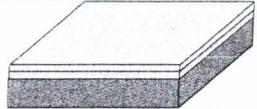
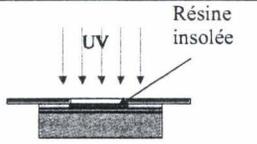
Enduction	Vitesse	4000 Tr.min ⁻¹
	Accélération	4000 Tr.min ⁻¹ .s ⁻¹
	Temps	7 s
 Recuit	Type	Plaque à l'atmosphère
	Température	110°C
	Temps	3 min
 Insolation UV (avec masquage)	Puissance	7 mW/cm ²
	Temps	10 s
 Révélation	Révéléateur	MIF 726
	Proportion Vs Eau-DI	1/0 (emploi pur)
	Temps	20 s
Séchage	Azote	~30s

Tableau III. 29 : Traitement de la résine AZ 1518 pour le masque de gravure du tracé méandriforme

La Figure III. 76 montre un détail de l'échantillon après l'étape de photolithographie ; on distingue en périphérie les zones qu'occuperont un plot de contact et un motif de pré-alignement.

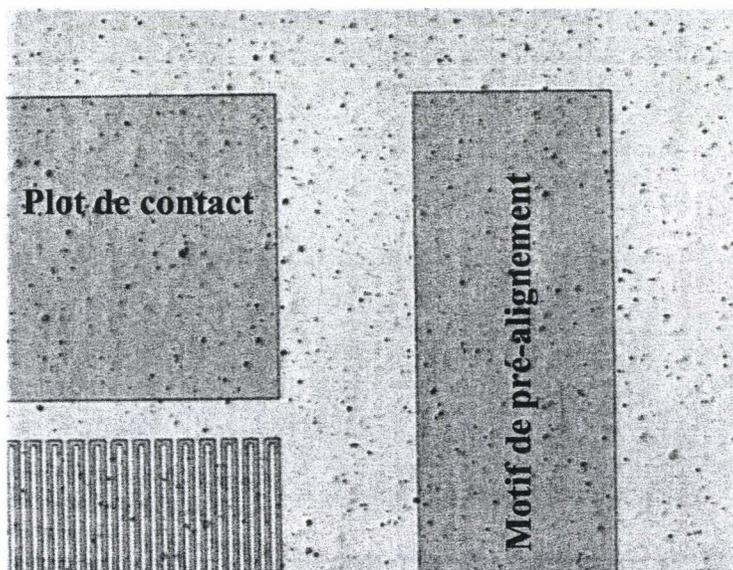


Figure III. 76 : Révélation de la résine sur un substrat après insolation

Les granularités observées sur cette figure sont de petits défauts apparaissant parfois, liés au collage du film de Kapton sur le cuivre. Ils ne sont absolument pas gênants pour la réalisation du procédé de fabrication.

La solution d'attaque du constantan, toujours basée sur l'acide nitrique, est renouvelée à chaque gravure. Les paramètres d'utilisation sont rappelés dans le tableau suivant :

Composition	HNO ₃ à 65%	5 vol
	Eau-DI	4 vol
	Température	40°C
Gravure	Temps	~30 s
	mode	Dynamique
Rinçage	Eau-DI	
	temps	1 min
Séchage	Azote	30 s

Tableau III. 30 : Paramètres de gravure humide du constantan

La Figure III. 77 et la Figure III. 78 montrent l'aspect d'une plaquette de vingt capteurs après la réalisation des tracés méandriques, ainsi que le détail d'une partie de la piste conductrice méandrique.

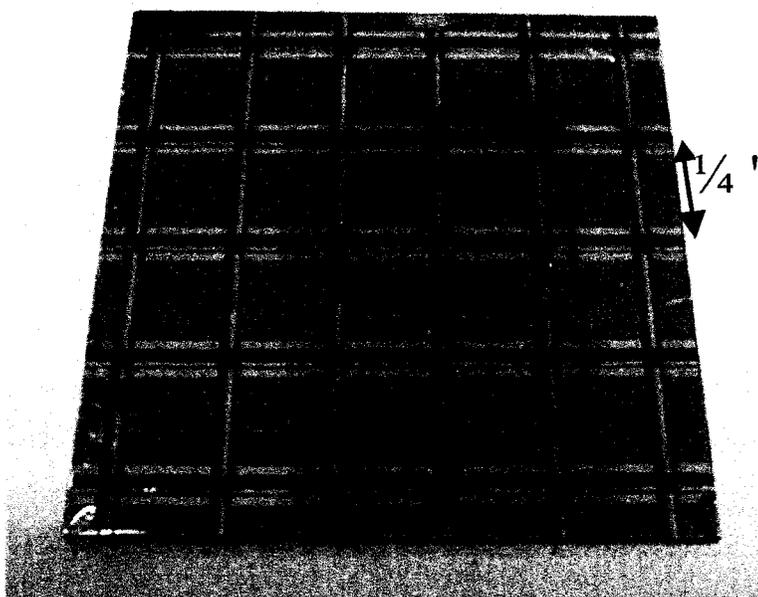


Figure III. 77 : Aspect d'une plaquette après la gravure humide du constantan

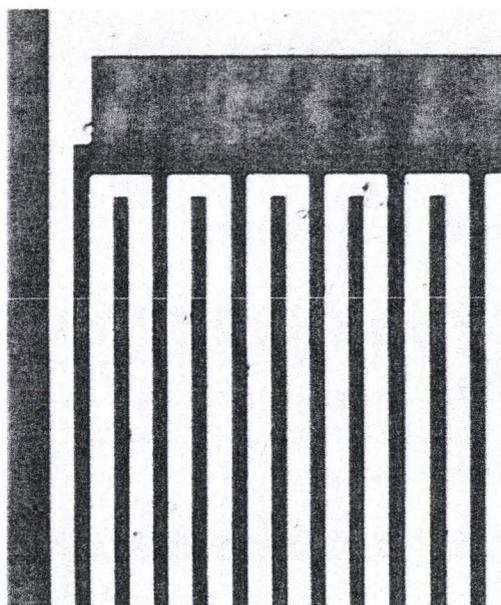


Figure III. 78 : Détail d'un tracé méandrique obtenu par gravure humide du constantan sur Kapton

D.II.4 Réalisation de la thermopile plaquée



D.II.4.1 Préparation du profil en casquette

Le dépôt par "lift-off" du second matériau thermoélectrique a été compromis par l'impossibilité d'utiliser le procédé décrit au **paragraphe B.II.2.3** (réalisations sur verre). En effet, il se trouve que L'Edge Beam Remover, "EBR PG", dissout les polyimides. La Figure III. 79 en illustre un exemple : le film de constantan et les plots en or déposés par évaporation se désolidarisent du substrat pendant l'immersion dans ce produit.

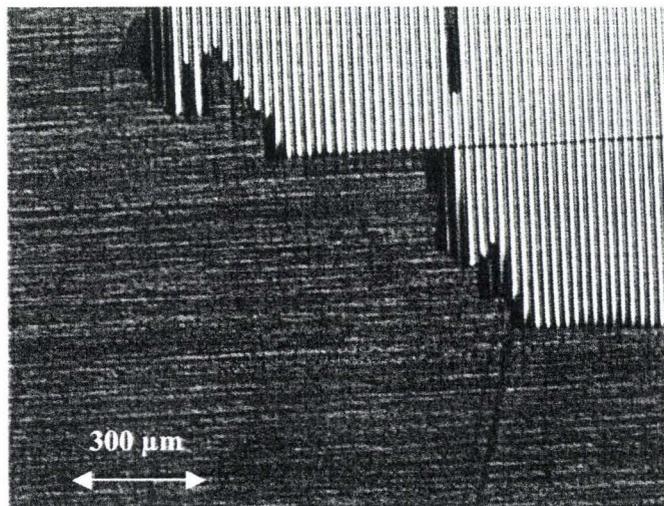


Figure III. 79 : Décollage accidentel (intempestif) de la piste de constantan (600nm) suite à une immersion dans du EBR PG

La nécessité de modifier le procédé de "lift-off" a conduit à l'utilisation d'un procédé basé sur la résine AZ 1518. Le Tableau III. 31 présente les paramètres des différentes étapes de la réalisation du profil en casquette.

Préparation de la structure dite en "casquette"

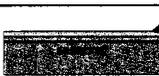
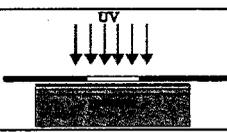
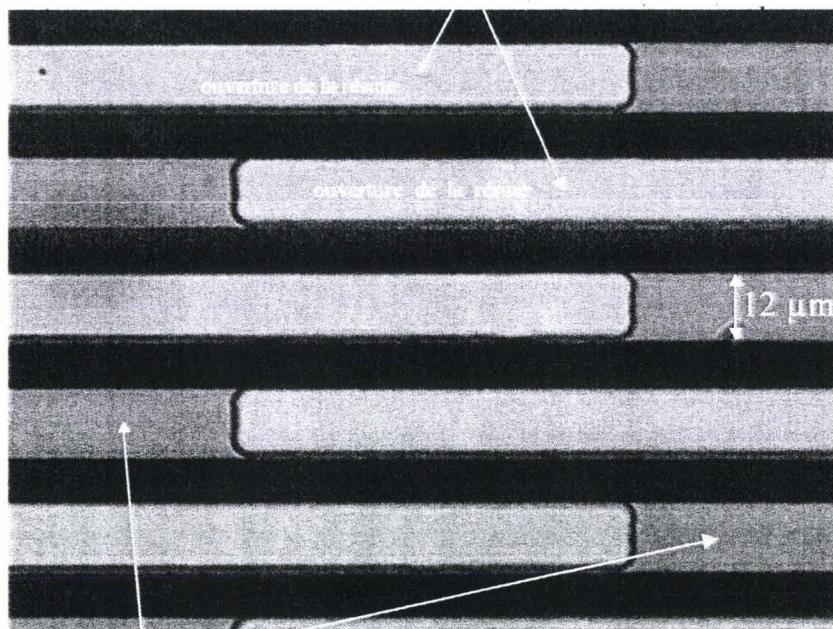
	Vitesse	4000 Tr.min ⁻¹
	Accélération	4000 Tr.min ⁻¹ .s ⁻¹
	Temps	10 s
Recuit 1	Type	Plaque
	Température	110°C
	Temps	1 min
Durcissement	Durcisseur	MIF 326
	Proportion Vs Eau-DI	1/0 (pur)
	Temps	35 s
Rinçage	Eau-DI	~20s
Séchage	Azote	~30s
Insolation UV (avec masquage) 	Puissance	7 mW/cm ²
	Temps	12 s
Recuit 2	Type	Plaque
	Température	110°C
	Temps	1 min
Révélation 	Révéléateur	AZ 400 K
	Proportion Vs Eau-DI	1/3
	Temps	~50 s
Séchage	Azote	~30s

Tableau III. 31 : Paramètres de la préparation du profil en casquette

Au cours de la procédure de contrôle optique de l'étape, nous vérifions l'ouverture de la résine, où les plots du second conducteur apparaîtront après le "lift-off" (Figure III. 80, G 5x) sur la piste dessinée par le premier conducteur.

Les dépôts de matière se font dans les zones plus claires:
ouvertures de la résine



Piste du premier conducteur

Figure III. 80 : Ouverture de la résine AZ1518 pour le "lift-off" avant dépôt du second conducteur pour réaliser la thermopile

D.II.4.2 Dépôt du matériau et "lift-off"

L'or, second matériau thermoélectrique, est déposé par évaporation au canon à électron avec une couche d'accrochage de 20 nm de titane déposé à raison de 0,3 nm.s⁻¹.

Métal	Or
Source	Canon à électron
Vitesse de dépôt	5 Å/s
Temps	625 s
Pression d'enceinte	10 ⁻⁸ Torr
Temps de refroidissement	5 min

Tableau III. 32 : Paramètres de dépôt de l'or (≈300nm) par évaporation au canon à électrons

Enfin, le "lift-off" s'effectue en baignant l'échantillon dans l'acétone jusqu'au moment où le film déposé se désolidarise de l'échantillon exception faite des endroits définis par le motif de masquage (Figure III. 81). Après un rinçage à l'iso-2-propanol pendant 30 secondes, un séchage à l'azote termine le procédé.



Figure III. 81 : Figure schématisant la structure finale de la thermopile après "lift-off"

La Figure III. 82 représente une thermopile constantan_ or après application du procédé de "lift-off" décrit dans le Tableau III. 31 :

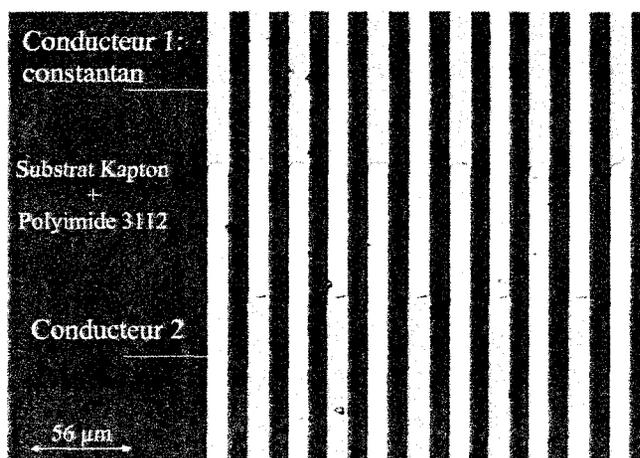


Figure III. 82 : Thermopile Constantan_ or déposée sur substrat polyimide

D.II.5 Réalisation du collecteur

D.II.5.1 Dépôt du polyimide

L'enduction du polyimide *Ultradell* 4212 de **Amoco Chemicals** (remplacé par la suite par le *Pyralin* 2732) se fait avec la tournette à capot ouvert TP1100. Les paramètres de dépôt sont illustrés dans le tableau suivant :

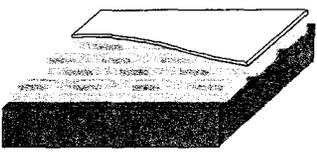
Enduction		Ultradell 4212	Pyralin 2732
	Vitesse	1500 Tr.min ⁻¹	1500 Tr.min ⁻¹
	Accélération	2000 Tr.min ⁻¹ .s ⁻¹	2000 Tr.min ⁻¹ .s ⁻¹
	Temps	60 s	60 s

Tableau III. 33 : Paramètres de dépôt à la tournette du polyimide pour l'absorbant (*Ultradell* 4212 et *Pyralin* 2732)

Le recuit se fait, dans le four tubulaire avec circulation d'azote à raison de 10 litres par heure, selon le cycle suivant :

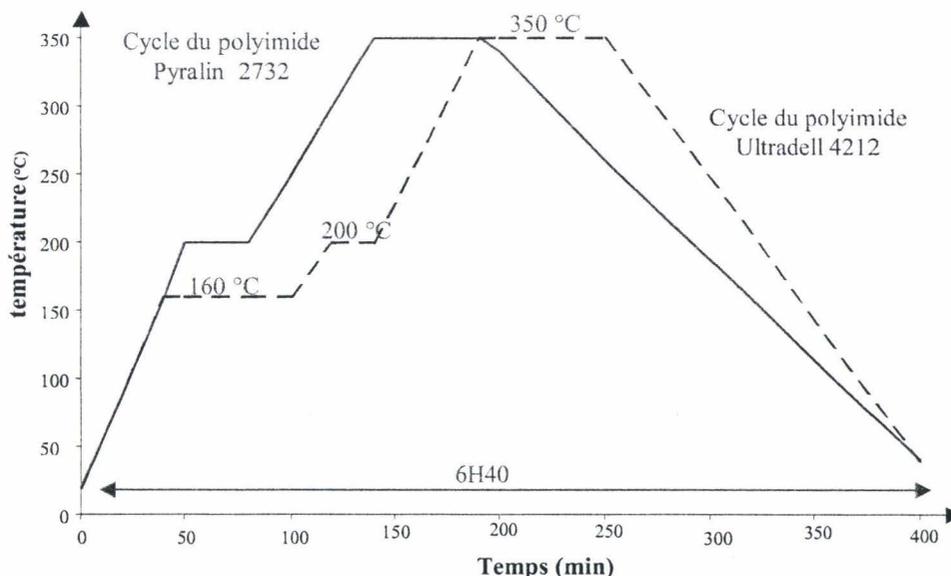


Figure III. 83 : Cycle de recuit des polyimides Utradell 4212 et Pyralin 2732 dans le four tubulaire Carbolite

Le recuit ainsi effectué présente le double intérêt de recuire simultanément le polyimide et le constantan.

D.II.5.2 Dégagement des plots d'accès de constantan du radiomètre

Il s'agit ici d'effectuer des ouvertures dans le polyimide préalablement déposé, permettant de libérer les plots d'accès, pour les branchements électriques. Nous utilisons une attaque plasma pour cette étape et le quatrième niveau de masquage pour préparer la gravure.

1. Réalisation du masque de gravure

Pour effectuer la gravure du polyimide, un film d'aluminium est déposé sur l'échantillon par évaporation avec les paramètres suivants :

Métal	Aluminium
Source	Canon à électron
Vitesse de dépôt	6 Å/s
Temps	170 s
Epaisseur obtenue	1020 Å
Pression d'enceinte	10^{-8} Torr
Temps de refroidissement	5 min

Tableau III. 34 : Paramètres de dépôt d'un masque d'aluminium (≈ 100 nm) par évaporation

Ce Film permet de réaliser un masque physique pour sélectionner les parties gravées par plasma et celles qui ne le sont pas. Pour ce faire, l'échantillon est enduit avec de la résine AZ1518 selon les paramètres du Tableau III. 29, en utilisant le masque du quatrième niveau de masquage. Le masque prend forme après l'attaque de l'aluminium par voie humide, ouvrant les accès pour la gravure sèche. Les paramètres de cette opération sont résumés dans le tableau ci-dessous :

Composition	HCl à 37%	2 vol
	Eau-DI	1 vol
	Température	50°C
Gravure	Temps	~15 s
	mode	Dynamique
Rinçage	Eau-DI	
	temps	1 min
Séchage	Azote	30 s

Tableau III. 35 : Paramètre de gravure humide de l'aluminium

Le mode de gravure "dynamique" dans le tableau ci-dessus traduit simplement le fait que l'échantillon soit agité dans la solution de gravure, par opposition au mode statique où l'échantillon est simplement immergé dans la solution sans être mis en mouvement.

2. Gravure Plasma

La gravure sèche du polyimide au travers du masque en aluminium se fait dans le bâti **Plasmalab 80⁺**. Pour notre process, les conditions et les paramètres de gravure mis au point sont :

Composition	O ₂	4 vol
	CF ₄	1 vol
	Pression	100 mTorr
Gravure	Puissance	200 W
	Temps	45 min
	Vitesse	0.5 µm.min ⁻¹

Tableau III. 36 : Paramètres de gravure sèche des polyimides

Le masque en aluminium est ensuite éliminé avec un mélange "acide sulfurique - eau désionisée" en proportion 1 pour 1 en volume.

Après l'ensemble de ces opérations, l'épaisseur moyenne de polyimide mesurée est de 12 µm environ.

Remarque:

Les vitesses de gravure du polyimide par plasma ne sont pas linéaires en fonction du temps. Il apparaît un phénomène de saturation quand l'épaisseur à graver est trop importante. Les paramètres de dépôts (composition et débits des gaz, pression d'enceinte et puissance RF) jouent un rôle primordial pour éviter ce phénomène de saturation. En effet, nous avons pu constater, en conservant les paramètres du Tableau III. 36 et en prenant un mélange gazeux de 10 Volumes de CF₄ pour 1 volume de O₂, qu'il nous était impossible de graver plus de 6 µm de polyimide de façon satisfaisante. On observe, dans cette configuration, de nombreux redépôts de polyimide gravés sur le fond des ouvertures en cours. Ce phénomène engendre une pollution dans l'enceinte nuisant considérablement à la qualité de la gravure car il modifie les conditions de travail et la rugosité de la surface attaquée.

La Figure III. 84 illustre l'évolution de l'épaisseur gravée en fonction du temps et des paramètres décrits dans le Tableau III. 36. Un comportement asymptotique apparaît aux environs d'une dizaine de micromètres de polyimide recuit à graver. Cela présage les difficultés risquant d'apparaître pour les éventuelles gravures d'épaisseurs importantes de polyimide (40 µm ou plus) nécessaires à l'obtention d'une meilleure absorptivité, nécessaire à l'obtention de bonnes performances en sensibilité pour la détection de l'humain dans l'infrarouge. Du point de vue de l'industrialisation et de la démarche de simplification du procédé de fabrication, des temps de process aussi longs sont nuisibles à une production à moindre coût car ils nécessitent une immobilisation des moyens de production très importante.

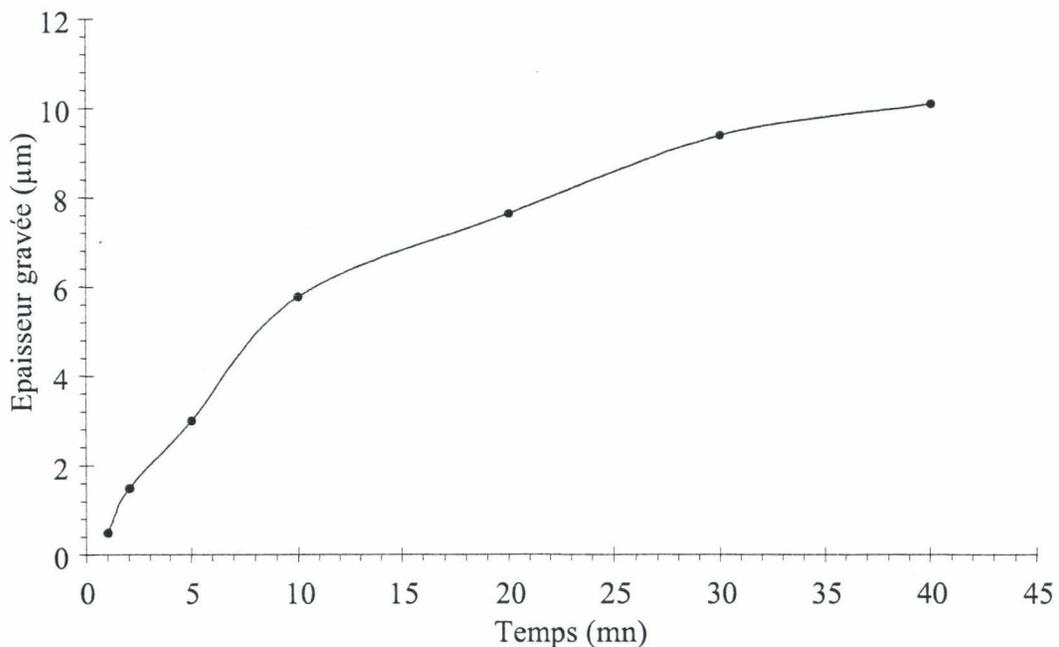


Figure III. 84: Épaisseur de polyimide gravée en fonction du temps, par attaque RIE (paramètres de dépôt Cf. Tableau III. 36.)

D.II.5.3 Dépôt des réflecteurs en constantan

Le troisième niveau de masquage est employé pour réaliser par "lift-off" les réflecteurs infrarouges, en constantan, et déposés par pulvérisation cathodique.

1. Préparation de la structure dite en "casquette"

La "casquette" se prépare avec les mêmes paramètres que ceux indiqués dans le Tableau III. 31.

2. Dépôt du constantan et "lift-off"

Pour obtenir une épaisseur de film de 300 nm, le constantan se dépose avec les paramètres suivants :

Alliage	Constantan
Source	RF
Débit d'argon	30 sccm
Pression d'enceinte	1 Pa
Tension de polarisation	500 V
Puissance	350 W
Temps	300 s
Vitesse de dépôt	10 Å/s
Temps de refroidissement	5 min

Tableau III. 37 : Paramètres de dépôt du constantan constituant les réflecteurs

Le "lift-off" s'effectue en baignant l'échantillon dans de l'acétone jusqu'au moment où le film déposé se désolidarise de l'échantillon sauf au niveau des ouvertures définies par le masquage. Le substrat est alors, comme précédemment, rincé à l'iso-2-propanol puis séché à l'azote.

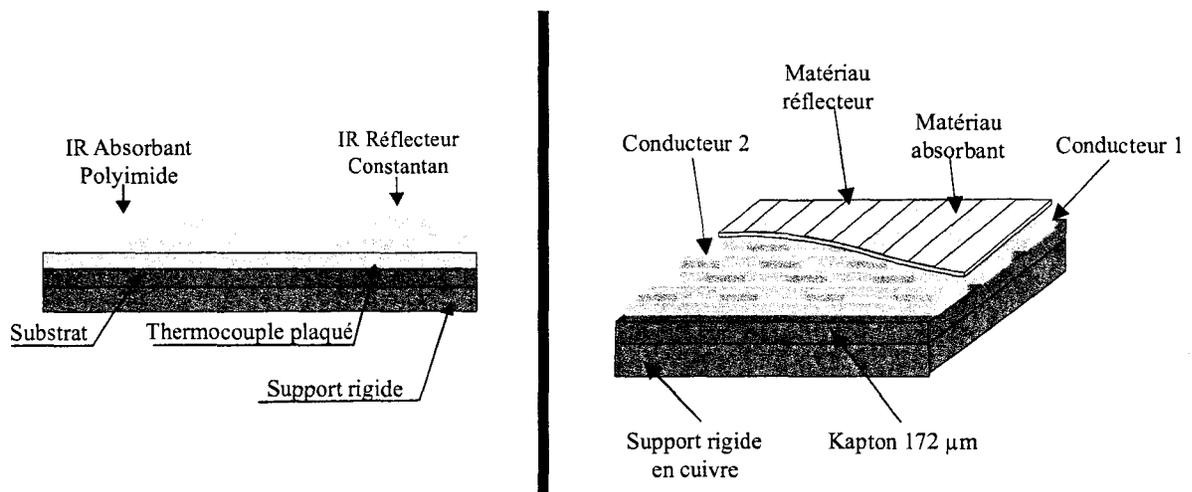


Figure III. 85 : Schémas, section droite et perspective 3D du radiomètre

D.II.6 Conclusion sur le procédé de fabrication

Le procédé de fabrication des radiomètres A.D.D. mis au point sur substrat Kapton est facilement adaptable pour une industrialisation. La préparation des substrats partiellement effectués en dehors des salles blanches peut être améliorée en ayant recours à des techniques de fixation du Kapton sur le cuivre adaptées aux salles propres, en prenant soin de tenir le cuivre à l'écart des zones de process où dopés se trouvent des substrats. Le procédé de fabrication peut encore être amélioré en remplaçant le polyimide non photosensible au niveau de l'absorbant par un polyimide photosensible (généralement photonégatif). Une telle modification permettra de réduire sensiblement le nombre des étapes du process, et de le simplifier dans l'optique d'une industrialisation. Cette démarche est envisagée avec l'utilisation du polyimide *Pyralin 2732*, développée au **chapitre 4**.

D.III Synthèse du processus final de réalisation technologique des microradiomètres A.D.D. sur substrat Kapton

Afin de permettre l'industrialisation du procédé de fabrication, il importe de résumer l'ensemble des étapes du procédé et des temps s'y afférant. Certains process pourront et devront être simplifiés dans une optique de production industrielle à moindre coût.

Nettoyage :

Etapes	durée
Nettoyage substrat avec le tensioactif Tex-Pure et ultrasons	7 à 10 min
Nettoyage du verre avec acétone, iso-2-propanol et ultrasons	7 à 10 min

Dépôt du polyimide Ultradell 3112 :

Etape	durée
Dépôt à la tournette du polyimide	2 min
Recuit au four du polyimide	200 min

Métallisation du constantan :

Etape	durée
Dépôt 1 du constantan épaisseur ≈ 650 nm par pulvérisation cathodique	13 min pour le dépôt +15 min de pompage

Réalisation du tracé méandrique :

Masque de gravure chimique :

Etapes	durée
Dépôt de la résine AZ 1518 pour faire apparaître le motif voulu lors de la gravure chimique	2 min
Recuit de la résine sur plaque à 110 °C	1 min
Masquage, insolation et développement de la résine insolée	5 min

Gravure chimique du constantan :

Etapes	durée
Préparation de la solution d'attaque, HNO ₃ dilué et porté à 40 °C	15 min
Gravure chimique du constantan à l'acide nitrique et rinçage	3 min

Réalisation de la thermopile :

Réalisation du masque de dépôt : la casquette

Etapes	durée
Dépôt et recuit AZ 1518	3 min
Immersion dans MIF 326 pour durcissement surfacique	1 min
Masquage, alignement et insolation	20 min
Recuit de durcissement 120 °C et développement	1 min

Métallisation de l'or :

Etape	durée
Dépôt par évaporation des couches d'accrochage (en titane) et d'or : respectivement 20 et 250 nm	90 min

Dégagement des motifs d'or :

Etape	durée
Dégagement de la résine; apparition de la thermopile	15 min

Réalisation du collecteur et dégagement des plots :

Dépôt de l'absorbant :

Etape	durée
Dépôt à la tournette du polyimide Ultradell 4212	2 min
Recuit au four du polyimide	400 min

Dégagement des plots :

Gravure du polyimide :

Etapes	durée
Dépôt de l'aluminium pour masque de gravure	60 min
Dépôt et recuit de AZ 1518 pour ouverture de Al	3 min
Masquage, alignement, insolation et développement de la résine	30 min
Gravure chimique Al	5 min
Gravure Plasma O ₂ CF ₄ du polyimide	45 min

Dépôt des réflecteurs :

Réalisation du masque de dépôt : la casquette

Etapes	durée
Dépôt et recuit AZ 1518	3 min
Immersion dans MIF 326 pour durcissement surfacique	1 min
Masquage, alignement et insolation	20 min
Recuit de durcissement 120 °C et développement	1 min

Métallisation de constantan :

Etape	Durée
Dépôt par pulvérisation cathodique du constantan	20 min

Dégagement de constantan ("lift-off") :

Etape	Durée
Dégagement de la résine; apparition du collecteur	15 min

Découpe des capteurs :

Etape	Durée
Découpe des capteurs	30 min

La durée totale de fabrication d'une plaquette de 20 capteurs est d'environ 17 heures en intégrant la demi-heure de découpe au tranchoir des capteurs de la plaquette. Cette opération se fait avec un tranchoir car le Kapton ne se coupe pas facilement avec des outils de découpe comme la scie diamant utilisée dans le cas des substrats de verre. En effet, ce type de découpe déchire le Kapton et risque de détruire les radiomètres réalisés ; c'est pourquoi, dans une perspective de réalisation industrielle, une découpe au LASER doit être envisagée.

Synthèse des performances et des caractéristiques :

Capteur sur Kapton	
Substrat Kapton ($0,12 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)	127 μm
Film pour planéité : U3112	3 μm
Thermoélément 1 : Cn	$\approx 600 \text{ nm}$
Thermoélément 2 : Au	$\approx 250 \text{ nm}$
Pouvoir thermoélectrique équivalent du couple : $\Delta\alpha$	34 μVK^{-1}
Absorbant : U4212	12 μm
Réflecteur : Cn	300 nm
Surface active	5 x 5 mm^2
Largeur des pistes p	12 μm
Largeur des interpistes ip	10 μm
Longueur effective de la piste	1,136 m

Résistance moyenne	53 k Ω
Sensibilité moyenne	6,2 $\mu\text{V}/(\text{Wm}^{-2})$
Temps de réponse à 90%	16 ms
Dynamique de mesure	80 dB
NEPD (à 20 °C)	13,5 $10^{-3} \text{ Wm}^{-2}/\text{Hz}^{1/2}$
NETD (à 20 °C)	1,98 mK

Section et dimensions des radiomètres sur substrat Kapton

Tableau III. 38 : Synthèse des caractéristiques et des performances



Figure III. 86 : Radiomètres Constantan_Or réalisés sur Kapton et polyimide

La réalisation de ce type de radiomètre s'est révélée fiable, reproductible et encourageante sur le plan des perspectives industrielles. Cependant, la sensibilité obtenue est trop faible pour équiper les systèmes de détection du vivant envisagés par la société JAY Electronique selon les critères de la directive 89/392/CEE.

Nous avons travaillé à l'étude de nouveaux process permettant de se rapprocher des bien meilleurs résultats envisagés par la modélisation, au regard d'autres constituants pour les conducteurs de la thermopile.

E Modification de la thermopile

Parmi les couples thermoélectriques présentés dans le Tableau III. 23, quatre associations, compatibles avec une diffusion grand public sans risques environnementaux ont été retenues ; leurs caractéristiques sont rappelées sur le Tableau III. 39 :

	$\Delta\alpha$ ($\mu\text{V}/\text{K}$)	Z_{12} (K^{-1})
Association (1 2)		
Constantan chrome	58,35	$7,692 \cdot 10^{-5}$
Constantan platine	41,35	$4,941 \cdot 10^{-5}$
Constantan fer	53,35	$7,963 \cdot 10^{-5}$
Ni80Cr20 constantan	65,35	$8,885 \cdot 10^{-5}$

Tableau III. 39 : Caractéristiques des couples thermoélectriques expérimentés pour la modification de la thermopile

La présentation des essais relatifs à ces différents couples est conduite en mettant l'accent principalement sur les différences induites pour le procédé de fabrication et sur les sensibilités obtenues. Sauf indication contraire, toutes les réalisations présentées dans cette partie reposent sur un substrat Kapton, recouvert de polyimide liquide, et collé sur un support en cuivre. Le collecteur est constitué de polyimide et de constantan comme précédemment.

E.I Le thermocouple Constantan_chrome

La littérature ^[20] sur les caractéristiques thermoélectriques du chrome est très peu abondante et quelques fois contradictoire ^[34]. Ce couple a été cependant envisagé parce que l'une des données ^[20] ^[34] confère au chrome un coefficient Seebeck de $20 \mu\text{V} \cdot \text{K}^{-1}$ pour une conductivité thermique relativement faible

Les caractéristiques de réalisation technologiques utilisées sont résumées dans le tableau ci-dessous :

Matériau de la piste et épaisseur	Constantan, 700 nm
Matériau plaqué et épaisseur	Chrome, 450 nm
Absorbant et épaisseur	Polyimide 4212, 11 μm
Matériau des réflecteurs et épaisseurs	Constantan, 300nm

Tableau III. 40 : Epaisseur des constituants pour la réalisation d'un radiomètre comprenant une thermopile Constantan_chrome

Ces dimensions sont dictées par la prise en compte simultanée de la nécessité d'un minimum de résistance électrique et d'un maximum de l'effectivité thermoélectrique (**Figure III. 51**) pour le capteur. Cette remarque s'applique à tous les thermocouples utilisés dans nos travaux.

Nous rappelons dans les deux tableaux ci dessous les propriétés du chrome ainsi que les caractéristiques attendues pour le radiomètre avec les valeurs indiquées dans le Tableau III. 40.

	$\lambda_{th}(W.m^{-1}.K^{-1})$	$\rho(\mu\Omega.cm)$	$\alpha(\mu V/K)$	Facteur de mérite (K^{-1})
Cr	94	13,2	20	$322,4.10^{-7}$

Tableau III. 41 : Propriétés du chrome

	$\Delta\alpha_{eff}$ ($\mu V/K$)	Z_{12} (K^{-1})	$R_{attendue}$ ($k\Omega$)	$S_{attendue}$ ($\mu V/(W.m^{-2})$)
Association (1_2)				
Constantan_Chrome	40	$7,692.10^{-5}$	37	10,5

Tableau III. 42 : Propriétés de l'association Constantan_chrome et les prévisions pour la résistance et sensibilité du radiomètre

Aucune difficulté technique particulière n'a été rencontrée dans la réalisation des radiomètres avec ce couple thermoélectrique. Le seul changement, au niveau du procédé de fabrication, est le remplacement de l'or par le chrome, déposé par pulvérisation cathodique (Tableau III. 43) avec le bâti Plassys "MP 450 S".

Matériau	Chrome
Source	RF, magnétron
Débit d'argon	30 sccm
Tension de polarisation	510 V
Puissance	350 W
Temps de dépôt	7 min

Tableau III. 43 : Paramètres de dépôt du chrome.

Les réalisations effectuées avec ce couple ont conduit à de très faibles sensibilités ; (2 à 3 $\mu V/(W.m^{-2})$) par rapport aux 11,8 $\mu V/(W.m^{-2})$ prévues par le modèle. Ces résultats ont conduit à la mise à l'écart du chrome dans un premier temps ne disposant pas de moyen de contrôle de la qualité de chrome déposé. Une mesure du coefficient Seebeck s'impose pour les films minces avec ce matériau, pour vérifier les valeurs indiquées dans la littérature ^{[20], [34]}.

E.II Le thermocouple Constantan_platine.

Les caractéristiques de réalisation technologiques utilisées pour la réalisation des radiomètres avec le couple constantan_platine sont résumées dans le tableau ci-dessous :

Matériau de la piste et épaisseur	Constantan, 700 nm
Matériau plaqué et épaisseur	Platine, 420 nm
Absorbant et épaisseur	Polyimide 4212, 11 μm
Matériau des réflecteurs et épaisseurs	Constantan, 300nm

Tableau III. 44 : Epaisseurs des constituants pour la réalisation d'un radiomètre avec une thermopile Constantan_platine

Bien que ne présentant pas de pouvoir thermoélectrique, la faible conductivité thermique du platine ($71,6 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) comparé à celle de l'or ($318 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) mène en principe à une meilleure sensibilité. Le Tableau III. 45 présente les propriétés de l'association constantan_platine, ainsi que les prévisions pour la résistance et la sensibilité du radiomètre avec les valeurs indiquées dans le Tableau III. 44.

	$\Delta\alpha_{\text{eff}}$ ($\mu\text{V}/\text{K}$)	Z_{12} (K^{-1})	R_{attendue} ($\text{k}\Omega$)	S_{attendue} ($\mu\text{V}/(\text{W.m}^{-2})$)
Association (1_2)				
Constantan_Platine	30,6	$4,941.10^{-5}$	36	10,5

Tableau III. 45 : Propriétés de l'association Constantan_platine et prévisions pour la résistance et sensibilité du radiomètre

La fabrication de cette thermopile s'est avérée difficile et peu compatible avec des réalisations industrielles en raison des fortes contraintes dans le film de platine déposé par évaporation. Pour ces épaisseurs (Tableau III. 44), les contraintes dans le film font céder la résine de la "casquette", et le platine s'infiltre en adhérant au substrat par endroit rendant le "lift-off" très difficile à réaliser. La thermopile n'est pas libérée et le process interrompu. Il n'a donc pas été possible de réaliser de manière fiable et reproductible des capteurs complets avec ce thermocouple.

E.III Le thermocouple Constantan_Fe.

Le fer, dont les propriétés sont rappelées dans le Tableau III. 46, peut être déposé soit par pulvérisation cathodique (utilisation d'une cible de deux pouces dans le bâti Plassys) soit par évaporation (utilisation de charges d'évaporation dans un des bûts **MECA 2000** disponibles au laboratoire). Malgré le risque d'oxydation, la structure constantan_fer est classique (thermocouple type J, norme NFC42-321) dès lors que le fer est protégé contre l'action de l'air.

Concernant le dépôt par pulvérisation cathodique du fer, il est souhaitable de l'effectuer en l'absence de magnétron à cause des fortes propriétés magnétiques du fer. Ce type de dépôt devrait être effectué en mode DC sans magnétron mais dans le bâti Plassys le magnétron de la

cible de 2" est inamovible et la petite taille de cible rend impossible l'amorçage du dépôt en mode DC.

	$\lambda_{th}(W/m.K)$	$\rho(\mu\Omega.cm)$	$\alpha(\mu V/K)$	Facteur de mérite (K^{-1})
Fe	80,4	10,1	15	$2,77.10^{-5}$

Tableau III. 46: Propriétés du fer

Les calibrages et paramétrages de dépôts avec ces deux techniques ont compté parmi les difficultés rencontrées pour le dépôt de fer. En effet, nous avons été confrontés à deux types de problèmes pour la réalisation de cette thermopile :

- la difficulté de faire croître des films de fer en épaisseur satisfaisante compatible avec les valeurs indiquées dans le Tableau III. 44,
- la lenteur du dépôt par pulvérisation (typiquement 25 minutes pour déposer 10 nm).

Matériau de la piste et épaisseur	Constantan, 700 nm
Matériau plaqué et épaisseur	fer, 500 nm
Absorbant et épaisseur	Polyimide 4212, 11 μm
Matériau des réflecteurs et épaisseurs	Constantan, 300nm

Tableau III. 47 : Epaisseurs des constituants pour la réalisation d'un radiomètre avec une thermopile Constantan_Fer

Le Tableau III. 48 présente les propriétés de l'association constantan_fer ainsi que les prévisions pour la résistance et la sensibilité du radiomètre avec les valeurs indiquées dans le Tableau III. 47.

	$\Delta\alpha_{eff}$ ($\mu V/K$)	Z_{12} (K^{-1})	$R_{attendue}$ ($k\Omega$)	$S_{attendue}$ ($\mu V/(W.m^{-2})$)
Association (1_2)				
Constantan_fer	41,63	$7,963.10^{-5}$	34,2	13

Tableau III. 48 : Propriétés de l'association constantan_fer et prévisions pour la résistance et sensibilité du radiomètre

E.III.1 Croissance du film de fer

La croissance du film de fer sur le masque en résine traitée pour le "lift-off" (Tableau III. 31), s'est avérée très difficile aussi bien pour les dépôts par évaporation que par pulvérisation cathodique. En effet, nous avons observé soit un décollement soit une fissure du film pour des épaisseurs supérieures à 300 nm. Cela rend la technique du "lift-off" inutilisable pour les épaisseurs de fer souhaitées (Tableau III. 47). Pour les dépôts par évaporation, différentes

conditions de dépôt ont été expérimentées avec le concours de P. Delemotte. Cependant, nous n'avons pas pu obtenir de résultats satisfaisants pour ces dépôts. La solution alors envisagée a été de s'orienter vers un dépôt en deux étapes par évaporation ou par pulvérisation cathodique.

E.III.2 Double dépôt de fer

Le premier dépôt est limité à la moitié de l'épaisseur souhaitée, soit 250 nm. Les plots sont alors libérés par le "lift-off", puis on procède à la réalisation d'un nouveau masque pour un second "lift-off" en réalignant sur les plots à peine libérés. Cette technique ne conduit pas aux performances attendues : sensibilité de 2 à 3 $\mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$ contre 14 $\mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$ prévue par le modèle. Plusieurs raisons peuvent être avancées pour l'expliquer, parmi lesquelles figurent la difficulté de réalignement sur des plots existants, la nature chimique du fer, ou encore les contacts surfaciques entre le fer le constantan. En effet, un alignement imparfait dégrade considérablement la surface de contact pour les thermoéléments plaqués. Il est alors difficile de prévoir le coefficient Seebeck équivalent à l'association. Il faudrait le mesurer expérimentalement. D'autre part, la nature partiellement oxydée du fer déposé en modifie sensiblement les propriétés thermoélectriques (Figure III. 46). L'immersion dans l'acétone (Figure III. 87) semble être la cause de ce problème.

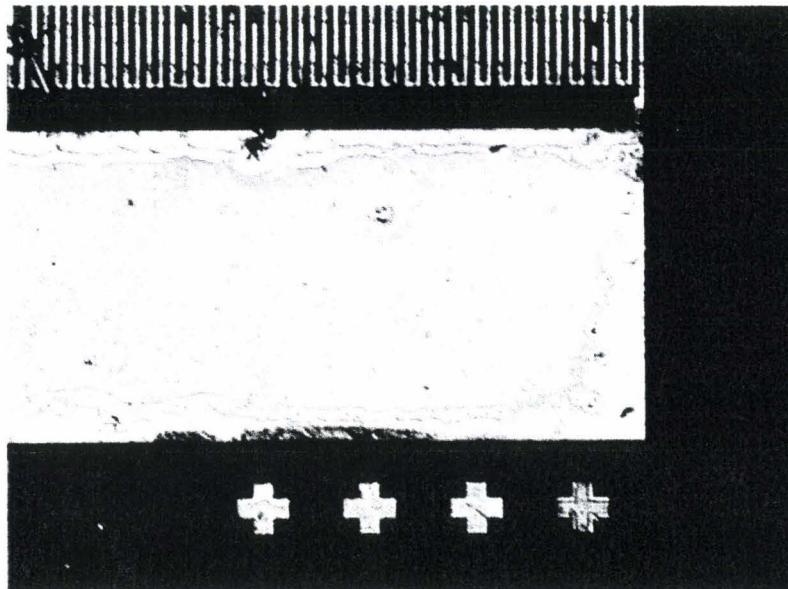


Figure III. 87 : Thermocouples constantan_fer dégradés par l'oxydation du fer suite à une immersion dans de l'acétone pour un "lift-off"

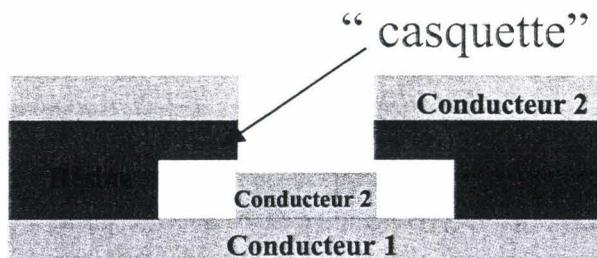
E.III.3 Dépôt par pulvérisation cathodique

Les dépôts par pulvérisation cathodique ont permis d'obtenir des films de meilleure qualité en effectuant une étude similaire à celle menée pour le constantan, afin de réduire les contraintes dans le film. Les paramètres de dépôts issus de cette investigation permettant de déposer 450 nm de fer sont présentés dans le tableau suivant :

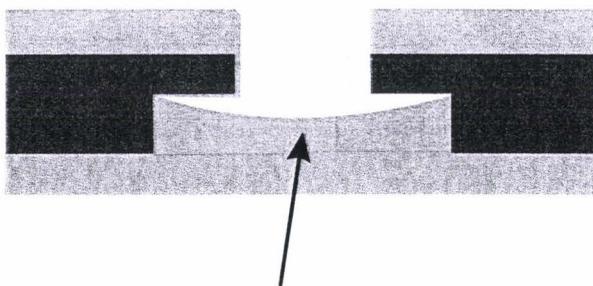
Matériau	Fer
Source	RF, magnétron
Débit d'argon	35 sccm
Tension de polarisation	1510 V
Puissance	350 W
Temps de dépôt	120 min

Tableau III. 49 : Paramètres de dépôt du fer par "sputtering".

La mise en place de ces paramètres s'est accompagnée de difficultés pour réaliser le procédé de "lift-off". La durée du dépôt (2 heures) est la cause principale de cette situation. En effet, dans le bâti Plassys, la cathode de deux pouces est munie d'un magnétron inamovible et comme nous le précisons plus haut, la présence de cet aimant freine considérablement le dépôt aussi bien en mode DC que RF à cause des propriétés magnétiques du fer. De plus, le dépôt par pulvérisation étant plus isotrope, et, dans le cas du fer, très lent, le matériau a aussi le temps de se déposer sous la casquette et empêche ainsi la libération correcte des plots de fer plaqués (Figure III. 88 et Figure III. 89).



Effet possible d'une longue pulvérisation sur le lift-off



Cavité obturée par un dépôt très long et lent

Figure III. 88 : Représentation schématique de l'effet d'un long dépôt par pulvérisation cathodique sur un procédé de "lift-off"

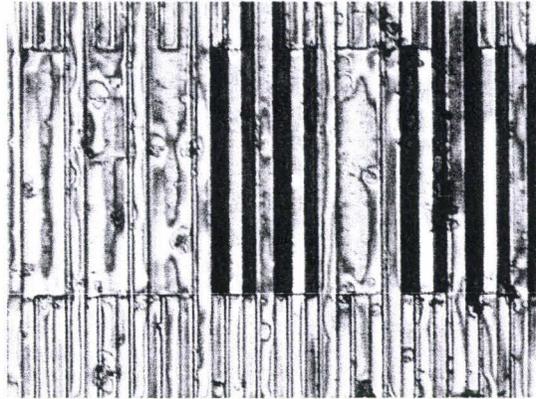


Figure III. 89 : Conséquences rédhibitoires d'un process de pulvérisation trop prolongé sur la libération des plots de fer

Malgré ces inconvénients, nous avons réalisé quelques capteurs dont nous avons mesuré la sensibilité (6 à 7 $\mu\text{V}/\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$). Ces résultats obtenus avec le fer n'ont pas été conformes aux prévisions du modèle pour les épaisseurs du Tableau III. 47 (14 $\mu\text{V}/\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$). Cette situation a initialement conduit remettre en cause la nature des propriétés thermoélectriques du fer déposé. Une étude ultérieure sur la mesure du pouvoir thermoélectrique et de l'effet de l'oxydation du fer devrait permettre d'écarter ou de maintenir cette structure classique couramment utilisée dans la réalisation de sondes de température à thermocouples (type J, norme NFC42-321) avec de bons résultats. Ce fait laisse à penser que le manque de performance observé est lié à un problème technologique, mais le temps nécessaire pour la recherche d'une solution viable n'était pas compatible avec notre cahier des charges.

Par ailleurs, Nous savons actuellement que les propriétés absorbantes du collecteur contribuent aussi grandement aux faibles performances affectant nos réalisations.

E.IV Le thermocouple Ni80Cr20_constantan

La principale difficulté de réalisation rencontrée pour la fabrication de ces radiomètres est l'épaisseur de constantan à déposer en tant que plots (Tableau III. 50) sur une piste de chromel (Ni80Cr20). En effet, ce matériau étant plus résistif ($\rho = 108 \mu\Omega\cdot\text{cm}$) que le constantan ($\rho = 50,2 \mu\Omega\cdot\text{cm}$), il doit constituer la piste et le constantan doit faire l'objet du placage.

Matériau de la piste et épaisseur	Ni80Cr20, 500 nm
Matériau plaqué et épaisseur	Constantan, 1000 nm
Absorbant et épaisseur	Polyimide 4212, 11 μm
Matériau des réflecteurs et épaisseurs	Constantan, 300nm

Tableau III. 50 : Epaisseurs des constituants pour la réalisation d'un radiomètre avec une thermopile Ni80Cr20_constantan

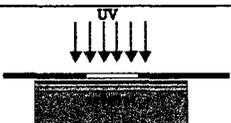
Le Tableau III. 51 présente les propriétés de l'association constantan_fer ainsi que les prévisions pour la résistance et la sensibilité du radiomètre avec les valeurs indiquées dans le Tableau III. 50.

	$\Delta\alpha_{\text{eff}}$ ($\mu\text{V/K}$)	Z_{12} (K^{-1})	R_{attendue} ($\text{k}\Omega$)	S_{attendue} ($\mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$)
Association (1_2)				
Ni80Cr20 constantan	53,02	$8,88\cdot 10^{-5}$	96	18

Tableau III. 51 : Propriétés de l'association Ni80Cr20_constantan et les prévisions pour la résistance et sensibilité du radiomètre

La hauteur mesurée de la casquette réalisée avec la résine AZ 1518 est de $1,8\ \mu\text{m}$. Or, la réalisation d'un "lift-off" requiert une hauteur de casquette au moins double (voire triple) de celle du matériau à déposer. Ce critère est d'autant plus critique que le constantan est déposé par pulvérisation cathodique. Il est indispensable d'éviter des situations semblables à celle illustrée sur la Figure III. 88.

Le remplacement de la résine AZ 1518 par une autre résine ayant la même base mais contenant moins de solvant a été effectué pour résoudre ce problème. Le procédé décrit au **paragraphe D.II.4** a ainsi été adapté à la résine AZ 1529 et conduit aux paramètres du Tableau III. 52.

	Vitesse	4000 Tr.min ⁻¹
	Accélération	4000 Tr.min ⁻¹ .s ⁻¹
	Temps	10 s
Recuit 1		
	Type	Plaque
	Température	115°C
	Temps	1 min
Durcissement		
	Durcisseur	MIF 326
	Proportion Vs Eau-DI	1/0 (pur)
	Temps	45 s
Rinçage		
	Eau-DI	~25s
Séchage		
	Azote	~30s
Insolation UV (avec masquage)		
	Puissance	7 mW/cm ²
	Temps	12 s

Recuit 2	Type	Plaque
	Température	120°C
	Temps	1 min
Révélation	Révéléateur	AZ 400 K
	Proportion Vs Eau-DI	1/3
	Temps	~65 s
Séchage	Azote	~30s

Tableau III. 52 : Paramètres de la préparation du profil en casquette adaptés à l'utilisation de la résine AZ1529

La hauteur de casquette obtenue est d'environ 2,9 µm et permet l'opération de "lift-off".

La Figure III. 90 et la Figure III. 91 illustrent la qualité des résultats obtenus.

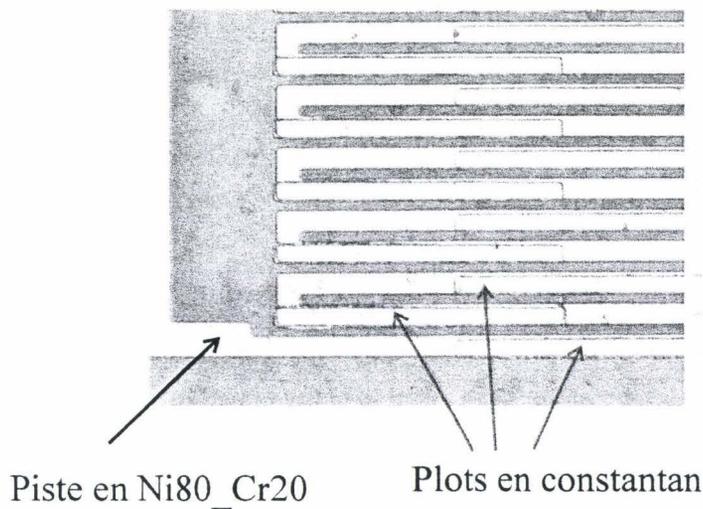


Figure III. 90 : Illustration d'une réalisation de thermopile Ni80Cr20_constantan

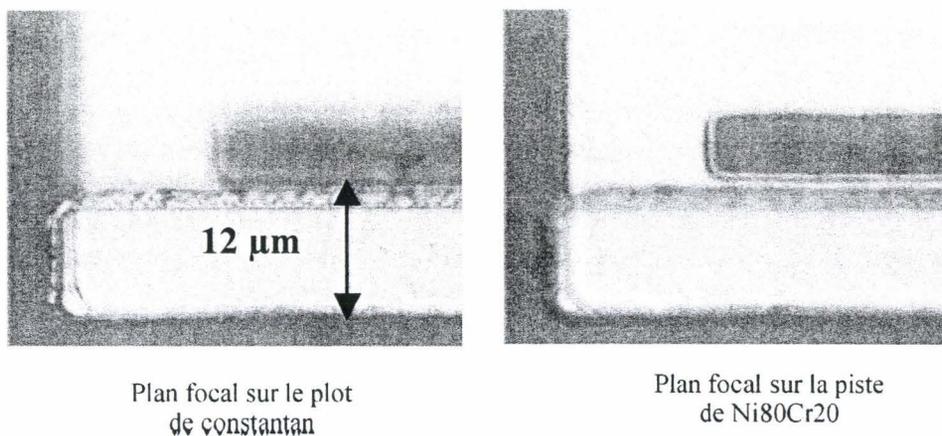


Figure III. 91 : Détails de la thermopile NiCr_constantan montrant l'épaisseur de constantan plaquée

Les réalisations effectuées avec ce couple thermoélectrique ont permis d'obtenir des capteurs de meilleure sensibilité (7 à 8 $\mu\text{V}/\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$). Avec une résistance moyenne de 85 k Ω , leurs sensibilités restent toutefois insuffisantes par rapport aux besoins des réalisations industrielles envisagées imposant une sensibilité minimale de l'ordre de 10 $\mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$.

Une voie d'amélioration de la réalisation de la thermopile est la modification de son procédé de fabrication en s'inspirant du procédé employé dans la réalisation de la thermopile constantan_cuivre en technologie classique (C.I.). Il faut alors déposer les films de Ni80Cr20 et de constantan l'une sur l'autre, et réaliser le tracé méandrique sur toute de l'épaisseur des deux films puis effectuer une gravure sélective pour définir les plots en constantan. Une telle approche suppose la mise au point de plusieurs étapes de process importantes :

- déposer les deux films consécutivement l'un sur l'autre sans que l'ensemble ne cède sous les contraintes
- mettre au point une solution de gravure fiable et reproductible pour réaliser le tracé méandrique
- trouver une solution d'attaque sélective entre le Ni80Cr20 et le constantan

Il importe par ailleurs de vérifier les pouvoirs thermoélectriques des matériaux déposés ainsi que celui de l'association "Ni80Cr20_constantan". Cependant, l'amélioration du matériau absorbant constitue le point fondamental, améliorant sensiblement les performances de tous les prototypes développés.

E.V Conclusion

Les performances obtenues sont inférieures à celles attendues. Une première explication à avancer est que la pulvérisation, avec les paramètres que nous avons employés, induit des modifications des propriétés thermoélectriques des matériaux plaqués. Cette modification peut être due au non-respect des proportions d'un alliage déposé par pulvérisation cathodique comme le Ni80Cr20, ou à une oxydation dans le cas du fer. Une étude XPS couplée à des mesures de pouvoir thermoélectrique permettra de lever l'ambiguïté sur cet aspect. Dans le cas des dépôts par évaporation, il serait nécessaire d'étudier plus attentivement le processus de croissance du film pour réduire les contraintes et pouvoir procéder à la libération des motifs par "lift-off".

Une recherche d'absorbants plus performants est en fait nécessaire, et dans cette optique, une charge au carbone des polyimides est envisageable en exploitant les résultats de travaux conduits au laboratoire ^[4]. Cet ajout de carbone implique une modification radicale du procédé de fabrication. En effet, il faudra modifier le système de masquage et considérer un masquage à double face. Cette technique permet de réaliser des structures sur les deux faces d'un substrat en superposant des motifs disposés de part et d'autre.

Le temps estimé pour mener à terme la validation des hypothèses avancées (6 à 8 mois minimum) nous a conduits à la mise en place de microradiomètres matricés par 4 unités comportant des paramètres dimensionnels réduits.

Bibliographie du chapitre 3

Bibliographie**Ouvrages généraux, articles et thèses**

- [1] **E.U. Condon, H. Odishaw**, "Handbook of physics", 2nd Ed., McGraw-Hill, New York, 1984
- [2] **L. Camberlein**, "Capteurs de température à réseau planaire distribué de thermopiles en couches minces", Thèse de doctorat, Université de Lille, juin 1997.
- [3] **S. Sakly**, "Etude et réalisation de micro capteurs en technologie couches minces à structure distribuée périodique", Thèse de doctorat, université de Lille, juin 1998
- [4] **K. Ziouche**, "Etude des propriétés spectrales des matériaux. Application à la réalisation de micro capteurs de rayonnement infrarouge et ultraviolet", Thèse de l'Université de Lille, octobre 1999
- [5] **D. R. Lide**, "CRC Handbook of chemistry and Physics", 77th Edition, CRC Press, Boca Raton, FL, 1996
- [6] **Herbert H. Sawin**, "A review of Plasma Processing Fundamentals", Solid State Technology, April 1985, pp 211-216
- [7] **D. L. Smith**, "Plasma deposition of SiN_xH_y: Process chemistry and film properties", Material Research Society Fall Meeting, Symposium on Characterization of PECVD Processes, paper invited I-2.2, Boston, MA, November 27, 1989
- [8] **W. A. P. Claassen, W. G. J. N. Valkenburg, M. F. C. Willemsen and W.M. van der Wijgert**, "Influence of Deposition Temperature, Gaz Pressure, Gaz Phase Composition and RD Frequency on Composition and Mechanical Stress of Plasma Silicon Nitride Layers", Journal of the Electrochemical Society: Solid-State Science and Technology, April 1985, pp 894-898
- [9] **F. Polet**, "Etudes théorique et expérimentale de la radiométrie par à absorption différentielle distribuée appliquée au contrôle de températures sans contact", Thèse de doctorat, Université de Lille, juillet 1999.
- [10] **A. Ebongué**, "Conception et réalisation d'un banc d'étalonnage spectrale de capteurs radiatifs", Stage de DEA d'électronique, Université de Lille, juillet 1997.
- [11] **A.B. De Vriendt**, "La transmission de la chaleur", 3 tomes, Ed. Gaëtan Morin, 1982
- [12] **E. Gaviot, P. Godts, S. Güths, D. Leclercq**, "Thin foil planar radiometers: Application for designing contactless ΔT sensors", Meas. Sci. Technol. 6, 1996 pp. 440-446
- [13] **C. A. Harper**, "Handbook of Materials and Processes for Electronics", McGraw-Hill, New York, 1980
- [14] **E.G Brame Jr J.G Grasseli** "Infrared Raman spectroscopy, part C", Ed Dekker

- [15] **R. Lenggenhager, H. Balthes, J. Peer, and M. Forster**, "Thermoelectric Infrared Sensors by CMOS Technology ", IEEE Electron Device Letters, Vol. 13, n°9, Sept. 1992
- [16] **Diu et al.** "Physique statistique" édition Hermann
- [17] **D. Pajani**, "Mesure par thermographie Infrarouge", Annexe tableau d'émissivité, A.D.D. Editeur
- [18] **I. P. Zhuk and N. I. Stetyukevich**, "Relation between emissivity of metals and their thermophysical properties", Journal of engineering physics, N.Y., November 1991, volume 61, n°4
- [19] **D. Mauras**, "Electromagnétisme, 2^{ème} année" Ed PUF
- [20] **D.M. Rowe**, "CRC Handbook of Thermoelectrics", CRC Press, London, 1995
- [21] **D.A Hardwick**, "thin solid film", 154, 1987
- [22] **P. Singer**, "Film Stress and How to Measure It", Semiconductor International, p. 54 October 1992
- [23] **V. A. Rabinovich & Z. Ya. Khavin**, "Brief Chemical Handbook", Leningrad, 1978
- [24] Physical properties: "Handbook Thermal conductivity of Solids",A, Moscow 1984
- [25] **G. Stoney**, "The Tension of Metallic Films deposited by Electrolysis", Proc. R. London Ser. A(82), P.172, 1909
- [26] **P. Townsend, D. Barnett, and T. Brunner**, "Elastic relationships in layered composite media with approximation for the case of thin films on a thick substrate", J. Appl. Phys., vol. 62, p.4438, 1987
- [27] **B.H. Mahan**, "university chemistry" Addison-Wesley publishing, 1969
- [28] **C. Poilane, P. Deobelle, P. Mounaix, X. Melique, D. Lippens**, "Determination of mechanical properties of thin polyimide films deposited on a GaAs substrate by bulging and nano indentation tests", Materials Science and Engineering, 1998
- [29] **J. Surugue**, "Techniques générales du laboratoire de physique" Vol 1, 3^{ème} édition, édition CNRS 1966
- [30] **D. Leclercq**, "Contribution à l'étude de l'effet Peltier dans les structures bimétalliques à électrodes plaquées. Application à la conception de nouveaux capteurs", thèse d'état, Université de Lille, 1991
- [31] **E. Gaviot**, "Conception et optimisation des radiomètres thermiques à absorption différentielle distribuée", HDR, Université de Lille, juin 1998
- [32] **Samsonov**, "handbook of the physicochemical proprieties of elements" 1966

- [33] **P. Le DUC**, "Etudes des contraintes Mécaniques dans les édifices d'interconnexions d'un procédé submicronique", thèse de doctorat, université de Lille1, février 1999
- [34] **C.J Smithells**, "Metals reference book", 4th ed. Vol 3, butter works, London 1967
- [35] **P. Thieffry**, "Droit européen de l'environnement", édition Dalloz, 1998
- [36] **H. Poincaré**, "Théorie Mathématique de la Lumière", Paris, Georges Carre, Vol.2, (1892) Chap.12.
- [37] **M. Born & E. Wolf**, "Principles of Optics", Pergamon Press, 1975

Ouvrages techniques

- [Dt.1] www.cns.net/~takinfo/finish.html
- [Dt.2] Documentation Kapton, www.dupont.com/kapton
- [Dt.3] Société GoodFellow, www.goodfellow.com
- [Dt.4] Société Micel, www.micel.fr
- [Dt.5] Société Plassys, www.plassys.com
- [Dt.6] Société MCSE, www.adx.fr/mcse
- [Dt.7] www.astm.org
- [Dt.8] Documentation technique AMOCO chemical compagny pour les produits Ultradell, Naperville, Illinois USA
- [Dt.9] http://www.leuze.de/francais/produkte/arbeits/abc/eur_norm.htm
- [Dt.10] <http://www.webelements.com/>
- [Dt.11] <http://nte-serveur.univ-lyon1.fr/nte/spectroscopie/docspedagogiques.html>
- [Dt.12] **K. Kwok**, "Stress Measurement", Tencor Instruments, Profiler Applications Note 1

Chapitre 4

Réalisation des radiomètres matricés 2x2 et caractérisations

A Réalisation des masques pour les radiomètres A.D.D. matricés

Le raisonnement introduit au **paragraphe A.1 du chapitre 3** est appliqué au dessin des nouveaux masques destinés à la réalisation des capteurs matricés. Nous avons opté pour une matrice de quatre capteurs (ou cellules) disposés en carré (Figure IV. 1). Les dimensions caractéristiques pour chaque cellule ainsi que pour l'ensemble de la matrice ont été déterminées simultanément. La surface active a été conservée (5 mm^2) et les dimensions extérieures globales ont été légèrement agrandies ($6,35 \times 6,35 \text{ mm}^2$ pour la version matricée du radiomètre contre $6,35 \times 5 \text{ mm}^2$ pour la version simple).

A.I dimensions

A.II.1. Dimensions extérieures du capteur

Tout comme pour la version non matricée, les dimensions extérieures ont été déterminées de façon à permettre une éventuelle encapsulation dans un boîtier de type TO5. C'est pourquoi le standard $6,35 \times 6,35 \text{ mm}^2$ a été retenu comme indiqué au Tableau IV. 1.

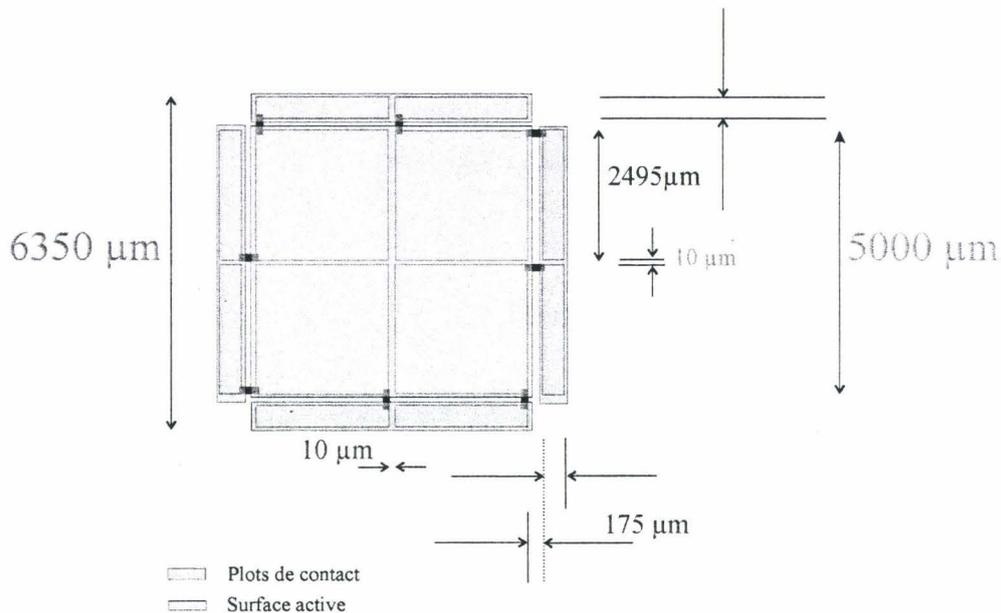


Figure IV. 1: Dimensions extérieures du capteur

La matrice dessinée s'obtient en effectuant des rotations de $\pi/2$ du motif de base (la cellule supérieure gauche) par rapport au centre désigné de la matrice. Cette démarche permet non seulement d'obtenir rapidement le dessin de la matrice avec le logiciel Wavemaker[®], mais permet aussi la superposition des deux dispositions des réflecteurs conduisant à une immunité relative au phénomène de convection naturelle (Figure II.4). Nous observons ainsi, sur la Figure IV. 2, une disposition en quinconce pour les cellules de la matrice et une disposition en bande pour les capteurs constituant chaque cellule.



Figure IV. 2 : Superposition des deux configurations conduisant à une immunité relative à la convection naturelle

A.I.2 Dimensions internes du capteur matricé

Les dimensions caractéristiques d’une cellule (largeur de piste p et d’interpiste ip) ont été fixées suite à des essais de lithographie, de gravure humide et de dépôts par lift off avec d’anciens masques disponibles au laboratoire ^[1]. Cette démarche nous a permis de déterminer, avant le dessin des masques, les plus petites dimensions réalisables de manière fiable avec les moyens disponibles au laboratoire. Les dimensions fixées après ces essais résultent du meilleur compromis entre l’aptitude à la réalisation industrielle et la recherche des meilleures performances possibles par cellule en terme de sensibilité. Ces valeurs sont résumées dans le tableau suivant :

Dimensions extérieures		6,35x 6,35 mm	
Surface active		5mm ²	
p	ip	5 µm	4 µm
R_c	L	65%	500 µm

Tableau IV. 1 : Dimensions caractéristiques du capteur matricé

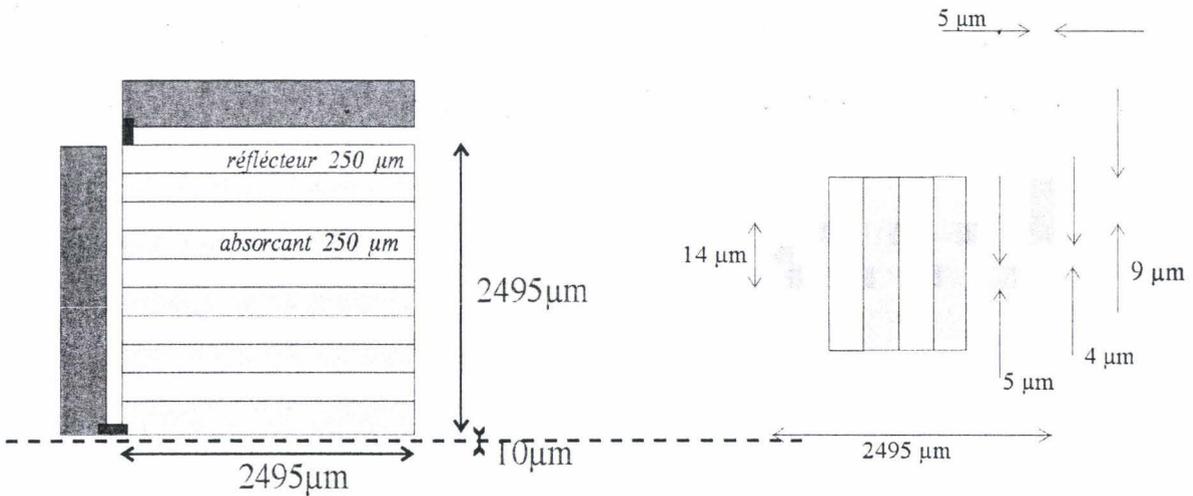


Figure IV. 3 : dimensions internes d'une cellule du capteur

A.II Réalisation des masques

Comme au chapitre précédent, les figures et tableaux suivants résument les caractéristiques et la fonction de chaque niveau de masque dessiné pour réaliser les capteurs matricés 2x2.

A.II.1 "Emulsion" et fonction de chaque niveau de masque dessiné

Premier niveau de masquage (#1)

Ce premier niveau de masquage a pour objet de permettre la réalisation de la piste conductrice des différentes cellules en assurant la continuité de conduction. Chaque cellule présente, avec les dimensions indiquées sur la Figure IV. 3, une longueur effective \mathcal{L} de 0,691 m. Les dimensions caractéristiques ($p = 5 \mu\text{m}$, $ip = 4 \mu\text{m}$) nécessitent le travail dans un environnement de classe 100 (ou inférieur) afin de minimiser les risques de rupture des circuits qu'engendrerait la présence d'une simple poussière.

Type de masque	Objectif
Négatif	Réaliser par gravure humide le dessin du tracé méandriforme des cellules avec le matériau 1.

Tableau IV. 2 : Masque pour le tracé méandriforme

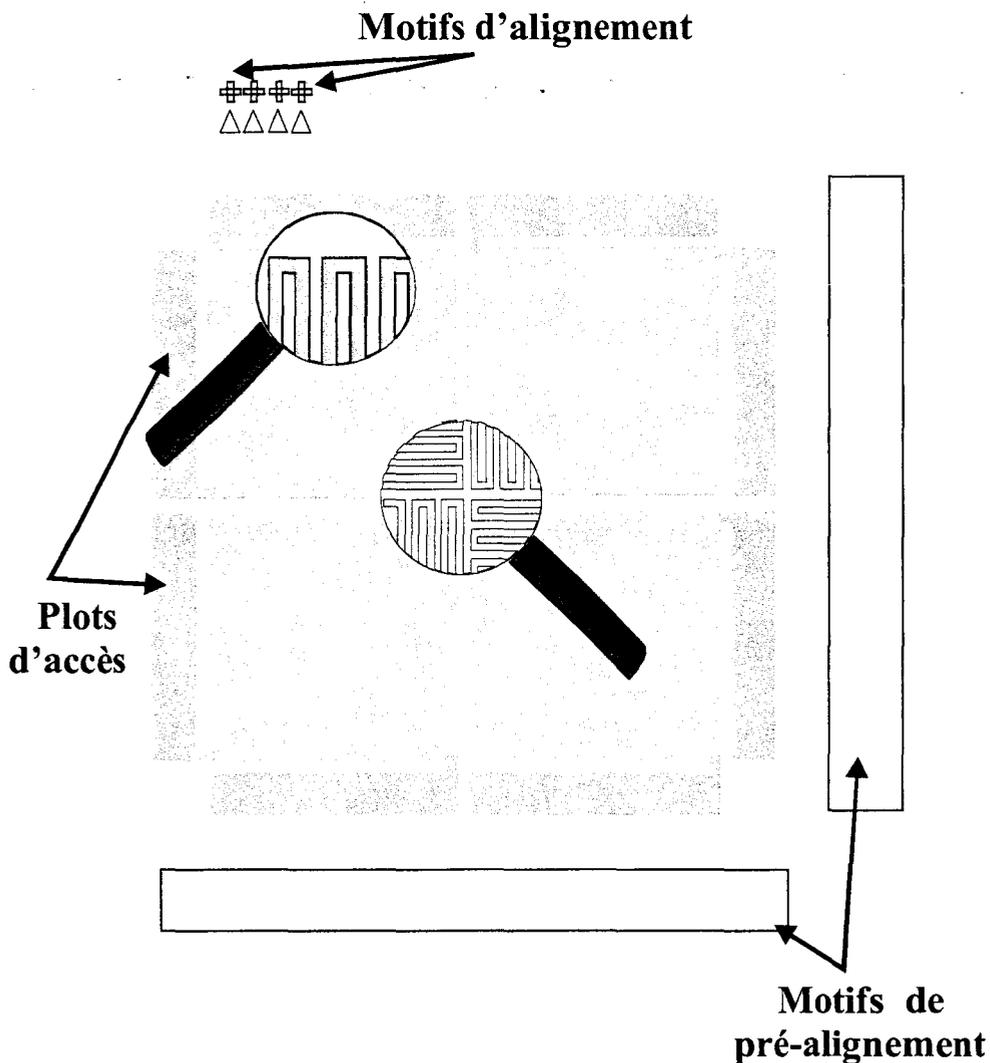


Figure IV. 4 : Allure du niveau #1 du capteur matricé 2x2

Deuxième niveau de masquage (#2)

Le second niveau de masquage a pour objet de définir la localisation des dépôts des plots du second matériau thermoélectrique sur les pistes conductrices définies par le premier niveau de masquage.

Type de masque	Objectif
positif	Réaliser par lift-off le dépôt du matériau thermoélectrique plaqué.

Tableau IV. 3 : Masque pour les plots des thermoéléments plaqués

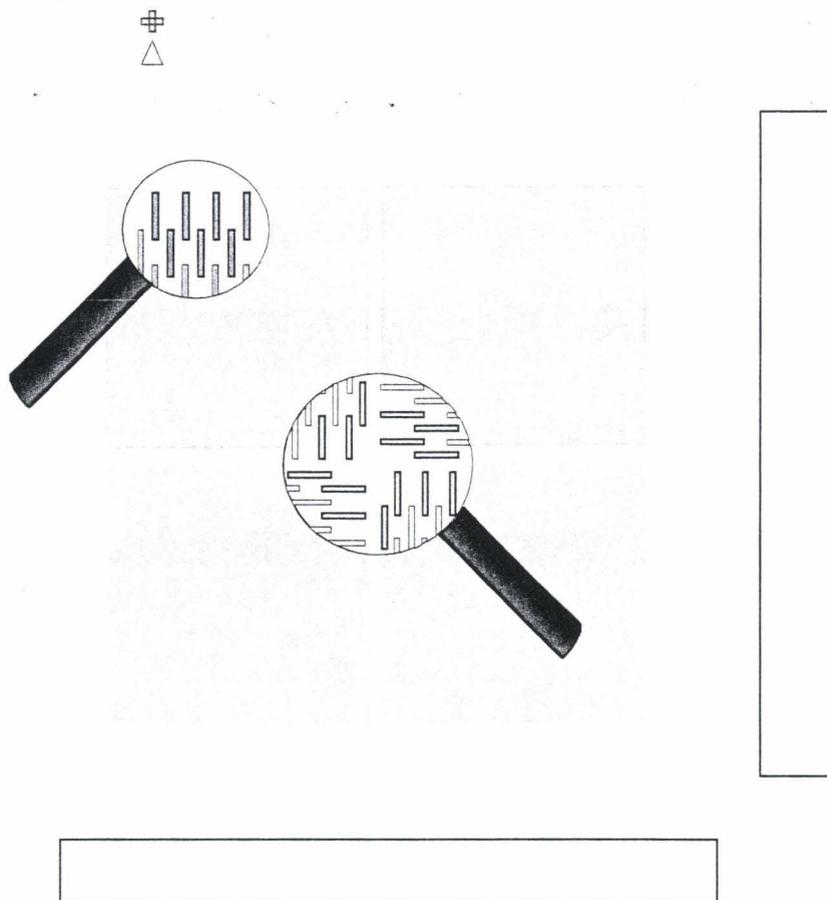


Figure IV. 5 : Allure du niveau #2 du capteur matricé 2x2

Troisième niveau de masquage (#3)

Tout comme pour le capteur simple, deux modes de réalisation de masques ont été prévus pour ce niveau de masquage (l'un de type positif et l'autre de type négatif) permettant ainsi l'utilisation des deux procédés différents conduisant à l'ouverture de l'absorbant au niveau des plots d'accès : insolation et révélation d'un polyimide photonégatif ou gravure au GIR d'un polyimide recuit (photosensible ou non).

Il importe de prévoir un process d'épaississement des plots de contacts des différentes cellules (avec de l'or par exemple) afin de permettre une soudure sans risque de diffusion excessive de matière, et minimiser le risque de création d'un thermocouple parasite entre les bornes des cellules. Une valeur de 1,5 µm est recommandée pour cet épaississement.

Type de masque	Objectif
Positif(gravure plasma)/ négatif (polyimide photosensible négatif ^o)	Dégagement des plots et épaississement pour contact électrique.

Tableau IV. 4 : Masque pour le dégagement de plots

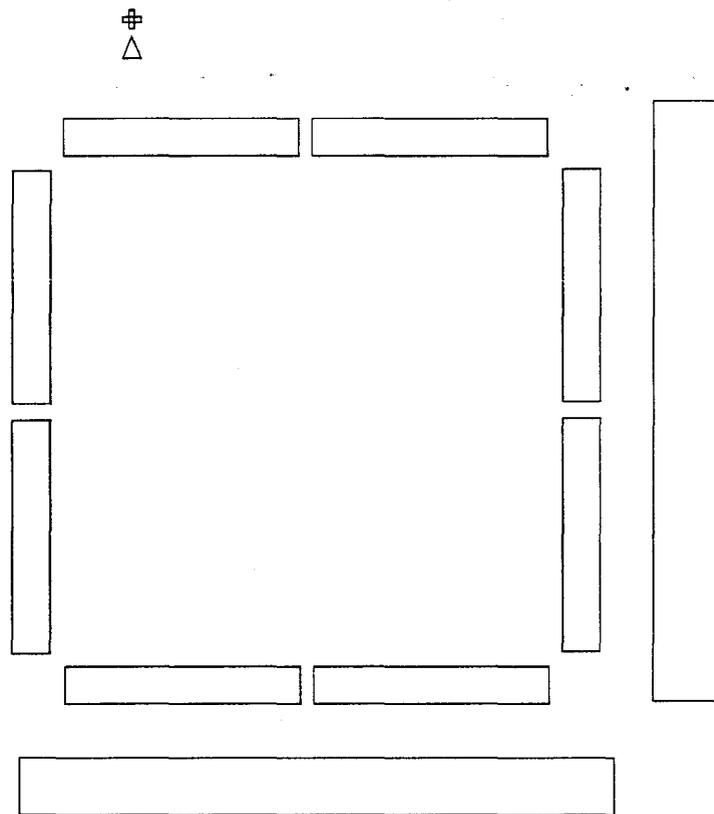


Figure IV. 6 : Allure du niveau #3 du capteur matricé 2x2

Quatrième niveau de masquage (#4)

Ce niveau de masque permet la localisation et aide à la réalisation des films réflecteurs.

Après avoir réalisé le "pattern" des quatre thermopiles planaires de la matrice, son application en radiomètre A.D.D. demande l'association d'un collecteur comportant une alternance de lames absorbantes et réfléchissantes de l'infrarouge pour chaque cellule : à cet effet, l'ensemble de la thermopile est recouvert entièrement du matériau absorbant (polyimide liquide) et des motifs en formes de bandes réfléchissantes sont déposés relativement en dessous d'une thermojonction sur deux (comme illustré sur la Figure IV. 3). La Figure IV. 2 illustre la disposition des groupes de bandes réfléchissantes (4 par cellule) disposées en quinconce les unes par rapport aux autres.

Type d'émulsion	Objectif
positive	Réaliser par lift-off le dépôt du matériau des réflecteurs.

Tableau IV. 5 : Masque pour le dépôt des réflecteurs

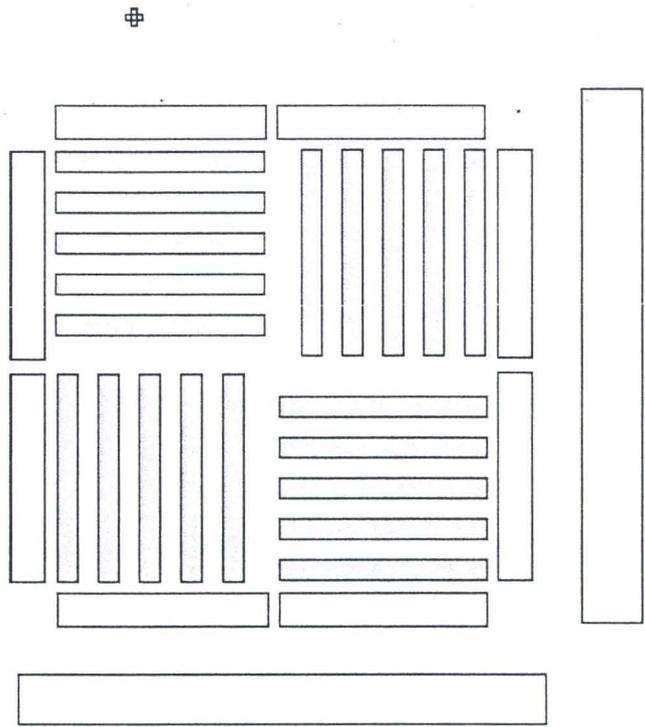


Figure IV. 7 : Allure du niveau #3 du capteur matricé 2x2

AI.2 Motifs d’alignement.

Pour assurer un bon alignement, à cause des faibles dimensions des grandeurs **p** et **ip**, deux motifs d’alignement ont été utilisés en plus des motifs de pré-alignement.

Le niveau "1" contient deux séries de quatre marques d’alignement pour les différents niveaux de masquage prévus. Les autres niveaux en ont chacun deux : une croix et un triangle retourné par rapport au motif du masque "1". Ils viennent se superposer ou compléter les motifs du niveau "1" correspondant comme illustré sur la Figure IV. 8.

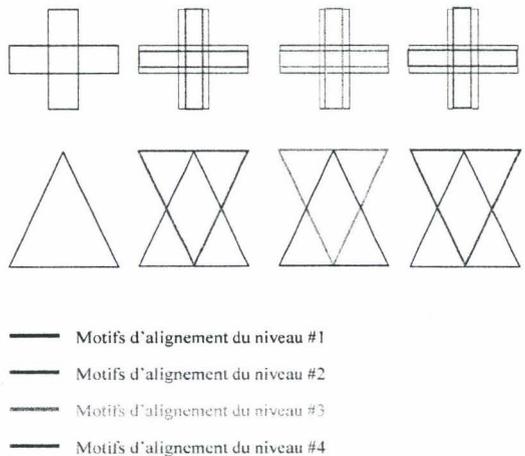


Figure IV. 8 : Motifs d’alignements des différents niveaux de masquage

A.II. Procédé de fabrication des masques

La réalisation de ces masques a été confiée à l'équipe "techno" au sein de l'institut. Ils sont fabriqués en utilisant les méthodes et les procédés décrits au **paragraphe A.II.2.3** du **chapitre 3**.

Les deux photographies suivantes montrent un exemple de masques réalisés (niveau "1" et "2") sur du verre "Soda Lime" et destinés à la mise au point du procédé de fabrication des radiomètres matricés 2x2.

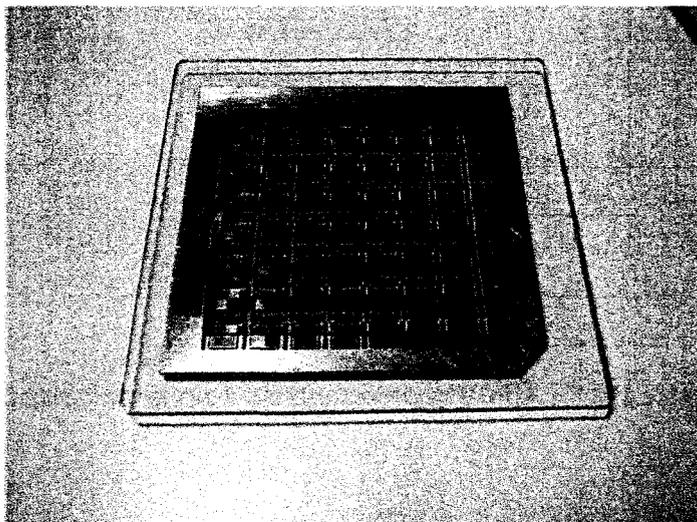


Figure IV. 9 : Masque du premier niveau de masquage de la version matricée (2x2) des radiomètres

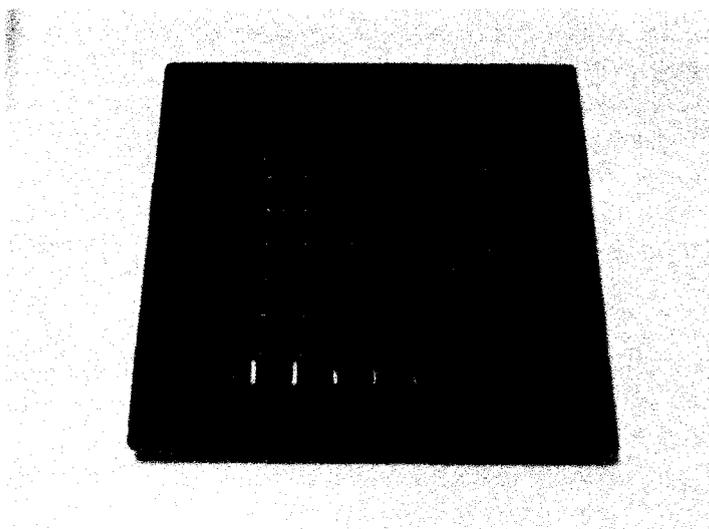


Figure IV. 10 : Masque du second niveau de masquage de la version matricée(2x2) des radiomètres

B Réalisation des radiomètres A.D.D. matricés

Deux modes de réalisation des capteurs matricés ont été envisagés. Le premier s'appuie sur le procédé de fabrication mis au point et décrit au **chapitre 3**, et le second repose sur l'emploi d'un substrat préparé avec un wafer standard (Si ou GaAs) et du polyimide liquide. Une présentation de ces deux options de fabrication est faite en regard des avantages et inconvénients de chacune de ces méthodes.

B.I Réalisation sur substrat cuivre et Kapton

B.I.1 Préparation et nettoyage des échantillons

Les étapes de collage et de nettoyage des substrats sont inchangées par rapport à celles décrites aux **paragraphes D.I.1 et D.I.2** du **chapitre 3**.

La principale différence de préparation des substrats est introduite au niveau de la procédure d'aplanissement réduisant les aspérités de surface du Kapton. Les produits **Amoco Chemicals** (les polyimides **Ultradell**) n'étant plus disponibles à la commercialisation, des produits de remplacement présentant des caractéristiques comparables voire meilleures en termes de conductivité thermique et de caractéristiques spectrales ont été recherchés. Cette investigation a abouti au choix des polyimides liquides de la série *Pyralin* de **H&D Microelectronics** remplissant les exigences imposées pour remplacer les produits **Amoco**. Les polyimides retenus permettent un choix quant à la méthode d'ouverture de l'absorbant au niveau des plots d'accès :

- le Pyralin 2560, non photosensible,
- le Pyralin 2732, photonégatif.

La principale difficulté dans la préparation des échantillons reste l'obtention de la plus grande planéité possible. C'est d'autant plus important que les dimensions caractéristiques sont plus faibles que pour le capteur dont la réalisation est décrite au **chapitre 3** ($p = 5 \mu\text{m}$ contre $12 \mu\text{m}$ auparavant, et $i_p = 4 \mu\text{m}$ contre $10 \mu\text{m}$). Une épaisseur de deux ou trois microns de polyimide s'avérant quelques fois insuffisante pour gommer toutes les irrégularités sur la surface du Kapton, nous avons déposé une couche de polyimide plus importante ($\sim 8 \mu\text{m}$) afin d'obtenir des surfaces à travailler satisfaisantes du point de vue de la planéité. Les paramètres employés, pour l'enduction du nouveau polyimide Pyralin 2560, sont résumés dans le tableau ci-dessous :

Polyimide 2560		
Quantité		2 ml
Enduction	Vitesse	2500 Tr.min ⁻¹
	Accélération	2000 Tr.min ⁻¹ .s ⁻¹
	Temps	30 s
Epaisseur		8 μm

Tableau IV. 6 : Paramètres d'enduction du polyimide Pyralin 2560 pour aplanissement

Le cycle de recuit de ce polyimide est illustré sur la Figure IV. 11.

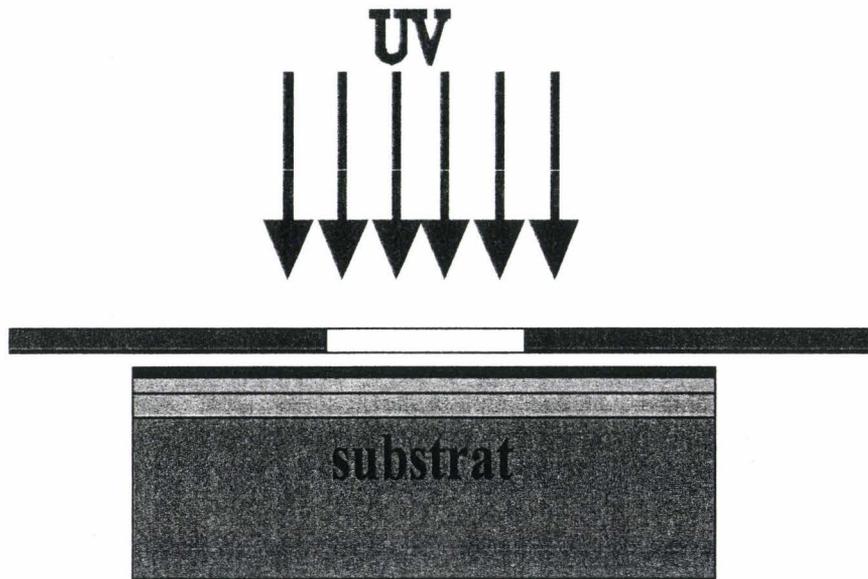


Figure IV. 11 : Cycle du polyimide Pyralin 2560 et 2732

B.I.2 Réalisations des capteurs

Nous avons opté dans un premier temps pour une démarche de faisabilité en recourant à un couple thermoélectrique dont la réalisation est parfaitement maîtrisée et les performances satisfaisantes : le couple constantan_or.

B.I.2.1 Réalisation des tracés méandriformes

Les paramètres de dépôt de constantan pour réaliser les tracés méandriformes des différentes cellules sont rappelés dans le Tableau IV. 7.

Alliage	Constantan
Source	RF
Débit d'argon	30 sccm
Pression d'enceinte	1 Pa
Tension de polarisation	500 V
Puissance	350 W
Temps	700 s
Vitesse de dépôt	10 Å/s
Temps de refroidissement	600 s

Tableau IV. 7 : Paramètres de dépôt établis pour le constantan sur substrat Polyimide

Une fois le dépôt de constantan effectué, la réalisation des tracés méandriformes des différentes cellules se fait conformément aux indications du Tableau IV. 8 et du Tableau IV. 9 reprenant les procédures décrites au **paragraphe D.II.3 du chapitre**.

Cette étape, résumée sous forme de tableaux (), comporte.

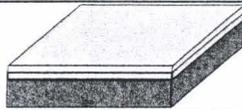
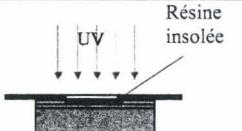
Enduction	Vitesse	4000 Tr.min ⁻¹
	Accélération	4000 Tr.min ⁻¹ .s ⁻¹
	Temps	7 s
Recuit 	Type	Plaque à l'atmosphère
	Température	110°C
	Temps	3 min
Insolation UV (avec masquage) 	Puissance	7 mW/cm ²
	Temps	10 s
Révélation 	Révéléateur	MIF 726
	Proportion Vs Eau-DI	1/0 (emploi pur)
	Temps	20 s
Séchage	Azote	~30s

Tableau IV. 8 : Traitement de la résine AZ 1518 pour le masque de gravure du tracé méandriforme

Composition	HNO3 à 65%	5 vol
	Eau-DI	4 vol
	Température	40°C
Gravure	Temps	~30 s
	mode	Dynamique
Rinçage 	Eau-DI	
	temps	1 min
Séchage	Azote	30 s

Tableau IV. 9 : Paramètres de gravure humide du constantan

L'application de ces deux procédures conduit à la définition de la base sur laquelle les thermopiles de chaque cellule seront construites. La photo ci-dessous montre le cœur de la matrice après la gravure du constantan.

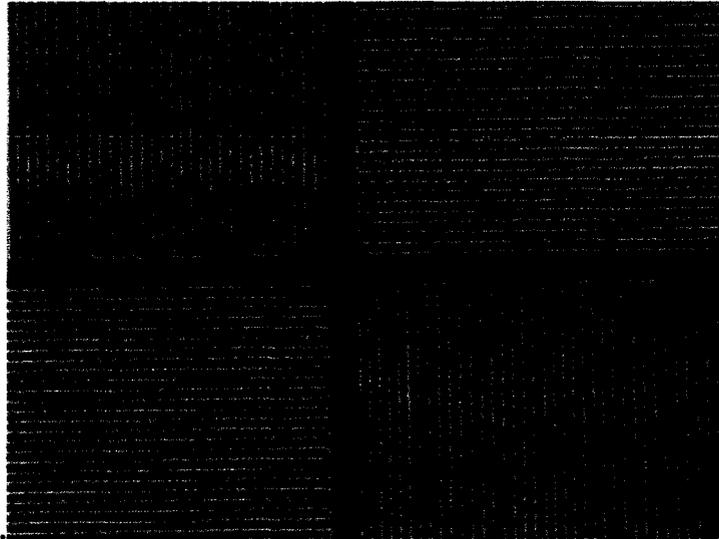


Figure IV. 12 : Disposition des tracés méandriques au cœur d'un capteur matricé 2x2

B.I.2.2 Réalisation de la thermopile.

Lors de cette étape, les paramètres établis pour les capteurs non matricés s'appliquent sans changement. Nous rappelons simplement dans le tableau suivant les paramètres utilisés pour la réalisation du "profil en casquette".

Enduction 	Vitesse	4000 Tr.min ⁻¹
	Accélération	4000 Tr.min ⁻¹ .s ⁻¹
	Temps	10 s
Recuit 1		
	Type	Plaque
	Température	110°C
	Temps	1 min
Durcissement		
	Durcisseur	MIF 326
	Proportion Vs Eau-DI	1/0 (pur)
	Temps	35 s
Rinçage		
	Eau-DI	~20s
Séchage		
	Azote	~30s
Insolation UV (avec masquage)		
	Puissance	7 mW/cm ²

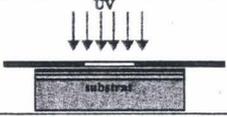
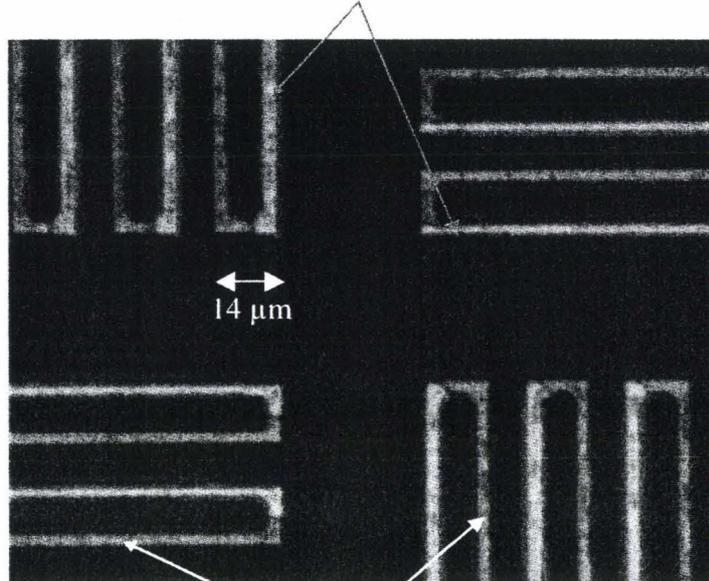
	Temps	12 s
Recuit 2	Type	Plaque
	Température	110°C
	Temps	1 min
Révélation	Révéléateur	AZ 400 K
	Proportion Vs Eau-DI	1/3
	Temps	~50 s
Séchage	flux d'azote	~30s

Tableau IV. 10 : Paramètres de la préparation du profil en casquette

La procédure décrite dans le tableau ci-dessus permet la préparation du "lift-off" illustrée sur la Figure IV. 13.

Les dépôts de matière se font dans les zones plus claires:
ouvertures de la résine



Piste du premier conducteur

Figure IV. 13 : Ouverture de la résine sur les quatre pistes méandriques des cellules du capteur matricé 2x2

Les 300 nm d'or constituant second matériau thermoélectrique, sont déposés par évaporation au canon à électron dans un des bûts **MECA 2000** avec les paramètres suivant :

Métal	Or
Source	Canon à électron
Vitesse de dépôt	5 Å/s
Temps	600 s
Pression d'enceinte	10^{-8} Torr
Temps de refroidissement	5 min

Tableau IV. 11 : Paramètres de dépôt de l'or (300nm) par évaporation au canon à électrons

Une couche d'accrochage de 20 nm de titane est déposée, à raison de 0,3 nm par seconde, avant l'or afin de favoriser l'adhérence de ce dernier sur le constantan.

La Figure IV. 14 représente une thermopile constantan_or au cœur d'une matrice 2x2 après application du procédé de "lift-off" :

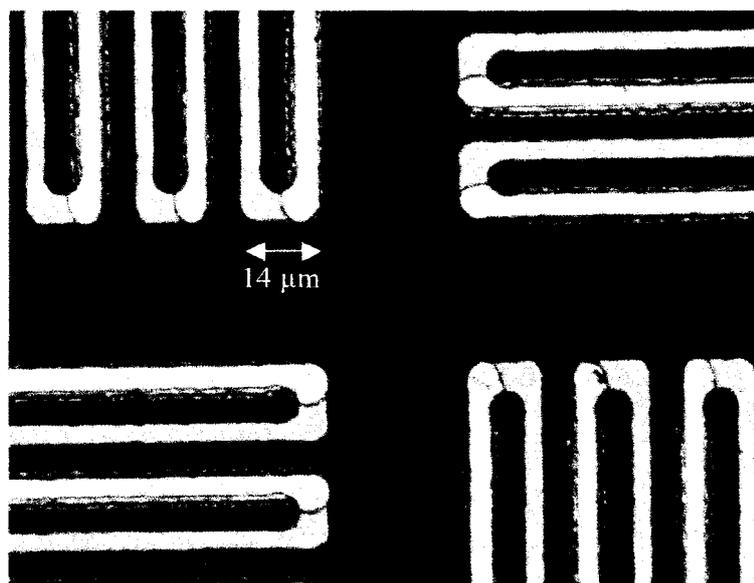


Figure IV. 14 : Thermoéléments au cœur de la matrice

B.I.2.3 Réalisation du collecteur et dégagement des plots

La réalisation du collecteur est modifiée par le changement de polyimide liquide. Pour aller dans le sens de la simplification du procédé de fabrication, le polyimide 4212 a été remplacé par le Pyralin 2732, polyimide photonégatif. L'utilisation de ce produit permet de réduire le temps de fabrication en supprimant les étapes de masquage physique à l'aluminium et de gravure sèche au GIR, et d'effectuer, au cours d'une même, le dépôt de l'absorbant et la libération des plots d'accès.

Des mesures de la transmittance, effectuées au FTIR à partir de membranes réalisées avec du polyimide Pyralin 2732, ont permis de calculer l'indice de réfraction en recourant à la relation [III.13]. L'indice de réfraction ainsi calculé est de 2,02.

A partir de l'indice de réfraction calculé et de la relation [III.16b], l'absorptivité spectrale (Figure IV. 15) est calculée dans la bande comprise entre 2000 et 370 cm^{-1} , respectivement [5, 27 μm] à l'aide des mesures faites au FTIR.

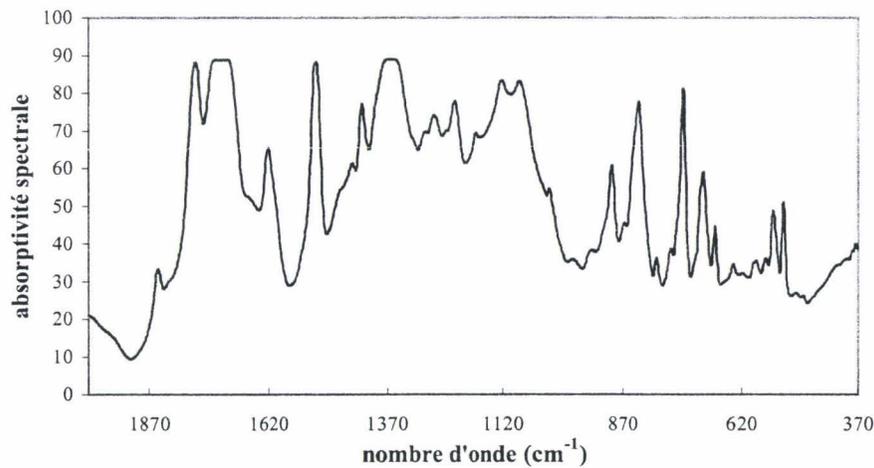


Figure IV. 15 : Absorptivité spectrale du polyimide Pyralin 2732 (10,1 μm)

L'absorptivité moyenne, calculée par intégration de la courbe de la Figure IV. 15, est de 49,67 %. La sensibilité à attendre est donc réduite d'un facteur deux vis-à-vis des résultats de modélisation.

Les paramètres de process de ce polyimide sont résumés dans le tableau suivant :

Quantité	Polyimide 2732	2 ml
Enduction	Vitesse	2500 Tr.min ⁻¹
	Accélération	2000 Tr.min ⁻¹
	Durée	30 s
Pré-recuit en étuve	Température	75°C
	Durée	65 min
Insolation Sans filtre	Puissance	17 mW cm ⁻²
	durée	28 s
Développement	solution	DE 9040
	durée	~120 s
Rinçage	solution	RI 9180
	durée	~30 s
Recuit	Figure IV. 11 : Cycle du polyimide Pyralin 2560 et 2732	
Epaisseur		13 μm

Tableau IV. 12 : Traitement du polyimide Pyralin 2732 pour le dépôt de l'absorbant et l'ouverture aux plots d'accès

L'application de la procédure décrite dans le Tableau IV. 10 permet de préparer le "profil en casquette", et de déposer des lamelles 300 nm de constantan utilisé comme réflecteur, conformément au quatrième niveau de masquage, avec les paramètres suivants :

Alliage	Constantan
Source	RF
Débit d'argon	30 sccm
Pression d'enceinte	1 Pa
Tension de polarisation	500 V
Puissance	350 W
Temps	300 s
Vitesse de dépôt	10 Å/s
Temps de refroidissement	5 min

Tableau IV. 13 : Paramètres de dépôt du constantan constituant les réflecteurs

Pour améliorer les capacités réfléchives des lames de constantan, un flash d'or est déposé par évaporation sur la plaquette avant son immersion dans l'acétone. Les paramètres de dépôt de l'or sont les mêmes que ceux explicités dans le Tableau IV. 11 à ceci près que le temps de dépôt dure 80 secondes pour obtenir une couche 40 nm.

Un épaissement des plots d'accès en or (de 600 à 1000 nm), déposé par évaporation, facilitera les soudures et la mise en œuvre du capteur.

Les figures suivantes présentent les premiers prototypes de radiomètres A.D.D. matricés 2x2 réalisés au cours de nos travaux.

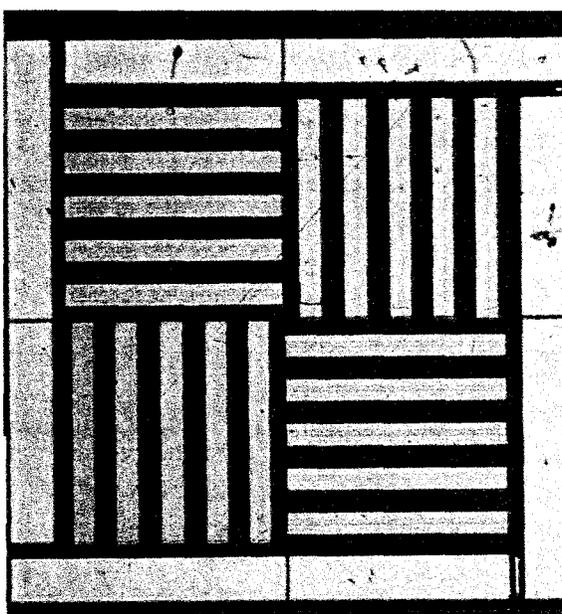


Figure IV. 16 : Capteur matricé 2x2

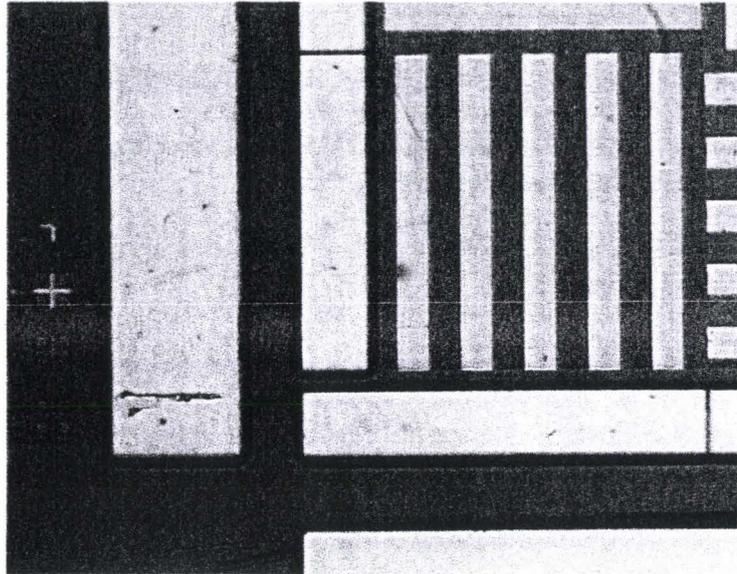


Figure IV. 17 : Détails d'une des quatre cellules montrant les plots d'accès

B.I.3 conclusion sur la réalisation des premiers radiomètres matricés

Les résultats obtenus du point de vue du procédé de fabrication et la sensibilité par cellule (entre $2,5$ et $3 \mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$) sont satisfaisants. Une telle performance permet de répondre aux exigences de Jay Electronique une fois les quatre cellules associées en série ; la sensibilité globale oscille entre 10 et $12 \mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$. Les faibles dimensions caractéristiques du capteur (p , ip) requièrent, toutefois, un soin et une précision supplémentaire dans la préparation des échantillons, et pour l'ensemble des étapes de fabrication.

L'introduction du polyimide photonégatif Pyralin 2732 permet non seulement de simplifier le procédé de fabrication mis au point mais s'accorde aussi avec la logique d'industrialisation du procédé conduisant à une réduction des étapes et des temps de process.

La préparation des échantillons (collage de Kapton et dépôt d'une couche polyimide liquide) n'assure pas systématiquement une planéité suffisante pour une réalisation convenable des radiomètres ; les flambages liés au collage et les imperfections sur la surface du Kapton rendent difficile l'obtention d'échantillons "processables". C'est pourquoi nous avons considéré le dépôt direct d'un polyimide liquide sur un substrat classique (Si ou GaAs) pour servir de support à nos réalisations. Nous décrivons cette démarche dans le paragraphe suivant.

B.II Réalisation de radiomètres matricés sur substrat Si ou GaAs et film de polyimide

L'enduction et le recuit d'un polyimide directement sur un wafer standard démarche facilite grandement la réalisation d'étapes de process critiques comme les alignements par exemple car la planéité obtenue par ce procédé est meilleure que celle sur Kapton.

L'idée sous-tendant cette approche est la réalisation de l'ensemble de la structure sur le film de polyimide, suivie de la libération des radiomètres en gravant le wafer par la face arrière. L'ensemble peut alors être appliqué sur un substrat thermiquement très peu conducteur comme le polycarbonate ($\approx 0,2 \text{ W.K}^{-1}.\text{m}^{-1}$).

B.II.1 Préparation des substrats

La préparation des échantillons consiste en l'enduction de polyimide liquide Pyralin sur des wafers de deux pouces de diamètre en silicium (Si) ou, pour étudier la faisabilité, en arséniure de gallium (GaAs) suivie de son recuit. Les deux types de polyimides (Pyralin 2560 et 2732, photonégatif) ont été envisagés pour permettre un degré de liberté quant à l'industrialisation du procédé de fabrication. Cependant, la majorité des essais a été effectuée avec le Pyralin 2560. Les conditions d'enduction et de recuit de ce polyimide pour ces étapes sont rappelées dans le Tableau IV. 15 :

Quantité	Polyimide P2560/P2732	2 ml
Enduction	Vitesse	2500 Tr.min ⁻¹
	Accélération	2000 Tr.min ⁻¹ .s ⁻¹
Recuit	Figure IV. 11	
Epaisseur	$\approx 8 \mu\text{m}$	

Tableau IV. 14 : Traitement du polyimide Pyralin 2560 pour la préparation des substrats Si et GaAs

La qualité de l'état de surface obtenue, en application des paramètres du tableau ci-dessus, est satisfaisante. Cependant, l'état de contraintes dans les substrats ainsi préparés s'est avéré trop important et faisait presque systématiquement céder les films de constantan déposés dessus par pulvérisation cathodique. L'hypothèse de contraintes résiduelles d'origine thermique, liées aux températures du recuit du polyimide, a été avancée pour expliquer cette situation. Pour la vérifier, un pré-recuit a été imposé (le même que celui du Tableau IV. 12) pour permettre un durcissement plus lent et progressif du film avant le recuit complet. Cette démarche a été concluante et a permis l'obtention par la suite de dépôts de constantan de bonne qualité pour la réalisation des radiomètres A.D.D. matricés 2x2.

B.II.2 Fabrication des radiomètres

Le procédé de fabrication suit les mêmes enchaînements décrits au **paragraphe B.I.2**. Cependant, l'amélioration de planéité augmente la qualité du placage des masques contre l'échantillon et la définition des motifs, lors des procédés de photolithographie, est alors améliorée. Il s'ensuit une plus grande précision des formes obtenues. La Figure IV. 18 illustre cet aspect, au niveau du cœur d'une matrice pour la gravure conduisant aux tracés méandriques.

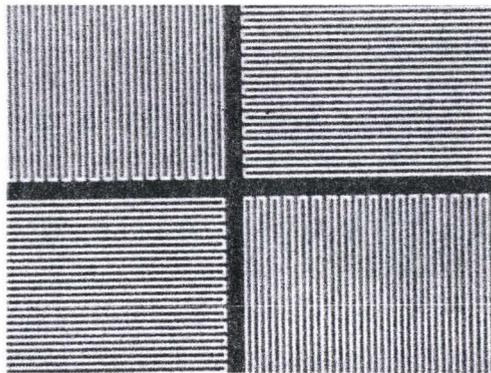


Figure IV. 18 : Qualité du plaquage et de gravure sur substrat Si+polyimide

Le "confort de réalisation" apportée par un meilleur état de surface, permet de réaliser plus aisément des étapes délicates comme les alignements. Nous avons ainsi observé que les thermopiles obtenues dans les cellules étaient de meilleures factures (Figure IV. 19) en considérant la "répétabilité" et la qualité des réalisations.

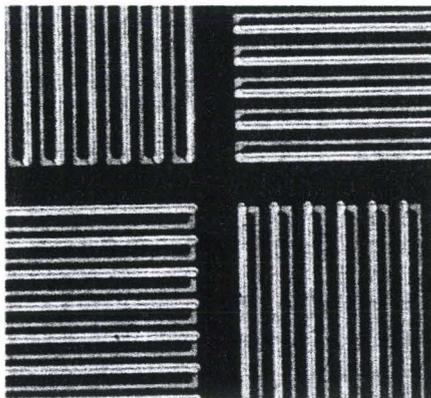


Figure IV. 19 : Détail du cœur des thermopiles (piste en constantan et placage de l'or) au cœur d'un capteur matricé 2x2

La Figure IV. 20 montre la réalisation d'une plaquette de 18 capteurs A.D.D. matricés sur un film de polyimide Pyralin 2560, déposé sur un wafer de silicium.

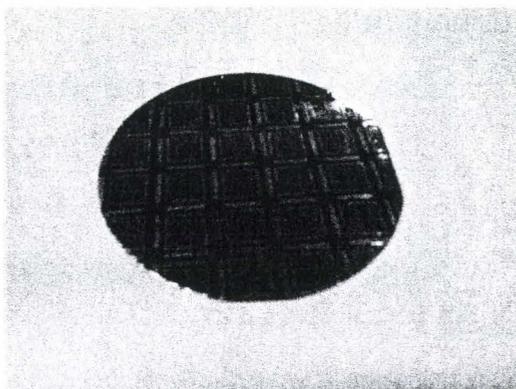


Figure IV. 20 : Plaquette de radiomètres matricés 2x2 réalisée sur substrat Si recouvert de polyimide Pyralin 2560

B.II.3 Libération de la structure

La libération du film de polyimide sur lequel les radiomètres (Figure IV. 20) sont réalisés se fait en gravant le wafer¹ par une solution acide ou alcaline. L'immersion de l'échantillon dans la solution d'attaque requiert une protection préalable de la face avant du substrat (partie où les capteurs sont réalisés) par l'enduction d'une résine recuite (par exemple la AZ1529) afin que la gravure ne s'effectue que par la face arrière.

B.II.3.1 Cas des wafers GaAs

Parmi les différentes solutions de gravures existantes^[Dt.1] pour l'arséniure de gallium (GaAs), deux ont été retenues pour effectuer des essais :

- une solution alcaline à base d'ammoniaque, NH_4OH
- une solution acide à base d'acide sulfurique, H_2SO_4

1. Cas l'ammoniaque (NH_4OH).

La composition de la solution de gravure est présentée dans le Tableau IV. 15.

produits	Proportion (en volume)
NH_4OH	1
H_2O_2	1
H_2O	2

Tableau IV. 15 : solution alcaline de gravure du GaAs

La vitesse de gravure de l'arséniure de gallium avec ce mélange est de l'ordre de 2 à 3 $\mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$. L'inconvénient est le caractère alcalin et isotrope de la solution pouvant altérer et dissoudre le polyimide. En effet cette solution peut s'infiltrer entre le wafer et le film de polyimide au cours de la gravure comme le schématise la Figure IV. 21. Une telle situation technique est évidemment préjudiciable au bon déroulement de cette étape technologique.

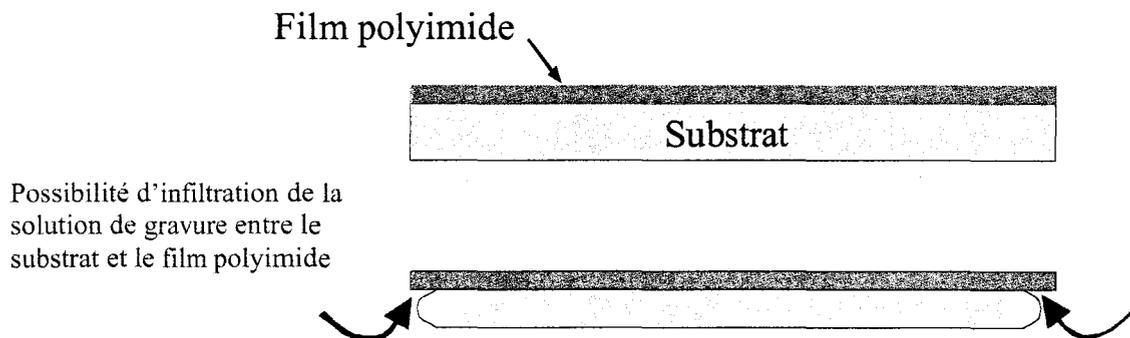


Figure IV. 21 : Mécanisme possible d'infiltration de la solution de gravure entre le wafer et le film de polyimide

¹ L'épaisseur moyenne de substrat est de $275\mu\text{m} \pm 25\mu\text{m}$

Cependant, il est possible de tirer partiellement profit des effets d'une gravure isotrope ("arrondissement" des bords, Figure IV. 21) si la solution alcaline est remplacée par une solution acide. En Effet, une telle situation permet de libérer la structure avant la gravure complète du wafer, ce que nous avons pu vérifier à l'aide de solutions couramment utilisées au laboratoire pour amincir les wafers de GaAs.

2. Cas de la solution à base d'acide sulfurique (H_2SO_4)

La composition de la solution de gravure (fortement oxydante) est présentée dans le Tableau IV. 16.

produits	Proportion (en volume)
H_2SO_4	1
H_2O_2 (20%)	8
H_2O	1

Tableau IV. 16 : Solution Acide de gravure du GaAs

La vitesse de gravure de l'arséniure de gallium obtenue avec ce mélange est de l'ordre de $10 \mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$. Nous avons pu exploiter le caractère isotrope de cette attaque et dégager les structures avant la gravure complète du wafer. La Figure IV. 22 montre le résultat obtenu pour la libération d'un film polyimide déposé sur un quart de wafer d'arséniure de gallium (GaAs). L'inconvénient rédhibitoire de la méthode réside dans la forte toxicité des composés de l'arséniure de gallium

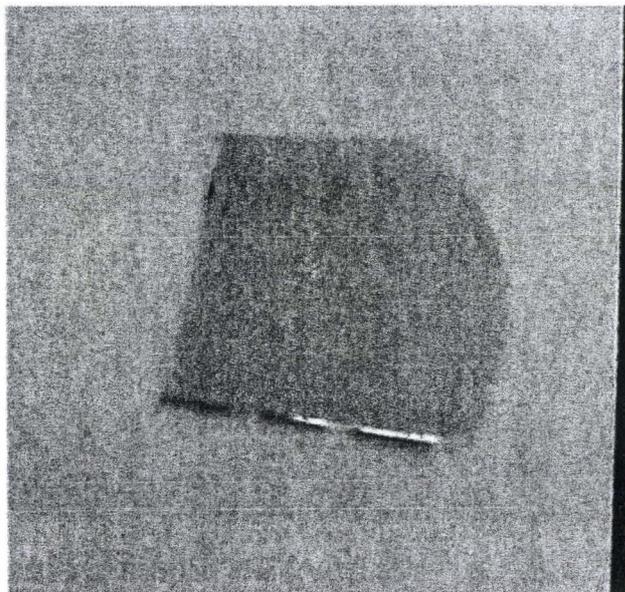


Figure IV. 22 : Film polyimide décollé d'un substrat de GaAs

B.II.3.2 Cas des wafers silicium

La filière silicium en microtechnologie utilise classiquement l'hydroxyde de potassium (KOH) pour graver le silicium, et des solutions à base d'acide fluorhydrique pour nettoyer les wafers. Nous avons utilisé ces deux types des solutions pour libérer notre structure.

1. Cas de l'hydroxyde de potassium (KOH).

Solution courante pour la gravure du silicium, l'hydroxyde de potassium est généralement thermostaté pour obtenir les meilleurs résultats. Ainsi à 80 °C, la vitesse de gravure atteint 2 à 3 $\mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$.

La difficulté de contrôler les infiltrations de KOH à travers le silicium ou par les côtés (comme sur la Figure IV. 21) a conduit à renoncer à cette solution technologique. En effet, Le KOH dissout très rapidement les polyimides.

2. Cas de l'acide fluorhydrique (HF)

Le constat de la sous-gravure par les tranches de wafer au cours de différents essais précédents a orienté notre choix vers une solution d'attaque acide moins "agressive" pour le polyimide et permettant d'exploiter cette propriété. C'est ainsi que l'acide fluorhydrique a été sélectionné. La Figure IV. 23 et la Figure IV. 24 montrent le résultat obtenu pour la "désolidarisation" d'un film de polyimide par rapport au wafer de silicium sur lequel des capteurs matricés ont été réalisés.

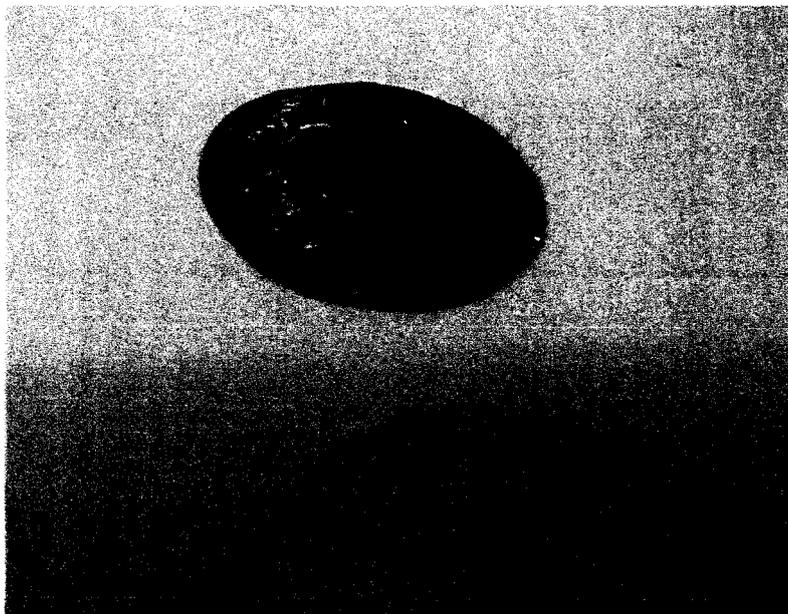


Figure IV. 23 : Plaquette de capteurs sur substrat polyimide libérée du wafer Silicium

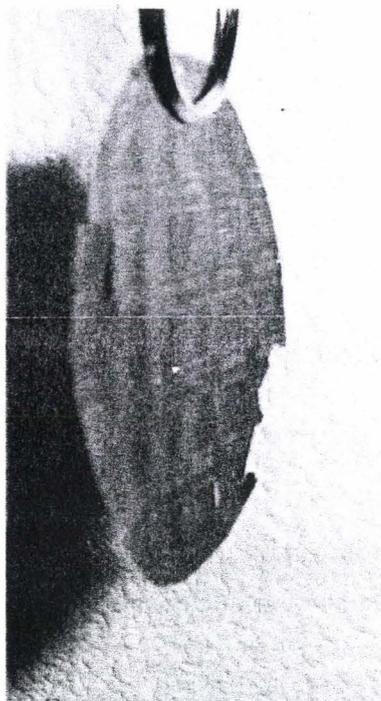


Figure IV. 24: Vue de la tranche de la plaquette réalisée

B.II.4 Conclusion

Le procédé de fabrication ainsi décrit, applicable aux radiomètres matricés et non matricés, permet de s'affranchir des contraintes de préparation des échantillons rencontrés en utilisant du Kapton fixé sur du cuivre (collage, tenue en température de la colle, planéité de l'ensemble, état de surface). Cette démarche présente aussi l'intérêt d'être plus compatible avec une industrialisation : les wafers utilisés peuvent être réutilisés car la libération du film se fait bien avant la gravure complète du wafer, réutilisable, dont on ne consomme qu'une mince couche sacrificielle.

Notre démarche permet de reporter la structure réalisée sur un substrat faiblement conducteur thermique et peu onéreux comme le polycarbonate. Cette étape n'a pas pu être menée à terme faute de temps. Il ne nous a donc pas été possible de caractériser les capteurs dans ces conditions pour vérifier l'apport de ce procédé sur les performances globales de radiomètres. Cependant, la mise en œuvre de ce process ne présentant à priori aucune difficulté, il pourra être mis en œuvre dans le cadre de l'industrialisation du procédé de fabrication des capteurs.

L'unique limitation de cette démarche est le coût du polyimide liquide, relativement cher (typiquement 730 € pour 250g de Pyralin 2732). Cette donnée influe sur le prix de revient dans la réalisation industrielle des radiomètres. D'autres substances liquides, faiblement conductrices thermiques, pouvant servir de substrat comme le BCB (bisbenzocyclobutène) ou la résine SU-8 font l'objet de travaux au laboratoire pour améliorer et simplifier le procédé de fabrication

C Caractérisation des radiomètres

Une fois le procédé de fabrication terminé, il importe de caractériser les grandeurs clés de ces capteurs en vue de leur application à la sécurité des biens et des personnes en milieu industriel. Les éléments essentiels à mesurer sont au nombre de quatre :

1. la sensibilité S : Elle permet d'évaluer la capacité du capteur à détecter une source de rayonnement,
2. le diagramme de rayonnement : il permet de rendre compte de la taille de l'ouverture angulaire maximale permettant une détection avec le capteur. Cette donnée est importante dans le cas où une encapsulation s'avérerait nécessaire ou si une optique est adaptée devant le radiomètre,
3. le temps de réponse τ ,
4. la résistance interne R : elle influe grandement sur les caractéristiques que doit présenter le conditionneur de signal branché aux bornes du capteur.

Nos caractérisations ont porté essentiellement sur les trois premiers aspects. La mesure de la résistance électrique des capteurs se faisant à l'aide d'un ohmmètre (ou le mode mesure de résistance électrique sur un multimètre), il est raisonnable de considérer que l'erreur commise est celle introduite par l'appareil de mesure.

C.I Etalonnage en sensibilité des radiomètres A.D.D.

En vue de déterminer les sensibilités des capteurs fabriqués, deux bancs d'étalonnage spécifiques réalisés au laboratoire ont été utilisés. Le premier, dont une représentation schématique est illustrée sur la Figure IV. 25, est utilisé pour la mesure de la sensibilité de façon précise (à 5% près) et pour l'étude de la dérive en température. Le second, dont une représentation schématique est illustrée sur la Figure IV. 26, est, quant à lui, adapté à une utilisation en milieu industriel et permet une mesure fiable et rapide de la sensibilité à la fin de la procédure de fabrication.

C.I.1 Description des bancs d'étalonnage en sensibilité et principes généraux

C.I.1.1. Le système de caractérisation "hermétique"

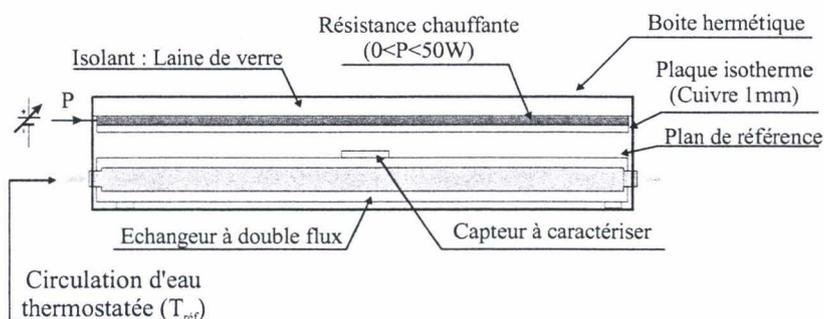


Figure IV. 25 : Banc d'étalonnage utilisé pour les radiomètres thermiques

La partie supérieure de ce banc a pour fonction de générer un éclairage énergétique contrôlé par la maîtrise d'une l'émissivité élevée et de la température de l'élément rayonnant.

L'émissivité de l'élément rayonnant est assurée par la superposition de deux couches constituées respectivement d'une peinture noire ($\varepsilon \approx 0,93$) et d'un dépôt de noir de fumée ($\varepsilon \approx 0,97$). Cette double association permet l'obtention d'une bonne homogénéité de l'émissivité sur l'ensemble de la surface. Par ailleurs, la face supérieure de l'élément chauffant est recouverte d'un matériau isolant (laine de verre) permettant de minimiser les pertes thermiques. Cette disposition conduit à une diminution de la consommation énergétique nécessaire au maintien de la température de consigne, réglable entre la température ambiante et 150 °C.

L'élément chauffant est constitué d'une résistance plane comprenant une piste de constantan de 12 Ω recouverte d'une feuille de Kapton de 14 μm d'épaisseur. L'ensemble est collé sur une plaque de cuivre de 1 millimètre d'épaisseur, dont la conductivité thermique ($\lambda \approx 400 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) garantit l'homogénéité en température de la face inférieure (recouverte de la peinture et de noir de fumée) présentée au regard du capteur à étalonner. La régulation de la température assurée à l'aide d'un correcteur PID à commande linéaire limitant les perturbations électriques induites dans la structure du capteur. Toutefois, l'utilisation d'un régulateur PID à sortie linéaire (classe A) pour la commande de l'élément chauffant, entraîne une dissipation de chaleur importante aux faibles températures de consigne : néanmoins, son utilisation est nécessaire, pour d'une part, garantir une régulation précise de la température de la plaque et d'autre part, pour éviter les parasites HF prenant naissance lors de la commutation d'un système à commande tout ou rien.

La partie inférieure comprend un échangeur massif en aluminium, dans lequel circule de l'eau maintenue à température ambiante. Sa surface supérieure a subi un traitement analogue à la surface active de la plaque supérieure, assurant une émissivité élevée ($\varepsilon \approx 0,97$), contribuant à minimiser les réflexions de la source sur le plan de référence.

Le capteur à étalonner est appliqué au contact de l'échangeur à l'aide d'une pâte thermoconductrice (graisse silicone, $\lambda \geq 4 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) permettant d'assurer à la fois un collage léger, de part sa viscosité, et un bon contact thermique. L'ensemble est enfermé dans une boîte hermétique afin de minimiser les mouvements de convection pouvant perturber la mesure ou bien d'introduire différents gaz (He , H_2 , CO_2) dont on cherche à caractériser l'influence.

La température des plaques est mesurée à l'aide de deux thermocouples de type K (association chromel_alumel), avec une précision de $\pm 0,25$ °C. D'autre part, afin de s'affranchir des tolérances d'étalonnage des appareils, la mesure des températures est réalisée avec le même conditionneur de signal thermométrique.

C.I.1.2. Le système d'étalonnage « rapide »

La Figure IV. 26 illustre le schéma de principe du système permettant une mesure rapide de la sensibilité des radiomètres. La distance entre la source et le capteur doit être aussi faible que possible pour se trouver dans les conditions d'influence totale ^[annexe 3].

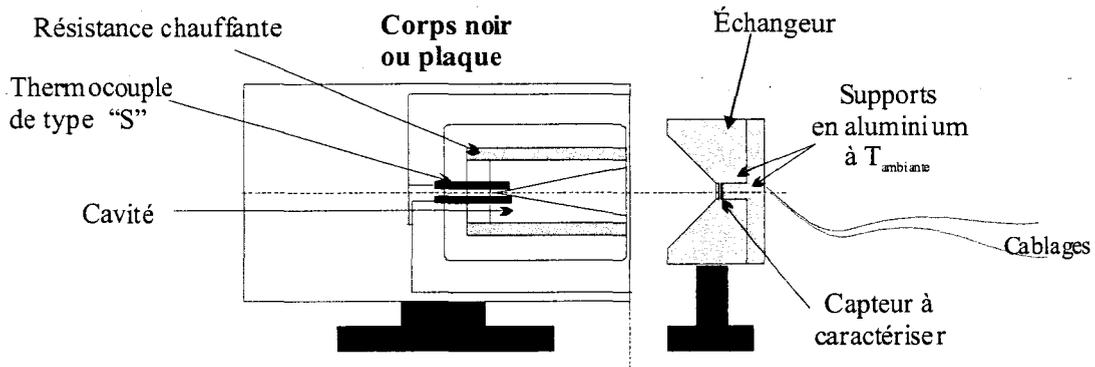


Figure IV. 26 : Banc d'étalonnage utilisé pour les mesures rapides de sensibilité

Ce banc d'étalonnage est composé des éléments suivants:

- un ensemble en aluminium constitué de deux blocs (Figure IV. 27). L'un sert de support pour le capteur à étalonner et l'autre est un circuit de refroidissement permettant de maintenir la température de référence constante pendant la mesure,

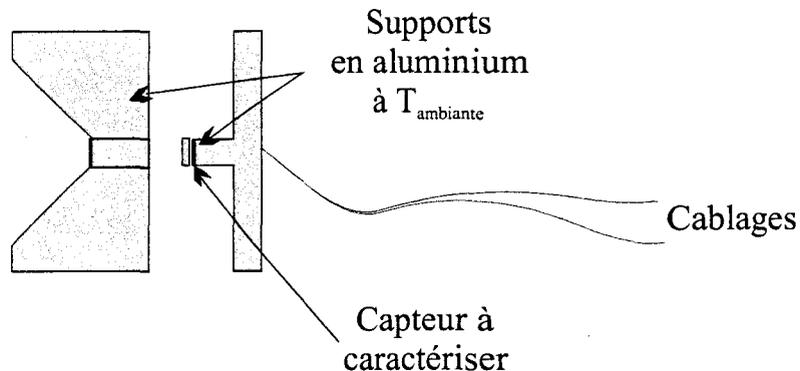


Figure IV. 27 : Blocs supports du système d'étalonnage rapide

- une source de rayonnement infrarouge : un *corps noir* et une *plaque chauffante* recouverte d'un revêtement noir d'émissivité $\varepsilon \approx 0,97$ comme dans le cas de la "boîte hermétique" décrite précédemment.

1. Support et circuit de refroidissement pour le capteur

1.a Circuit de refroidissement

C'est un échangeur constitué de deux blocs en aluminium en contact l'un avec l'autre. Le choix de ce matériau est lié d'une part à sa conductivité thermique très importante ($237 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$), et d'autre part à sa réflectivité importante (Figure III.44). Le premier élément comporte des serpentins circulaires usinés dans un cylindre d'aluminium comme le montre la Figure IV. 28.

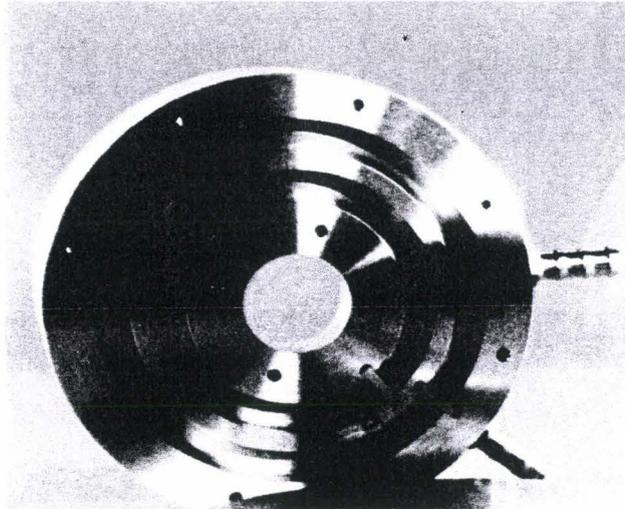


Figure IV. 28: Circuit de refroidissement

Le second bloc est un cône usiné dans un cylindre d'aluminium (Figure IV. 29). L'ouverture de ce dernier est étroitement liée à l'angle d'ouverture maximum du capteur (Figure IV. 30) dont la méthode d'évaluation est présentée au **paragraphe C.II**. Cette forme conique permet d'isoler le capteur de l'environnement extérieur. Ainsi au cours de la mesure, il n'est donc pas soumis à des perturbations convectives. La partie interne de cette structure est polie de manière à présenter l'émissivité la plus faible possible. Il est alors raisonnable de considérer l'absorption au niveau du cône réflecteur comme négligeable à cause du degré de poli et de la réflectivité de l'aluminium.

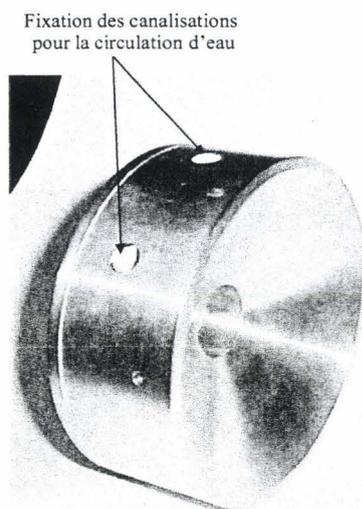


Figure IV. 29 : Cône support du montage de mesure la sensibilité

De part la géométrie de cette structure, un rayon incident issu de la source chaude se dirige soit directement vers le capteur, soit est renvoyé après de nombreuses réflexions spéculaires vers la plaque. Il est alors raisonnable de considérer qu'au moins 95 % du rayonnement incident arrive sur le capteur. Cette approximation reste valable tant qu'il n'y a pas de changement des conditions expérimentales.

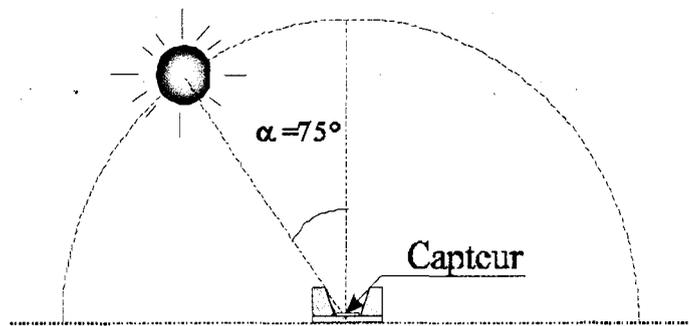


Figure IV. 30 : Ouverture du cône du système d'étalonnage rapide

L'étanchéité entre les deux blocs du circuit de refroidissement et au niveau des joints des canalisations est assurée avec du téflon. Cet échangeur fonctionne en circuit fermé avec un bac d'eau thermostaté d'une capacité de 30 litres.

1.b Le support du capteur

Le support du capteur (Figure IV. 31) est lui aussi en aluminium afin de maximiser le contact thermique avec le bloc échangeur. Au centre, des plots de contact sont fixés sur une pastille de cuivre pour faciliter le changement de capteurs et éviter le renouvellement des soudures à chaque mesure. Une graisse silicone conductrice thermique assure un contact thermique homogène entre le capteur et son support.

Les fils issus des contacts avec les plots d'accès du capteur sont ramenés à l'appareil de mesure par un trou fait dans le support. Un second trou dans l'axe du support permet la mesure de la température, à l'aide d'une sonde Pt 100, du support. De part les conditions expérimentales et les conductivités thermiques des matériaux cuivre et aluminium, on assimile la température du capteur à celle du support (la même que celle du bloc échangeur).



Figure IV. 31: Support du capteur

Une caractérisation spectrale des capteurs ¹⁶¹ est envisageable avec ce montage par adjonction de filtre infrarouge dans des bagues (Figure IV. 31) devant le capteur.

1.c Commentaires

La Figure IV. 32 montre une réduction de l'ouverture du "champ de vision" du capteur lorsque ce dernier est situé à la base du cône par rapport à une mesure "à nu" (§ C.II.1). Cette différence de diagramme de sensibilité s'explique en partie par les échanges radiatifs entre le cône et le capteur. En effet, l'émissivité de l'aluminium n'étant pas nulle, le cône absorbe une partie du rayonnement et interagit avec le capteur modifiant ainsi légèrement le diagramme de sensibilité.

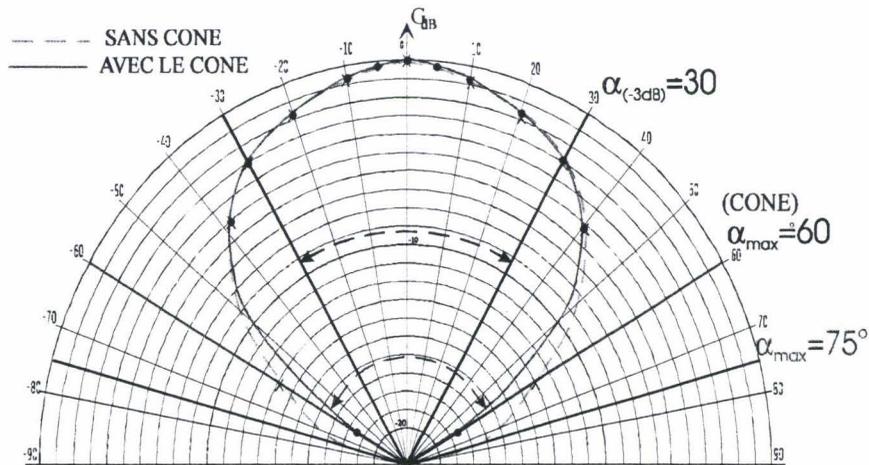


Figure IV. 32 : Diagramme de sensibilité du capteur dans le cône support

Cependant, cette perturbation est négligeable devant les nombreux avantages apportés par le cône. En effet, l'angle d'ouverture du cône ayant été choisi proche de l'angle maximum de sensibilité du capteur (75°), ce dernier protège le capteur contre l'environnement extérieur (rayonnement parasite) et permet un centrage aisé du capteur lors de son positionnement ^[51].

2. Sources de rayonnement infrarouge

Nous avons utilisé un corps noir et une plaque chauffante enduite d'une peinture noire d'émissivité connue ($\epsilon \approx 0,93$) et de noir de fumée ($\epsilon \approx 0,97$). Les mesures ont été principalement effectuées avec la plaque. Le corps noir a surtout servi pour le calibrage de la manipulation et les températures supérieures à 160°C .

2.a Le corps noir

Le corps noir est un objet idéal absorbant tout le rayonnement parvenant sur sa surface et émettant un rayonnement thermique maximum à toutes les longueurs d'onde du spectre infrarouge. En pratique, il est généralement constitué d'une cavité fermée aux parois absorbantes, percée d'un petit orifice par lequel arrive le rayonnement incident.

La Figure IV. 33 représente une vue en coupe d'un corps noir industriel. Ce type de corps noir est souvent utilisé pour étalonner les capteurs pyrométriques ^[Dt.31]. La vue d'ensemble du corps noir industriel utilisé pour nos mesures est illustrée sur la photographie de la Figure IV. 34.

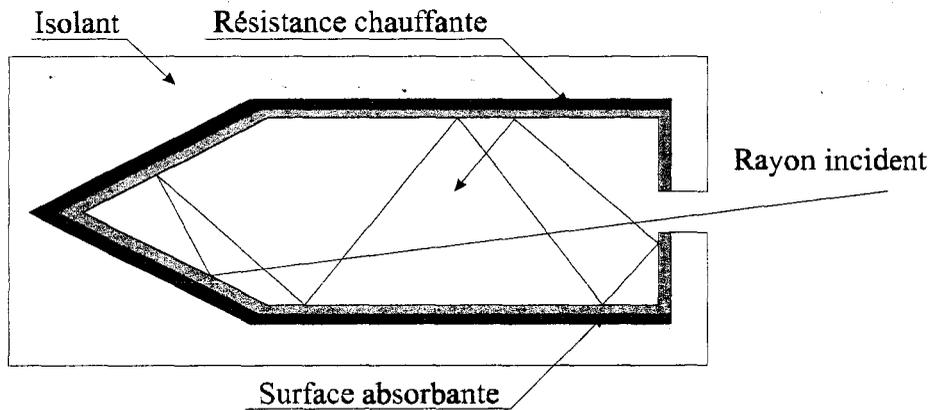


Figure IV. 33 : Principe de réalisation d'un corps noir

Le rayonnement entrant dans la cavité (20° d'ouverture, $10^{(2)}$) subit un grand nombre de réflexions au cours desquelles une grande partie de l'énergie est absorbée. Tout le rayonnement extérieur pénétrant dans la cavité est par conséquent intégralement absorbé. La cavité est réalisée en carbure de silicium traité pour présenter un revêtement uniforme de très grande émissivité. La grande émissivité de la surface et la géométrie de la cavité contribuent à obtenir une émissivité totale proche de l'unité ($\epsilon \approx 0,99$ ou plus).

L'ensemble de la cavité est chauffé uniformément au moyen d'une résistance chauffante conçue à cet effet. L'intensité du chauffage est contrôlée et régulée par un microprocesseur basé sur le principe du P.I.D. Une indication de la température de la cavité est fournie par un thermocouple de type "S" (platine-platine 10% rhodium) présentant un taux d'erreur de l'ordre de 0,1%. Cette température est en permanence envoyée au contrôleur dans le microprocesseur pour l'affichage.

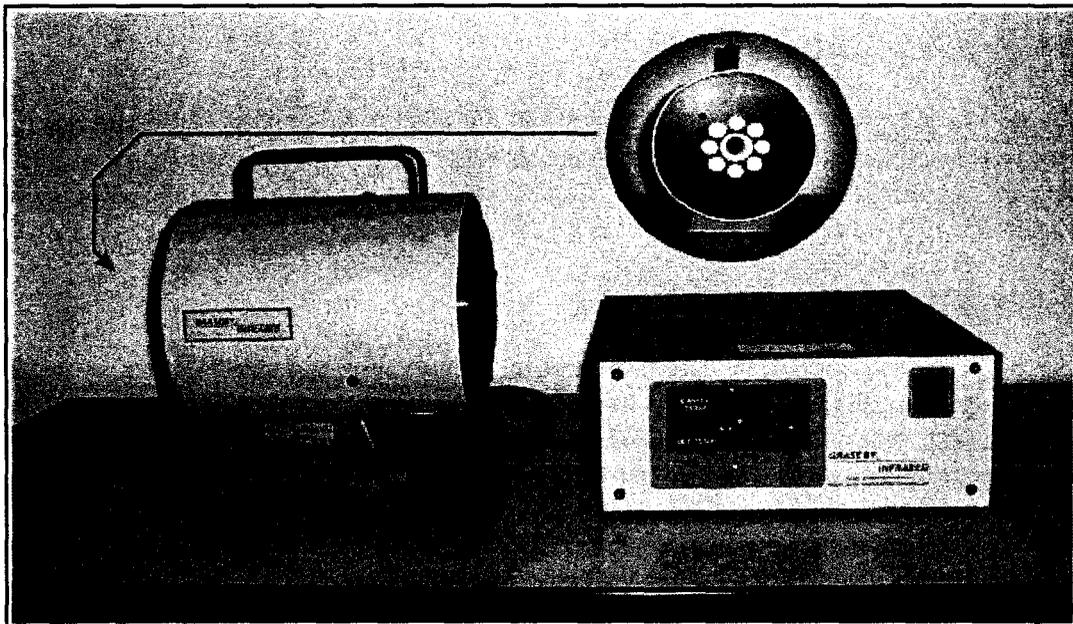


Figure IV. 34 : Corps noir commercialisé par la société GRASEBY™

Caractéristiques techniques du corps noir GRASEBY :

- domaine de température : 50 ° C à 1200 ° C
- résolution : 1 ° C
- stabilité : +/- 0,1% de la valeur désirée sur 24 heures
- éléments sensibles : thermocouples de type S (Pt_Pt 10% Rh)
- diamètre du cône : 25.4 mm (1 inch)
- émissivité de la cavité : 0.99 ±0,1%
- diaphragme : de 0.6 mm à 15.5 mm

2.b La plaque chauffante

La plaque utilisée permet de disposer d'une source de chaleur uniforme de 30 à 150 °C permettant au capteur de voir la même température en tout point de la source. Elle est conçue comme celle décrite au **paragraphe C.I.1.1** et un schéma de principe est présenté sur la Figure IV. 35.

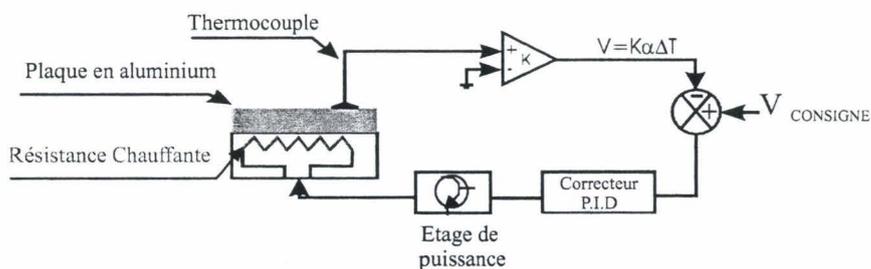


Figure IV. 35 : Schéma synoptique de la plaque chauffante

La Figure IV. 36 montre la réalisation pratique de la plaque chauffante et de son module d'alimentation. L'afficheur de la sonde Pt 100 au dos du support en aluminium du capteur est aussi monté sur ce module

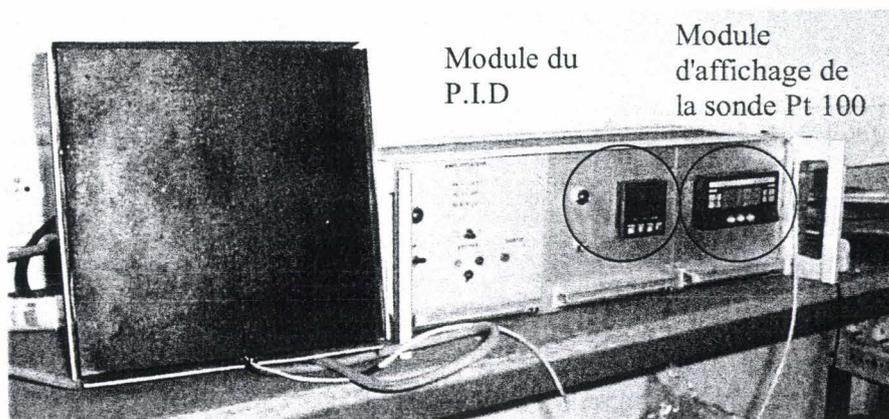


Figure IV. 36 : La plaque Chauffante et son module d'alimentation

C.I.2 Procédure d'étalonnage

C.I.2.1. Cas du système "hermétique"

Le radiomètre est collé sur l'échangeur (Figure IV. 37) à l'aide d'un fluide conducteur réduisant l'influence du contact thermique. Dans ces conditions, compte tenu de sa très faible épaisseur ($<0,2$ mm), sa température et celle de la plaque sont considérées comme identiques.

L'ensemble est maintenu fermé hermétiquement durant toute l'opération afin de limiter au minimum les courants de convection, perturbant le champ de température homogène. La plaque est portée à une température de $100\text{ }^{\circ}\text{C}$, valeur assurant une fém. significative tout en préservant l'élément chauffant. Le capteur est, quant à lui, maintenu à température ambiante ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$) à l'aide d'une circulation d'eau thermostatée provenant d'un circuit fermé d'une capacité de 30 litres assurant une température constante durant toute la phase de caractérisation.

La mise en œuvre du banc d'étalonnage demande une période d'environ 10 minutes durant laquelle la plaque chauffante et le plan de référence atteignent leur température de fonctionnement, respectivement de $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Une fois celles-ci stabilisées, la caractérisation ne demande que quelques minutes.

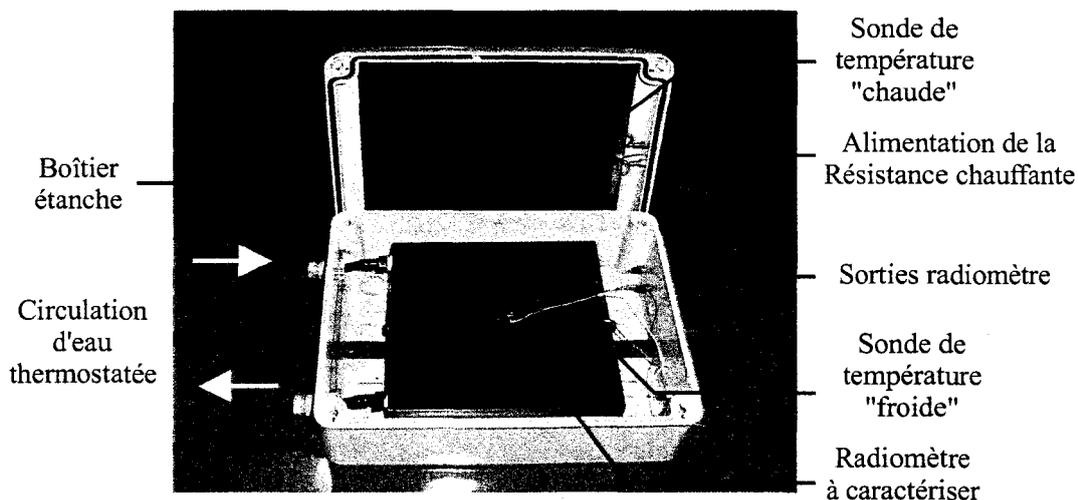


Figure IV. 37 : Photographie du banc d'étalonnage utilisé au laboratoire

C.I.2.2. Cas du système "rapide"

Le capteur est fixé sur son support (Figure IV. 31). Ce dernier est alors mis en contact avec le bloc échangeur (Figure IV. 38) afin d'homogénéiser la température de l'ensemble et porter celle du capteur à celle du bain, stabilisé entre 20 et $22\text{ }^{\circ}\text{C}$.

La source de rayonnement infrarouge (corps noir ou plaque chauffante) est alors placée devant l'ensemble du bloc support et la mesure du signal de sortie à cette sollicitation est effectuée avec un voltmètre ou un microvoltmètre.

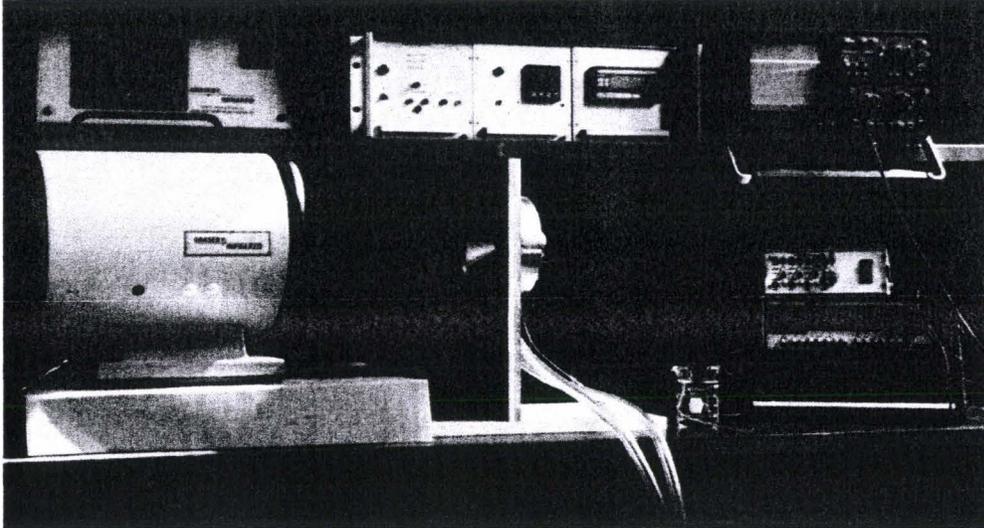


Figure IV. 38 : Montage pour les mesures avec le corps noir

La source infrarouge est placée de façon à ce que l'ensemble source_captteur soit dans les conditions d'influence totale soit $F_{cp} \approx 1$ [annexe 3]. La mesure ne dépend alors que de la température de la source, de celle du capteur et de son émissivité.

Lorsque le signal de sortie est recueilli par un voltmètre, il est au préalable amplifié avec un gain 1000 avec les mesures de protection nécessaires à la conservation (blindage choix de l'amplificateur...) de la qualité du signal.

C.I.2.3 Définition de la sensibilité d'un capteur

Lorsque le capteur se trouve dans des conditions idéales de l'influence totale², la relation donnant la fém. aux bornes du capteur en fonction de la température s'écrit :

$$V_c = S(\varepsilon_c) \sigma \cdot (T_p^4 - T_c^4) \quad (\text{V}) \quad \text{Eq. [IV.1]}$$

où V_c et la tension de sortie du capteur,

T_p et T_c : les températures de la plaque (source) et du Capteur,

σ : La constante de Stefan-Boltzmann $\sigma = 5,68 \cdot 10^{-8} \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$,

$S(\varepsilon_c)$: la sensibilité du capteur exprimée en $\mu\text{V}/(\text{W.m}^{-2})$.

La détermination de la grandeur S caractérisant le capteur à partir de cette relation, nécessite la connaissance de l'émissivité ε_c équivalente au plan du radiomètre. La description de la réalisation du radiomètre fait apparaître le collecteur comme une structure composée d'une alternance de bandes absorbantes et réfléchissantes. Intuitivement, il est raisonnable de considérer que l'émissivité moyenne de ce capteur est de 0,5. Une étude menée par F.Polet^[5] a permis de quantifier cette approche qualitative et montre aussi que cette structure avait peu ou pas d'influence sur le calcul du facteur de forme [annexe 3].

² La distance séparant les deux plaques est imposée relativement faible ($D < 1\text{cm}$) ou dans la situation du cône par rapport au corps noir la plaque chauffante.

C.I.2.4 Quelques exemples de résultats de mesure de sensibilité

1. Mesure de la sensibilité

La mesure de la sensibilité avec la "boite hermétique" est plus robuste et plus fiable. Il nous fallait cependant évaluer l'erreur commise par le procédé de mesure rapide de la sensibilité par rapport à ce dernier. Les mêmes capteurs (réalisation décrite au **paragraphe D.II du chapitre 3**) ont été utilisés avec les deux procédures d'étalonnage décrites précédemment pour différents points de mesure avec des températures de source comprises entre 20 et 100 °C. La Figure IV. 39 illustre un exemple de résultats pour un capteur réalisé sur substrat Kapton.

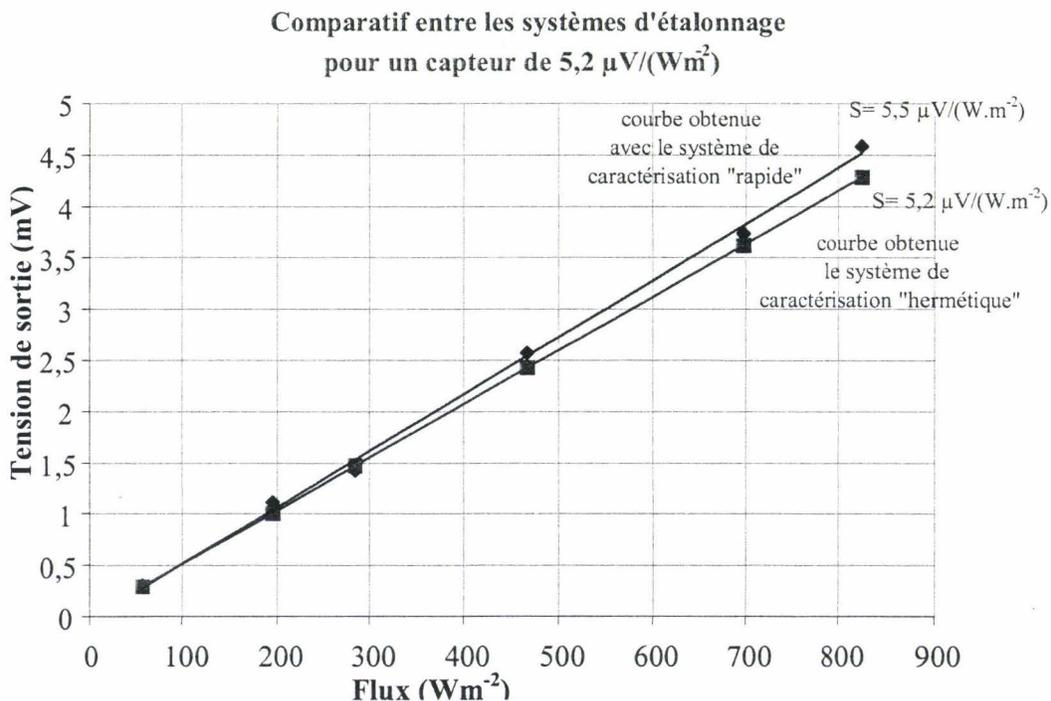


Figure IV. 39 : Comparaisons des tracés d'étalonnage d'un radiomètre A.D.D. avec les deux systèmes de mesure de la sensibilité

Les différences de mesures (et le calcul de la sensibilité) n'excèdent pas 10 % pour le système d'étalonnage "rapide" par rapport au système hermétique. Nous considérons cet écart acceptable pour une mesure en fin de process visant à donner une idée assez précise de la sensibilité des capteurs.

La Figure IV. 40 présente les courbes d'étalonnage effectué avec le montage de mesures "rapides" pour un ensemble de réalisations type effectuées au cours de nos travaux.

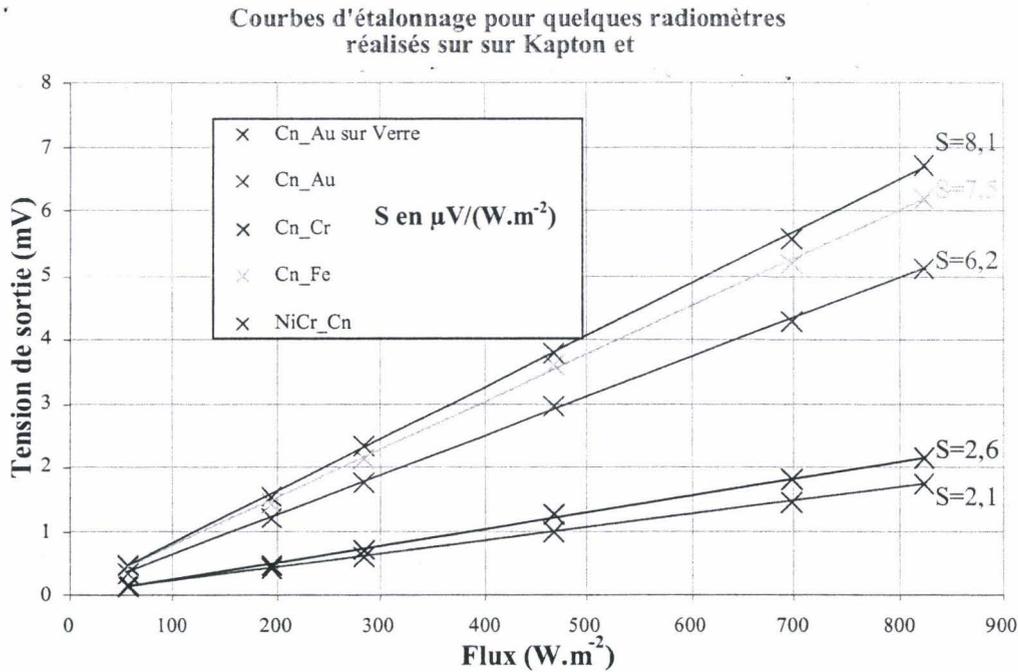


Figure IV. 40 : Courbes d'étalonnage pour quelques capteurs sur verre et sur Kapton

La Figure IV. 39 et la Figure IV. 40 permettent de rendre compte de la linéarité des radiomètres A.D.D. par rapport l'application industrielle visée (température de la source inférieure à 150 °C) : la détection de l'humain dans un milieu industriel. Cette linéarité résulte, notamment, de la faible différence de température affectant la structure entre les jonctions chaudes et les jonctions froides, typiquement de l'ordre de 0,2 °C/kW.m⁻².

2. Précision sur la mesure de la sensibilité

En déduisant l'expression de la sensibilité de la relation [IV.1], le calcul d'incertitude en employant la méthode de la dérivée logarithmique conduit à la relation suivante :

$$\frac{\Delta S}{S} = \frac{\Delta V}{V} + 4 \frac{T_p^3 - T_c^3}{T_p^4 - T_c^4} \Delta T \quad (\emptyset) \quad \text{Eq. [IV.2]}$$

Compte tenu de la résistance de contact non nulle, la précision sur la mesure des températures (pour la source et le capteur) est de l'ordre de 1 °C dans la gamme [30 °C... 150 °C]. L'erreur sur la lecture de la tension est de 100 µV sur le microvoltmètre. Dans ces conditions, l'erreur commise est au plus de 7 %.

A titre d'exemple pour le calcul de l'erreur commise, nous explicitons celui du quatrième point de mesure de la courbe obtenue avec "le système de caractérisation hermétique" sur la

Figure IV. 39 . Ainsi nous obtenons :

$$\frac{\Delta S}{S} = \frac{0,1}{2,42} + 4 \frac{353^3 - 293^3}{353^4 - 295^4} = 0,048, \text{ soit } 4,8\%.$$

3. Evolution de la sensibilité vis-à-vis de la température du capteur

Afin d'évaluer la linéarité de la réponse du radiomètre en fonction de la température, une deuxième procédure de mesure a été réalisée sur quelques échantillons, avec le système "hermétique", en maintenant pour chaque point de mesure, la différence $(T_p^4 - T_c^4)$ constante ; ainsi le suivi du relevé de la fém. aux bornes de ces derniers renseigne directement sur l'éventuelle dérive de la sensibilité du radiomètre.

La stabilité de la sensibilité globale du capteur est mise en évidence sur la Figure IV. 41 pour une gamme de température pour le capteur s'étalant sur l'intervalle [20 à 80 °C]. Cette stabilité est intrinsèquement liée aux faibles différences de température entre les jonctions chaudes et les jonctions froides caractérisant la structure A.D.D. ^[5].

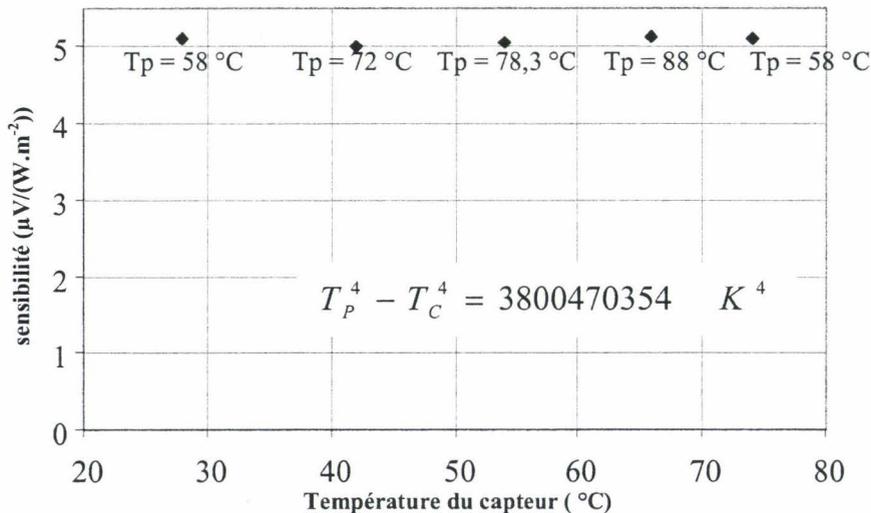


Figure IV. 41 : Evolution de la sensibilité vis-à-vis de la température du capteur sur substrat Kapton

C.II. Détermination du diagramme de rayonnement

Le diagramme de rayonnement permet de déterminer l'angle d'ouverture optique des capteurs. Le plus fréquemment, le diagramme constitue une majoration de l'angle réellement utilisé, compte tenu d'une protection latérale du champ imposé au profit de la détectivité spécifique ^{[7], [8]}. Pour la détection de l'humain, dans le cadre des applications à réaliser par Jay électronique, la connaissance du diagramme permet de déterminer l'orientation dans l'espace à donner au capteur ainsi que la distance maximale séparant le capteur et la cible, conduisant à une mesure fiable du rayonnement infrarouge incident. Ce diagramme permet aussi d'envisager l'introduction éventuelle d'une lentille de Fresnel devant le capteur si l'application l'exige.

C.II.1 Détermination globale à deux dimensions

Le système utilisé est constitué d'une plaque massive en aluminium, assurant à la fois la stabilité mécanique de l'ensemble de part sa masse, et le rôle de puits thermique en maintenant le capteur en condition isotherme durant tout le processus de mesure. Cette caractéristique constitue une nette amélioration vis-à-vis des montages de l'art antérieur^[4], affectés d'une dérive lente observable en régime permanent.

La source infrarouge est réalisée à l'aide d'une ampoule halogène de moyenne puissance (100 W), dont le filament de tungstène, porté à environ 2000 °C, donne un maximum d'émission vers 1 μm. L'enveloppe en quartz constituant l'ampoule contribue, elle aussi, à une part de l'énergie rayonnée. Elle est portée à moyenne température (environ 200 °C), le maximum d'émission se situant vers 6 μm. Ces deux émissions combinées assurent que la majeure partie de l'énergie rayonnée se trouve dans la fenêtre spectrale^[1] de sensibilité du capteur.

Le schéma du système complet est décrit sur la Figure IV. 42.

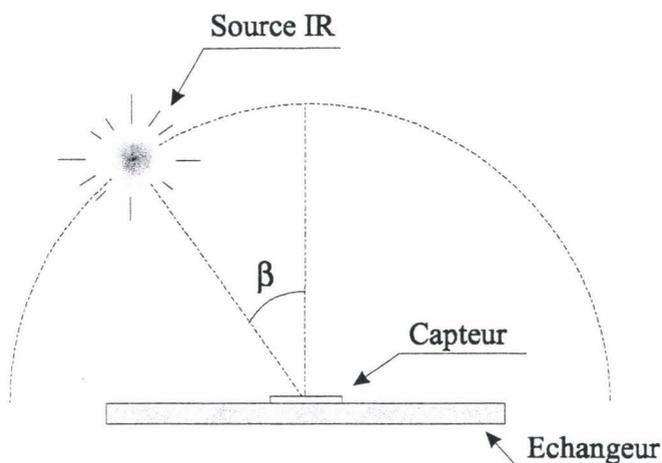


Figure IV. 42 : Diagramme de rayonnement

Compte tenu de l'aspect énergétique des grandeurs caractérisées, l'atténuation G_{dB} est définie par l'expression :

$$G_{dB} = 10 \cdot \text{Log} \frac{V(\beta)}{V(\beta = 0)} \quad (\text{dB}) \quad [\text{IV.3}]$$

où $V(\beta)$ correspond à la tension mesurée aux bornes du capteur lorsque la source fait un angle par rapport à la verticale, conformément à la figure ci-dessus.

La détermination du diagramme est effectuée avec un balayage selon l'angle β par rapport à l'élément sensible et la Figure IV. 43 illustre les résultats obtenus pour différents types de radiomètre.

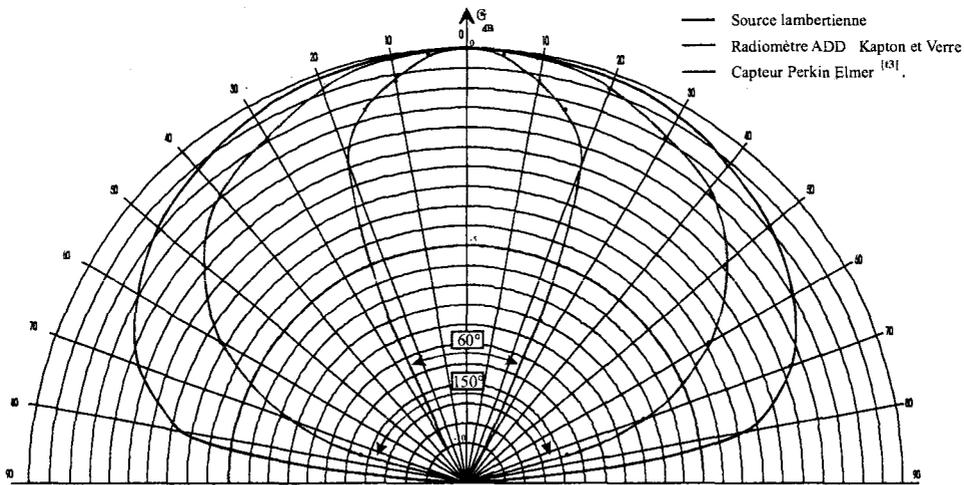


Figure IV. 43 : Diagramme d'influence de divers radiomètres thermiques

L'allure du diagramme de rayonnement du capteur DTS n'est pas illustrée sur la figure ci-dessus car elle est très proche des radiomètres que nous avons réalisés. Les différents diagrammes obtenus sur la Figure IV. 43 illustrent une différence importante entre les deux familles de capteurs. Les détecteurs **Perkin Elmer**^{[19],[31]} sont affectés d'un angle de visée plus pointu, puisque l'angle du cône de rayonnement n'excède pas 60°, alors qu'il atteint 150° pour le radiomètre à absorption différentielle distribuée^{[19], [10]}. Cette différence réside essentiellement dans la présence du boîtier dont la fenêtre de protection limite l'angle de vue afin de présenter une meilleure caractéristique de détectivité spécifique^[7].

C.II.2 Diagramme polaire à trois dimensions

Afin d'évaluer le comportement d'un radiomètre en conditions réelles de détection, nous avons étendu les résultats précédents à la prise en compte de deux degrés de liberté caractérisant la source ponctuelle. Ainsi, le tracé précédemment établi a été reconduit pour différentes positions angulaires en site et azimuth du capteur par rapport à l'axe de balayage de la source chaude, conformément aux Figures IV.44 et IV.45.

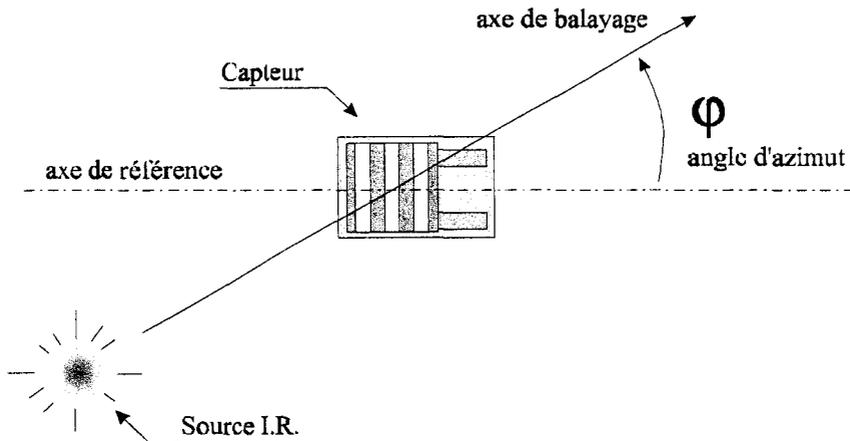


Figure IV. 44 : Diagramme de rayonnement à 2 dimensions

Une vue globale du système de caractérisation utilisé est représentée sur la Figure IV. 44, indiquant les différents angles ainsi que les positions relatives de la source IR et du radiomètre à caractériser. Sur cette photographie, l'ampoule (source IR) est sous-alimentée afin de permettre une vue détaillée des éléments.

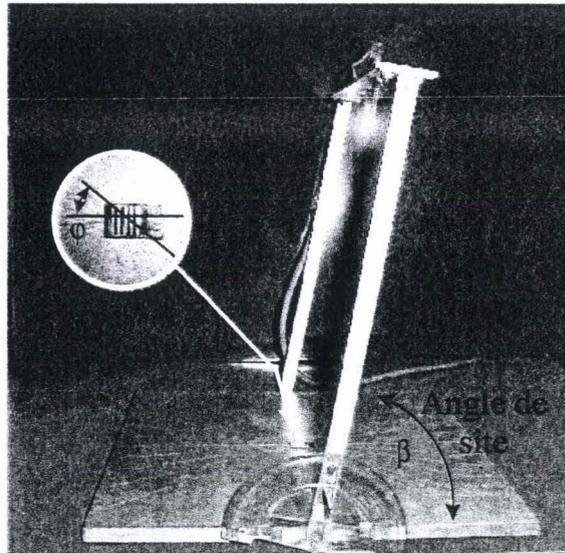


Figure IV. 45 : Photographie du banc de caractérisation du diagramme de rayonnement ^[5]

Les résultats obtenus à l'aide de ce système, et pour nos réalisations uniquement, sont reportés sur le diagramme polaire représenté ci-dessous.

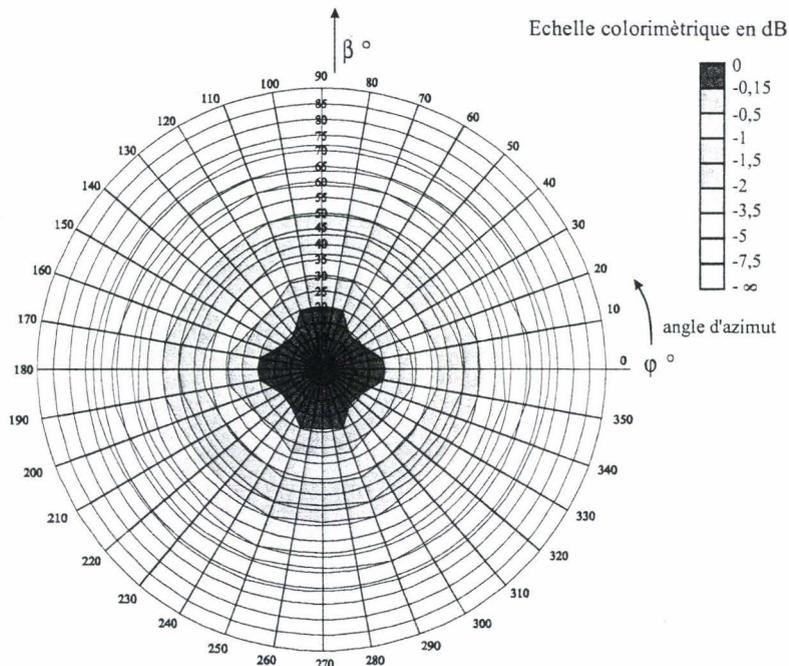


Figure IV. 46 : Diagramme polaire projeté de la sensibilité d'un radiomètre A.D.D.

Remarques :

Les résultats reportés sur le diagramme de la Figure IV. 46 indiquent, qu'en pratique, les radiomètres A.D.D. réalisés au laboratoire sont sensibles à l'énergie rayonnée provenant d'une surface sensiblement circulaire.

C.III Mesures du temps de réponse

Le dispositif réalisé au laboratoire, dont un schéma de principe est présenté sur la Figure IV. 47, permet de mesurer le temps de réponses d'un radiomètre ou d'un capteur thermique soumis à un indice d'éclairement énergétique. Son fonctionnement repose sur le principe classique d'un rideau obturateur mécanique utilisé pour la photographie, aussi appelé "guillotine" (Figure IV. 48). Ce mécanisme permet de soumettre le capteur à une variation brutale du flux de type créneau et de mesurer le temps de montée du signal de sortie du capteur, évoluant typiquement de la dizaine à la centaine de millisecondes.

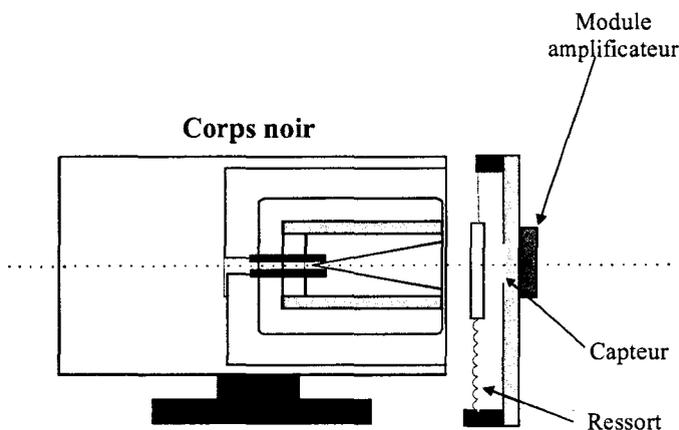


Figure IV. 47 : Schéma du principe de la mesure du temps de réponse

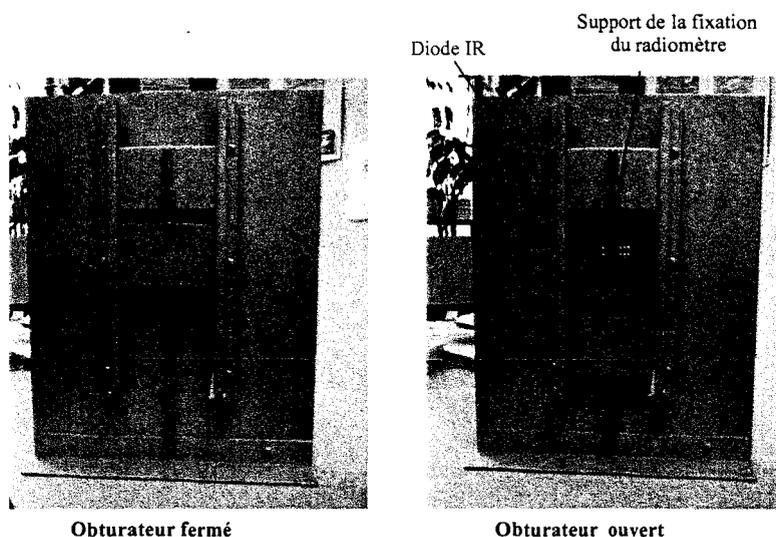


Figure IV. 48 : Rideau mécanique destiné à la mesure comparée du temps de réponse des radiomètres

Pour les mesures, l'amplification du thermosignal obtenu est assurée par un amplificateur rapide (LT 537 ou LT 1028, $\tau_{\text{ampli}} = 75 \mu\text{s}$). Par ailleurs, une diode infrarouge (Figure IV. 48) a été montée sur la face avant du mécanisme obturateur pour déterminer le temps de réponse de ce système mécanique. Le schéma de principe de cette mesure est illustré sur la Figure IV. 49.

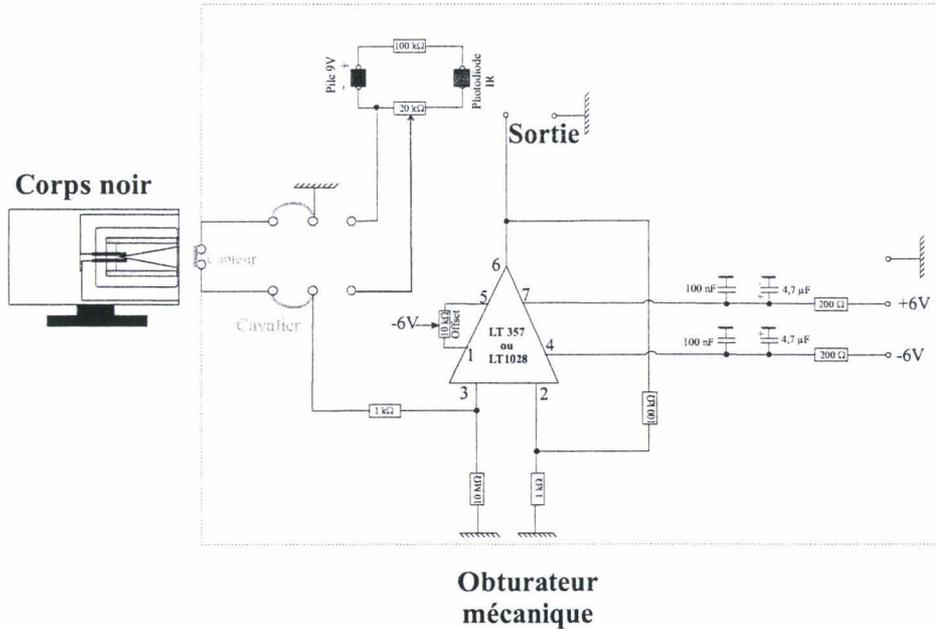


Figure IV. 49 : Montage de la mesure du temps de réponse total du système

Ce montage ainsi que les données "constructeur" des composants permettent alors de résumer les caractéristiques essentielles du système de caractérisation en régime transitoire dans le Tableau IV. 17 :

Caractéristiques du rideau mécanique	
τ_{rideau}	$2 \pm 0,2 \text{ ms}$
τ_{ampli}	$75 \mu\text{s} \text{ à } 5\%$
G_{ampli}	100 ± 2

Tableau IV. 17 : Caractéristiques dynamiques du rideau mécanique

Nous avons effectué des mesures de temps de réponse à 90% pour les radiomètres DTS, et IEMN (sur verre et sur Kapton) et les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant :

Capteur	$\tau_{90\%}$
IEMN sur verre	$13 \text{ ms} \pm 1$
IEMN sur Kapton	$16 \text{ ms} \pm 1$
Perkin Elmer TPS 424	$25\text{-}60 \text{ ms}^3$
DTS	$22 \text{ ms} \pm 1$

Tableau IV. 18 : Temps de réponse mesurés pour différents capteurs

³ D'après la documentation technique de Perkin Elmer

Le temps de réponse des radiomètres développés au laboratoire est de 30 à 40 % plus court que celui des structures comparables existantes sur le marché. Cela permet d'envisager leur utilisation dans des applications de détection de phénomènes plus rapides comme le passage d'un objet évoluant à vitesse réduite (6 Km/h) : le passage d'une personne devant une porte automatique. Ce type de radiomètre est donc applicable vis-à-vis de la prévention d'accident. Par exemple dans les transports si pour une raison quelconque, une personne reste bloquée, le système pourra toujours détecter sa présence tant sa température sera différente du bruit de fond thermique et donc ne pas entraîner une fermeture des portes. En pratique, un tel automatisme devrait reposer sur plusieurs informations conjuguées, en provenance de plusieurs technologies de capteurs, la décision "fermeture" résultant d'un traitement par logique floue ^[14].

C.IV Valeurs typiques mesurées pour diverses technologies de radiomètres

1. Présentations des radiomètres industriels

Nous avons, en plus des capteurs réalisés au cours de nos travaux, caractérisé deux types de capteurs existants dans le commerce et reposant sur des structures de type thermopile :

- la thermopile TPS 424 de **Perkin Elmer** (anciennement **EG&G Heimann**)

C'est une thermopile dont les thermoéléments chauds sont regroupés et disposés sur une membrane comme celle décrite sur la Figure IV. 50.

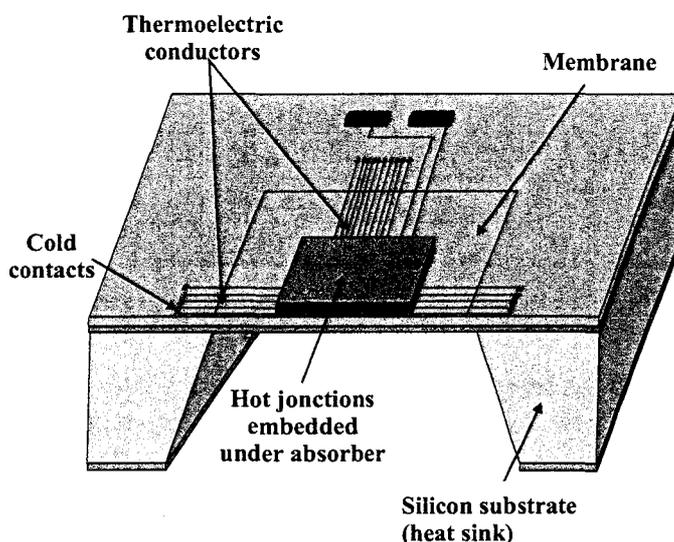


Figure IV. 50 : Schéma de la thermopile sur membrane de Perkin Elmer ^[Dt.3]

Cette structure membranaire exige, pour l'obtention des performances maximales, une encapsulation. Pour nos mesures, nous avons cependant ouvert le boîtier pour permettre une meilleure comparaison entre les différents capteurs. La figure ci-dessous montre l'aspect de la thermopile sur membrane une fois le boîtier TO5 ouvert.

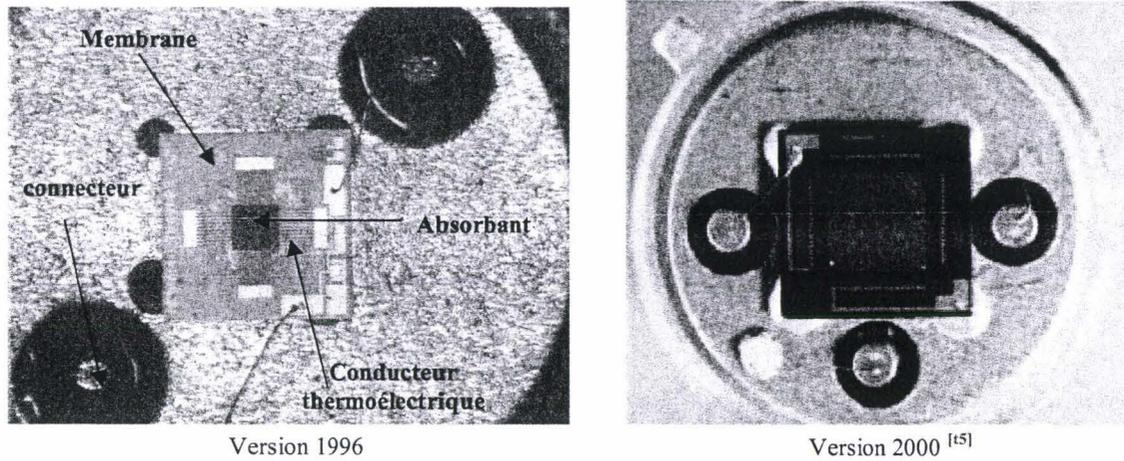


Figure IV. 51 : Thermopile Perkin Elmer sans le boîtier TO5 ^{[Dt.3], [Dt.5]}

- le Radiomètre de la société D.T.S.

C'est un radiomètre compact de type A.D.D. muni d'un couple thermoélectrique constitué de tellure de Bismuth et d'antimoine⁴ (Figure IV. 52).



Figure IV. 52 : Radiomètres DTS ^[Dt.4]

Sa thermopile est en conformation "bout à bout" pour des largeurs de pistes de 40 µm environ comme l'illustre la Figure IV. 53. L'intégration et les paramètres dimensionnels des thermoéléments ne sont cependant pas optimisés.

⁴ N₂(Bi_{1-x}Sb_x)Te₃ n/p d'après la documentation technique de D.T.S GmbH, Δα≈380 µV/K

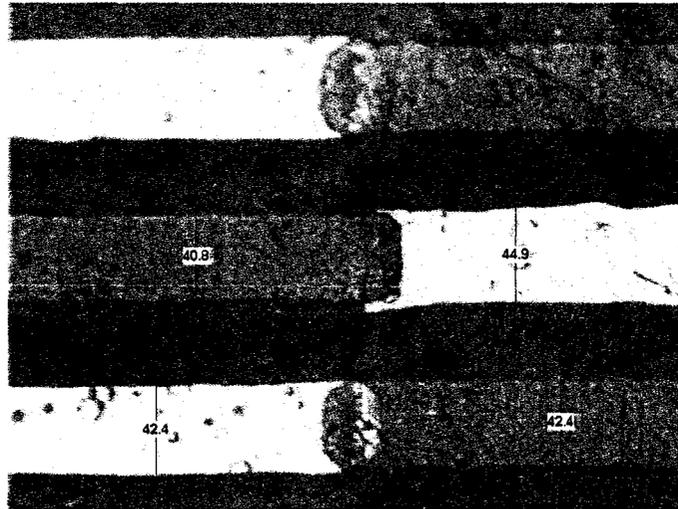


Figure IV. 53 : Détails de la thermopile du radiomètre D.T.S en conformation "bout à bout"

2. Synthèse des valeurs calculées et mesurées

Les caractérisations effectuées pour les différents capteurs disponibles ayant servi de comparaison sont résumées dans le tableau suivant :

Capteurs	S ($\mu\text{V}/\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$)	R ($\text{k}\Omega$)	NEPD _(20^\circ\text{C}) ($\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$)	NETD (mK)	Temps de réponse (ms)	Dynamique (dB)
T=20 °C						
A	2,5 ±0,2	50	11,3.10 ⁻³	1,98	13	80
B	4±0,2 à 8 ±0,5	53	3,8.10 ⁻³	1,98	16	85
C	3±0,2	85	13,95.10 ⁻³	2,1	14	77
C'	12±0,5	340	6.18.10 ⁻³	1.07	14	82
D	3,5 ±0,3	45	7,7.10 ⁻³	1,35	25-60	70
E	9,8 ±0,4	70	3,5.10 ⁻³	0,59	22	78

Avec les équivalences suivantes :

- A. Radiomètres A.D.D. (Cn_Au) réalisés sur support en verre
- B. Radiomètres A.D.D. réalisés sur support en Kapton (Cn_Au, Cn_Fe, NiCr_Cn)
- C Radiomètres matricés 2x2 (mesures et calculs pour **une cellule**)
- C' Radiomètres matricés 2x2 (mesures et calculs pour **les 4 cellules en série**)
- D. Thermopile **Perkin Elmer** (TPS 434) ^[Dt.3]
- E. Thermopile **DTS** ^[Dt.4]

En vert les données obtenues par le calcul

Tableau IV. 19 : Caractéristiques des radiomètres étudiés

Dans le tableau ci-dessus, pour les capteurs A,B, C et C', les valeurs des sensibilités, des résistances et des temps de réponses résultent de moyennes obtenues, pour chacun des types précités, à partir d'une quinzaine de capteurs provenant d'au moins trois lots de fabrication différents.

3. Discussions

La sensibilité et temps de réponse :

Les meilleures sensibilités obtenues avec les réalisations non matricées restent insuffisantes (au plus $8 \mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$) quant à la détection de l'humain visée par Jay Electronique. Le passage à une matrice 2×2 a permis de pallier cette insuffisance. En effet, les résultats obtenus avec cette version des radiomètres A.D.D. présentent, lorsque les quatre cellules sont associées en série, une sensibilité moyenne d'environ $12 \mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$. Ces résultats sont meilleurs que ceux des thermopiles industriels Perkin Elmer ($3,5 \mu\text{V}/\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$) et DTS ($9,8 \mu\text{V}/\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$) avec des temps de réponse de 25 à 80 % plus rapides.

Remarque:

Les sensibilités de nos réalisations pourront être encore améliorées d'un facteur 2 en remplaçant, au niveau du collecteur, le matériau absorbant par un matériau présentant, une absorptivité moyenne dans la bande spectrale [$5 \mu\text{m} \dots 20 \mu\text{m}$] supérieure ou égale à 90% .

Dynamique de mesure et impédance des radiomètres :

Nous rappelons que la dynamique de mesure s'exprime en décibels en utilisant la relation

$$Dy_r = 10 \cdot \log_{10} \frac{\varphi_{\max}}{NEPD_{(1\text{Hz}, T_{\max})}} \quad (\text{dB})$$

où φ_{\max} désigne la densité maximale de puissance admissible par un capteur dont la face arrière est supposée maintenue à 300 K, pour Δf unité.

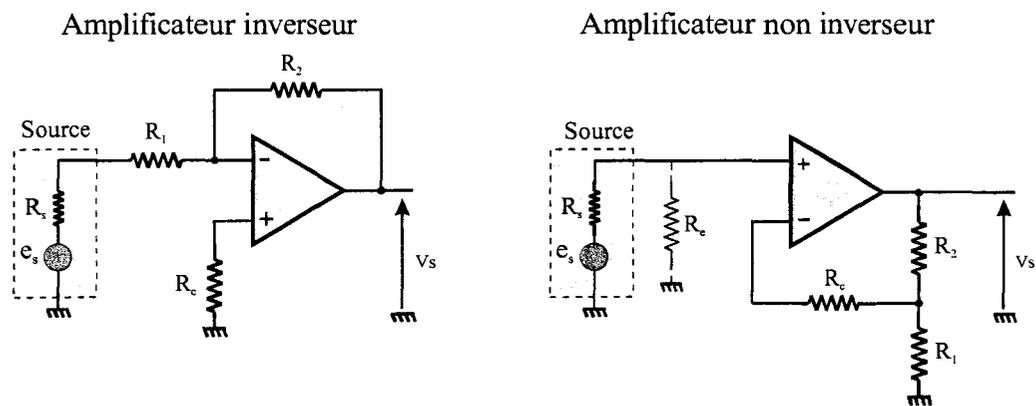
Nos réalisations, lorsque la face inférieure du substrat est maintenue sur un puits thermique à $T_0 = 300 \text{ K}$ par exemple, supportent une densité de puissance incidente de $1 \text{ MW}/\text{m}^2$. Une telle sollicitation a pour effet d'élever la température du revêtement collecteur aux environs de $320 \text{ }^\circ\text{C}$ sans endommager le radiomètre. Nous avons donc considéré cette valeur de flux incident comme le flux maximum supporté par nos radiomètres.

Les réalisations classiques (thermopile monté sur un membrane) comme les radiomètres Perkin Elmer présentent généralement des dynamiques de mesure toujours inférieures à 75 dB comme l'atteste les travaux de Il Hyun Choi et Kensall D. Wise ^[12] évoqué au premier chapitre. En effet, leurs réalisations sont affectées d'une dynamique de 55 dB pour un $NEPD_{(1\text{Hz})} = 1,5 \cdot 10^{-5} \text{ W}/\text{cm}^2$, avec $\varphi_{\max} = 50 \text{ kW}/\text{m}^2$.

En revanche, comme le montre le Tableau IV. 19, les radiomètres A.D.D. réalisés au laboratoire, tout comme les structures DTS, présentent une dynamique supérieure à 75 dB compte tenu de leur structure cohésive : cette dernière propriété leur permet de rester opérationnels entre des conditions de vide absolu et de forte pression. Des validations en condition explosive devront être effectuées en vue d'éventuels en vue de l'industrialisation et d'éventuelles applications dans les domaines militaire et aérospatial.

Dynamique de mesure et impédance des radiomètres :

La résistance électrique des capteurs de type A et ceux de type B réalisés au laboratoire est d'environ 55 kΩ et reste inférieure à 100 kΩ tout comme ceux des capteurs DTS et Perkin Elmer (respectivement 70 kΩ et 85 kΩ). La version matriciée présente une résistance moyenne de 85 kΩ par cellule. Elle est cependant d'environ 350 kΩ lorsque l'on considère une association en sérié des différentes cellules. La limite des 100 kΩ est imposée par la nécessité du conditionnement du signal pour l'intégration du capteur dans un système électronique. Cette étape est fortement dépendante de l'impédance d'entrée R_e de l'amplificateur en utilisant l'un des deux circuits illustrés sur la Figure IV. 54.



Pour $R_e=0$, la tension de sortie s'exprime:

$$V_s = -\frac{R_2}{R_1} \left[e_s + \underbrace{(R_s + R_1) \cdot i_b + \frac{R_1 + R_2}{R_2} e_{off}}_{V_d} \right]$$

(a)

Pour $R_e=0$ la tension de sortie s'exprime :

$$V_s = \frac{R_2}{R_1 + R_2} \left[e_s + \underbrace{R_s i_b + e_{off}}_{V_d} \right]$$

(b)

Figure IV. 54: Montages amplificateurs inverseur(a) et non-inverseur (b)⁵

En effet, les faibles signaux issus du radiomètre (de quelques μV à quelques mV) doivent être fortement amplifiés avant de pouvoir être exploités par un système quel qu'il soit. L'étage amplificateur doit être conçu avec grand soin, car de ses qualités dépend la qualité des signaux obtenus, et à traiter, en vue d'une levée de doute quant à la présence d'une personne dans une zone dite "dangereuse". Les valeurs significatives de gain (environ 1000) nécessaire pour ces types de montage, ne peuvent être aisément réalisées que par le biais d'amplificateurs

⁵ Dans ces expressions, i_b est le courant de polarisation issu des entrées du circuit intégré (valeur typique 10 à 20 nA), e_{off} représente la tension de décalage interne rapportée sur l'entrée positive (valeur typique entre 10 μV et 1 mV). L'ensemble des perturbations relatives à ces deux grandeurs est noté V_d .

Valeurs typiques des résistances pour un gain 1000 : $R_2/R_1 \# 1000$

opérationnels, composant les plus aptes à garantir simplement à la fois une grande résistance d'entrée et un grand gain.

Le choix de la valeur R_e dépend alors principalement de l'erreur admise et des contraintes de charge tolérées par la source. Des travaux récents au laboratoire ^[5] ont montré que le montage le plus adapté pour le conditionnement de ces types de signaux, compte tenu des résistances de nos réalisations, est le montage amplificateur non-inverseur. Il est à noter que pour la version matricée une amplification par cellule devra être réalisée car la somme des résistances dépasse largement 100 k Ω .

Le choix d'une impédance d'entrée relativement élevée est également nécessaire afin que l'amplificateur n'impose pas la circulation d'un courant trop important dans le capteur, entraînant inévitablement un échauffement de la thermopile par effet Joule ainsi qu'une perturbation de l'équilibre des thermojonctions par effet Peltier. Ces deux effets conjugués seraient susceptibles d'entraîner, au second ordre, une diminution de la valeur de la fém., induisant une diminution du signal détectée ou encore une erreur systématique sur l'évaluation de la sensibilité.

Bibliographie du chapitre 4

Bibliographie**Ouvrages généraux, articles et thèses**

- [1] **S. Sakly**, "Etude et réalisation de micro capteurs en technologie couches minces à structure distribuée périodique ", Thèse de doctorat, université de Lille, juin 1998
- [2] **A. B. De Vrient**, "La transmission de la chaleur, Vol. 2, Introduction au rayonnement thermique", Ed. gaëtan Morin, 1992
- [3] **M. Huetz Aubert**, "Rayonnement thermique des matériaux opaques", Technique de l'ingénieur, traité généraliste, A 1520
- [4] **E. Gaviot, P. Godts, S. Guths, D. Leclercq**, "Thin foil planar radiometer ; application for designing contactless ΔT sensor", Measurement Science and technology ,7 (1996), pp 489.494
- [5] **F. Polet**, "Etudes théorique et expérimentale de la radiométrie par à absorption différentielle distribuée appliquée au contrôle de températures sans contact", Thèse de doctorat, Université de Lille, juillet 1999.
- [6] **A. Ebongué**, "Conception et réalisation d'un banc d'étalonnage spectrale de capteurs radiatifs", Stage de DEA d'électronique, Université de Lille, juillet 1997
- [7] **G. Gaussorgues**, "La thermographie infrarouge", Ed. Tech & Doc, Lavoisier, Paris, 1983
- [8] **E.C. Magison**, "Temperature measurement in industry", Inst. Soc. of America, 1990.
- [9] **E. Gaviot, P. Godts, F. Polet, K. Ziouche, F. Raucoules, D. Leclercq**, "Distribution-patterned radiometers. A new paradigm for irradiance measurement", Congrès AEROSENSE , avril 1997, Orlando
- [10] **E. Gaviot, F. Polet, F. Raucoules, F. Brachelet**, "Planar differential radiometers : a quantitative approach for designing enhanced unit", Measurement Science and Technology, Vol. 10, Issue II, février 1999.
- [11] **H. Randrianarisoa**, "Etude et réalisation d'un banc de mesure pour capteurs de rayonnement infrarouge. Application à la caractérisation de microradiomètres", Thèse de doctorat, Université de Lille, décembre 1998.
- [12] **Il Hyun Choi, Kensall D Wise**, " A silicon-Thermopile-Based Infrared Sensing Array for use in Automated Manufacturing ", IEEE Trans. on Electron. Devices, , jan. 1986, Vol. ED-33, N°1
- [13] **J.F. Sacadura**, " Initiation aux transferts thermiques ", Ed. Tech & Doc, Lavoisier, Paris, 1993
- [14] **G.J Klir**, "Fuzzy sets", Ed. Diderot publisher, Art & sciences, Paris 1996

Ouvrages techniques

[Dt.1] www.astm.org

[Dt.2] Documentation technique sur le corps noir GRASEBY, www.graseby.com

[Dt.3] **GmbH PerkinElmer**, " Technical data for Heimann thermopiles TPS 424 & TPS 624-634 ", PerkinElmer Optoelectronics GmbH, www.perkinelmer.com

[Dt.4] **GmbH DTS**, « Gesellschaft zur Fertigung von Dünnschicht-Thermogenerator-Systemen mbH », D.T.S., D- 06118 Halle; Köthener Str.34. Measurements from Dr. Stölzer, Department of Physics, Martin-Luther- University

[Dt.5] **GmbH PerkinElmer** "Thermoelectric infrared sensors (thermopiles) for remote temperature measurements; pyrometry", Jürgen Schilz, PerkinElmer Optoelectronics GmbH, www.perkinelmer.com

Conclusion générale

L'objectif de ce travail de thèse a été la conception et la réalisation de microradiomètres ADD destinés à des applications industrielles sécuritaires conformes aux directives européennes PrEn 69496-4 du CENELEC et 89/392/CEE relatives à la sécurité des machines. Ces dernières imposent, pour un bon fonctionnement de ce type de système, une sensibilité minimale des détecteurs se traduisant, pour nos capteurs, par un seuil de $10 \mu\text{V}/\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$. Pour répondre à ces exigences, notre démarche s'est orientée vers des réalisations microtechnologiques compte tenu des études et des travaux antérieurs réalisés au laboratoire jusque 1997 portant sur les techniques classiques des circuits imprimés et la faisabilité de radiomètres en microtechnologie. L'approche microtechnologique présente le double intérêt d'être économiquement et technologiquement plus intéressante que les techniques classiques car elle assure une faible dispersion des performances des réalisations et une meilleure reproductibilité des procédés de fabrication. En effet, la possibilité de réalisation collective offerte par ces techniques permet une réduction appréciable des coûts dans l'optique d'une industrialisation à court terme du procédé de fabrication. Il est à noter par ailleurs que notre démarche s'inscrit dans une logique de compatibilité avec les exigences de protection de l'environnement, afin d'assurer, d'une part, la non-toxicité des produits utilisés et, d'autre part, la pérennité des process mis en place.

Les premières réalisations effectuées dans le cadre de notre projet, conformes à l'état antérieur de la technique, ont été des radiomètres ADD sur un substrat de verre avec une thermopile en constantan et en or, et un collecteur fait de nitrure de silicium pour l'absorbant et d'or pour les réflecteurs. Ces choix résultent des meilleurs compromis entre les performances en sensibilité, la maîtrise des outils et techniques de fabrication au début de nos travaux, et la disponibilité des matériaux à court terme. Ces réalisations ont permis de mettre en place les différentes étapes du processus de fabrication et d'en déterminer les étapes critiques sur un plan industriel. Toutefois, les sensibilités de ces réalisations initiales restent **modestes** (environ $2,5 \mu\text{V}/\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$) par rapport aux minima requis par l'entreprise JAY pour être conformes aux directives citées ci-dessus. Cette faiblesse relative des performances observées nous a conduit à mettre en place une stratégie d'**amélioration de la sensibilité en rendant plus performant chaque partie du capteur : le substrat, la thermopile et le collecteur**. Pour ce faire, notre démarche a essentiellement consisté rechercher pour chacune de ces parties, les matériaux présentant les meilleures caractéristiques compatibles avec les procédés de fabrication et conduisant aux meilleures sensibilités.

Pour le substrat, les critères clés sont : une conductivité thermique aussi faible que possible (typiquement de l'ordre de $0,2 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ou inférieure), une bonne tenue en température ($300 \text{ }^\circ\text{C}$ ou plus), une résistance chimique correcte ainsi qu'une rugosité minimale (la plus proche possible du silicium poli). Nos recherches nous ont conduit vers la famille des composés organiques de type **polyimide** sous forme de film (*Kapton*[®]) ou sous forme liquide (*Pyralin*) : ces deux solutions requièrent une préparation, une fixation sur support rigide pour le Kapton, et une enduction et un recuit sur un wafer pour le Pyralin, avant le début du procédé de fabrication.

L'amélioration de la thermopile passe par la recherche d'un couple de matériaux thermoélectriques présentant, en configuration plaquée, le meilleur pouvoir thermoélectrique équivalent et le meilleur facteur de mérite thermoélectrique possible. Les couples présentant les meilleures performances sont: le "**Constantan_fer**" ($Z_{12} \approx 7,9 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$, $\Delta\alpha = 55,35 \mu\text{V}/\text{K}$) et le "**Ni80Cr20_Constantan**" ($Z_{12} \approx 8,9 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$, $\Delta\alpha = 65,35 \mu\text{V}/\text{K}$). Pour le premier couple cité, nous avons rencontré des difficultés de réalisation de la structure à cause du dépôt de fer sur le constantan aussi bien par pulvérisation cathodique que par évaporation. Il nous a été très **difficile**

d'atteindre une épaisseur de dépôt de **450 nm** et de réaliser conséquemment la thermopile utilisant une technique de "lift-off". Pour la seconde association, le process a été plus aisé à mettre en place. L'unique difficulté a été d'adapter les paramètres de dépôt et de traitement de la résine pour permettre un lift-off pour des plots de matière de $1 \mu\text{m}$ d'épaisseur. Nous avons ainsi obtenu, avec ces deux associations thermoélectriques, des réalisations présentant des sensibilités de l'ordre de $8 \mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$ et leur seul inconvénient réside dans le comportement du matériau absorbant. Par ailleurs, il serait souhaitable par la suite de mener des essais et des études supplémentaires pour améliorer les conditions et les résultats du dépôt de fer par évaporation et la réalisation des thermopiles "**constantan_fer**" en prenant soin de préserver la structure des risques d'oxydation.

La modification du collecteur a demandé le remplacement du nitrure de silicium ($\lambda =$) par un matériau moins thermiquement conducteur et plus absorbant dans la bande $5\text{-}20 \mu\text{m}$, couvrant le rayonnement de l'humain dans l'infrarouge, et le changement des réflecteurs en or par une structure ou un matériau plus réfléchissant dans les mêmes longueurs d'onde et thermiquement conducteur. Les caractérisations spectrales effectuées sur différents matériaux et la prise en compte de la nécessité du caractère très faiblement conducteur thermique que doit présenter le matériau absorbant **ont permis d'établir que les polyimides liquides présentaient les caractéristiques les plus intéressantes pour nos réalisations**. Cependant, les propriétés d'absorptivité spectrale, pour les longueurs à couvrir, au regard de l'application pour la sécurité des machines industrielles, **restent insuffisantes** : au mieux 40%. Cette caractéristique limite fortement le maximum de sensibilité à atteindre pour nos radiomètres ADD. Il faudrait un matériau ayant une absorptivité tendant vers un comportement de corps noir dans le domaine infrarouge. En pratique, **l'absorptivité devra être au moins de 80%**. Dans cette optique, une amélioration du comportement de ces polyimides, quant aux propriétés d'absorption, pourra passer par l'adjonction de noir de carbone à ce type de matériau avant leur dépôt comme l'indiquent les premiers travaux dans ce sens au sein du laboratoire. Les propriétés thermo-physiques de ces mélanges devraient être faiblement modifiées tant que la charge en carbone n'excédera pas 10 % en masse. Un tel absorbant (polyimides chargé au carbone) conduira à modifier significativement le procédé de réalisation du collecteur et donc du radiomètre. En effet, l'adjonction de carbone augmente l'opacité de l'absorbant rendant rédhibitoire l'alignement des réflecteurs vis-à-vis des thermojonctions. Les masques à dessiner et réaliser devront être conçus pour des alignements "double face" afin de contourner ce problème.

La recherche dans les tables des caractéristiques spectrales de potentiels réflecteurs a permis d'établir une liste de matériaux présentant une bonne émissivité dans l'infrarouge mais aussi une très faible conductivité thermique. Les essais menés sur différents matériaux ont permis de dégager les métaux ou alliages les plus efficaces pour nos applications, mais aussi les épaisseurs optimales pour de nos réalisations. Comptent parmi les solutions possibles de remplacement de l'or, le **constantan**, le **titane**, le **platine** et le **nickel**.

Les modifications du procédé de fabrication tenant compte de la volonté d'**améliorer la sensibilité** des radiomètres ADD, par rapport aux réalisations sur verre, ont été effectuées **graduellement** pour avoir un meilleur contrôle sur l'évolution du process en limitant la modification de trop de paramètres technologiques simultanément. A cet égard, la première modification a été le remplacement du substrat en passant du verre au Kapton. Il a été nécessaire de modifier les paramètres de dépôt du constantan par pulvérisation cathodique pour tenir compte des **problèmes de génération de contraintes au cours de la croissance** du film. Par ailleurs, la

rugosité du Kapton n'étant pas suffisante pour assurer le bon déroulement de toutes les étapes technologiques, une couche d'aplanissement en polyimide liquide a été introduite. De plus, la souplesse du matériau Kapton a nécessité la mise au point d'une méthode de **fixation** de ce dernier **sur un support rigide** (collage sur une plaque de cuivre de 0,3 mm).

La nécessité de fixation et d'aplanissement du Kapton a conduit à un processus de fabrication insuffisamment reproductible, dans une optique industrielle. C'est pourquoi nous nous sommes orientés vers le **développement de structures ADD sur un film de polyimide liquide déposé sur des wafers standards (GaAs ou Si)**. Cette dernière méthode s'est en effet avérée plus efficace et assure une meilleure reproductibilité des performances en vue d'un transfert de technologie. Elle présente aussi l'intérêt d'autoriser la fixation du capteur sur n'importe quel support à très faible conductivité thermique (inférieure à $0,20 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$), comme le polycarbonate qui présente aussi l'intérêt d'être très peu cher, une fois le processus terminé et le film de polyimide désolidarisé de son support.

Les réalisations intégrant les modifications énoncées ci-dessus ont permis d'atteindre environ $7 \mu\text{V}/\text{W.m}^{-2}$ pour une structure reposant sur un substrat Kapton aplani par un film de polyimide, une thermopile constituée du thermocouple Ni80Cr20_Constantan et un collecteur en constantan recouvert d'un flash d'or sur du polyimide liquide recuit. **Ces performances sont cependant inférieures aux besoins de la détection de l'humain dans l'infrarouge.** Ce résultat n'est pas surprenant du fait de l'absorptivité spectrale de polyimide liquide et les modifications suggérées ci-dessus (charge en carbone) devraient apporter une amélioration d'un **facteur 2 au moins** de la sensibilité. Les résultats seront alors conformes, non seulement aux minima des directives européennes, mais aussi avec le modèle. Le paramétrage et les essais de chargement au carbone demandant un temps incompatible avec la nécessité de résultats pour Jay Electronique, nous nous sommes tournés vers la réalisation de **radiomètres ADD matricés 2X2**. De nouveaux masques ont été dessinés à cet effet, avec des largeurs de pistes de $5 \mu\text{m}$ pour le tracé méandrique de chaque cellule. Ceci oblige à prêter une très grande attention à la préparation des échantillons vis-à-vis de l'état de surface et renforce la nécessité de travailler dans un environnement contrôlé. Nous avons, à partir de ce moment, définitivement opté pour l'utilisation d'un substrat en polyimide liquide déposé sur un wafer de silicium car la qualité de l'état de surface facilite grandement la mise en place du process. En fin de process, pour rendre les capteurs utilisables, une technique de désolidarisation du film de polyimide du wafer de silicium par gravure humide acide a été mise au point. Les premiers résultats obtenus pour les réalisations matricées, basées sur une thermopile constantan_or et un collecteur en polyimide et constantan, présentent des sensibilités de l'ordre de $2,5$ à $3 \mu\text{V}/\text{W.m}^{-2}$, soit une **sensibilité globale de 10 à $12 \mu\text{V}/(\text{W.m}^{-2})$** . **Ces résultats permettent d'être dans le cadre des minima requis pour la détection de l'humain dans l'infrarouge selon les directives européennes citées précédemment. De plus, ils sont compatibles avec les exigences de la protection de l'environnement.**

Les performances de nos réalisations en termes de sensibilité peuvent encore être améliorées moyennant quelques travaux de mise au point de la réalisation d'une thermopile constantan_fer, et la charge en carbone des polyimides liquides de l'absorbant et pourquoi pas du substrat aussi. **Ces évolutions devraient permettre l'amélioration des sensibilités obtenues pour nos réalisations de l'ordre de 2 ou plus.**

Glossaire

Glossaire

A.D.D	Absorption Différentielle Distribuée
Alignement	Technique opto-mécanique permettant la superposition de motifs au cours d'un procédé microtechnologique
Aligneur	Appareil couplant les possibilités d'alignement et d'insolation de substances photosensibles
Argon (Ar)	Gaz inerte très souvent utilisé dans la génération de plasma pour les dépôts sous vide par pulvérisation
ASIC	Application Specific Integrated Circuit (Circuit Intégré à Application Spécifique)
BiCmos	Technologie Bipolaire et Cmos
Bulk Machining	Voir Usinage en volume
C.A.O	Conception Assistée par Ordinateur
Cablage filaire(Wire bonding)	Technique d'assemblage la plus répandue. <ul style="list-style-type: none">- Avantages :procédé classique, absence de problème dû à une différence de coefficient de dilatation- Inconvénients : procédé périphérique donc perte de surface sur le substrat et sur le circuit intégré.
Canon à électrons	Appareil permettant de généré un flux d'électrons. En microtechnologie on les trouve dans certains bâtis d'évaporation
Chip On Board (COB)	Connexion directe d'une puce (en général Si) sur un substrat sans encapsulation préalable
Chip On Chip	Connexion directe d'une puce sur une autre sans encapsulation préalable
Cible	Morceau d'alliage ou de métal bombardé par des ions pour obtenir des dépôts par pulvérisation
Circuit imprimé (C.I)	Carte en matériau isolant (bakélite, verre époxy...) recouvert d'un dépôt métallique (cuivre) traitée, de manière à ne laisser subsister que le dessin des connexions du câblage (par photogravure) des composants électroniques
Classe (d'une salle blanche)	nombre moyen de poussières de diamètre compris entre 0,5 et 5 μm dans un volume d'un pied cube, unité anglo-saxonne représentant 28,317 litres
CMOS (Complementary MOS)	Technologie MOS complémentaire ; Procédé particulier de réalisation de circuit intégré
CMS	Composant de Montage en Surface
Collecteur	Partie du capteur sensible au mesurande
Creuset	Petite coupole contenant des pépites des métaux destiné à être évaporés
CVD	Chemical Vapor Deposition (dépôts chimiques en phase)

Dépôts de couches minces	Couche de matériau déposée sur des épaisseur de quelques nanomètres à quelques fraction de microns
Dopage	Inclusion d'atomes dans un matériau pour changer ces propriétés
EDP	Base forte pour graver le silicium par voie humide
Electrolyse	Procédé de dépôt métallique par voie aqueuse
Electronvolt (eV)	Unité d'énergie représentant $1,602 \cdot 10^{-19}$ J
Enduction	procédé permettant la dispense d'un fluide par centrifugation sur un échantillon à l'aide d'une tournette
Environnement Cadence et Mentor	Logiciel de C.A.O de circuit intégré
Epitaxie	Phénomène d'orientation mutuelle de cristaux de substances différentes dû à des analogies étroites dans l'arrangement des atomes des faces communes
Evaporation	Technique de dépôt sur vide basé sur l'évaporation de métaux
Fip-Chip	Technique d'assemblage: procédé de report de puces par microbillage
GaAs	Arséniure de Gallium. Matériau pouvant être utilisé comme substrat dans la fabrication de composant électronique rapide
Galvanoplastie	procédé électrochimique permettant de recouvrir un alliage ou un matériau rendu conducteur d'une couche de métal, grâce à l'électrolyse d'un électrolyte contenant un sel de ce métal
GIR	Gravure Ionique Réactive
Gravure humide	Usinage d'un matériau par réaction d'oxydoréduction en solution aqueuse
Gravure sèche	Usinage d'un matériau par voie mécano-chimique dans un plasma
Gyrset	procédé permettant de créer, par confinement, une atmosphère saturée en solvants présents dans la résine au cours d'une enduction
Implanteur	Appareil utiliser pour réaliser le dopage
IR	infrarouge
Kapton®	Matériau synthétisé par polymérisation entre un dianhydride et une diamine aromatique
KOH	Base forte servant à graver le silicium par voie humide
Laminage	Action de déformation d'un morceau d'alliage ou de métal par compression entre deux cylindres pour obtenir de filmplus ou pmoins fins
Lift-off	Procédé technologique de traitement de résine et de dépôt sous vide permettant la réalisation de motif simple en sur un substrat
LIGA	Lithographie, galvanisation et moulage. Technologie gravure permettant la gravure de substrat polymère par bombardement de rayon X dur à travers un masque spécial. Le substrat ainsi obtenu permet soit la réalisation d'un objet unique ou celui d'un moule par métallisation de Nickel en général pour l'obtention de pièce à

	moindre coût.
Liner	petits conteneurs de différentes matières s'emboîtant dans les creusets
Lithographie	Technique de reproduction d'images basé sur le dessin à l'encre grasse sur la pierre lithographique, un fin calcaire bavarois, très poreux
Masquage	Technique permettant de masquer sélectivement des parties d'un wafer au cours d'une étape de photolithographie
Masques	Objet virtuel (dessin informatique) ou réel (masque physique) utilisé dans le procédé de masquage
MCM (Multi-Chip-Module)	Module multi puces sur un même substrat
MEMS (Micro Electro mechanical systems)	Microsystèmes électromécanique
Métallisation	Procédé conduisant au dépôt d'une couche mince métallique sur un substrat par un procédé de dépôt sous vide
Microbillage	Technique de connexion de puce à l'aide d'un bille placée
Microélectronique	Secteur industriel et partie de l'électronique consacrée à la conception et la réalisation sous des volumes extrêmement réduit de circuits mémoires etc...
Microsystèmes	Secteur industriel et domaines consacrée à la réalisation de micro-objets autres que ceux de la microélectronique
Microtechnologies (μT)	Ensembles des techniques et des procédés employés en microélectronique et dans les microsystèmes
MOS (Metal Oxyde Semi-conductor)	Technique microélectronique particulière de réalisation de circuits intégrés
NEPD	Noise Equivalent Power Density
NETD	Noise Equivalent Temperature Density
PECVD	Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition
Photolithographie	Technique de lithographie utilisant de la lumière et des substance photosensibles pour reproduire des motifs
Plasma	Gaz, globalement électriquement neutre, constitué à la fois d'espèces neutres et excitées
PMMA	polymethyl methacrylate
Polyimide	Matériau synthétisé par polymérisation entre un dianhydride et une diamine aromatique (Le Kapton est un polyimide de marque Dupont de Nemours)
Potentiel Seebeck	Coefficient de transduction thermoélectrique
Pulvérisation cathodique	Technique de dépôt en couche mince sous vide basée sur la pulvérisation d'un matériau bombardé par un flux d'ions

R.I.E	Reactive Ion Etching (Voir GIR)
Radiomètre	Appareil permettant de mesurer les flux d'énergie transportée par les ondes électromagnétiques ou acoustiques
Rayonnement infrarouge (IR)	Rayonnement électromagnétique compris entre 1 μm et 1 mm en longueur d'onde
Salle blanche /salle propre	Zones ou espaces de travail où les paramètres environnementaux (propreté, humidité, température) sont strictement contrôlés
Sensibilité	Rapport entre la grandeur physique de sortie et d'entrée d'un capteur
Si₃N₄	Nitride de Silicium. Généralement employé pour la passivation en microélectronique
SiO₂	Oxyde de silicium (silice)
Spin coating	Voir enduction
Sputtering	Voir pulvérisation
Stéréolithographie	Procédé lithographique permettant la réalisation de structure en 3D
Substrat	Support sur lequel est développé un procédé microtechnologique
Surface Micromachining	Voir Usinage en surface
TAB	Transfert par collage Automatique de Bande
Thermoélectricité	Ensemble des phénomènes réversibles de transformation de l'énergie thermique en énergie électrique
TMAH	Base forte servant à la gravure humide du silicium
Tournette	Appareil permettant la dispense par centrifugation de fluide
Tribologie	Comportement physique des surfaces et des interfaces
Usinage en surface	Procédé de gravure utilisation de couche sacrificielle métallique ou d'oxyde permettant la création de motifs et d'objets comme des poutres ou des membranes
Usinage en volume	Procédé de gravure permettant de créer des structures déformables (poutres membranes bras de maintien, dans le Si par ex.) ou des parties mobiles pouvant être actionner par différent effet physique.
UV	Rayonnement électromagnétique compris entre 100 et 400 nm environs
VLSI	Verry Large Scale Intagration: Fabrication de semi-conducteurs à large échelle intégrée
Wafer	Substrat pour la microélectronique ou les microsystèmes. Généralement en Si AsGa InP...

Annexes

Annexe 1

**Calcul des coefficients d'absorption,
de réflexion
et de transmission à travers une lame mince**

A Définition des facteurs de réflexion et transmission en amplitude à l'interface entre deux milieux d'indice n_1 et n_2 respectivement.

Considérons le cas d'une onde électromagnétique se propageant dans un milieu d'indice n_1 . Elle rencontre au cours de son évolution un milieu d'indice n_2 (**figure 1**). A partir de cette configuration, nous allons définir les facteurs de transmission et de réflexion en amplitude en fonction des indices n_1 et n_2 des deux milieux.

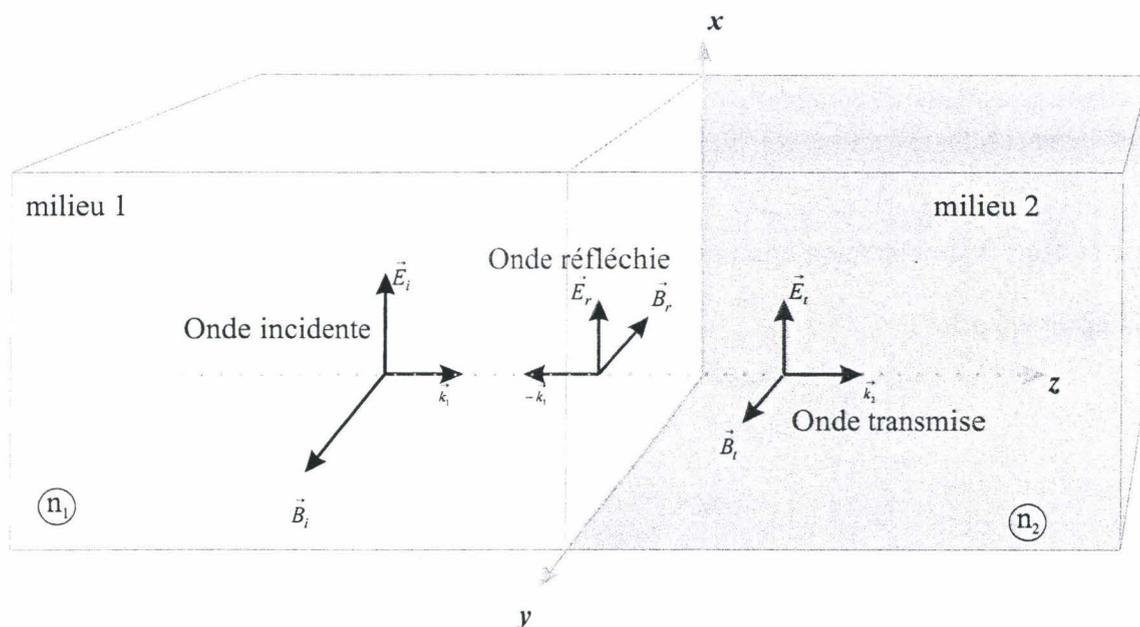


Figure 1 : Ondes électromagnétiques à l'interface entre deux milieux d'indices différents

Les champs électriques et magnétiques représentés sur cette figure sont conformes aux équations de Maxwell. Il en résulte donc les relations :

$$\vec{E}_i + \vec{E}_r = \vec{E}_t \quad \text{Eq. [A.1]}$$

$$\vec{B}_i - \vec{B}_r = \vec{B}_t \quad \text{Eq. [A.2]}$$

D'autre part, comme $\vec{k} \wedge \vec{E} = \omega \vec{B}$, l'équation A.2 s'écrit aussi :

$$\frac{E_i}{v_1} - \frac{E_r}{v_1} = \frac{E_t}{v_2} \quad \text{Eq. [A.3]}$$

avec v_1 et v_2 les vitesses de propagation de l'onde dans les milieux 1 et 2 respectivement.

v_j est défini par rapport la célérité c , vitesse de propagation de l'onde dans le vide ($c \approx 3.10^8 \text{ ms}^{-1}$) et $v_j = \frac{c}{n_j}$.

On peut alors déduire à partir des équations A.1, A.2 et A.3, les facteurs de réflexion et de transmission en amplitude en fonction des indices n_1 et n_2 :

$$\frac{E_r}{E_i} = r_{1 \rightarrow 2} = \frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2} = r_{2 \rightarrow 1} = -r \quad \text{Eq. [A.4]}$$

et

$$\frac{E_t}{E_i} = t_{12} = \frac{2n_1}{n_1 + n_2} = \tau \quad \text{Eq. [A.5]}$$

Remarque :

i) τ est toujours positif. r peut être positif ou négatif si $n_1 < n_2$. Dans ce dernier cas, le signe « - » traduit alors l'existence d'un déphasage de π entre l'onde incidente et l'onde réfléchie.

ii) Dans les milieux considérés comme parfaits (pas d'absorption), les facteurs r et τ sont des nombres réels. On peut alors vérifier la relation $R^2 + T^2 = 1$ alors que $r^2 + \tau^2 < 1$.

iii) Dans les milieux réels, r et τ sont des nombres complexes et il faut aussi tenir compte de d'un facteur d'absorption en amplitude

Rappelons que :

$$R = r^2 = \left(\frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2} \right)^2 \quad \text{Eq. [A.6.a]}$$

et

$$T = \frac{n_2}{n_1} \tau^2 = \frac{4n_1 n_2}{(n_1 + n_2)^2} = t_{12} t_{21} \quad \text{Eq. [A.6.b]}$$

B Calcul des taux de transmission, réflexion et absorption pour une lame mince éclairée sous incidence quasi normale.

Les calculs ci-dessous détaillent les résultats présentés dans le chapitre III pour les grandeurs $R(\lambda)$ $T(\lambda)$ et $A(\lambda)$. Elles sont déterminées dans le cas d'un rayonnement électromagnétique incident sur une lame mince d'épaisseur d et d'indice n , baignant dans l'air (**figure 2**).

En première approximation, il est judicieux de considérer que les facteurs de transmission et de réflexion en amplitude sont des nombres réels. La prise en compte de l'absorption se fait alors en introduisant le coefficient d'extinction $k(\lambda)$ dans une exponentielle négative.

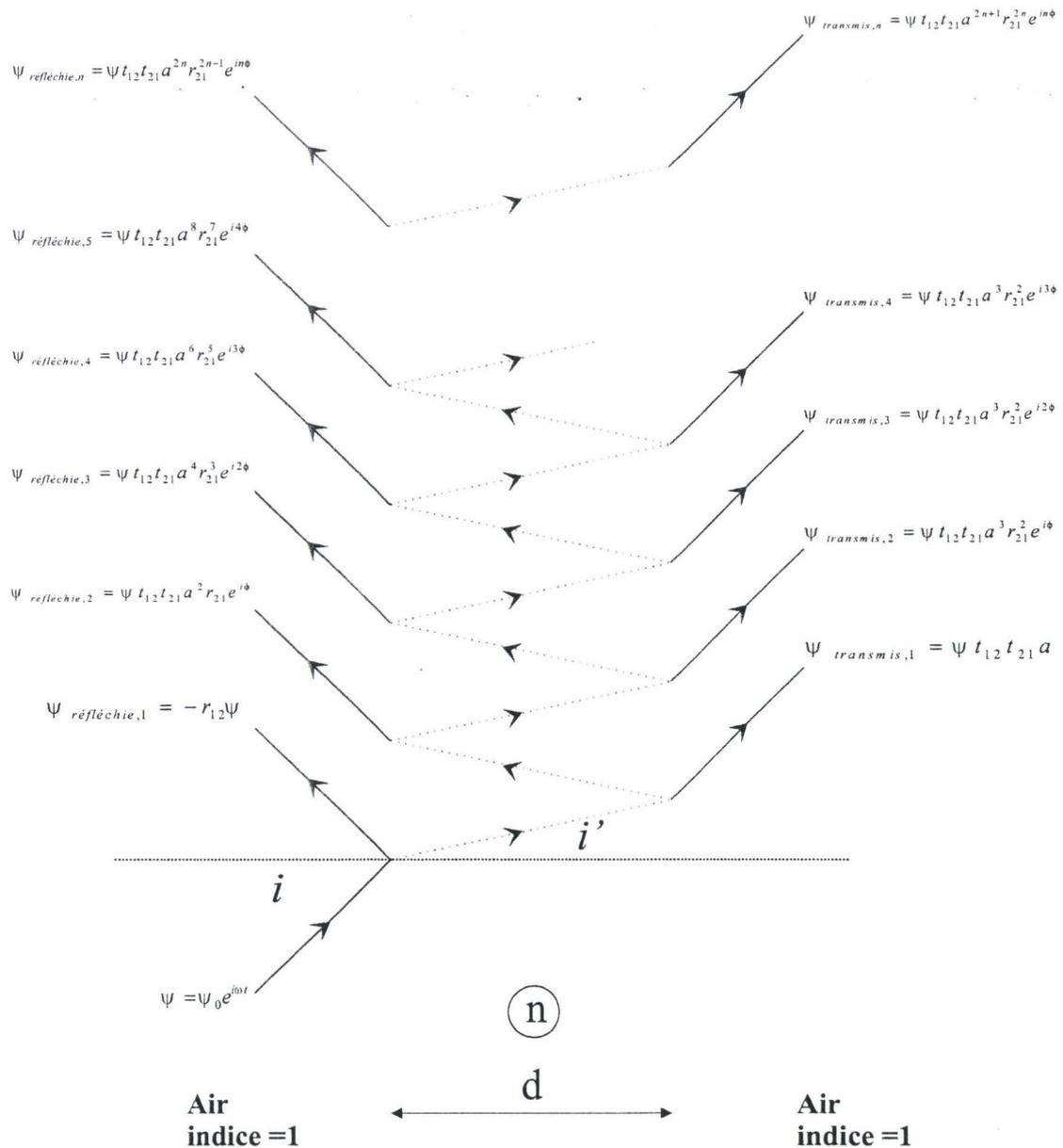


Figure 2 : Ondes réfléchies et transmises à travers une lame mince

C Calcul du taux de transmission en puissance

Considérons une onde $\psi = \psi_0 e^{i\omega t}$ incidente sur une lame mince d'indice n . Nous devons déterminer l'expression de l'onde résultante transmise au travers de cette lame.

Les ondes transmises en notation complexe s'écrivent :

- $\psi_{transmis,1} = t_{12} t_{21} a \psi$ pour la première onde transmise
- $\psi_{transmis,2} = t_{12} t_{21} a^3 r_{21}^2 e^{i\phi} \psi$ pour la seconde onde transmise
- $\psi_{transmis,3} = t_{12} t_{21} a^5 r_{21}^4 e^{i2\phi} \psi$ pour la troisième onde transmise et de la même façon
- $\psi_{transmis,n} = t_{12} t_{21} a^{2n+1} r_{21}^{2n} e^{in\phi} \psi$ pour la nième onde transmise

avec :

- ϕ déphasage entre deux ondes consécutives transmises.
- t_{12} et t_{21} coefficients de transmission en amplitude des matériaux 1 vers 2 et inversement

$$t_{12} = \frac{2}{n+1} \text{ et } t_{21} = \frac{2n}{n+1} \quad \text{Eq. [A.7]}$$

- r_{12} et r_{21} coefficients de réflexion en amplitude des matériaux 2 vers 1 et inversement.

$$r_{12} = \frac{1-n}{n+1} \text{ et } r_{21} = \frac{n-1}{n+1} \quad \text{Eq. A.8}$$

- a facteur d'atténuation de l'onde dans le matériau 2. $a = e^{-k(\lambda)d}$. d est l'épaisseur de la lame et $k(\lambda)$ le coefficient d'atténuation (en m^{-1}).

Calcul du déphasage ϕ entre deux ondes consécutives transmises

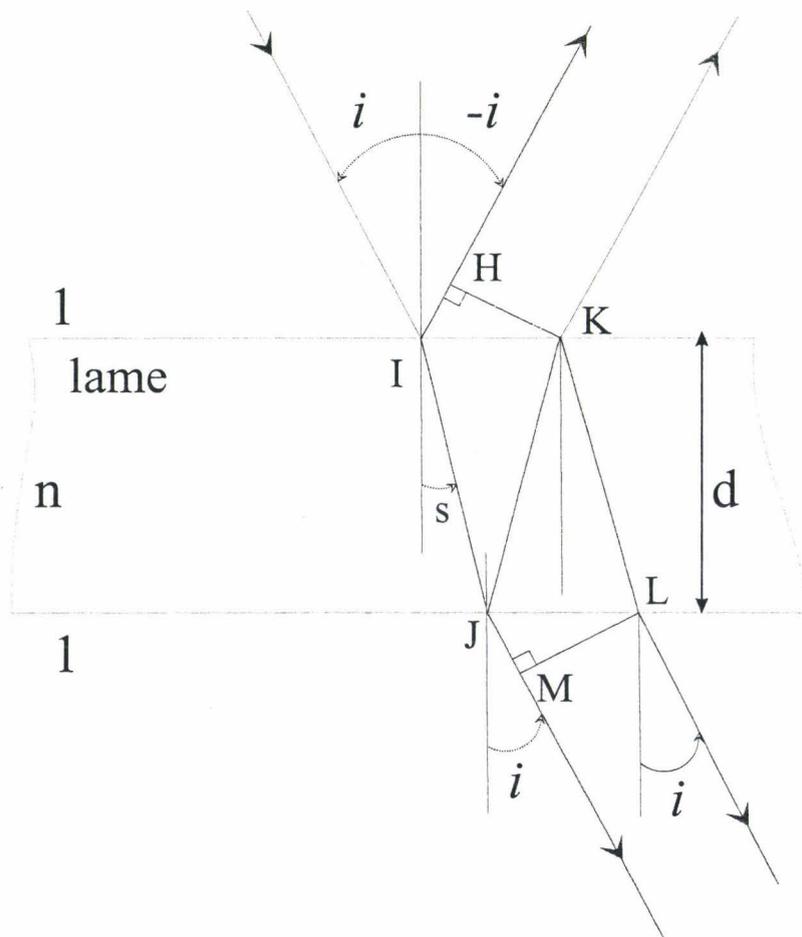


Figure 3 : construction pour le calcul de la différence de marche entre deux ondes consécutives transmises ou réfléchies.

Le déphasage ϕ_t est $\frac{2\pi}{\lambda} \delta_t$, δ_t étant la différence de chemin optique entre les deux rayons

transmis. $\delta_t = (JKL) - MN$ avec $(JKL) = 2nJK = \frac{n2d}{\cos(s)}$
 et $JM = JL \sin(i) = 2d \tan(s) \sin(i)$.

On a donc $\delta_i = \frac{2nd}{\cos(s)} \left(1 - \frac{\sin(i)}{n \cos(s)} \tan(s) \right)$. En considérant la loi de Descartes-Snell entre l'air et la lame ($\sin(i) = n \sin(s)$), on obtient : $\delta_i = 2nd \cos(s)$ Eq. [A.9.a]

$$\text{et} \quad \phi_i = \phi = \frac{2\pi}{\lambda} 2nd \cos(s). \quad \text{Eq. [A.9.b]}$$

Remarque : En incidence normale, $s \neq 0$ et $\cos(s) \neq 1$ soit : $\phi = \frac{2\pi}{\lambda} 2nd$

L'onde résultante issue de l'interférence des toutes les ondes transmises s'écrit :

$$\begin{aligned} \psi_{transmis} &= \sum_n \psi_{transmis,n} \\ &= \psi_0 e^{i\omega t} \sum_n t_{12} t_{21} a^n + t_{12} t_{21} a^3 r_{21}^2 e^{i\phi} + t_{12} t_{21} a^5 r_{21}^4 e^{i2\phi} + \dots + t_{12} t_{21} a^{2n+1} r_{21}^{2n} e^{in\phi} \end{aligned}$$

Pour la clarté des calculs, on ne considèrera que l'amplitude complexe ψ_T , avec $\psi_{transmis} = \psi_T e^{i\omega t}$.

Cette amplitude peut aussi s'écrire :

$$\psi_T = \psi_0 t_{12} t_{21} a \sum_n (1 + a^2 r_{21}^2 e^{i\phi} + a^4 r_{21}^4 e^{i2\phi} + \dots + t_{12} t_{21} a^{2n} r_{21}^{2n} e^{in\phi}) \quad \text{Eq. A.10}$$

On reconnaît dans la sommation les éléments d'une suite géométrique de raison complexe : $q = a^2 r_{21}^2 e^{i\phi}$

Le résultat de cette somme est $\frac{1}{1 - a^2 r_{21}^2 e^{i\phi}}$ lorsque n tend vers l'infini. L'amplitude complexe transmise, issue de l'interférence de l'ensemble des ondes transmises, s'écrit alors :

$$\psi_T = \psi_0 t_{12} t_{21} a \frac{1}{1 - a^2 r_{21}^2 e^{i\phi}} \quad \text{Eq. [A.11]}$$

Le taux de transmission en puissance est donné par le carré du module de l'amplitude complexe ψ_T divisée par le carré de l'amplitude de l'onde incidente ψ_0 :

$$T(\lambda) = \frac{|\psi_T|^2}{\psi_0^2} = \frac{\psi_T \psi_T^*}{\psi_0^2} \quad \text{Eq. A.12}$$

où ψ_T^* est le complexe conjugué de ψ_T

En multipliant l'équation A.11 par $\frac{1 - a^2 r_{21}^2 e^{-i\phi}}{1 - a^2 r_{21}^2 e^{-i\phi}} = 1$, on obtient :

$$\psi_T = \psi_0 \tau^2 a \frac{1 - a^2 r_{21}^2 \cos(\phi) + ia^2 r_{21}^2 \sin(\phi)}{1 - 2a^2 r_{21}^2 \cos(\phi) + a^4 r_{21}^4} \quad \text{Eq. [A.12]}$$

Sachant que $|a + ib|^2 = a^2 + b^2$ on peut alors aisément calculer $T(\lambda)$:

$$T(\lambda) = \frac{a^2 t_{12}^2 t_{21}^2}{1 - 2a^2 r_{21}^2 \cos(\phi) + a^4 r_{21}^4} \quad \text{Eq [A.13]}$$

En introduisant les grandeurs définies par les équations A.4 A.5 et A.6 ψ_T et $T(\lambda)$ s'écrivent respectivement

$$\psi_T = \psi_0 T a \frac{1}{1 - a^2 R e^{i\phi}} \quad \text{éq.A.14.a}$$

$$\text{et } T(\lambda) = \frac{a^2 T^2}{1 - 2a^2 R \cos(\phi) + a^4 R^2} \quad \text{Eq. A.14.b}$$

D Calcul du taux de réflexion en puissance.

De la même façon que précédemment nous allons exprimer les ondes réfléchies sur la lame.

Il existe un déphasage de π entre l'onde incidente et celle réfléchié directement sur le dioptre air/lame. On introduit donc un signe « - » dans l'expression de cette composante pour prendre en compte. Ainsi, la première onde réfléchié s'écrit $\psi_{\text{réfléchié},1} = -r_{12} \psi$.

Les autres ondes réfléchies sur le dioptre lame-air ne subissent pas, quant à elles, ce déphasage mais celui de la différence de marche entre deux ondes. Ainsi, en notation complexe elles s'écrivent :

- $\psi_{\text{réfléchié},2} = t_{12} t_{21} a^2 r_{21} e^{i\phi} \psi$ pour la seconde onde réfléchié
- $\psi_{\text{réfléchié},3} = t_{12} t_{21} a^4 r_{21}^3 e^{i2\phi} \psi$ pour la troisième onde réfléchié et
- $\psi_{\text{réfléchié},n} = t_{12} t_{21} a^{2n} r_{21}^{2n-1} e^{in\phi} \psi$ pour la nième onde réfléchié.

Les grandeurs r_{12} , r_{21} , t_{12} , t_{21} et a sont les mêmes que précédemment (Eq. A.7 et A.8)

Rappelons simplement que $r_{12} = -r_{21} = r$ avec $r > 0$; l'amplitude complexe de l'onde résultante s'écrit alors :

$$\begin{aligned} \psi_{\text{réfléchié}} &= \sum_n \psi_{\text{réfléchié},n} \\ &= -r \psi_0 + \psi_0 \sum_n t_{12} t_{21} a^{2n} r_{21}^{2n-1} e^{in\phi} \quad \text{Eq. [A.15]} \\ &= r (-\psi_0 + \psi_0 t_{12} t_{21} a^2 e^{i\phi} \sum_n 1 + t_{12} t_{21} a^4 r^2 e^{i2\phi} + t_{12} t_{21} a^6 r^4 e^{i3\phi} + \dots + t_{12} t_{21} a^{2n} r^{2n-1} e^{in\phi}) \end{aligned}$$

On reconnaît là encore, dans la sommation, les éléments d'une suite géométrique de raison complexe $q = a^2 r^2 e^{i\phi}$.

L'amplitude complexe de l'onde réfléchié s'écrit donc :

$$\psi_R = r \psi_0 \left(-1 + \frac{t_{12} t_{21} a^2 e^{i\phi}}{1 - a^2 r^2 e^{i\phi}} \right) \quad \text{Eq. [A.16]}$$

Cette relation peut aussi s'écrire :

$$\begin{aligned}\psi_R &= \psi_0 \frac{-r + a^2 r (r^2 + t_{12} t_{21}) e^{i\phi}}{1 - a^2 r^2 e^{i\phi}} \\ &= \psi_0 r \frac{-1 + a^2 (r^2 + t_{12} t_{21}) \cos(\phi) + i a^2 (r^2 + t_{12} t_{21}) \sin(\phi)}{1 - a^2 r^2 \cos(\phi) + i a^2 r^2 \sin(\phi)}\end{aligned}\quad \text{Eq. [A.17]}$$

Le coefficient de réflexion en puissance est donné par le carré du module de l'amplitude complexe divisée par le carré de l'amplitude de l'onde incidente : $R(\lambda) = \frac{|\psi_R|^2}{\psi_0^2}$

Sachant que $\left| \frac{a+ib}{c+id} \right|^2 = \frac{|a+ib|^2}{|c+id|^2} = \frac{a^2+b^2}{c^2+d^2}$ on peut alors aisément calculer $R(\lambda)$.

On obtient :

$$R(\lambda) = r^2 \frac{1 + a^4 (r^2 + t_{12} t_{21})^2 - 2a^2 (r^2 + t_{12} t_{21}) \cos(\phi)}{1 + a^4 r^4 - 2a^2 r^2 \cos(\phi)} \quad \text{Eq. [A.18]}$$

En posant $t_{12} t_{21} = T$ et $R = r^2$, avec $r_{12} = -r_{21} = r$ avec $r > 0$

On obtient :

$$R(\lambda) = R \frac{1 + a^4 (R+T)^2 - 2a^2 (R+T) \cos(\phi)}{1 + a^4 R^2 - 2a^2 R \cos(\phi)} \quad \text{Eq [A.19]}$$

E Calcul du taux d'absorption en puissance.

La conservation de l'énergie impose la relation $T(\lambda) + R(\lambda) + A(\lambda) = 1$

On en déduit alors :

$$A(\lambda) = \frac{1 - R - a^2 T^2 - 2a^2 R(1 - (R+T)) \cos(\phi) + a^4 r^2 (1 - (R+T)^2)}{1 + a^4 R^2 - 2a^2 R \cos(\phi)} \quad \text{Eq [A.20]}$$

Remarque :

Cas particulier des milieux parfait ($R+T=1$ et $a=1$) :

$$T(\lambda) = \frac{T^2}{1 - 2R \cos(\phi) + R^2}$$

$$R(\lambda) = R \frac{1 - 2 \cos(\phi)}{1 + R^2 - 2R \cos(\phi)}$$

$$A(\lambda) = 0$$

Annexe 2

**Rappel sur la théorie cinétique de gaz
et
Mesure de la pression**

Rappel sur la théorie cinétique de gaz

L'état sous lequel se présente la matière (solide, liquide ou gazeux) dépend des conditions de température et de pression. Suivant l'usage généralement admis, on désigne par gaz tout corps existant dans cet état dans les conditions normales de température et de pression ($P_0 = 1 \text{ atm}$, $T_0 = 273,15 \text{ K}$), et par vapeur la phase gazeuse d'un corps solide ou liquide dans les mêmes conditions. Pour un corps pur et sous une pression donnée, le passage d'un état à un autre se produit à des températures fixes caractéristiques.

À l'observation microscopique, on constate que les gaz sont constitués d'atomes ou de molécules séparés par de grands espaces vides, alors qu'ils sont en contact dans la matière condensée. Une quantité macroscopique de gaz contient néanmoins un très grand nombre de molécules ($6 \cdot 10^{23}$ par mole). Celles-ci sont animées de mouvements rapides et désordonnés dont la vitesse moyenne augmente lorsque la température s'élève: c'est l'agitation thermique. Par conséquent, les collisions moléculaires y sont très fréquentes (10^9 par seconde dans les conditions normales). Le grand désordre des positions et des vitesses qui en résulte porte le nom de chaos moléculaire. En outre, les molécules d'un gaz sont soumises à des forces d'interaction dont l'intensité dépend de la distance intermoléculaire. Les interactions moléculaires sont en général faibles et cela d'autant plus que la pression est basse. Dans le modèle du gaz parfait, état limite de tout gaz réel lorsque sa pression tend vers zéro, on les ignore complètement.

L'intérêt du concept de gaz parfait réside dans le fait qu'il conduit à des lois simples. Celles-ci s'expriment par des relations entre les variables qui définissent l'état du gaz: pression, volume, température et nombre de moles. Ces lois sont valables en première approximation pour les gaz réels jusqu'à des pressions de l'ordre de une à dix fois la pression atmosphérique. Une description plus précise nécessite de prendre en compte les interactions moléculaires

Il existe deux méthodes permettant de décrire les propriétés de l'état gazeux et plus généralement de la matière. La mécanique statistique permet de déterminer les distributions des positions et des vitesses des particules microscopiques constituant un gaz. La thermodynamique fournit des relations auxquelles satisfont les grandeurs macroscopiques (température, pression...). Ces lois, établies empiriquement, sont strictement indépendantes de la structure microscopique de la matière. Historiquement, elles ont été établies bien avant que soient édifiées les théories atomiques. En fait, les moyennes des quantités microscopiques obtenues en théorie statistique s'identifient aux variables macroscopiques de la thermodynamique. L'application de la mécanique statistique à l'état gazeux porte le nom de *théorie cinétique*. Elle fournit une explication physique des diverses propriétés d'équilibre et de transport des gaz.

Les gaz parfaits en équilibre thermodynamique

Lorsqu'on enferme une certaine quantité de gaz dans une enceinte maintenue à une température constante T , il s'établit au bout d'un certain temps un équilibre thermodynamique entre le gaz et l'enceinte. Cet équilibre constitue un état stationnaire, c'est-à-dire indépendant du temps, caractérisé par une *équation d'état* $f(P, V, T) = 0$, relation entre les trois *variables d'état*: pression P , volume V et température T .

1. Description microscopique

Dans le modèle cinétique le plus simple, les molécules d'un gaz sont considérées comme des sphères rigides élastiques animées de mouvements désordonnés, sans autres interactions que les collisions élastiques qu'elles subissent entre elles ainsi que sur les parois du récipient qui contient le gaz. Au cours de ces collisions, l'énergie cinétique et la quantité de mouvement sont conservées. Lorsque la pression décroît, la fréquence des collisions diminue et le libre parcours (distance parcourue entre deux collisions successives) devient très grand par rapport à la taille moléculaire. À la limite de la pression nulle, le gaz parfait est constitué de molécules quasi ponctuelles sans aucune interaction.

La théorie cinétique des gaz, fondée sur la mécanique statistique de Boltzmann, permet de déterminer la loi de répartition des vitesses. Celle-ci repose sur l'hypothèse que la distribution des vitesses est isotrope et que la distribution de chacune des composantes du vecteur vitesse v est indépendante de celle des deux autres. La densité de probabilité $f(v)$ pour qu'une molécule de masse m possède l'énergie cinétique $E_c = \frac{1}{2} \left(m |\vec{v}|^2 \right)$ est égale au produit d'une fonction exponentiellement décroissante de E_c par un facteur de

$$\text{normalisation: } f(v) = \left(\frac{m}{2\pi k_B T} \right)^{3/2} e^{-\left(\frac{mv^2}{2k_B T} \right)}$$

où $k_B = 1,380662 \cdot 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$ est la constante de Boltzmann et T la température absolue.

La fraction de molécules possédant une vitesse dont le module est compris entre v et $v + dv$ vaut: $F(v) dv = 4\pi v^2 f(v) dv$.

La fonction $F(v)$ représentée sur la figure 1 caractérise la *distribution de Maxwell des vitesses*.

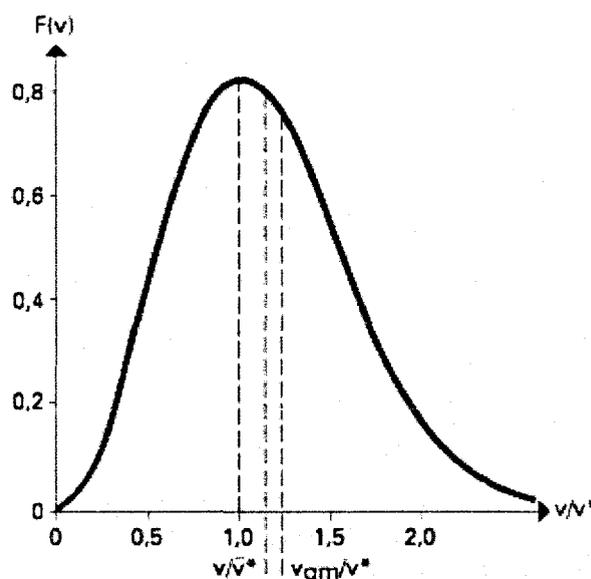


Figure 1: Distribution maxwellienne des vitesse

On déduit de l'expression de $F(v)$:

- la vitesse la plus probable v^* ($dF/dv = 0$):

$$v^* = \left(\frac{2k_B T}{m} \right)^{1/2}$$

- la vitesse moyenne:

$$\bar{v} = \int_0^\infty vF(v)dv = \left(\frac{8k_B T}{\pi m} \right)^{1/2}$$

- la vitesse quadratique moyenne:

$$v_{qm} = (v^2)^{1/2} = \left(\int_0^\infty v^2 F(v)dv \right)^{1/2} = \left(\frac{3k_B T}{m} \right)^{1/2}$$

Ces trois vitesses sont proportionnelles à $\left(\frac{k_B T}{m} \right)^{1/2}$. La vitesse moléculaire est donc une fonction croissante de la température. À la même température, les molécules plus lourdes se déplacent plus lentement que les molécules légères. Par exemple, pour le diazote N_2 à température ambiante ($T = 300 \text{ K}$) $v_{qm} \approx 500 \text{ ms}^{-1}$, valeur comparable à la vitesse du son dans le gaz.

2. Équation d'état des gaz parfaits

La pression du gaz résulte des chocs moléculaires sur les parois. Bien que pour des surfaces de dimensions comparables aux distances intermoléculaires cette pression soit extrêmement variable, elle peut être considérée comme constante lorsqu'on considère un élément de surface macroscopique. La pression (P) exercée par les molécules animées d'une vitesse v est égale au produit de la quantité de mouvement (mv) cédée à la paroi par les molécules par le nombre effectif de chocs et par unité de temps et de surface:

$$p = (2mv) \left(\frac{1}{6} n \frac{N_A}{V} v \right)$$

où n est le nombre de moles du gaz contenu dans le volume V , $N_A = 6,022\,045 \cdot 10^{23}$ est le nombre d'Avogadro. Le coefficient $1/6$ dans le second facteur rend compte de la distribution isotrope des vitesses.

La valeur moyenne de la pression (\bar{p}) vaut donc: $P = \bar{p} = \frac{1}{3} n \frac{N_A}{V} m v_{qm}^2$

En utilisant l'égalité $m v_{qm}^2 = 3k_B T$ et en introduisant la quantité $R = k_B \cdot N_A = 8,314\,41 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, constante indépendante de la nature du gaz et appelée **constante des gaz parfaits**, on obtient l'équation d'état des gaz parfaits: $[PV = nRT]$.

Dans le système international, la pression s'exprime en pascals (**Pa**), le volume en mètres cubes (**m³**), la température absolue en kelvins (**K**). Le pascal, de dimension ($\text{N} \cdot \text{m}^{-2}$), est une unité de pression très petite. Aussi utilise-t-on couramment des multiples de cette unité:

- le bar, sensiblement égal à la pression atmosphérique ($1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$);
- l'hectopascal (hPa) ou millibar, utilisé notamment en météorologie ($1 \text{ hPa} = 1 \text{ mbar} = 10^2 \text{ Pa}$).

D'autres unités de pression sont utilisées en laboratoire ou dans l'industrie:

- l'atmosphère (atm), $1 \text{ atm} = 1,013 \cdot 10^5 \approx 1 \text{ bar}$;
- le millimètre de mercure, ou torr, défini par $760 \text{ torr} = 1 \text{ atm}$, soit $1 \text{ torr} \approx 133 \text{ Pa}$.

Mesures de pressions

Les mesures de pressions vont des vides les plus poussés jusqu'à des pressions dépassant 100 mégapascals. Elles peuvent être absolues ou relatives, par rapport à la pression atmosphérique qui est le cas le plus fréquent; on mesure parfois aussi des pressions différentielles.

[1] Manomètres

Les principes mis en œuvre dépendent de la grandeur de la pression et des conditions d'emploi des appareils.

Dans les manomètres hydrostatiques, on mesure la hauteur d'une colonne de liquide; si m est la masse volumique du liquide, pour une colonne de hauteur h , la pression sera $p = hmg$. L'étendue de mesure est limitée par la hauteur admissible pour le tube manométrique; diverses dispositions permettent toutefois d'accroître celle-ci.

Les manomètres à déformation élastique utilisent la déformation d'un élément élastique (tube, capsule ou membrane) sous l'effet de la pression. La déformation est amplifiée mécaniquement par des leviers ou des engrenages, ou bien optiquement; elle peut aussi être détectée électriquement.

Le modèle le plus courant, dit manomètre de Bourdon, est formé d'un tube T, de section elliptique, enroulé suivant un arc de circonférence; une extrémité F, fixe, est mise en communication avec l'enceinte contenant le fluide sous pression, l'autre extrémité M, fermée, est attelée par une biellette B à un secteur denté S qui pivote autour d'un axe O; le secteur s'engrène au pignon P dont l'axe porte une aiguille indicatrice A qui se déplace devant la graduation portée par le cadran. Sous l'effet de la pression la section du tube tend à devenir circulaire, ce qui provoque son redressement, donc le déplacement de l'extrémité M qui entraîne le mécanisme et provoque la rotation de l'aiguille.

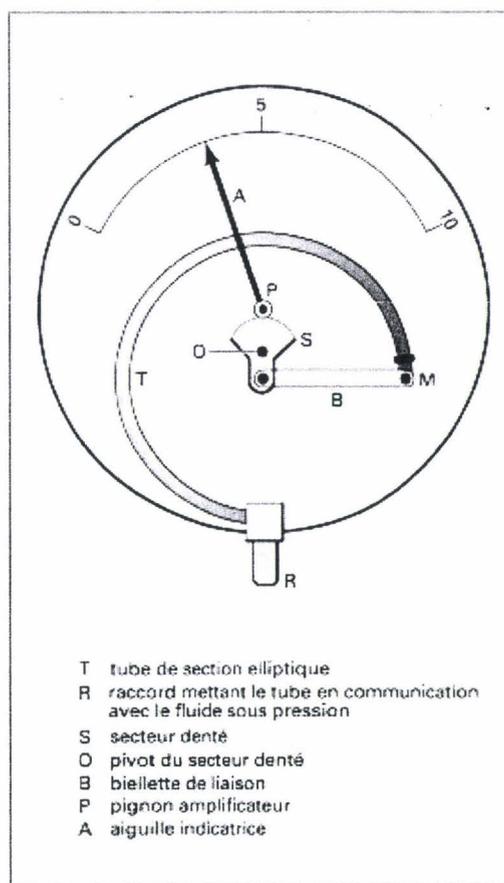


Figure 2: Manomètres de bourdon

Les pressions élevées (au-delà de quelques dizaines de mégapascals) sont mesurées par des appareils à poids agissant sur un piston de section connue. Ces balances de pression servent également à étalonner les manomètres; leur précision peut atteindre 10^{-4}

Enfin, pour enregistrer des pressions rapidement variables, on emploie des capteurs de pression à quartz piézo-électrique, à inductance ou à capacité variables, etc.

[2] Baromètres

Les baromètres utilisés pour la mesure de la pression atmosphérique ne diffèrent pas, dans leur principe, des manomètres, seulement, comme il s'agit d'une pression absolue, la mesure est faite par rapport au vide. Deux types de baromètres sont universellement employés.

Le baromètre à mercure est constitué par un réservoir dans lequel plonge un tube d'environ 90 cm de hauteur dont la partie supérieure, fermée, est vide d'air. Le mercure doit être pur et sec, le remplissage fait avec précaution pour éviter l'introduction accidentelle d'air dans la partie supérieure du tube. La hauteur de la colonne barométrique se lit sur une règle graduée verticale dont le zéro coïncide avec la surface libre du mercure dans le réservoir; dans les appareils de précision, un dispositif de visée permet d'apprécier le dixième de millimètre.

La lecture doit en outre subir une correction de température (dilatation du mercure et de l'échelle) et éventuellement de latitude (influence de la gravité); en météorologie, il est aussi nécessaire de ramener la mesure au niveau de la mer (correction d'altitude) pour rendre comparables entre elles des observations faites en des lieux différents.

Le baromètre anéroïde est formé d'une capsule déformable vide d'air qui s'aplatit plus ou moins sous l'action de la pression atmosphérique. La déformation de la capsule est amplifiée par un système de leviers et transmise soit à une aiguille indicatrice, soit à un style enregistreur (barographe). Ce type d'instrument est plus robuste et plus maniable que le baromètre à mercure; sa précision, moins bonne, atteint néanmoins 10^{-3} . Certains modèles sont utilisés comme altimètres, notamment à bord des avions.

conversion entre différentes unités de mesure de la pression.

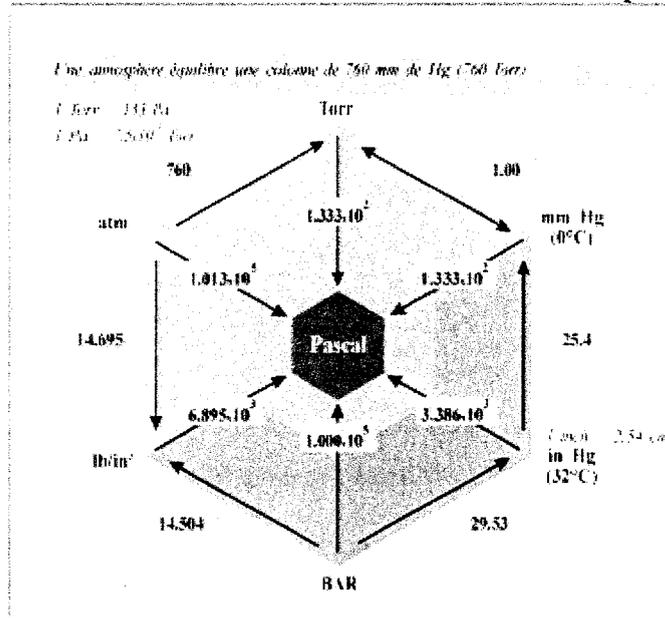
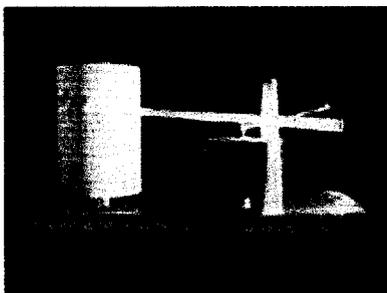


Figure 3 : conversion des unités de pression

Découverte du baromètre



Le baromètre est l'instrument utilisé pour mesurer la pression atmosphérique.

Mis au point par Torricelli, le premier baromètre à mercure comportait un long tube en verre ouvert à une extrémité et rempli de ce métal liquide.

Si l'on bouche le tube pour le plonger verticalement dans une cuve de mercure, la

colonne de mercure descendra jusqu'à ce que la pression exercée par l'atmosphère sur le liquide du récipient équilibre le poids du mercure contenu dans le tube.

La hauteur de la colonne indique ainsi la pression atmosphérique.

Le baromètre est sensible aux conditions climatiques et aux changements d'altitude. À une température de 0 degré au niveau de la mer, la pression moyenne est de 760 millimètres. Elle descend d'1 centimètre tous les 120 mètres à mesure que l'altitude augmente.

Il existe d'autres types de baromètre, comme le baromètre anéroïde ou métallique, fondé sur l'élasticité des métaux. S'il est muni d'une aiguille pour enregistrer les mesures sur une feuille, l'instrument sera appelé barographe.

Exemples de pompes à vide

Pompe à becs

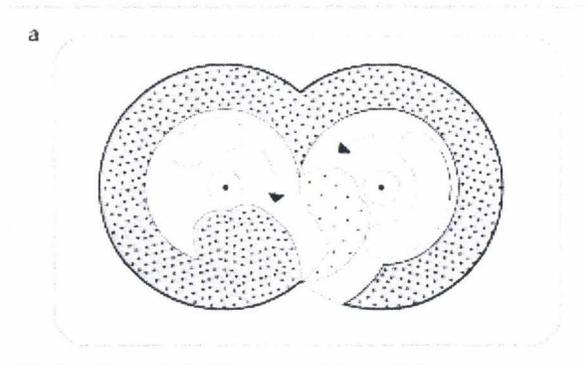


Figure 4: Schéma de principe d'une pompe à becs

Deux rotors à becs tournent en sens opposés. On voit, en **a**, que le mouvement des becs engendre des volumes respectivement croissants (volume vert clair) et décroissants (volume vert foncé). En **b**, la lumière d'admission (A) reliée à l'enceinte à pomper est découverte ; le gaz de l'enceinte se détend dans le volume croissant. En **c**, c'est le tour de la lumière de refoulement (R) d'être découverte. Le gaz emmagasiné lors du cycle précédent est évacué dans l'atmosphère. En **d**, fin de cycle, les lumières sont de nouveau obturées.

Pompe à palettes

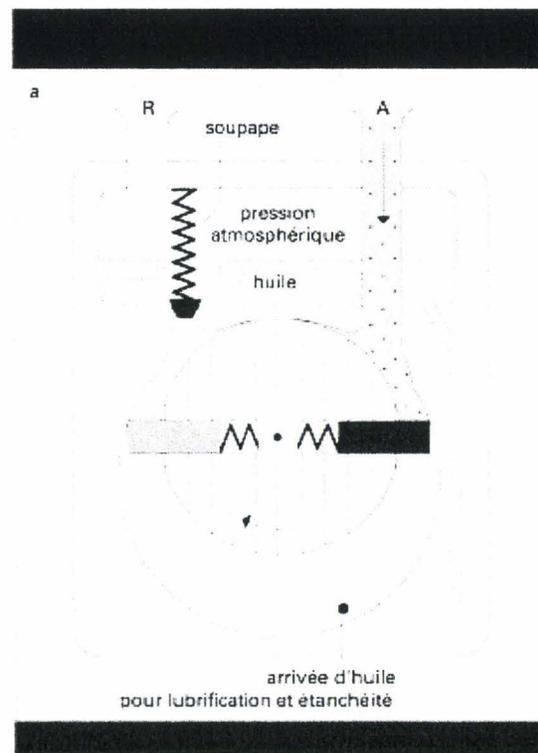


Figure 5 : Schéma de principe d'une pompe à palettes

Deux palettes coulissent dans un rotor monté en position excentrée. En a, un volume croissant est créé du côté de l'orifice d'admission (A). Le gaz de l'enceinte se détend. En b, le volume est transféré, puis, en c, décroît du côté de l'orifice de refoulement (R). En d, la pression s'élève, et ouvre la soupape, le gaz s'échappe dans l'atmosphère

Pompes secondaires

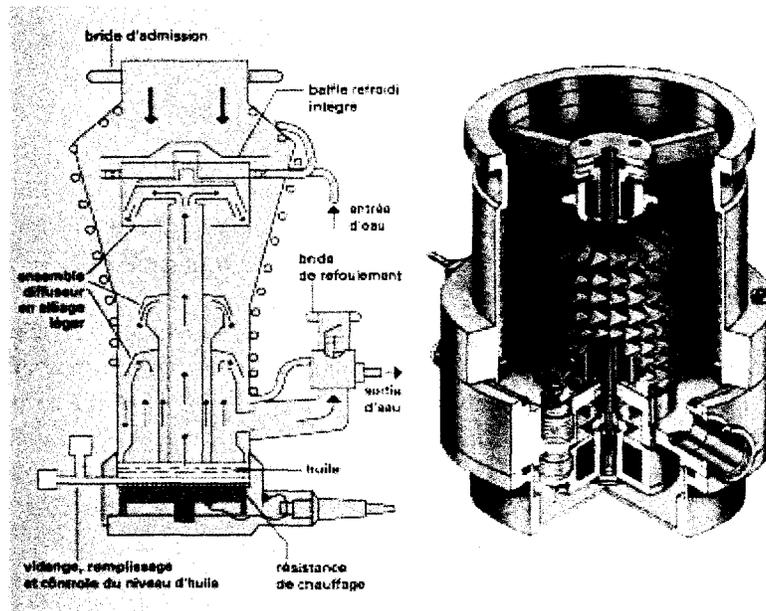


Figure 6 : Pompe secondaire

Dans la colonne de pompage à diffusion d'huile, aucune pièce n'est en mouvement, le vide s'établit par diffusion dans une nappe de vapeur condensable. Le refroidissement est assuré par circulation d'eau. La pompe turbomoléculaire (photo) établit le vide grâce à l'entraînement des molécules gazeuses par un rotor animé d'un mouvement de grande vitesse ; certaines peuvent fonctionner sans lubrification.

Annexe 3

Facteurs de forme

A Facteurs de forme appliqués à l'étude des transferts radiatifs

Les mécanismes de réflexion et d'émission isotropes (échanges diffus) sont généralement caractérisés par des facteurs de forme ou facteurs d'angle caractérisant les échanges radiatifs. Ce sont des quantités purement géométriques, sans dimensions, dont la valeur est comprise entre 0 et 1. Elles permettent d'exprimer la fraction du flux total hémisphérique émis par une surface S_1 , atteignant une surface S_2 , en tenant compte de la forme des objets et de leur distance respective.

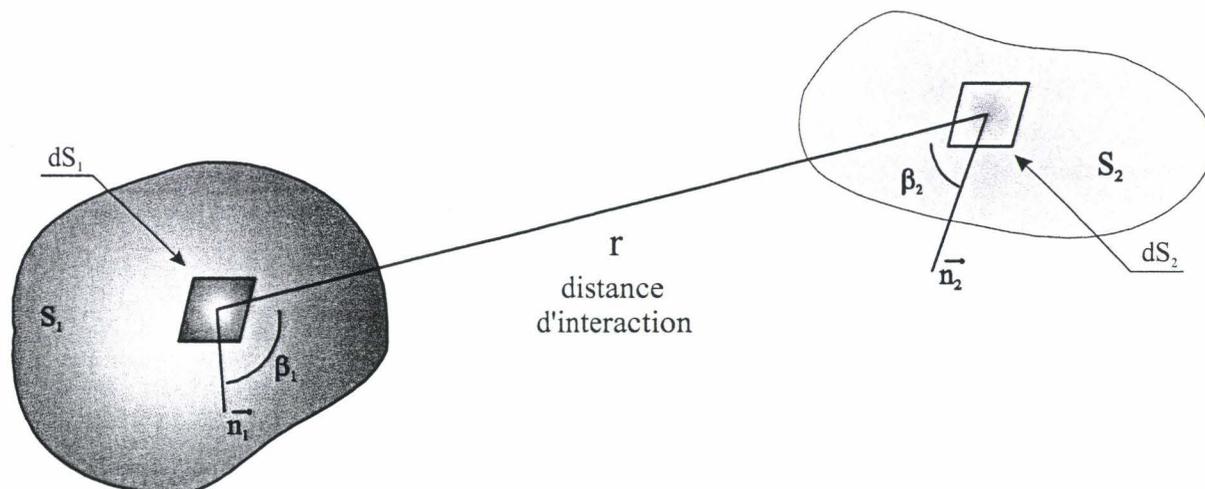


Figure 1 : Echange radiatif entre deux surfaces

Par ailleurs, Elles simplifient considérablement les expressions analytiques du flux échangé entre deux corps, en s'affranchissant des paramètres géométriques, ces derniers étant alors tous regroupés en un seul terme. Dans ces conditions, le flux échangé entre les deux objets s'exprime uniquement en fonction de l'émittance de la source, de sa surface et du facteur de forme source $[S_1]$ -récepteur $[S_2]$, à l'aide de la relation :

$$\Phi_{12} = M_1 \cdot S_1 \cdot F_{12} \quad (\text{W}) \quad \text{Eq. [I]}$$

Le facteur de forme F_{12} constitue ainsi la fraction de flux total émis par la source ($M_1 \cdot S_1$), incident sur la surface du récepteur.

A Expression des facteurs de forme

Le flux émis par un élément de surface élémentaire dS_1 de la surface S_1 de la Figure 1 en direction d'un élément de surface élémentaire dS_2 de la surface S_2 a pour expression :

$$d^2\Phi_{12} = L_1 \cdot dS_1 \cdot \cos \beta_1 \cdot d\Omega_{12}$$

avec $d\Omega_{12}$, l'angle solide sous tendant la surface dS_2 et ayant pour sommet, l'élément de surface dS_1 . La quantité L_1 , appelée luminance, dépend de l'état de surface de la source et de la direction β_1 envisagée par rapport à la normale n_1 .

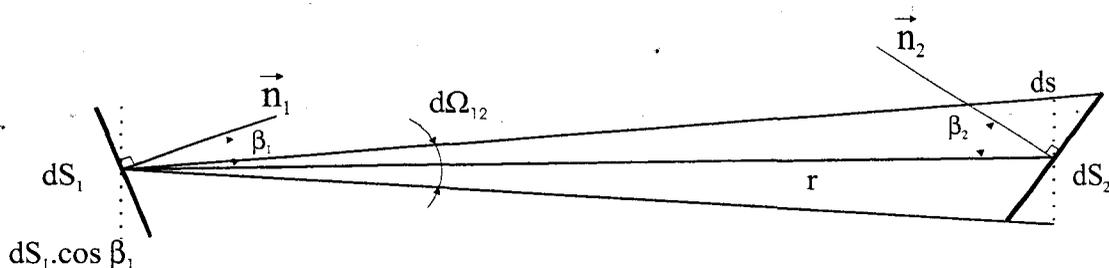


Figure 2 : Détermination de l'angle solide

La surface ds est la projection de dS_2 sur un plan perpendiculaire à la direction moyenne de propagation du faisceau ; son aire vaut $ds = dS_2 \cdot \cos \beta_2$, conduisant à l'expression de l'angle solide sous tendant la surface dS_2 et ayant pour sommet l'élément de surface dS_1 :

$$d\Omega_{12} = \frac{ds}{r^2} = \frac{\cos \beta_2 \cdot dS_2}{r^2}$$

En plaçant l'expression de $d\Omega_{12}$ dans celle du flux élémentaire $d^2\Phi_{12}$, on obtient :

$$d^2\Phi_{12} = L_1 \cdot \frac{\cos \beta_1 \cdot dS_1 \cdot \cos \beta_2 \cdot dS_2}{r^2} \quad (\text{Formule de Bouguer}) \quad \text{Eq. [II]}$$

Pour une source lambertienne (la luminance reste constante sur tout l'hémisphère dont elle occupe le centre), la relation liant L_1 à l'émittance M_1 , est $M_1 = \pi \cdot L_1$ avec pour unité la dimension d'une densité de puissance par unité de surface (W/m^2).

Le flux s'exprime alors :

$$d^2\Phi_{12} = M_1 \cdot \frac{\cos \beta_1 \cdot \cos \beta_2 \cdot dS_1 \cdot dS_2}{\pi \cdot r^2}$$

Le flux total émis de S_1 en direction de S_2 s'obtient en intégrant le flux élémentaire sur les deux surfaces S_1 et S_2 ;

$$\Phi_{12} = M_1 \iint_{S_1 S_2} \frac{\cos \beta_1 \cdot \cos \beta_2}{\pi \cdot r^2} \cdot dS_1 dS_2 \quad (\text{W}) \quad \text{Eq. [III]}$$

La double intégrale ne regroupe que des variables géométriques, il suffit alors de poser :

$$F_{12} = \frac{1}{S_1} \iint_{S_1 S_2} \frac{\cos \beta_1 \cdot \cos \beta_2}{\pi \cdot r^2} \cdot dS_1 \cdot dS_2 \quad (\emptyset) \quad \text{Eq. [IV]}$$

afin d'obtenir la relation souhaitée ne faisant intervenir que des éléments de natures distinctes (Equation I).

L'application de ces relations suppose donc, d'une part, une émission diffuse, et d'autre part, l'uniformité de la température et des caractéristiques d'émission et de réflexion de l'ensemble de la surface de la source.

B Propriétés des facteurs de forme

B.I Règle de réciprocité

Le calcul mené au paragraphe précédent peut être repris en considérant cette fois le flux émis depuis dS_2 en direction de dS_1 , l'expression du flux élémentaire est alors :

$$d^2\Phi_{21} = L_2 \cdot dS_2 \cdot \cos \beta_2 \cdot d\Omega_{21}$$

avec $d\Omega_{21}$ l'angle solide sous tendant la surface dS_1 et ayant pour sommet, l'élément de surface dS_2 . La Figure 1 et la Figure 2 peuvent alors être considérées en permutant les indices 1 et 2.

En supposant les mêmes simplifications que précédemment, après intégration, on obtient un ensemble d'expressions duales par permutation des indices vis-à-vis du calcul précédent :

$$\text{soit} \quad F_{21} = \frac{1}{S_2} \iint_{S_2, S_1} \frac{\cos \beta_1 \cdot \cos \beta_2 \cdot dS_2 \cdot dS_1}{\pi \cdot r^2} \quad (\emptyset)$$

$$\text{et} \quad \Phi_{21} = M_2 \cdot S_2 \cdot F_{21} \quad (W)$$

Par conséquent, en rapprochant les deux expressions des facteurs de forme, il vient, pour deux surfaces sous influence mutuelle que :

$$S_1 \cdot F_{12} = S_2 \cdot F_{21} \quad \text{Eq. [V]}$$

B.II. Règle d'addition

Dans une enceinte fermée dont on discrétise la surface interne en n éléments, une surface S_1 rayonne un flux F_1 vers les n surfaces (dont elle-même). Il existe donc n facteurs de forme relatifs à la surface S_1 . La loi de conservation du flux permet d'écrire :

$$\Phi_1 = \sum_{x=1}^n \Phi_1 \cdot F_{1x} = \Phi_1 \cdot \sum_{x=1}^n F_{1x}$$

par conséquent, il vient :

$$\sum_{x=1}^n F_{1x} = 1 \quad \text{Eq. [VI]}$$

Les deux relations démontrées ci-dessus permettent de simplifier les problèmes comportant de nombreux facteurs de forme en réduisant le nombre d'inconnues de n^2 à $\frac{n \cdot (n-1)}{2}$.

Remarque :

Si l'enceinte possède des parties non concaves, ces dernières, notées j , ne pouvant recevoir leur propre rayonnement mènent systématiquement à $F_{jj} = 0$.

C Le problème du calcul des facteurs de forme et les simplifications envisageables pour les mesures effectuées

Le calcul des facteurs de forme revient en principe au calcul d'intégrales de surface. Cependant, ces opérations sont relativement longues et nécessitent d'importants moyens de calcul. Toutefois, pour des configurations géométriques simples, il existe de nombreux abaques permettant de déterminer rapidement leur valeur.

Pour les configurations envisagées dans ce travail, l'emploi des abaques classiques est souvent inadapté et ne peut donner entière satisfaction. Le calcul a donc été mené pour les configurations utiles à nos travaux afin d'obtenir les courbes correspondantes directement exploitables. (Figure 5 et Figure 6)

La configuration du banc de mesure "hermétique" est représentée sur la Figure 3. Les facteurs de forme à déterminer sont au nombre de deux, les autres se déduisant ensuite naturellement, à l'aide des propriétés algébriques décrites par les relations [V] et [VI].

Le premier facteur de forme à déterminer, correspond à l'interaction de deux plaques de dimensions identiques en regard l'une de l'autre (plaque chauffante et échangeur). Le second correspond à l'interaction de la plaque chauffante avec le capteur. Lors de ce dernier calcul, la surface du capteur est en fait négligeable devant la surface des plaques ($5 \times 6,35 \text{ mm}^2$ contre $30 \times 30 \text{ cm}^2$).

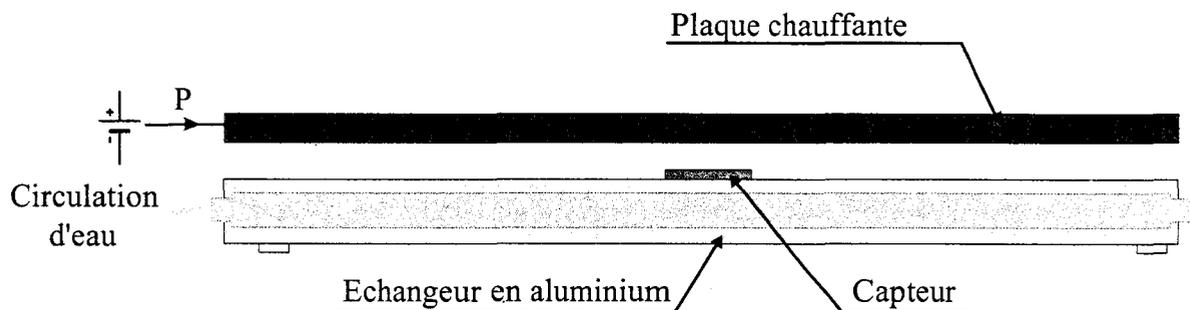


Figure 3 : Représentation Schématique du banc de mesure

Les considérations précédentes permettent de ramener le calcul du facteur de forme régissant l'interaction entre deux plaques de côtés L et ℓ , séparées par une distance D , à l'expression suivante :

$$F_{\ell L}(D, L, \ell) = \frac{D^2}{\pi \cdot \ell^2} \cdot \int_0^L \int_0^L \int_{\frac{L-\ell}{2}}^{\frac{L+\ell}{2}} \int_{\frac{L-\ell}{2}}^{\frac{L+\ell}{2}} \frac{du \cdot dv \cdot dx \cdot dy}{\left[D^2 + (x-u)^2 + (y-v)^2 \right]^2} \quad \text{Eq. [VII]}$$

C.I Plaques carrées identiques parallèles

Le cas particulier des plaques parallèles de mêmes dimensions ($L \times L \text{ mm}^2$), est classiquement traité de manière analytique. Les références, par exemple, conduisent à la relation suivante :

$$F(\xi) = \frac{2}{\pi \cdot \xi^2} \cdot \text{Ln} \left(\frac{1 + \xi^2}{\sqrt{1 + 2\xi^2}} \right) + \frac{4}{\pi \cdot \xi} \cdot \left(\sqrt{1 + \xi^2} \cdot \text{Tan}^{-1} \left(\frac{\xi}{\sqrt{1 + \xi^2}} \right) - \text{Tan}^{-1}(\xi) \right) \quad \text{Eq. [VIII]}$$

avec $\xi = \frac{L}{D}$, variable réduite adimensionnelle.

La Figure 4 traduit les relations précédentes et représente l'interaction entre deux plaques identiques, de manière générale, compte tenu de la variable réduite ξ . Il apparaît, par exemple, que l'obtention d'un transfert de 80% de l'énergie radiative demande un rapprochement des éléments à une distance de l'ordre du dixième de leur dimension latérale.

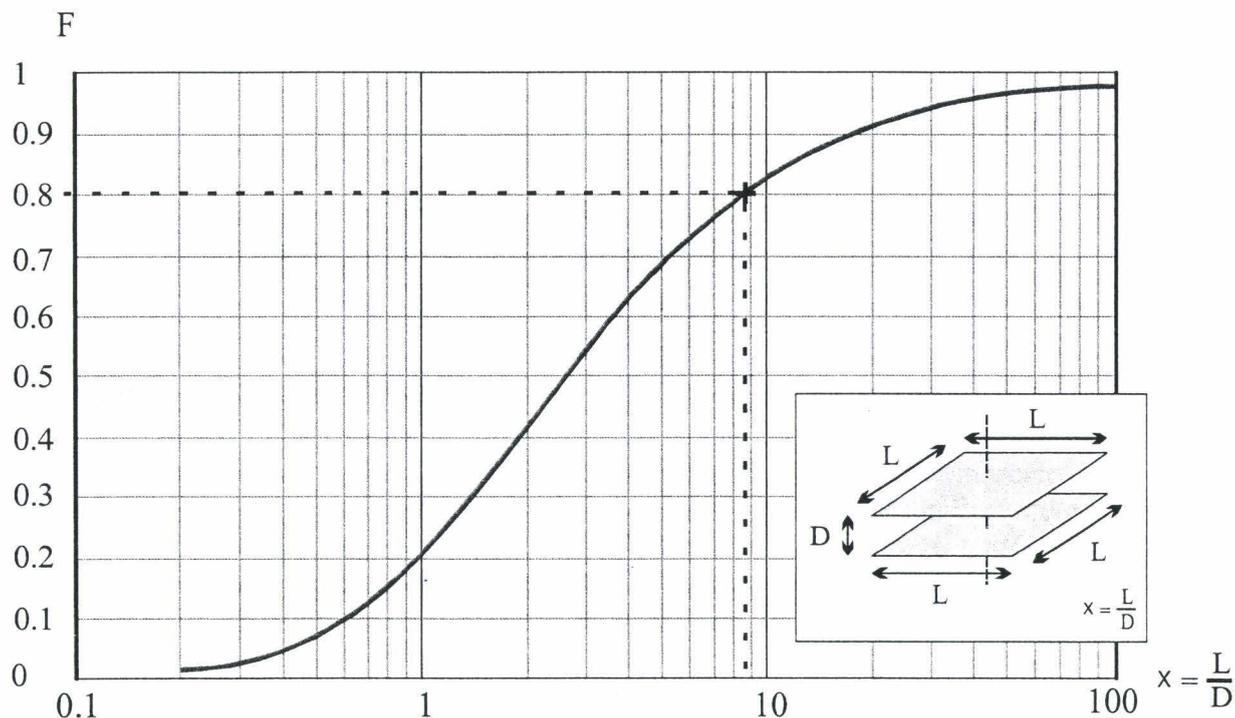


Figure 4 : Facteur de forme entre deux plaques parallèles identiques

C.II Détermination des facteurs de forme pour les configurations utilisées laboratoire

C.II.1. Facteur de forme entre deux plaques carrées identiques

La Figure 5 représente l'évolution du facteur de forme entre deux plaques parallèles de dimensions identiques, l'une représentative d'une cible à température homogène, l'autre, de

l'action de l'environnement. Le tracé est calculé à l'aide de la relation [VIII] pour une plaque de dimensions de 30x30 cm² et une distance D variant de 0,5 à 5 cm.

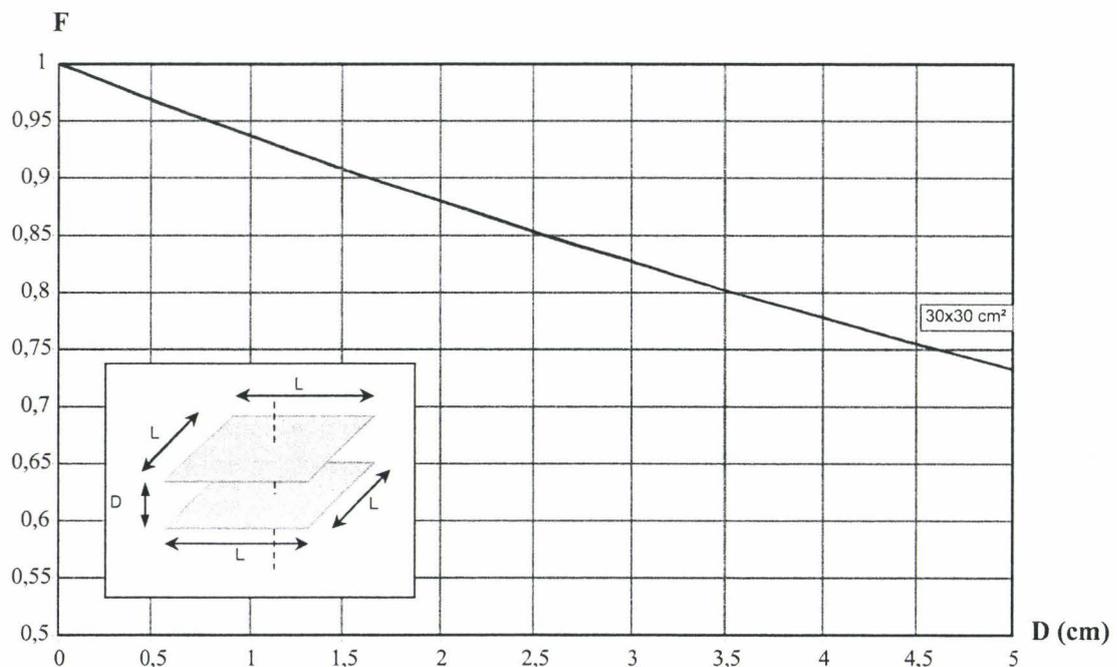


Figure 5 : Facteur de forme entre deux plaques parallèles identiques de 30 cm de côté utilisées pour la mesure de la sensibilité des radiomètres

C.II.2 Facteur de forme entre une source de dimensions élevées et le capteur

La détermination exacte du facteur de forme entre deux plaques carrées de dimensions différentes, ne s'obtenant pas à l'aide d'une formule analytique, il est nécessaire d'utiliser la relation [VII] pour déterminer chaque valeur. La Figure 6 représente l'évolution du facteur de forme entre une plaque de dimension de 30x30 cm² et notre capteur de dimension 5 x 6,35 mm². Les valeurs sont calculées ici aussi pour une distance D variant de 0,5 à 5 cm.

Les difficultés d'application de la relation [VII] ont conduit à rechercher une expression analytique simple permettant de rendre compte des valeurs précédentes à 5% près, quelle que soit la distance entre les deux éléments.

La relation établie alors à l'aide du logiciel "TBL curve", pour un critère de convergence défini à 5%, est :

$$F_{cp} = \frac{1}{1 + \zeta \cdot D^2} \quad \text{Eq. [IX]}$$

lorsque l'hypothèse $\ell \leq \frac{L}{5}$ est vérifiée.

Le facteur ζ est imposé par $\lim_{D \rightarrow \infty} F_{cp}$ où la loi de répartition isotrope de l'énergie

$$\text{impose } \zeta = \frac{\pi}{S_p}.$$

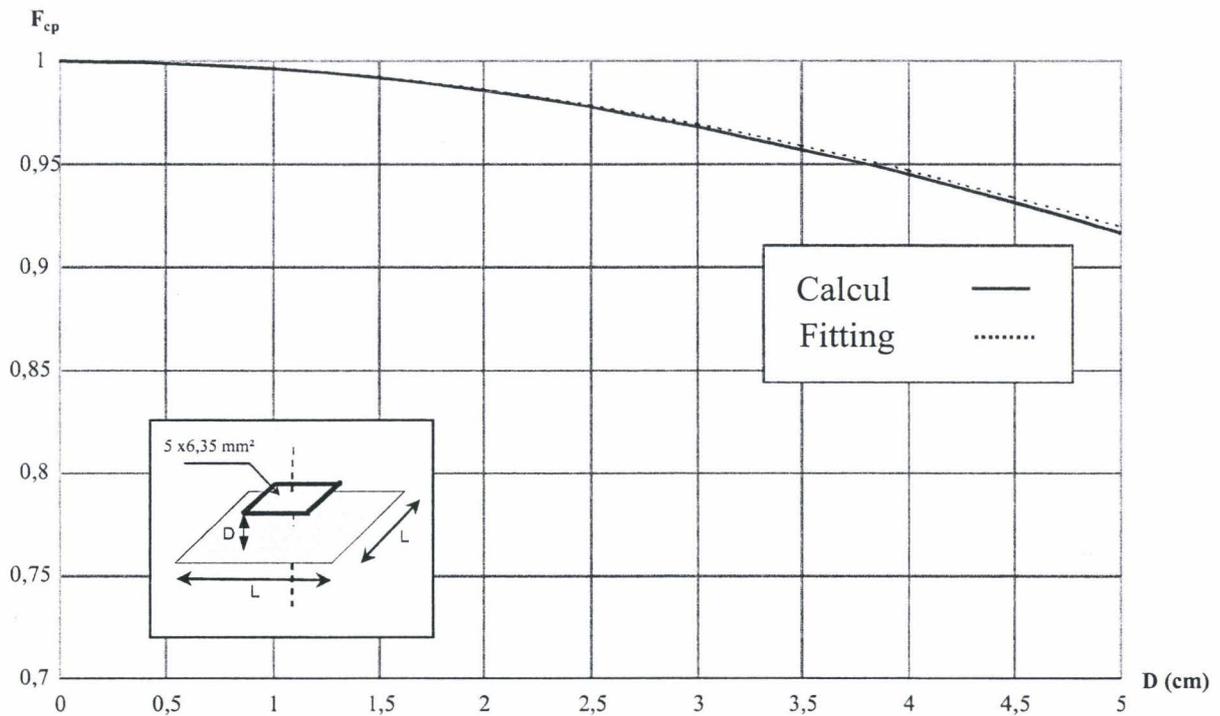


Figure 6 : Facteur de forme calculé par l'équation VII pour un capteur de $5 \times 6,35 \text{ cm}^2$

Rugged Infrared Sensors for Use in Safety-Related Industrial Environment

A. Ebongue^{▽Δ}, F. Brachelet^{▽f}, F. Polet^{▽◇}, B. Bêche^{Y◇}, E. Gaviot^{Y◇}.

▽ Institut d'électronique et de microélectronique du Nord (IEMN), UMR-CNRS 9929, Université de LILLE I, Cité Scientifique, 59655 Villeneuve d'Ascq Cedex.

Δ Jay Electronique, z.i.r.s.t 2, 176, rue Lavoisier, 38330 Montbonnot Saint Martin.

f S.A.R.L Captec, parc d'activité de la Plaine, 22 allée des écuries, 59493 Villeneuve d'Ascq.

◇ Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs du Mans (ENSIM), Université du Maine, rue Aristote 72085 Le Mans cedex 9.

Y Laboratoire d'Acoustique de l'Université du Maine (LAUM), UMR-CNRS 6613

Abstract

This paper introduces an original approach to designing cost effective microsensors, especially suited for irradiance measurement in safety-related industrial environment. A coherent design rationale is formulated and the various stages in the manufacturing process are

delineated with a view to ensuring the sensor to withstand both mechanical and thermal stress encountered in harsh environment. After stressing the main drawbacks pertaining to common state-of-the-art IR sensors, both practical and theoretical bases upon which the new design is based are briefly presented. As an application the sensor is implemented into a water-cooled case with a view to monitoring melting glass.

1] Introduction

Thermal detectors provide a most useful and powerful method of measuring the surface and bulk temperature of objects. Non-contact measurements can be made with good accuracy in many industrial, medical, and scientific applications^[1]. The physical principles are well established, and for materials featuring high absorption such as most metals and dielectrics the emitted radiation emanates from a thin layer lying close to the surface. As non imaging sensors, Differential Distributed Radiometers (DDR) have been designed with an eye to discriminate a target from its surrounding industrial environment^[2,3].

Beside being quite sensitive in the infrared thanks to their broadband absorption, thermal detectors work by converting the incident radiation into a temperature rise. Then a wide range of blackening materials can be chosen with high and uniform absorption. On the other hand planar thermopiles are based on thermocouples that allow to deliver a basically offsetless voltage, needing no biasing. Highly sensitive measurements can be carried out at room temperature from DC to 50 Hz without chopping system^[4]: Conversely pyroelectric devices are unable to deal with DC measurements despite their fast response time^[5].

Classical thermopiles are based on hollowed structures, designed with a view to enhance a local temperature difference observed between the heated spot whereupon are arranged the hot junctions, and the frame encompassing the cold ones^[4,6]. Such devices hinge on fragile freestanding cantilever beams or suspended bridges whose thickness-control proves to increase the cost of manufacture. Moreover the higher the difference in temperature is obtained the worst can be observed the behavior against thermal convection and response time. Differential Distributed Radiometers were designed to overcome the latter shortcomings.

2] Design and fabrication

2.1) Background

As cohesive structures can withstand both mechanical and thermal stresses, the DDR sensor concept stems from a first experimental investigation^[7] although a preliminary design could be traced back to 1966^[8]. By virtue of hindsight the latter proved impracticable in terms of cost effectiveness and sensitivity. From a rather different perspective as regard materials, and according to a thorough theoretical analysis^[2], microtechnologies allowed us to realize microradiometers featuring sensitivities close to $10\mu\text{V}/(\text{W}/\text{m}^2)$.

By referring to figure 1, a DDR sensor is based on a planar thermopile whose thermoelements are arranged as a meandering pattern deposited on a polyimide substrate ($\lambda=0.14\text{ W}/\text{m.K}$). The thermopile is overlaid with a carbon laden polyimide, $10\mu\text{m}$ in thickness, acting as the infrared absorbent. Only one junction out of two is heated thanks to the thin reflecting strips (400nm) deposited onto the absorbent. Owing to the low thermal conductivity of the polyimide, the optimization of the structure can be studied by considering the thermopile together with its superimposed collector, according to a compounded thermal conductivity^[9]. Then the thermopile can be dealt with a twofold modelling approach that consists of using numerical methods together with the exact solution of the Laplace equation detailed in^[2,10].

With regard to a simple 3D solid model, computed with the ANSYS[®] software, figure 2 depicts a thermoelement undergoing a $1\text{kW}/\text{m}^2$ irradiance. It is clear that in DDR structures the classical concept requiring increased hot junction temperature is traded against a high density of thermoelements. As a result the structure is more immune from the convection mechanism and allows an irradiance dynamic measurement close to 90dB, considering both the lower measurable irradiance related to the NEP^[3,11] and maximum values ranging up to $1\text{MW}/\text{m}^2$. Classical hollowed structures are unable to deal with both low noise-related values and high energy flow rates seldom exceeding $100\text{kW}/\text{m}^2$.

2.2) Fabrication process overview

The main problem to overcome was to achieve a stabilized thin film NiCu layer, $0.7\mu\text{m}$ in thickness upon the polyimide Kapton ($127\mu\text{m}$ glued on a copper plate). To this end the process starts with classical sputtering techniques in a clean room environment : A pre-sputter 40W DC (Ar 0.2Pa) is followed with the sputtered constantan deposition 150W RF (vacuum $9\times 10^{-5}\text{Pa}$). Next a 2,5 hours annealing (320°C) is mandatory to stabilize thermal and electrical parameters. As an example figure 3 depicts the effects of tensile stresses occurring in case of an overpowered RF deposition.

Next a wet etching ($\text{HNO}_3+\text{HCl}+\text{H}_2\text{O}$) allows us to obtain the continuous $12\mu\text{m}$ wide meandering track, arranged on the acting area $6.35 \times 6.35\text{mm}$. The second thermocouple leg is made of iron (450nm) by way of a lift-off (inverse masking) vapour deposition ; the undercut edge profile desired for lift-off is obtained while applying a polyimide coating, soluble in AZ[®] (Shipley Co.) positive resist developer, prior to the photoresist application ; then the polyimide can be dissolved faster than the photoresist itself. The resulting available seebeck thermoelectric power ($\Delta\alpha_u$) is given with^[3] :

$$\Delta\alpha_u = (\alpha_1 - \alpha_2) \cdot \frac{\sigma_2 \cdot e_2}{\sigma_1 \cdot e_1 + \sigma_2 \cdot e_2} \quad [\text{V}/\text{K}] \quad (1)$$

where $\sigma_{1,2}$ are the electrical conductivities, $e_{1,2}$ the material thicknesses, and $\alpha_{1,2}$ the Seebeck coefficients of both the plated thermocouple materials ("1" being coated with "2").

Assuming that thin film thermal conductivities and bulk thermal conductivities are equal, such plated thermocouples can be characterized following the epoch-making methodology proposed by Moser^[12]. Then currently obtained values range around 42 μ V/K, with sensors featuring a whole internal resistance close to 45k Ω . Despite its low figure of merit^[2,13] such a plated configuration with its related materials was chosen as compatible with the FP5 European Environment Sustainable Development policy. Figure 4 depicts several thermoelements before applying the absorbent.

The absorbent material is spin-coated over the thermopile, with a liquid polyimide before being baked in a nitrogen environment (2 hours, 330°C). Next reflecting areas (gold 300nm) are deposited by lift-off and the electrical pads are cleared by way of Reactive Ion Etching. At this stage gold electroplating of the pads can be done for bonding simplicity.

The resulting cohesive structure proved to withstand operating temperature up to 340°C and shot-like mechanical stresses. Moreover the cold and hot junctions being distributed in a same plane yield a differential behavior allowing to screen out convective and conductive extraneous disturbances. Thus for the most common applications the DDR sensor can be implemented without protective window.

3] Quantitative properties

3.1) Analytical modelling

DDR sensors have been developed to sense irradiance with metering surfaces ranging from about 2mm² up to 25cm²^[7]. Basically the Responsivity \mathcal{R} (V W⁻¹) and the normalized detectivity D^* (cm W⁻¹ Hz^{1/2}) are surface-invariants^[2]. The meandering path shown in figure 1 allows us to increase the *sensitivity* S defined by

$$S = \frac{\Delta V}{\varphi_a} = \frac{N \cdot \Delta \alpha_u \cdot \Delta \theta}{\varphi_a} \quad [\mu\text{V}/(\text{W m}^{-2})] \quad (2)$$

where φ_a is the irradiance (W m⁻²), ΔV the output e.m.f, N the number of thermoelements, $\Delta \alpha_u$ the available thermoelectric power, and $\Delta \theta$ the difference in temperature between a pair of junctions.

It can be seen from numerical modelling that as the thermoelement length "L" can be decreased the sensor becomes more insensitive to convection^[7]. To deal with real structures involving the thermoelements and the alternatively absorbent and reflector coating, an equivalent thermal conductivity (λ_m) allows us to determine $\Delta \theta$ beneath the thermoelements whose thickness is noted ε . Considering an homogeneous substrate (thermal conductivity λ and thickness b) a pivotal quantity κ is defined as a *thermal contrast* ($\kappa = \lambda_m/\lambda$). Since the boundary condition related to the impinging irradiance can be stated as a Fourier development^[2,10], a steady state solution can be computed as regards $\Delta \theta$ beneath the thermoelements :

$$\Delta \theta = \frac{2 \cdot \varphi_0 \cdot L}{\lambda \cdot \pi^2} \cdot \sum_{i=0}^{\infty} \frac{(-1)^i}{(2i+1)^2} \cdot \frac{th(2i+1) \cdot 2\pi \cdot \frac{b}{L}}{1 + \kappa \cdot \left(sh(2i+1) \cdot 2\pi \cdot \frac{\varepsilon}{L} \right) \cdot \left(th(2i+1) \cdot 2\pi \cdot \frac{b}{L} \right)} \quad (3)$$

3.2) Main interests and prospects

The meaning of the thermal contrast κ is highlighted in equation (3) as a thermal adaptation ($\kappa=1$) yields ideal structures in terms of sensitivity. Indeed, the meandering path can be seen as "unfolded"

to consider an *effective length* \mathcal{L}_e of a straight equivalent entity whose sensitivity stands as the product of three specific quantities as is clear from the following formulation :

$$S = \mathcal{L}_e \cdot \Delta\alpha_u \cdot \left[\frac{1}{\varphi_0} \cdot \frac{\Delta\theta}{L} \right] = \mathcal{L}_e \cdot \Delta\alpha_u \cdot \mathcal{S}_t \quad [\mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})] \quad (4)$$

The physical quantity \mathcal{S}_t is a sheer thermal function whose optimisation along with L allows enhanced thermal patterns. Equation (4) underlines three independent ways to optimize a device with namely \mathcal{L}_e topologic quantity, $\Delta\alpha_u$ related to thermoelectric considerations, and \mathcal{S}_t that hinges upon the thermal contrast κ . It is clear that the development of new thermoelectric materials featuring both high figures of merit ($Z=\alpha^2\cdot\sigma/\lambda_m$) and low thermal conductivities λ_m is prominent to achieve enhanced DDR sensors. New polymers should be instrumental in this end.

4) Industrial application

4.1) Dynamic input range

Measurement of radiant heat flux is critical to characterisation and control of numerous industrial systems. Indeed evaluation of the performance of many processes depends on in-situ irradiance measurement. However commercially available radiometers (Gardon gages in most cases^[11]) are unable to cover wide irradiance ranges. DDR sensors proved to withstand up to 1MW/m². Considering the lower values to be detected a Noise Equivalent Power density (NEPD) can be defined considering a unit frequency bandwidth ($\Delta f=1\text{Hz}$). Then for aforesaid standard units, NEPD values range around 0.8 mW.m⁻².Hz^{-1/2}. Then a dynamic input range can be defined as :

$$Dy_r = 10 \cdot \log_{10} \frac{\varphi_{Max}}{NEPD(T_{Max})} \quad [\text{dB}] \quad (5)$$

Since rugged sensors ought to withstand high temperatures, as a major advantage DDR cohesive structures show off values ranging between 75dB and 90dB : conversely classical hollowed microstructures rarely feature values in excess of 60 dB.

4.2) Implementation for monitoring melting glass

To deal with industrial applications in harsh environment it is convenient to mount DDR sensors on a water cooled body fitted with a sapphire window (thickness 400 μm , and transmission range : [0.17 μm to 5.5 μm]) whose rim is placed in contact with the sink surface to minimize the useless heating of said window. Obviously the monitored process must be consistent with the spectral limit of the window shield. Moreover to ensure a continuous cleaning the system is fitted with a gaseous purge. The DDR gage is also attached to a cylindrical perch used as a support ; it is then possible to reach the various measurement areas. The air and water pipes as well as output connections are placed inside the tube and a protective coating (standard silica or alumina oxide) allow a insulation with respect to the surrounding conditions. A integrated thermocouple in the design of the meandering pattern allows to monitor the device temperature during the whole measurement process.

Measurement in situ were undertaken with a view to monitoring melting glass in temperatures ranging between 1100°C and 1600°C. Though the oven walls can be considered with a unit emissivity, we had to ensure that the target surface had to be wholly covered by the view angle. Then the output voltage function of irradiance was measured together with related target temperature as

illustrated in figure 5a & 5b. The linearity of the device is made clear from figure 5a according to the recorded irradiance 700kW/m² related to 1600°C. Temperatures were otherwise measured by way of optical pyrometry. Owing to the sapphire window DDR sensors have to be calibrated before being implemented.

In case of a target showing off a non unit emissivity ($\epsilon < 1$), the effect of reflected radiation requires an adequate correction. Insofar as the field of view is matched with the whole target surface, the radiation received by the DDR sensor will be :

$$\varphi_0 = \epsilon \cdot f(T_{\text{target}}) + (1-\epsilon) \cdot f(T_{\text{environment}}) \quad (6)$$

where the second term of the right member displays the error due to reflected radiation. A practical measurement of $T_{\text{environment}}$ can be given by a second DDR sensor suited to cover the surrounding walls. As regard metals processing, values of ϵ are quite often known with enough accuracy to ensure the best suited correction.

Conclusion

This paper presents the mainstay of the DDR sensors concept. Such devices provide a versatile, low cost, and highly linear means of measuring irradiance. A summary of the design rationale is given together with the principles of fabrication with microtechnologies. In most common applications the inherent immunity against convection obviates the need of a protective window. Military and space applications should take advantage of their cohesive structure that proved able to withstand substantially high temperatures, pressures and burst-like strains. As an industrial application the implementation for melting-glass control proves the concept commendable in harsh environment. Then such devices can be used for numerous process monitoring including fire protection and related safety issues.

Bibliography

- 1] **J. Dixon**, "Instrumentation, Science and Technology : Radiation Thermometry", J. Phys. E : Sci.Instrum. 21 (1988), pp 425-436.
- 2] **E. Gaviot**, "Conception et optimisation des radiomètres à absorption différentielle distribuée", monographie IEMN, Habilitation à Diriger des Recherches, Juin 1998, Université de Lille.
- 3] **F. Polet**, "Etude théorique et expérimentale de la radiométrie par absorption différentielle distribuée appliquée au contrôle de température sans contact", Thèse de l'Université de Lille, soutenue en juillet 1999.
- 4] **F. Völkein**, **A. Wiegand**, **V. Baier**, "High-sensitivity radiation thermopiles made of Bi-Sb-Te films", Sensors and Actuators A, 29 (1991) pp87-91
- 5] **G. Gaussorgues**, "La thermographie infrarouge", Ed. Tech & Doc, Lavoisier, Paris, 1983.
- 6] **Il Hyun Choi**, **Kensall D Wise**, "A silicon-Thermopile-Based Infrared Sensing Array for use in Automated Manufacturing", IEEE Trans. on Electron. Devices, Vol. ED-33, N°1 Jan. 1986.
- 7] **E. Gaviot**, **P. Godts**, **S. Guths**, **D. Leclercq**, "Thin foil planar radiometer ; application for designing contactless ΔT sensor", Measurement Science and technology, 7 (1996), pp 489.494
- 8] **Th. Benzinger**, "Thermopile and radiometer including same and method of producing thermopile, August 23, 1966, US patent, N° 3,267,727
- 9] **E. Gaviot**, **F. Polet**, **F. Raucoules**, **F. Brachelet**, "Planar differential radiometers : a quantitative approach for designing enhanced unit", Measurement Science and Technology, Vol. 10, Issue II, Feb. 1999.
- 10] **E. Gaviot**, **F. Polet**, **F. Raucoules**, "Radiométrie infrarouge par ADD", Note bilingue aux compte rendus

de l'Académie des Sciences, avril 1999.

11] **F. Brachelet, E. Gaviot, F. Polet, and F. Raucoules**, " Enhanced Differential Distributed Radiometers for measuring high amounts of irradiance ", *Proceedings, 45th ISA symposium*, Albuquerque, NM USA, may 1999.

12] **D. Moser**, "CMOS flow sensors", PhD thesis ETH, Ds. N°10059, Physical Electronics Laboratory, Zurich, 1993

13] **D.M. Rowe**, "CRC Handbook of Thermoelectrics", CRC Press, London, 1995

o Acknowledgements

We are deeply indebted to Pr. E. Constant (IEMN) and Pr. P.Thery, Managing Director of the SARL-*Captec*, for their most fruitful discussions. E.G. gratefully acknowledges Pr. B. Duthoit Director of the LAMH, for his assistance with the ANSYS® software. The authors acknowledge also support for the work by the enterprise Jay Electronique, under contract n° 2979 R39.

Figures

figure 1: Generic layout of a DDR sensor

figure 2: A simple 3D solid model

figure 3: Effects of tensile stresses on a sputtered constantan layer

figure 4: Manufacturing process ; plated thermoelements before applying the absorbent layer

figure 5a: Liquid glass monitoring : DDR-output voltage function of irradiance

figure 5b: Melted glass monitoring : Temperature function of voltage

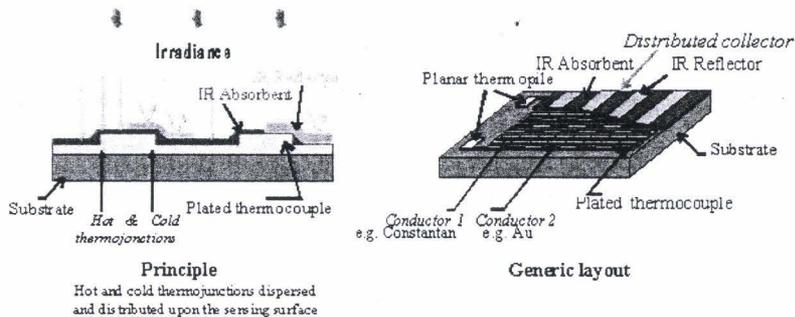


Fig. 1: Generic layout of DDR sensor

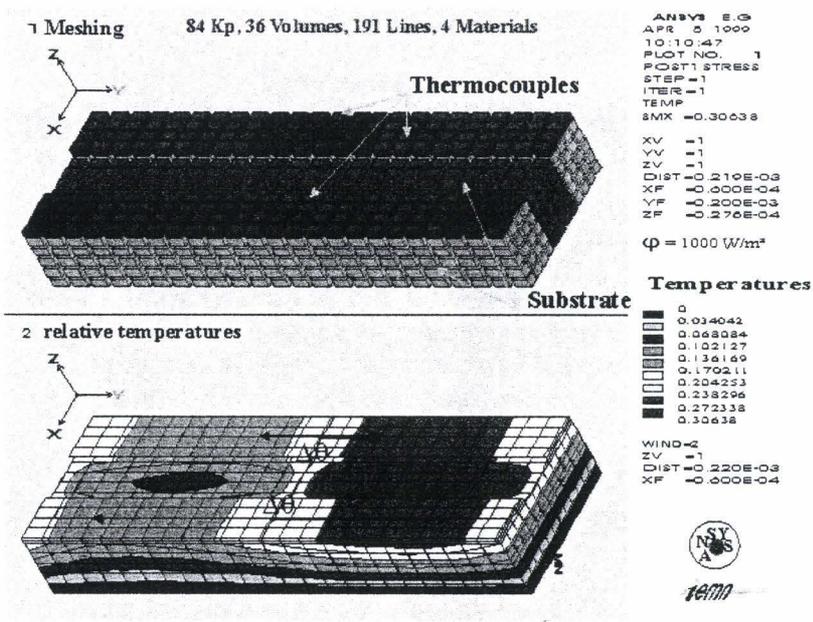


Fig.2: A simple 3D solid model

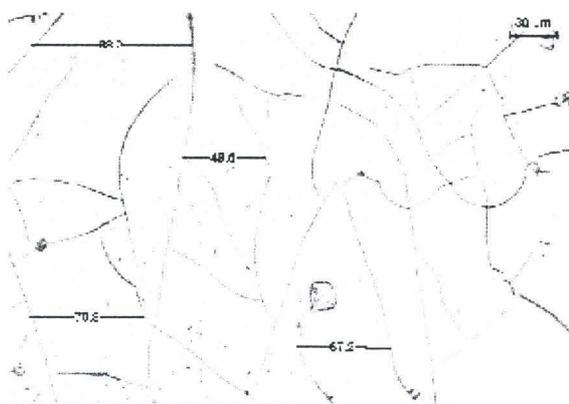


Fig.3: Effects of tensile stresses on a sputtered constantan layer

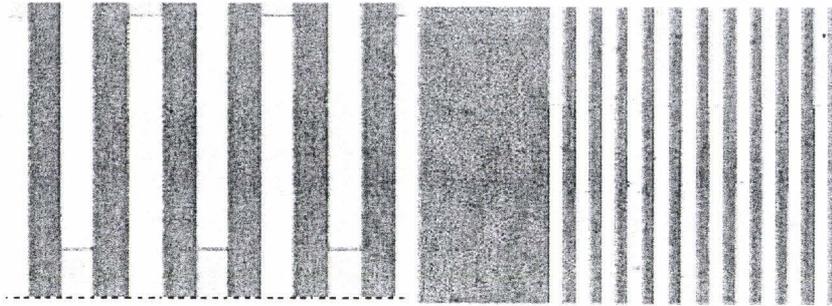


Fig.4: Manufacturing process: plated thermoelements before applying the absorbent layer

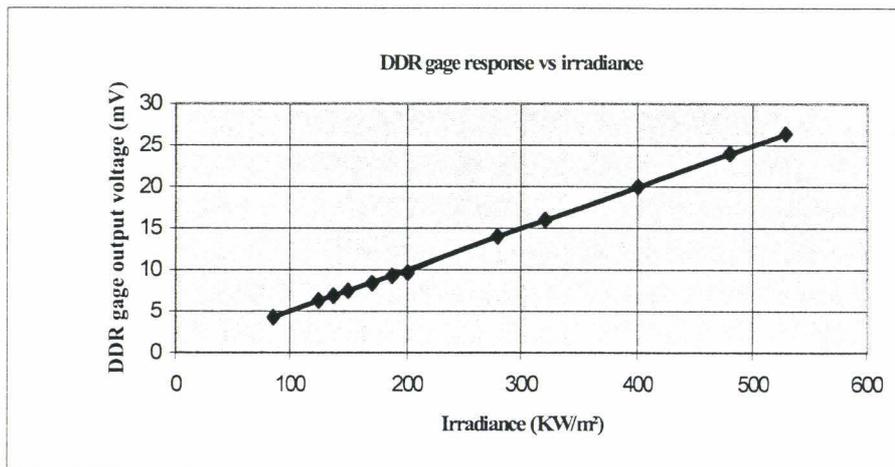


Fig.5a: Liquid glass monitoring : DDR-output voltage function of irradiance

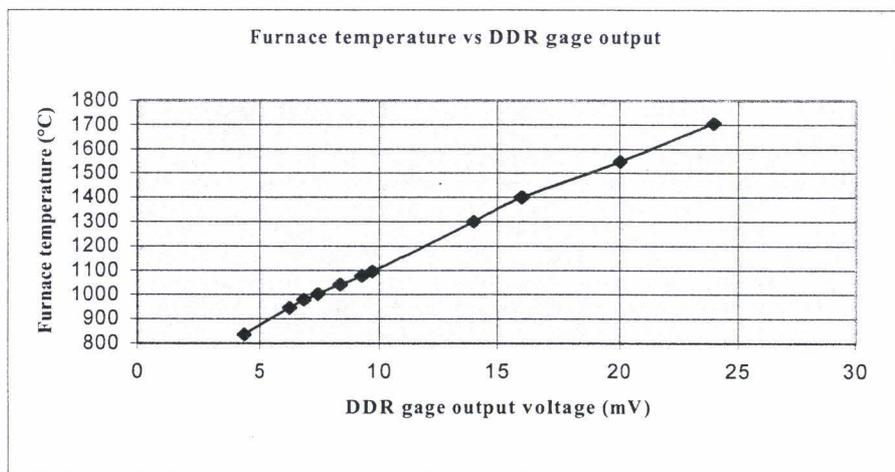


Fig.5b: Liquid glass monitoring : Temperature function of voltage

Listes des figures et des tableaux

LISTE DES FIGURES**Chapitre 1**

Figure I.1 : Montages de thermopiles en conformations cantilever et membrane	3
Figure I.2 : Fluxmètres Gardon pour flux élevés (1MW/m ²).....	4
Figure I. 3: Principes généraux d'élaboration d'une structure A.D.D. générique.....	5
Figure I. 4: Champ thermique distribué le long d'une chaîne thermoélectrique	6
Figure I.5 : Déploiement fictif de la piste conductrice de la thermopile.....	7
Figure I. 6 : Profil thermique au sein d'une structure A.D.D sollicitée $\Delta\phi$ par un flux ϕ	17
Figure I. 7:Réjection d'une perturbation de densité de flux d'égale amplitude sur chaque demi-cellule.....	18
Figure I. 8 : Structure dilithique: figuration des conditions aux limites externes	20
Figure I. 9 : Structures A.D.D. optimales comparées au modèle de comportement idéal	21
Figure I. 10: Principes à la base des convertisseurs courant-tension	25
Figure I. 11: Paramètres descriptifs d'une configuration A.D.D. à thermopile plaquée	30
Figure I. 12 a et b : Disposition d'une chaîne thermoélectrique plaquée présentant un rapport cyclique de structure rc50% sous le collecteur	34
Figure I. 13 a et b : Conducteur thermique (λ_m) équivalent à la bi-métallisation	34
Figure I. 14: Cas particulier d'un optimum en sensibilité pour $L=500\mu\text{m}$	38
Planche I.1: Domaines d'applications des radiomètres ADD.....	40

Chapitre 2

Figure II. 1 : Conformation juxtaposée	52
Figure II. 2 : Conformation plaquée.....	52
Figure II. 3 : Sous gravure et sur gravure.....	54
Figure II. 4 : Exemple de défaut d'alignement entre deux matériaux induit par les voies technologiques.....	55
Figure II. 5 : Configurations de collecteurs propres à l'absorption différentielle distribuée ...	57
Figure II. 6 : Réponse en transmission des Kapton Black CB et HN	59
Figure II. 7 : Matériaux de base pour la réalisation des capteurs selon les technologies classiques (C.I.).....	60
Figure II. 8 : Gravure de la piste avant définition des cellules.....	61
Figure II. 9 : Placage « en quinconce » pour la réalisation des radiomètres A.D.D.	61
Figure II. 10 : Sollicitation thermique en ligne de la thermopile aux placages disposés en quinconce	62
Figure II. 11 : Vision simplifiée des sollicitations thermiques à la surface de la thermopile ..	62
Figure II. 12 : Radiomètres A.D.D. réalisés en technologie C.I. (1ère génération) ^[5]	63
Figure II. 13 : Réalisation de radiomètre de la société <i>Captec</i>	63
Figure II. 14 : Capteur conductif de la société <i>Captec</i>	64
Figure II. 15 : Classes limites de particules de taille égale ou supérieure par pied cube ^[27]	65
Figure II. 16 : Les ordres de grandeur qualifiant le vide.....	68
Figure II. 17 : Domaines d'utilisation de différentes jauges	69
Figure II. 18 : Différentes techniques de dépôts sous vide	70
Figure II. 19 : Recouvrement de marche.....	71
Figure II. 20 : Schéma de principe d'un système de dépôt par évaporation	72
Figure II. 21 : Bâti d'évaporation Meca 2000 de l'IEMN	73

Figure II. 22 : Liners de forme et de matières différentes.....	74
Figure II. 23 : Principe de l'évaporation par canon à électrons	75
Figure II. 24 : Sources à effet joule ^[13]	76
Figure II. 25 : Exemple de creuset pour évaporation par chauffage indirect ^[13]	76
Figure II. 26 : Chauffage de la source par induction ^[14]	77
Figure II. 27 : Interaction en incidence normale entre un projectile et un atome de la cible... 78	78
Figure II. 28 : Cascade de collisions	78
Figure II. 29 : Rendement de pulvérisation en fonction de la nature et de l'énergie des ions. 80	80
Figure II. 30 : Evolution du rendement en fonction de l'énergie des ions incidents	80
Figure II. 31 : Rendement de pulvérisation en fonction de l'angle d'incidence	81
Figure II. 32 : La pulvérisation cathodique	82
Figure II. 33 : Phénomène d'amorçage DC.....	83
Figure II. 34 : Minimum de Paschen.....	84
Figure II. 35 : Décharge luminescente en courant continu (DC)	86
Figure II. 36 : Exemple de module de pulvérisation à diode planaire DC.....	87
Figure II. 37 : Inertie des ions et décharge HF.....	88
Figure II. 38 : Module de pulvérisation HF de type diode planaire	89
Figure II. 39 : Principe de la cathode magnétron	90
Figure II. 40 : Bâti à conformation plane	91
Figure II. 41 : Vue d'ensemble du bâti de pulvérisation Plassys MP450S	91
Figure II. 42 : Console du bâti Plassys.....	93
Figure II. 43 : Bloc de dépôt du bâti Plassys.....	94
Figure II. 44 : Enceinte de dépôt Plassys	94
Figure II. 45 : Magnétron	95
Figure II. 46 : Principe d'un module de dépôt par P.E.C.V.D.	97
Figure II. 47 : Bâti de dépôt P.E.C.V.D. Plasmalab 80 ^{plus}	98
Figure II. 48 : Synoptique du transfert de motifs	99
Figure II. 49 : Tournette de type capot ouvert.....	100
Figure II. 50 : Inhomogénéité périphérique des dépôts par tournette à capot ouvert.....	101
Figure II. 51 : Rupture d'un film de constantan sur un polyimide trop contraint déposer sur un wafer de silicium de 2 pouces	101
Figure II. 52 : Tournette GYRSET.....	102
Figure II. 53 : Illustration de l'homogénéité des dépôts par GYRSET	103
Figure II. 54 : Principales méthodes de transfert de l'image d'un masque sur un substrat... 104	104
Figure II. 55 : Schéma de principe de la lithographie par contact	104
Figure II. 56 : Aligneur Karlsüss modèle MA750	105
Figure II. 57 : Déplacements possibles du porte-masque par rapport au substrat.....	105
Figure II. 58 : Porte masque et porte substrat	106
Figure II. 59 : Source UV de l'aligneur	106
Figure II. 60 : Filtre UV 400	107
Figure II. 61 : Epaisseur de gravure [e] et de sous gravure [s]	108
Figure II. 62 : Bâti de gravure sèche Plasmalab 80 ^{plus}	109
Figure II. 63 : Evolution de la gravure de polyimide liquide recuit dans le bâti Plasmalab 80 ^{plus}	110
Figure II. 64 : Caméra couplée à un interféromètre Laser	111
Figure II. 65 : Oscillation représentant la gravure par interférométrie	112

Chapitre 3

Figure III. 1 : Tracé méandrique (en forme de " grecque ") à la base des thermopiles plaquées du laboratoire.....	118
Figure III. 2 : Définition du caractère positif ou et négatif des "émulsions" des masques	118
Figure III. 3 : Réalisation de motifs par gravure humide employant une résine photo positive	120
Figure III. 4 : Les différentes étapes du procédé de "lift-off"	120
Figure III. 5 : Dimensions extérieures du capteur.....	121
Figure III. 6 : Disposition des matériaux sur la surface active.....	122
Figure III. 7 : Présentation du niveau #1 de masquage	124
Figure III. 8 : Présentation du niveau #2 de masquage	125
Figure III. 9 : Présentation du niveau #3 de masquage	126
Figure III. 10 : Présentation du niveau #4 de masquage	127
Figure III. 11 : Motifs d'alignement des niveaux de masque.....	128
Figure III. 12 : Masque en chrome sur verre du niveau #1	129
Figure III. 13 : Détail de la connexion à un plot de contact sur le niveau #1 de masquage...	129
Figure III. 14 : Ouverture pour la réalisation des thermoéléments plaqués sur niveau # 2 de masquage.....	129
Figure III. 15 : Décollement par manque d'adhérence d'un film de constantan de 800 nm sur un substrat de verre altéré par un corps gras	132
Figure III. 16 : Ruptures sur la piste dues à une poussière.....	132
Figure III. 17 : Système de contrôle optique des process.....	133
Figure III. 18 : Pulvérisation cathodique d'alliages ou de composés.....	134
Figure III. 19 : Four a recuit rapide Heatpulse 210.....	135
Figure III. 20 : Influence de la durée du recuit sur le rapport entre les résistivités après et avant recuit du constantan ($R_{\text{après}}/R_{\text{avant}}$)	136
Figure III. 21 : Optimisation de la gravure par acide nitrique du constantan (proportion, température)	139
Figure III. 22 : Gravure du constantan à l'acide nitrique, grossissement 5x.....	140
Figure III. 23 : Profilomètre Tencor P10.....	141
Figure III. 24 : Capture de l'écran du profilomètre au cours d'une mesure d'épaisseur de constantan.....	142
Figure III. 25 : Banc de mesure électrique	142
Figure III. 26 : profil en casquette, section droite prise en photo au MEB	144
Figure III. 27 : Thermopile réalisée sur verre	144
Figure III. 28 : Ellipsomètre et système de visualisation de mesure.....	147
Figure III. 29 : Capture d'écran d'une mesure à l'ellipsomètre.....	148
Figure III. 30 : Présentation d'un radiomètre sur substrat de verre après sa réalisation.....	151
Figure III. 31 : Bilan énergétique sur une lame mince soumise à un rayonnement électromagnétique incident normal	153
Figure III. 32 : Taux de transmission fonction du nombre d'onde pour un milieu peu absorbant (a_1).....	155
Figure III. 33 : Spectre en transmission de couche de $1\mu\text{m}$ de Si_3N_4 et SiO_2	157
Figure III. 34 : Spectre en transmission du polyimide 4208	157
Figure III. 35 : Spectre en transmission du polyimide 7505, $d=10\mu\text{m}$	158
Figure III. 36 : Spectres en transmission du polyimide 3112 pour différentes épaisseurs (bande $2000\text{-}370\text{ cm}^{-1}$).....	159
Figure III. 37 : Spectres en transmission du polyimide 4212 pour différentes épaisseurs (bande $2000\text{-}370\text{ cm}^{-1}$).....	159

Figure III. 38.: Similitude de comportement spectral des polyimides des séries 40 et 30 de Ultradell.....	160
Figure III. 39 : Spectres en transmission des polyimides 4208 et 7505 épaisseurs respectives 5 μm et 10 μm	160
Figure III. 40 : Absorptivité spectrale du polyimide Ultradell 4212 (5 μm).....	161
Figure III. 41 : Absorptivité spectrale du polyimide Ultradell 4208 (2 μm).....	162
Figure III. 42 : Absorptivité spectrale du polyimide Ultradell 3112 (0,5 μm).....	162
Figure III. 43 : Absorptivité moyenne des polyimides 3112, 4208 et 4212 en fonction de l'épaisseur déposée.....	163
Figure III. 44 : Réflectivité spectrale de quelques métaux dans l'infrarouge ^[29]	164
Figure III. 45 : Emissivité normale de quelques métaux en fonction de leur conductivité thermique.....	166
Figure III. 46 : Emissivité normale de quelques métaux déposés par évaporation selon une étude de la NASA (1995) ^[Dt.1]	167
Figure III. 47 : Dégradation du PES par l'acétone.....	170
Figure III. 48 : Effet d'un recuit rapide sur un film de Kapton sous atmosphère azoté.....	171
Figure III. 49 : Flambage d'un échantillon de 400 μm d'épaisseur de PEEK soumis à 220 °C durant 10 minutes sous atmosphère azotée	171
Figure III. 50 : Rupture d'un film de constantan de 300 nm d'épaisseur sur substrat de Polyimide PI.....	172
Figure III. 51 : Représentation normalisée de l'effectivité thermoélectrique	175
Figure III. 52 : Représentation de l'effectivité thermoélectrique en fonction des épaisseurs pour quelques couples praticables.....	175
Figure III. 53 : Préparation des échantillons	176
Figure III. 54 : Lamineur Dynachem H350.....	177
Figure III. 55 : Etuve à convection utilisée pour le recuit de la préparation des échantillons (2 heures à 80 °C).....	177
Figure III. 56 : Aspect d'un dépôt de constantan (700 nm) sur un film de Kapton VN (G x10)	178
Figure III. 57 : Aspect des échantillons avant et après collage du Kapton	178
Figure III. 58 : Nervures observées sur un film de constantan (500nm) déposé sur Kapton HPP-ST.....	179
Figure III. 59 : Four de recuit programmable Carbolite doté de programmeur 2416C avec circulation de gaz	180
Figure III. 60 : Cycle de recuit des polyimides Ultradell 3112 et Pyralin 2560 sous azote... ..	181
Figure III. 61 : Vue en 3D d'une partie du Kapton sans polyimide	181
Figure III. 62 : Vue en 3D d'une partie du Kapton avec polyimide	182
Figure III. 63 : Vue en 3D d'une partie de wafer de Si parfaitement plan.....	182
Figure III. 64 : Calibrage de la cible de constantan	183
Figure III. 65 : Rupture du constantan (500 nm) sur la structure Kapton + polyimide Utradell 3112.....	184
Figure III. 66 : Allure typique d'une courbe de traction	184
Figure III. 67 : Convention de signe de la contrainte mécanique	185
Figure III. 68 : Représentation schématique de l'origine phénoménologique des contraintes résiduelles dans un système film/ substrat.	186
Figure III. 69 : Pastille de température permettant la vérification de la température des échantillons au cours du dépôt	187
Figure III. 70 : Exemple de mesure de rayon de courbure avec le P-10 Tencor (0.888 μm de constantan en compression) ^[4]	190

Figure III. 71 : Evolution de la contrainte d'une couche de constantan, en fonction de son épaisseur (> 0).....	191
Figure III. 72 : Diagramme de zone complet de Movchan-Demchishin.....	193
Figure III. 73 : Evolution expérimentale de la contrainte intrinsèque d'une couche de 5000Å de constantan avec le débit d'argon, $P_{RF}=170$ W.....	194
Figure III. 74 : Evolution expérimentale de la contrainte intrinsèque d'une couche de 5000Å de Constantan avec la puissance, débit d'argon de 60 sccm.....	194
Figure III. 75 : Allure du dépôt de constantan sur le substrat Kapton+polyimide.....	196
Figure III. 76 : Révélation de la résine sur un substrat après insolation.....	197
Figure III. 77 : Aspect d'une plaquette après la gravure humide du constantan.....	198
Figure III. 78 : Détail d'un tracé méandrique obtenu par gravure humide du constantan sur Kapton.....	199
Figure III. 79 : Décollage accidentel (intempestif) de la piste de constantan (600nm) suite à une immersion dans du EBR PG.....	199
Figure III. 80 : Ouverture de la résine AZ1518 pour le "lift-off" avant dépôt du second conducteur pour réaliser la thermopile.....	201
Figure III. 81 : Figure schématisant la structure finale de la thermopile après "lift-off".....	202
Figure III. 82 : Thermopile Constantan_or déposée sur substrat polyimide.....	202
Figure III. 83 : Cycle de recuit des polyimides Utradell 4212 et Pyralin 2732 dans le four tubulaire Carbolite.....	203
Figure III. 84: Epaisseur de polyimide gravée en fonction du temps, par attaque RIE (paramètres de dépôt Cf. Tableau III. 36.).....	205
Figure III. 85 : Schémas, section droite et perspective 3D du radiomètre.....	206
Figure III. 86 : Radiomètres Constantan_or réalisés sur Kapton et polyimide.....	210
Figure III. 87 : Thermocouples constantan_fer dégradés par l'oxydation du fer suite à une immersion dans de l'acétone pour un "lift-off".....	215
Figure III. 88 : Représentation schématique de l'effet d'un long dépôt par pulvérisation cathodique sur un procédé de "lift-off".....	216
Figure III. 89 : Conséquences rédhibitoires d'un process de pulvérisation trop prolongé sur la libération des plots de fer.....	217
Figure III. 90 : Illustration d'une réalisation de thermopile Ni80Cr20_constantan.....	219
Figure III. 91 : Détails de la thermopile NiCr_constantan montrant l'épaisseur de constantan plaquée.....	219

Chapitre 4

Figure IV. 1: Dimensions extérieures du capteur.....	226
Figure IV. 2 : Superposition des deux configurations conduisant à une immunité relative à la convection naturelle.....	227
Figure IV. 3 : Dimensions internes d'une cellule du capteur.....	228
Figure IV. 4 : Allure du niveau #1 du capteur matricé 2x2.....	229
Figure IV. 5 : Allure du niveau #2 du capteur matricé 2x2.....	230
Figure IV. 6 : Allure du niveau #3 du capteur matricé 2x2.....	231
Figure IV. 7 : Allure du niveau #3 du capteur matricé 2x2.....	232
Figure IV. 8 : Motifs d'alignements des différents niveaux de masquage.....	232
Figure IV. 9 : Masque du premier niveau de masquage de la version matricée (2x2) des radiomètres.....	233

Figure IV. 10 : Masque du second niveau de masquage de la version matriciée(2x2) des radiomètres	233
Figure IV. 11 : Cycle du polyimide Pyralin 2560 et 2732	235
Figure IV. 12 : Disposition des tracés méandriques au cœur d'un capteur matricié 2x2.....	237
Figure IV. 13 : Ouverture de la résine sur les quatre pistes méandriques des cellules du capteur matricié 2x2	238
Figure IV. 14 : Thermoéléments au cœur de la matrice.....	239
Figure IV. 15 : Absorptivité spectrale du polyimide Pyralin 2732 (10,1 μm)	240
Figure IV. 16 : Capteur matricié 2x2	241
Figure IV. 17 : Détails d'une des quatre cellules montrant les plots d'accès.....	242
Figure IV. 18 : Qualité du plaquage et de gravure sur substrat Si+polyimide	244
Figure IV. 19 : Détail du cœur des thermopiles (piste en constantan et placage de l'or) au cœur d'un capteur matricié 2x2	244
Figure IV. 20 : Plaquette de radiomètres matriciés 2x2 réalisée sur substrat Si recouvert de polyimide Pyralin 2560	244
Figure IV. 21 : Mécanisme possible d'infiltration de la solution de gravure entre le wafer et le film de polyimide	245
Figure IV. 22 : Film polyimide décollé d'un substrat de GaAs	246
Figure IV. 23 : Plaquette de capteurs sur substrat polyimide libérée du wafer Silicium	247
Figure IV. 24 : Vue de la tranche de la plaquette réalisée	248
Figure IV. 25 : Banc d'étalonnage utilisé pour les radiomètres thermiques	249
Figure IV. 26 : Banc d'étalonnage utilisé pour les mesures rapides de sensibilité	251
Figure IV. 27 : Blocs supports du système d'étalonnage rapide	251
Figure IV. 28 : Circuit de refroidissement	252
Figure IV. 29 : Cône support du montage de mesure la sensibilité	252
Figure IV. 30 : Ouverture du cône du système d'étalonnage rapide.....	253
Figure IV. 31 : Support du capteur.....	253
Figure IV. 32 : Diagramme de sensibilité du capteur dans le cône support.....	254
Figure IV. 33 : Principe de réalisation d'un corps noir	255
Figure IV. 34 : Corps noir commercialisé par la société GRASEBY	255
Figure IV. 35 : Schéma synoptique de la plaque chauffante.....	256
Figure IV. 36 : La plaque chauffante et son module d'alimentation.....	256
Figure IV. 37 : Photographie du banc d'étalonnage utilisé au laboratoire.....	257
Figure IV. 38 : Montage pour les mesures avec le corps noir.....	258
Figure IV. 39 : Comparaisons des tracés d'étalonnage d'un radiomètre A.D.D. avec les deux systèmes de mesure de la sensibilité	259
Figure IV. 40 : Courbes d'étalonnage pour quelques capteurs sur verre et sur Kapton.....	260
Figure IV. 41 : Evolution de la sensibilité vis-à-vis de la température du capteur sur substrat Kapton	261
Figure IV. 42 : Diagramme de rayonnement.....	262
Figure IV. 43 : Diagramme d'influence de divers radiomètres thermiques.....	263
Figure IV. 44 : Diagramme de rayonnement à 2 dimensions.....	263
Figure IV. 45 : Photographie du banc de caractérisation du diagramme de rayonnement ^[5]	264
Figure IV. 46 : Diagramme polaire projeté de la sensibilité d'un radiomètre A.D.D.....	264
Figure IV. 47 : Schéma du principe de la mesure du temps de réponse	265
Figure IV. 48 : Rideau mécanique destiné à la mesure comparée du temps de réponse des radiomètres.....	265
Figure IV. 49 : Montage de la mesure du temps de réponse total du système.....	266
Figure IV. 50 : Schéma de la thermopile sur membrane de Perkin Elmer ^[Dt.3]	267
Figure IV. 51 : Thermopile Perkin Elmer sans le boîtier TO5 ^{[Dt.3], [Dt.5]}	268

Figure IV. 52 : Radiomètres DTS ^[Dt.4] 268
 Figure IV. 53 : Détails de la thermopile du radiomètre D.T.S en conformation "bout à bout"
 269
 Figure IV. 54: Montages amplificateurs inverseur(a) et non-inverseur (b) 271

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre 1

Tableau I.1: Transformation des propriétés d'un radiomètre A.D.D. par simple multiplication de la surface globale de mesure..... 14
 Tableau I.2: Propriétés thermoélectriques de quelques alliages, semi-métaux et semi-conducteurs..... 29
 Tableau I.3: Epaisseurs de placage optimales pour quelques couples plaqués..... 30
 Tableau I. 4: Influence de la nature et de l'épaisseur du matériau réflecteur 36
 Tableau I. 5: Prévisions de performances par modélisation analytique 37
 Tableau I. 6: Performances modélisées analytiquement pour les structures matricées 39

Chapitre 2

Tableau II. 1 : Caractéristiques du Kapton HN..... 58
 Tableau II. 2 : Conductivités électriques et pouvoirs thermoélectriques des matériaux constituant la thermopile 58
 Tableau II. 3 : Propriétés de l'association thermoélectrique Cn_Cu..... 59
 Tableau II. 4 : Caractéristiques du Kapton[®] CB 59
 Tableau II. 5 : Exemple de relation entre classe et type d'utilisation 66
 Tableau II. 6 : Comparaison des principales désignations de classes de salles propres dans le monde ^[27] 66
 Tableau II. 7 : Température pour pression de vapeur saturante 71
 Tableau II. 8: Vitesses de dépôt en l'absence et en présence de magnétron..... 90
 Tableau II. 9 : Techniques et gammes d'épaisseur de dépôt de substances photosensibles .. 103
 Tableau II. 10 : Principales techniques de gravure sèche. 109

Chapitre 3

Tableau III. 1 : paramètres des masques 123
 Tableau III. 2 : Masque pour le méandriforme 124
 Tableau III. 3 : Masque pour les plots des thermoéléments plaqués..... 124
 Tableau III. 4 : Masque pour le dégagement de plots 125
 Tableau III. 5 : Masque pour le dépôt des réflecteurs..... 126
 Tableau III. 6 : Solution d'attaque du chrome à base de sulfate de cérique II..... 128
 Tableau III. 7 : Synthèse des caractéristiques et des performances 131

Tableau III. 8 : Paramètres de dépôt en mode RF du constantan pour une épaisseur 600 nm avec une cible de 2 et 4 pouces de diamètre	135
Tableau III. 9: Paramètres d'enduction de la résine Shipley S1400-27	136
Tableau III. 10 : Solution d'attaque du constantan à base de sulfate de cérium	137
Tableau III. 11 : Proportions de la Formulation de Marble	138
Tableau III. 12 : Proportions de la solution de perchlorure de fer	138
Tableau III. 13 : Paramètres de dépôt et de recuit de la PMGI SF11	145
Tableau III. 14 : Paramètres de dépôt et de recuit de la SRJ 5138.....	145
Tableau III. 15 : Paramètres de gravure au GIR de l'absorbant en nitrure de silicium (Si_3N_4)	148
Tableau III. 16 : Valeurs mesurées des coefficients de réflexion en amplitude.....	158
Tableau III. 17 : Conductivités thermiques et absorptivités moyenne des matériaux semi-transparents étudiés	163
Tableau III. 18 : Emissivités de quelques métaux et alliages pour différents états de surface selon une étude de la NASA (1995) ^[Dt.1]	165
Tableau III. 19 : Principales caractéristiques recherche pour le substrat	168
Tableau III. 20 : Les trois principaux critères de sélection du substrat.....	169
Tableau III. 21: Liste des matériaux envisageables comme substrat de la thermopile	170
Tableau III. 22 : Propriétés de quelques métaux et alliages présentant un pouvoir thermoélectrique.....	173
Tableau III. 23 : Facteur de mérite thermoélectrique pour quelques associations courantes.	174
Tableau III. 24 : Actions de nettoyage des échantillons	179
Tableau III. 25 : Paramètres d'enduction des polyimides 3112 et Pyralin 2560 pour aplanissement	180
Tableau III. 26 : Paramètres de dépôt pour le calibrage de la source	183
Tableau III. 27 : Paramètres de dépôt pour quantifier les contraintes vis-à-vis de l'épaisseur du constantan sur du silicium	191
Tableau III. 28 : Paramètres de dépôt établi pour le constant sur substrat Polyimide	195
Tableau III. 29 : Traitement de la résine AZ 1518 pour le masque de gravure du tracé méandriforme	197
Tableau III. 30 : Paramètres de gravure humide du constantan	198
Tableau III. 31 : Paramètres de la préparation du profil en casquette.....	200
Tableau III. 32 : Paramètres de dépôt de l'or (300nm) par évaporation au canon à électrons	201
Tableau III. 33 : Paramètres de dépôt à la tournette du polyimide pour l'absorbant (Utradell 4212 et Pyralin 2732)	202
Tableau III. 34 : Paramètres de dépôt d'un masque d'aluminium (100 nm) par évaporation .	203
Tableau III. 35 : Paramètre de gravure humide de l'aluminium	204
Tableau III. 36 : Paramètres de gravure sèche des polyimides	204
Tableau III. 37 : Paramètres de dépôt du constantan constituant les réflecteurs	206
Tableau III. 38 : Synthèse des caractéristiques et des performances	210
Tableau III. 39 : Caractéristiques des couples thermoélectriques expérimentés pour la modification de la thermopile	211
Tableau III. 40 : Epaisseur des constituants pour la réalisation d'un radiomètre comprenant une thermopile Constantan_chrome.....	211
Tableau III. 41 : Propriétés du chrome.....	212
Tableau III. 42 : Propriétés de l'association Constantan_chrome et les prévisions pour la résistance et sensibilité du radiomètre.....	212
Tableau III. 43 : Paramètres de dépôt du chrome.	212

Tableau III. 44 : Epaisseurs des constituants pour la réalisation d'un radiomètre avec une thermopile Constantan_platine.....	213
Tableau III. 45 : Propriétés de l'association Constantan_platine et prévisions pour la résistance et sensibilité du radiomètre	213
Tableau III. 46: Propriétés du fer	214
Tableau III. 47 : Epaisseurs des constituants pour la réalisation d'un radiomètre avec une thermopile Constantan_Fer	214
Tableau III. 48 : Propriétés de l'association constantan_fer et prévisions pour la résistance et sensibilité du radiomètre	214
Tableau III. 49 : Paramètres de dépôt du fer par "sputtering".....	216
Tableau III. 50 : Epaisseurs des constituants pour la réalisation d'un radiomètre avec une thermopile Ni80Cr20_constantan	217
Tableau III. 51 : Propriétés de l'association Ni80Cr20_constantan et les prévisions pour la résistance et sensibilité du radiomètre.....	218
Tableau III. 52 : Paramètres de la préparation du profil en casquette adaptés à l'utilisation de la résine AZ1529	219

Chapitre 4

Tableau IV. 1 : Dimensions caractéristiques du capteur matricé.....	227
Tableau IV. 2 : Masque pour le tracé méandrique.....	228
Tableau IV. 3 : Masque pour les plots des thermoéléments plaqués	229
Tableau IV. 4 : Masque pour le dégagement de plots.....	230
Tableau IV. 5 : Masque pour le dépôt des réflecteurs.....	231
Tableau IV. 6 : Paramètres d'enduction du polyimide Pyralin 2560 pour aplanissement.....	234
Tableau IV. 7 : Paramètres de dépôt établis pour le constantan sur substrat Polyimide.....	235
Tableau IV. 8 : Traitement de la résine AZ 1518 pour le masque de gravure du tracé méandrique	236
Tableau IV. 9 : Paramètres de gravure humide du constantan.....	236
Tableau IV. 10 : Paramètres de la préparation du profil en casquette	238
Tableau IV. 11 : Paramètres de dépôt de l'or (300nm) par évaporation au canon à électrons	239
Tableau IV. 12 : Traitement du polyimide Pyralin 2732 pour le dépôt de l'absorbant et l'ouverture aux plots d'accès.....	240
Tableau IV. 13 : Paramètres de dépôt du constantan constituant les réflecteurs	241
Tableau IV. 14 : Traitement du polyimide Pyralin 2560 pour la préparation des substrats Si et GaAs.....	243
Tableau IV. 15 : Solution alcaline de gravure du GaAs.....	245
Tableau IV. 16 : Solution acide de gravure du GaAs.....	246
Tableau IV. 17 : Caractéristiques dynamiques du rideau mécanique	266
Tableau IV. 18 : Temps de réponse mesurés pour différents capteurs	266
Tableau IV. 19 : Caractéristiques des radiomètres étudiés	269

CONCEPTION ET REALISATION DE MICRORADIOMETRES THERMIQUES SUR
SUBSTRATS POLYMERES ADAPTES A LA SECURITE DES BIENS ET DES PERSONNES EN
MILIEU INDUSTRIEL

Résumé :

Ce travail a été réalisé au sein de la société **Jay Electronique** de Grenoble, en étroite collaboration avec l'Institut d'Electronique de Microélectronique et de Nanotechnologie (**IEMN**). La contribution essentielle de l'Agence Nationale de la Recherche et des Technologies (**ANRT**) a permis la validation industrielle des capteurs et des procédés innovants développés depuis 1995 au laboratoire, au travers des systèmes de mesure et de conditionnement évoqués dans le présent mémoire, et a conduit à une collaboration Université-Entreprise ayant donné lieu à notre convention **CIFRE**.

La nécessité de maintenance et de contrôle des process in situ impose une présence partielle des opérateurs, avec systématiquement des risques d'accident (hommes) ou d'incidents (machines), compte tenu de la vitesse et de la force des systèmes de robotique actuellement mis en œuvre dans l'industrie. Ainsi, la détection des personnes par leur émission infrarouge constitue une problématique soulevée par la société Jay Electronique afin que toute approche humaine non préalablement préparée et voulue puisse mettre en arrêt les machines, ou au moins écarter le danger du contact homme-machine. Les solutions actuellement mises en oeuvre recourent à des détecteurs pyroélectriques, qui, en dépit de leur sensibilité élevée ne peuvent traiter que les régimes variables, n'étant intrinsèquement sensibles qu'aux variations temporelles de température. En revanche, les détecteurs thermiques, à la base de nos travaux, reposant sur l'effet "*self-generating*" de Seebeck, permettent de prendre en compte le régime permanent d'une source infrarouge. L'utilisation de tels capteurs, éventuellement couplés aux solutions traditionnelles en vue d'un traitement de l'information par logique floue, pourrait amener des solutions nouvelles au problème posé.

Les travaux de modélisation effectués nous ont permis d'aboutir à une amélioration de la sensibilité des **radiomètres A.D.D.** rendant plus performante chaque partie du capteur : le substrat, la thermopile et le collecteur. Nous avons ainsi développé des capteurs sur substrat polymères (**Kapton et polyimide liquide**) en ayant recours aux techniques des microtechnologies. Nous avons aussi réalisé une version matricée 2x2 de ces capteurs dont la sensibilité globale atteint 10 à 12 $\mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$. L'étude des limitations du procédé de fabrication a été amorcée en vue d'une amélioration de la sensibilité, notamment en ce qui concerne les performances spectrales des matériaux absorbants à envisager.

Mots clefs :

Thermoélectricité, Microtechnologies, Rayonnement infrarouge, Thermopile, Radiométrie ADD, Capteur thermique, Détection de l'humain

DESIGN AND REALIZATION OF THERMAL MICRORADIOMETERS ON POLYMERIC
SUBSTRATES FOR THE SAFETY OF GOODS AND PEOPLE IN THE INDUSTRIAL
ENVIRONMENT

This work was performed within the company **Jay Electronique**, based in Grenoble, and in close collaboration with the Institute of Electronics of Micro-electronics and Nanotechnologies (**IEMN**). The essential contribution of the National Agency of Research and Technologies (**ANRT**) has allowed for the industrial validation of sensors and of other innovating processes developed in the laboratory since 1995, such as conditioning or system measurements mentioned in this report, and has led to a partnership between the university and the company in the juridical form of our **CIFRE** convention.

The *in situ* maintenance and process control require operators, and this necessity is often associated with accidents (in the case of men) or incidents (in the case of machines), due to the speed and to the strength of industrial robotic systems. Jay Electronique's approach to facing this issue is based on the detection of people by their infrared emission in order to block the machines in the case of any unprepared human approach, or at least to avoid contact between man and machine. Pyroelectric sensors currently provide a solution to this problem, although their high sensitivity is able to treat only variable modes, as they are intrinsically sensitive only to temporal temperature variations. By contrast, thermal sensors, on which our work is based, rely on the "*self-generating*" Seebeck effect and therefore take into account the permanent mode of infrared sources. The use of these sensors, possibly together with the traditional pyroelectric sensors for data processing by fuzzy logic, could bring new openings to this matter.

Our modelization work has allowed us to improve the sensitivity of **D.D.A radiometers**, by rendering each one of the sensor's components - the substrate, the thermopile and the collector - more powerful. Sensors were developed on polymeric substrates (**Kapton and liquid polyimide**) using microtechnology techniques. Furthermore, a 2x2 matrix version of these sensors was built, whose total sensitivity reaches 10 to 12 $\mu\text{V}/(\text{W}\cdot\text{m}^{-2})$. We are currently evaluating the limitations which could arise during the manufacturing process, in order to further improve their sensitivities, particularly with regard to the spectral performances of the absorbing materials to be considered.

keywords:

Thermoelectricity, Microtechnologies, Infrared radiation, Thermopile, D.D.A radiometry, Thermal sensors, Human sensing, Seebeck effect

