

UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE  
UFR INFORMATIQUE –ELECTRONIQUE –ELECTROTECHNIQUE –AUTOMATIQUE

## THESE

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITE**

Spécialité : Microondes et Microtechnologies

par

Malika YALA-AITHAMMOUDA

### **ETUDE ET REALISATION DE MICROCAPTEURS DE FLUX THERMIQUE EN TECHNOLOGIE SILICIUM**

Soutenue le 28 Juin 2007 devant la Commission d'Examen

#### **Membres du jury :**

<b><u>Président :</u></b>	M. A. CAPPY	IEMN-USTL
<b><u>Rapporteurs :</u></b>	M. E. GAVIOT	Université du Maine –Le Mans
	M. B. BECHE	Université de Rennes
<b><u>Directeurs de thèse :</u></b>	M. D. LECLERCQ	IEMN-USTL
	M. K. ZIOUCHE	IEMN-USTL
<b><u>Examineurs :</u></b>	Mme. V. MANCIER	Université de Reims
	M. M. SMIS	Société KSB
	Mme. P. GODTS	IEMN-USTL

*A mes très chers parents  
A Amine qui m'a toujours soutenue*

## **Remerciements**

*Ce travail a été effectué à l'université des Sciences et Technologies de Lille, au Département Hyperfréquences et Semiconducteurs (DHS) de l'Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie (IEMN) dirigé par Monsieur A. CAPPY.*

*Monsieur le Professeur A. CAPPY, Directeur de l'Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie me fait l'honneur de présider ce jury d'examen et de juger l'ensemble de ce travail; qu'il trouve ici l'expression de ma profonde reconnaissance.*

*Je remercie Monsieur E. GAVIOT, Professeur à l'université du Maine pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de juger mon travail.*

*Je tiens à remercier vivement Monsieur B. BECHE, Professeur à l'université de Renne qui a analysé mes travaux.*

*Je tiens particulièrement à présenter mes sincères remerciements à Monsieur K. ZIOUCHE, Maître de Conférences à l'IUT de Lille, pour son dévouement, sa présence, son aide précieuse, son soutien constant et pour ses qualités humaines, je souhaite lui exprimer toute ma gratitude.*

*J'exprime toute ma gratitude envers Monsieur le Professeur D. LECLERCQ qui a dirigé ce travail, pour la qualité de son encadrement, sa disponibilité et les nombreux conseils qui m'ont permis de mener à terme cette étude ainsi que la confiance qu'il m'a accordée en m'accueillant au sein de son équipe.*

*J'adresse mes remerciements à Madame P. GODTS, Chargée de recherche au CNRS, pour ses discussions et ses conseils ainsi que pour l'honneur qu'elle me fait en participant à mon jury de thèse.*

*Mes remerciements vont également à Madame V. MANCIER, Maître de Conférences à l'université de Reims, pour avoir accepté de participer à ce jury de thèse.*

*Monsieur M. SMIS, Responsable Recherche et Développements de la Société KSB, a accepté de participer à ce jury, je lui en suis particulièrement reconnaissante.*

*Ce travail n'aurait pas été possible sans l'aide et la disponibilité du personnel de la centrale de technologie. Je remercie Mesdames C.LEGRAND, P.LEFEBVRE, A. FATTORINI, et Messieurs R.RINGOT, A.LEROY, J.C.PESANT, L.FUGERE, B.GRIMBERT, P.TILMANT, M. MULLER ainsi que Messieurs J.F. DEMEYER et P. ARMAND.*

*Je remercie également Messieurs C. BOYAVAL et D. VANDERMOERE pour leur disponibilité en particulier pour le MEB et la découpe. Je remercie plus particulièrement Monsieur B. VERBEKE pour sa disponibilité pour ses nombreuses soudures et sa bonne humeur.*

*Je remercie toutes les personnes que j'ai côtoyées à l'IEMN et plus particulièrement en salle blanche, Auxence, Salim, Mehdi, Katir, Majda, Farid, Mathieu et tous les autres pour leur sympathie tout au long de ces années.*

## ***TABLE DES MATIERES***

## Table des matières

Liste des symboles.....	1
Introduction .....	3
Bibliographie de l'Introduction générale.....	7
<b>Chapitre I : Présentation et principe de fonctionnement des microfluxmètres</b>	
1 Etat de l'art en fluxmétrie thermique.....	8
1.1 Préambule.....	8
1.2 Principaux types de fluxmètres thermiques commercialisés actuellement.....	9
1.3 Description et principe de fonctionnement des capteurs de flux thermiques existants.....	10
1.4 Concepts ayant permis le développement d'une nouvelle famille de microfluxmètres thermique en technologie silicium.....	12
2 Modélisation et optimisation des microcapteurs.....	14
2.1 Structure d'un microfluxmètre thermique en silicium.....	14
2.2 Identification des performances et paramètres à optimiser.....	15
2.3 Modélisation numérique de la résistance thermique surfacique équivalente $r_{th}$ .....	18
2.4 Définition du modèle bidimensionnel simplifié.....	22
2.5 Résultats de modélisation numérique.....	26
Bibliographie du Chapitre I.....	36
<b>Chapitre II : Réalisation technologique des microcapteurs de flux thermiques</b>	
1 Introduction.....	39
2 Réalisation technologique .....	39
2.1 Métrologie .....	39
2.2 Choix et préparation du substrat.....	40
2.2.1 Choix du substrat.....	40
2.2.2 Nettoyage du substrat.....	40
2.3 Description des différentes étapes technologiques.....	41
2.3.1 Réalisation des caissons de silicium poreux .....	42
2.3.2 Réalisation de la couche isolante entre le wafer et la thermopile.....	52
2.3.3 Réalisation de la thermopile.....	54

2.3.4	Réalisation du collecteur.....	62
3	Conclusion.....	65

	Bibliographie du Chapitre II.....	66
--	-----------------------------------	----

### **Chapitre III: Etude Matériaux, Bancs de mesures et Résultats de caractérisations**

1	Introduction.....	69
2	Etude théorique et expérimentale de la conductivité thermique du silicium poreux.....	69
2.1	Formation du silicium poreux .....	70
2.2	Les différents types de silicium poreux.....	71
2.2.1	Le silicium nanoporeux.....	72
2.2.2	Le silicium mésoporeux.....	72
2.2.3	Le silicium macroporeux.....	73
2.3	Réalisation et oxydation de la couche de silicium mésoporeux.....	73
2.4	Les cellules d’anodisation .....	75
2.5	Caractérisation du silicium poreux.....	76
2.5.1	Caractérisation morphologique.....	76
2.5.2	Mesure de la conductivité thermique du silicium poreux.....	85
3	Etude et optimisation de la thermopile.....	94
3.1	Réalisation des thermopiles de test .....	95
3.2	Description du banc et principe de mesure.....	96
3.3	Résultats de caractérisation thermoélectrique du polysilicium.....	97
4	Caractérisation des Microfluxmètres .....	100
4.1	Mesure de la sensibilité.....	100
4.1.1	Caractérisation par contact.....	100
4.1.2	Caractérisation par rayonnement.....	102
5	Conclusion.....	105

	Bibliographie du Chapitre III.....	106
--	------------------------------------	-----

	Conclusion générale.....	108
--	--------------------------	-----

	Annexes.....	110
--	--------------	-----

	Liste des figures et tableaux.....	129
--	------------------------------------	-----

## ***LISTE DES SYMBOLES***



### **Symboles standards**

$c$	Chaleur massique	(J/(kg.K))
$C_{th}$	Capacité thermique	(J/K)
$D^*$	Détectivité spécifique	(cm.Hz <sup>1/2</sup> /W)
$e$	Epaisseur	(Å)
$e_{equ}$	Epaisseur équivalente	(Å)
$e_{poly}$	Epaisseur du polysilicium	(Å)
$e_{por}$	Epaisseur du silicium poreux	(µm)
$i$	Largeur interpiste	(µm)
$l$	Largeur piste	(µm)
$L$	Longueur d'une cellule	(µm)
$L_{arg}$	Largeur du microcapteur	(µm)
$L_{ong}$	Longueur du microcapteur	(µm)
$L_{por}$	Largeur du silicium poreux	(µm)
$N$	Nombre de thermocouple	(Ø)
$NEPD$	Densité de puissance équivalente de bruit	(W/m <sup>2</sup> .Hz <sup>1/2</sup> )
$N_p$	Nombre de piste	(Ø)
$N_{th}$	Nombre de thermocouple par piste	(Ø)
$P$	Puissance absorbée	(W)
$r_{el}$	Résistance électrique d'une cellule	(Ω)
$r_{th}$	Résistance thermique surfacique d'une cellule	(K.m <sup>2</sup> /W)
$R_{ct}$	Résistance thermique de contact	(K/W)
$R_{ech}$	Résistance thermique tridimensionnelle	(K/W)
$R_{el}$	Résistance électrique interne	(Ω)
$R_{th}$	Résistance thermique équivalent	(K/W)
$Se$	Sensibilité	(V/(W/m <sup>2</sup> ))
$S_{surf}$	Surface du microcapteur	(mm <sup>2</sup> )
$T$	Température absolue	(°C)
$T_0$	Température de référence	(°C)
$T_c$	Température du pont chaud	(°C)
$T_f$	Température du point froid	(°C)
$T_p$	Température de la pointe	(°C)
$V$	Tension électrique	(V)
$y$	Conductance thermique totale	(W/K)
$y_{equ}$	Conductance thermique équivalent	(W/K)
$y_{int}$	Conductance thermique entre la pointe et son support	(W/k)
$Z$	Facteur de mérite	(°C <sup>-1</sup> )

### **Symboles grecs**

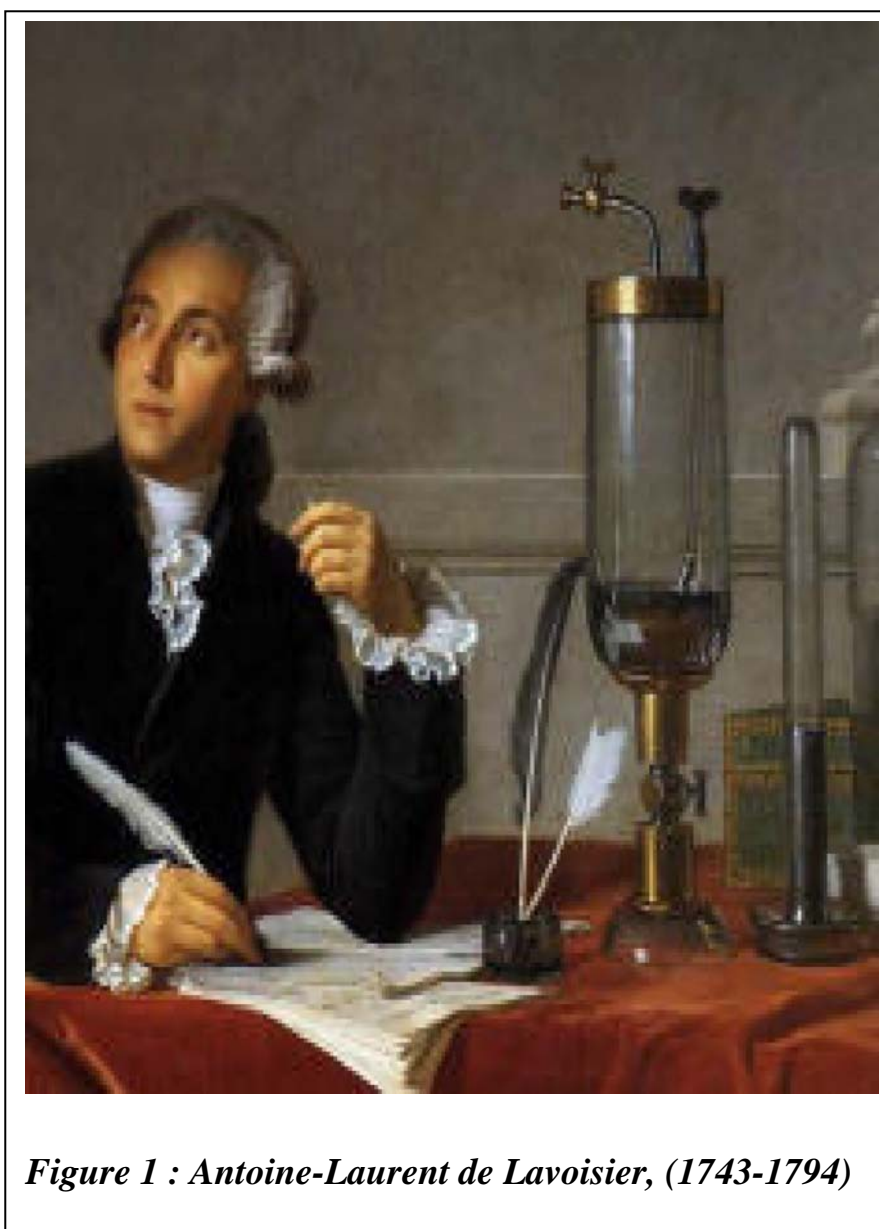
$\alpha$	Pouvoir thermoélectrique	(V/°C)
$\Delta T$	Différence de température	(°C)
$\varepsilon$	porosité	(%)
$\varphi$	Densité de flux	(W/m <sup>2</sup> )
$\phi$	Flux de chaleur	(W)
$\lambda$	Conductivité thermique	(W/m.K)
$\lambda_{th}$	Conductivité thermique du silicium poreux	(W/m.K)
$\rho$	Masse volumique	(kg/m)
$\rho_{poly}$	Résistivité électrique du polysilicium	(Ω.m)

$\sigma$  Conductivité électrique  $(\Omega^{-1}/m)$

**Constantes**

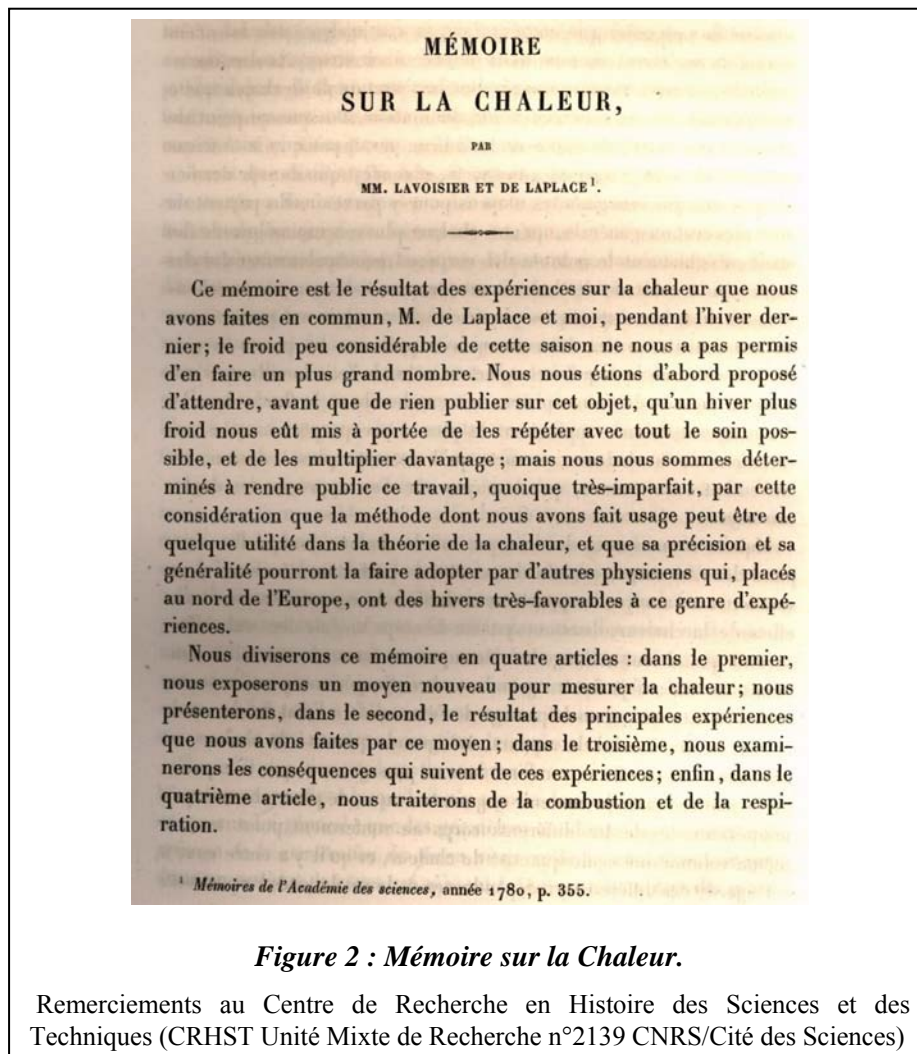
$k$  Constante de Boltzmann  $1.38 \cdot 10^{-23} (J/K)$   
 $\sigma_0$  Constante de Stefan Boltzmann  $5.67 \cdot 10^{-8} (W/(m^2.K^4))$   
 $\lambda_{Si}$  Conductivité thermique du silicium  $140 (W/m.K)$

# ***INTRODUCTION GENERALE***



La notion de température est intuitive et peut être appréhendée par les sens, par exemple en touchant un corps qui paraîtra plus ou moins chaud. Le besoin de mesurer cette grandeur est apparu il y a fort longtemps et une première solution a été apportée par Santorre Santorio, un médecin italien à qui on attribue l'invention du premier thermomètre à eau vers 1612.

Antoine-Laurent de Lavoisier (Figure 1), (1743-1794), considéré comme l'un des fondateurs de la chimie moderne disposait d'excellents appareils de thermométrie grâce aux travaux de Daniel Gabriel Fahrenheit et Anders Celsius qui avaient précisément défini des échelles de température entre 1730 et 1742. L'échelle Kelvin qui porte le nom de son inventeur est apparue plus tard (1848).



**Figure 2 : Mémoire sur la Chaleur.**

Remerciements au Centre de Recherche en Histoire des Sciences et des Techniques (CRHST Unité Mixte de Recherche n°2139 CNRS/Cité des Sciences)

Durant sa courte existence, Lavoisier a mené d'innombrables expériences de chimie notamment sur la combustion, la calcination des corps ainsi que sur les changements d'état de la matière. Afin d'interpréter les résultats obtenus il s'est vite rendu compte que la température n'était pas suffisante et qu'il était nécessaire d'introduire une seconde grandeur physique nommée « calorique » ou chaleur. Les scientifiques de l'époque pouvaient observer et même quantifier à l'aide de thermomètres les effets produits par la chaleur mais ils s'interrogeaient sur sa nature même et la façon de la mesurer (Figure 2).

Rudolf Clausius (1822–1888) souvent cité comme un des pionniers de la thermodynamique publie en 1850 un ouvrage intitulé “Sur la puissance motrice de la chaleur”, reprenant les travaux de Carnot, Joule et Kelvin. Il établit des relations mathématiques faisant apparaître les grandeurs fondamentales de la calorimétrie : La température « T » et la quantité de chaleur « Q » mais, de plus, il introduit une nouvelle grandeur fondamentale de la thermodynamique : L'entropie (S) définie par le rapport  $dS = dQ/T$ .

D'une façon générale, tous les transferts d'énergie obéissent à la même règle : ils s'expriment comme le produit d'une grandeur intensive par une grandeur extensive. Respectivement, en mécanique, par exemple, le travail élémentaire (dW) est le produit d'une force (F) par le déplacement (dl) soit  $dW = F \cdot dl$ , en électricité  $dW = V \cdot dq$  soit le produit du potentiel (V) par la variation de charge électrostatique (dq) et enfin en thermodynamique ou l'énergie apparaît soit sous forme de travail dW ou de chaleur :  $dQ = T \cdot dS$  avec T: la température, grandeur intensive et dS la variation d'entropie, grandeur extensive [1].

Dans la plupart des disciplines scientifiques, des instruments permettant de mesurer l'intensité et l'extensité ou une grandeur dérivée sont fréquemment utilisés : capteurs de force et de déplacement en mécanique , voltmètre et ampèremètre en électricité par exemple. Le transfert d'énergie ou le passage d'une forme d'énergie à une autre produit inévitablement des pertes dues aux frottements, à l'effet Joule, aux pertes diélectriques ou autres. En définitive ces pertes se retrouvent sous la forme énergétique la plus dégradée qui soit, c'est à dire de la chaleur se traduisant par un échauffement du système.

On pourra donc s'étonner que la mesure de température soit extrêmement répandue alors que la mesure de la variation d'entropie ou à défaut de la quantité de chaleur échangée soit aussi peu utilisée. Historiquement, et encore de nos jours les mesures de quantité de chaleur (Q) relèvent d'une méthode indirecte qui consiste à « emprisonner » la chaleur dans un calorimètre de capacité thermique connue ( $C_{th}$ ) et à mesurer l'élévation de température  $\Delta T$  correspondante soit :

$$Q = C_{th} \cdot \Delta T \quad (\text{Joules}) \quad (\text{I.1})$$

L'accès à la valeur instantanée du flux de chaleur échangé  $\Phi(t)$  est alors impossible puisque qu'on ne dispose que de l'intégrale de cette fonction entre deux instants  $t_1$  et  $t_2$  soit :

$$Q = \int_{t_1}^{t_2} \Phi(t) dt \quad (\text{I.2})$$

Actuellement, et en schématisant, on peut distinguer deux domaines scientifiques faisant intervenir les échanges de chaleur: **La thermodynamique** classique qui s'intéresse aux états initiaux et finaux d'un phénomène en équilibre sans prendre en compte le temps et **la thermocinétique** qui s'attache essentiellement à déterminer la quantité de chaleur échangée par unité de temps ( $dQ/dt$ ) et la distribution des températures [2].

Dans ces deux domaines, la possibilité de mesurer le flux thermique  $\Phi = dQ/dt$ , grandeur homogène à une puissance exprimée en Watts est fondamentale car elle conduit à la détermination de la quantité de chaleur échangée par simple intégration temporelle ou à la

prédiction de l'évolution de la température d'un système dans le cas d'une exploitation en temps réel du flux thermique mesuré.

L'objectif principal de cet argumentaire était de montrer que la mesure de flux thermique qui est sous-exploitée à l'heure actuelle présente un intérêt considérable dans pratiquement tous les domaines scientifiques. Dans le premier chapitre de ce travail, qui traite de l'état de l'art en fluxmétrie thermique, il sera mis en évidence que, à notre avis, cette lacune est essentiellement due à l'absence sur le marché de capteurs performants et d'un prix abordable.

Dans le second chapitre nous décrivons les concepts et leur adéquation aux moyens technologiques de l' I.E.M.N, qui ont permis à notre équipe de recherche d'imaginer et breveter un nouveau type de microcapteur de flux thermique en technologie silicium. Notre contribution à ce travail qui a consisté à modéliser, optimiser, réaliser et caractériser de nouvelles séries de microfluxmètres fera ensuite l'objet principal de ce mémoire.

## **Bibliographie**

- [1] E. Gaviot, "Conception et optimisation des radiomètres thermiques à absorption différentielle distribuée", Mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches, USTL, 1997
- [2] A. B. De Vriendt, "La transmission de la chaleur", Tome 1, Editions Gaétan Morin, 1982



***CHAPITRE I :***  
***PRESENTATION ET PRINCIPE DE***  
***FONCTIONNEMENT DES MICROFLUXMETRES***

***PRESENTATION ET PRINCIPE DE  
FONCTIONNEMENT DES MICROFLUXMETRES***

## 1 ETAT DE L'ART EN FLUXMETRIE THERMIQUE

### 1.1 Préambule

Un corps peut échanger de la chaleur avec son environnement de trois façons différentes : par conduction, rayonnement et convection. Dans la plupart des cas, ces trois modes coexistent ce qui rend l'étude particulièrement délicate, surtout lorsque le corps est semi-transparent dans la gamme de longueur d'onde considérée.

L'idéal serait donc de disposer de trois types de capteurs, sensibles uniquement à chaque mode fondamental de transmission de la chaleur et ne perturbant pas les échanges thermiques lorsqu'ils sont fixés sur le corps à étudier. Cela signifie qu'ils devraient être d'épaisseur infiniment petite et présenter la même nature de surface que le corps : émissivité, absorptivité, état de surface, ou même être semi-transparent.

Dans d'autres cas, assez fréquents également, les corps à instrumenter sont humides et le capteur ne doit pas être étanche afin de ne pas contrarier les phénomènes d'évaporation qui peuvent être la source d'échanges de chaleur très importants. Bien entendu, des capteurs présentant simultanément toutes ces qualités n'existent pas, mais elles constituent des critères de choix essentiels en fluxmètrie thermique.

Les capteurs d'échange thermique les plus fréquemment rencontrés sur le marché sont des capteurs de flux thermique total, parfois nommés « Fluxmètres thermiques » ou encore « Heat flowmeters » ou « Heat fluxmeters ». Lorsqu'ils sont collés sur une paroi, ces instruments mesurent le flux thermique total échangé entre la face en contact avec le milieu environnant et cet environnement (figure 1). Dans ce cas les échanges par rayonnement et convection sont comptabilisés et le capteur ne permet pas de séparer ces contributions.

D'autres types de capteurs sensibles uniquement au rayonnement sont disponibles sur le marché [1], [2] ou ont été développés au laboratoire [3], [4], [5]. Contrairement aux « thermopiles » destinées à mesurer une température à distance et largement distribuées [6], [7] en boîtiers de type TO39, ces capteurs plans sont conçus pour être collés sur le corps à étudier et donnent une information directement proportionnelle au flux net de rayonnement échangé entre la face exposée à l'environnement et cet environnement lui-même. Ces capteurs ont fait l'objet de précédentes thèses dans l'équipe [8], [9] et ne seront pas étudiés dans ce travail.

Néanmoins, l'association d'un fluxmètre total et d'un fluxmètre radiatif permet, par soustraction d'accéder à la valeur des échanges convectifs ce qui est d'une très grande utilité en thermique, notamment pour valider des modèles extrêmement complexes puisqu'ils font appel à la mécanique des fluides [10]. Par ailleurs, nous avons également développé dans l'équipe en collaboration avec HEI (anciennement Ecole Supérieure des Techniques

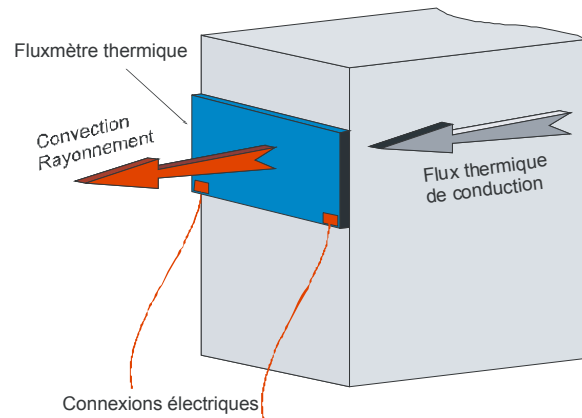


Figure 1 : Capteur de flux thermique disposé sur la surface d'un corps

Industrielles et des Textiles) un capteur de flux réalisé par tissage dont la qualité essentielle est de laisser passer l'humidité [11].

## 1.2 Principaux types de fluxmètres thermiques commercialisés actuellement

Il existe relativement peu de sociétés commercialisant actuellement des capteurs de flux thermique. Une étude exhaustive nous a permis d'identifier deux sociétés aux Etats-Unis : Vatell et R.d.f et trois sociétés en Europe : Hukseflux, Wuntronic et enfin une P.M.E. française: Captec. Toutes ces entreprises fabriquent de façon plus ou moins artisanale des capteurs de flux basés sur la technologie des circuits imprimés souples.

Ce procédé de fabrication permet de réaliser des fluxmètres de faibles épaisseurs et de grandes surfaces. Il ressort du tableau comparatif (tableau 1) et des fiches techniques données en annexe 1 que tous ces capteurs sont basés sur le même principe qui consiste à réaliser des discontinuités thermiques structurales sur une thermopile planaire. Le passage du flux thermique génère alors des gradients de température sur la thermopile qui délivre ainsi une tension proportionnelle au flux incident.

La seule réalisation en technologie « couches minces » que nous avons trouvée est issue du Département Mesures Physiques de l'ONERA qui a développé en 1992 un capteur très haute température (Annexe 1). Ce fluxmètre réalisé sur substrat alumine mesure la différence de température existant entre le sommet de résistances thermiques en zircone et la surface du substrat à l'aide d'une thermopile planaire. Il s'agit d'un capteur spécifique haute performance qui n'est pas destiné à un usage général.

	Dimensions	Epaisseurs	Temps de réponse /Constante de temps	Sensibilité $\mu\text{V}/(\text{W}/\text{m}^2)$	Température de fonctionnement
<b>Rdf</b>	15X30 mm <sup>2</sup>	180 $\mu\text{m}$	0,13 s	0,82	-184 à 149 °C
<b>Vatell</b>	10X10 mm <sup>2</sup> 50X50 mm <sup>2</sup>	0,25 mm	0,9 s	0,1 5	150°C
<b>Wuntronic</b>	7,4X10,7 mm <sup>2</sup> 12,7 mm $\varnothing$ 0,95 mm $\varnothing$ 0,64 mm $\varnothing$	1,5 mm 1,8 mm 1,8 mm 1,8 mm	3 s	18	148,5 °C
<b>CAPTEC</b>	10X10 mm <sup>2</sup> 50X50 mm <sup>2</sup>	420 $\mu\text{m}$	150 ms/65 ms 150 ms/ 65 ms	0.3 30	200 C°
<b>Hukseflux</b>	80 mm $\varnothing$	5 mm	240 s	50	70°C
<b>ONERA</b>	13X13 mm <sup>2</sup>	10 $\mu\text{m}$	0.2 ms	0.06	900°C

Tableau 1 : Caractéristiques des différents fluxmètres thermiques commercialisés

L'examen de ce tableau montre qu'il n'existe pas de fluxmètres de petites dimensions fabriqués en grandes séries et à faible coût. Pour parvenir à produire un tel capteur, il est nécessaire d'utiliser un procédé de fabrication standard comme par exemple la technologie silicium disponible dans de nombreuses fonderies à l'échelle mondiale.

Afin de mettre au point une structure fluxmétrique réalisable en utilisant cette technologie il a fallu tout d'abord étudier le fonctionnement des capteurs industriels existant ce qui fait l'objet de la partie suivante.

### 1.3 Description et principe de fonctionnement des capteurs de flux thermiques existants.

Les produits de la société Captec qui fabrique et commercialise à l'échelle internationale une très large gamme de capteurs de flux thermique depuis 1995 sont bien connus dans notre équipe de recherche puisque cette PME est une start-up de l'Université de Lille 1 qui exploite nos brevets. La dimension des plus petits capteurs réalisés est de  $1\text{cm}^2$  et peut atteindre plusieurs  $\text{dm}^2$  sur commande. Ces capteurs fonctionnent jusqu'à  $200^\circ\text{C}$  sans dérive de la sensibilité. Ce sont donc ces fluxmètres qui sont analysés dans ce paragraphe car ils sont bien représentatifs du marché.

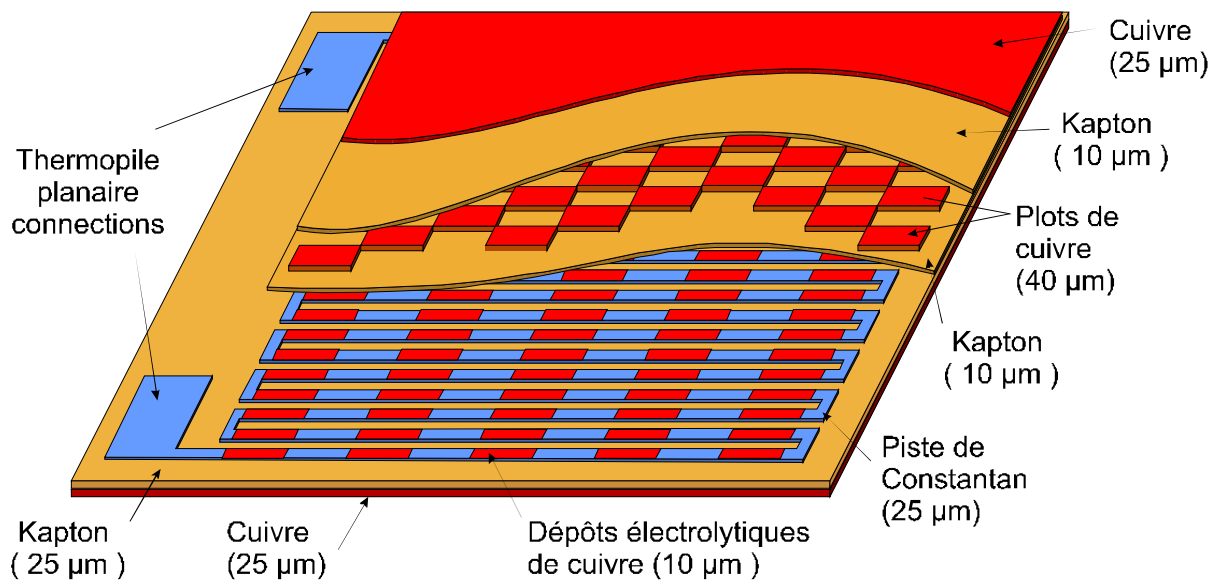


Figure 2 : Vue écorchée d'un capteur de flux thermique « Captec » en technologie feuilles minces

Ces fluxmètres thermiques à gradient tangentiel ont été abondamment décrits dans de nombreux brevets et publications [12], [13], [14], [15], [16], [17], [18]. Le procédé de fabrication relève de la technologie des circuits imprimés souples. La figure 2 permet de distinguer la thermopile plane qui constitue l'élément actif du capteur. Cette thermopile est réalisée par gravure d'une feuille souple Kapton-Constantan de façon à réaliser une piste de constantan en forme de méandres. Afin de transformer cette piste en une succession de thermocouples disposés en série, des dépôts périodiques de cuivre sont réalisés par

galvanoplastie. La piste devient alors une « Thermopile plane » de type cuivre-constantan délivrant une tension proportionnelle au nombre (N) de dépôts et à la différence de température ( $\Delta T$ ) présente aux extrémités de chacun de ces dépôts :

$$V = N.\alpha.\Delta T \quad (I.3)$$

avec  $\alpha$  : pouvoir thermoélectrique du couple Cuivre-Constantan ( $\approx 40\mu V/^{\circ}C$ ).

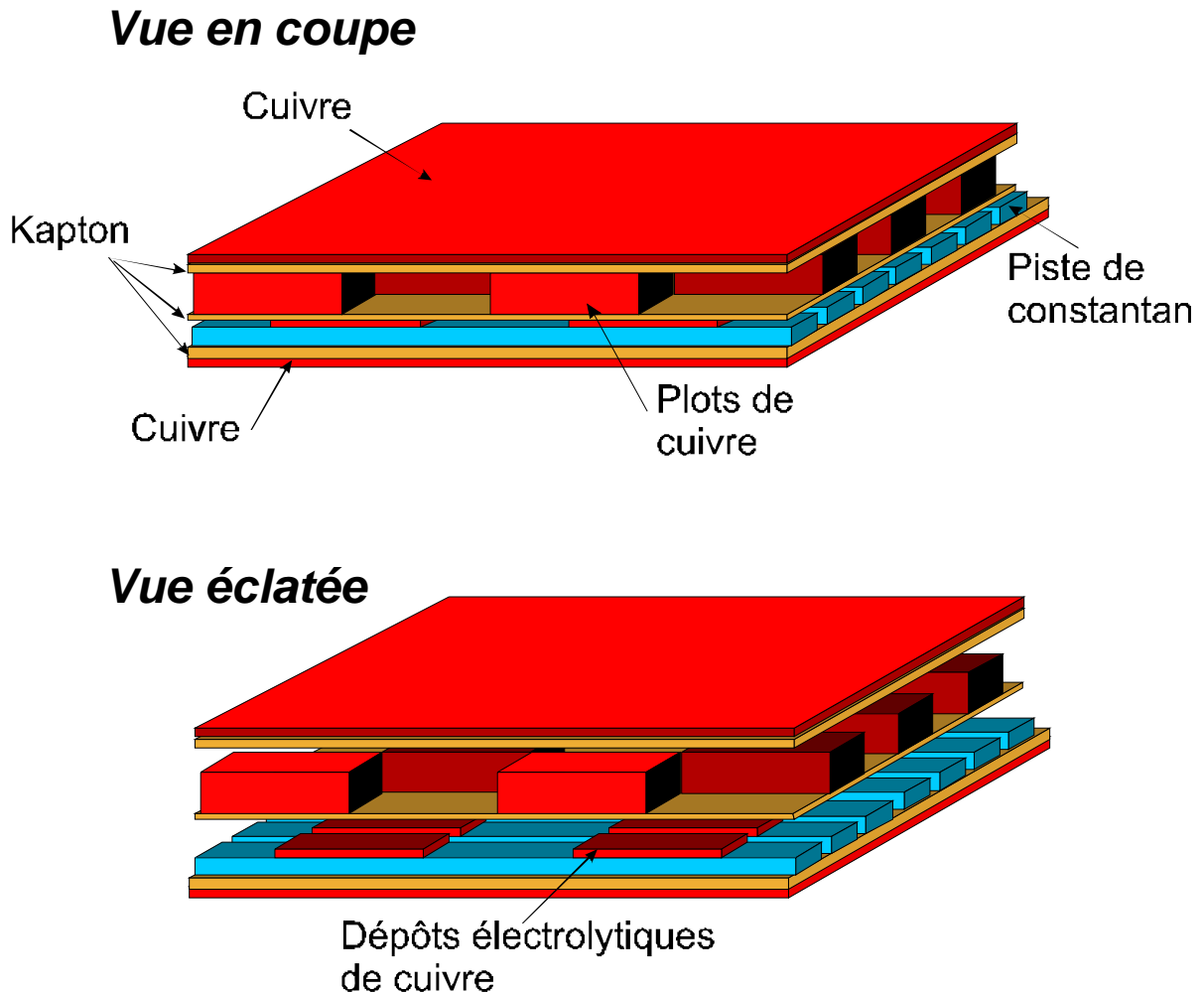


Figure 3 : Vue en coupe et éclatée d'une partie du capteur de flux thermique « Captec » (les épaisseurs de colle n'ont pas été représentées)

Il suffit alors que chaque différence de température  $\Delta T$  soit proportionnelle à la densité de flux thermique traversant le capteur pour que celui-ci constitue un fluxmètre thermique. A cette fin, une jonction sur deux de la thermopile est disposée sous un plot de cuivre assurant un bon contact thermique entre cette jonction et la face supérieure du capteur (fig.3). La seconde jonction est relativement isolée de la face supérieure par une couche d'air. La relation (I.3) peut alors s'écrire :

$$V = N \cdot \alpha \cdot R_{th} \cdot S \cdot \varphi \quad (I.4)$$

Avec  $S$  : la surface du capteur ( $m^2$ ),  $R_{th}$ : la résistance thermique équivalente «vue» entre deux jonctions successives (K/W) et  $\varphi$  : la densité de flux thermique ( $W/m^2$ )

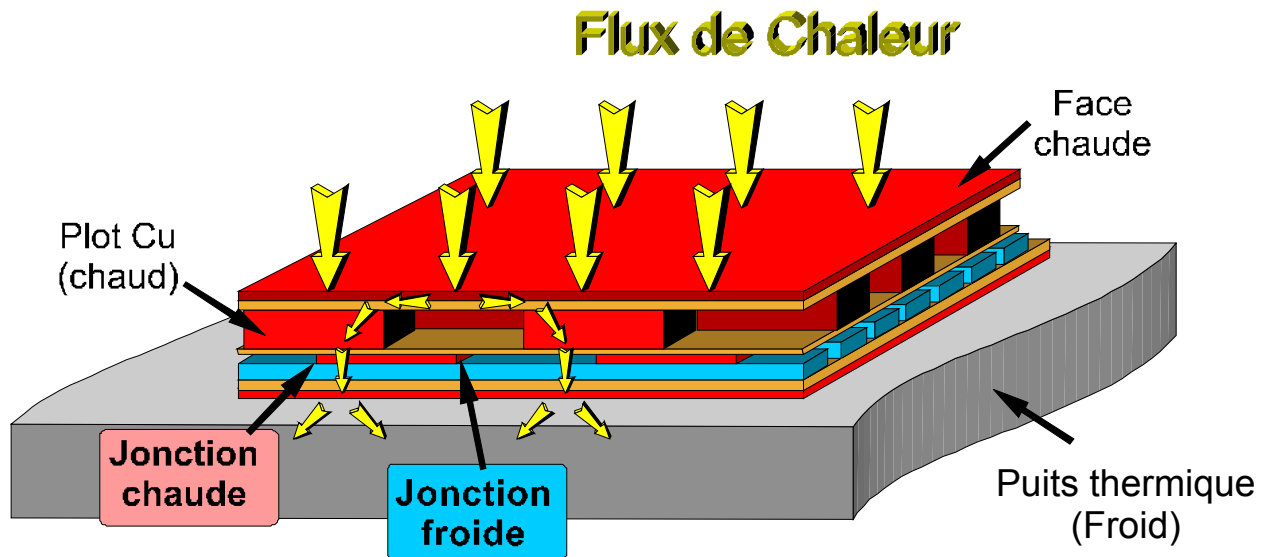


Figure 4 : Principe de fonctionnement d'un capteur de flux thermique (Captec)

Dans ces conditions le flux de chaleur incident traverse la couche supérieure du capteur (figure 4) constituée d'une bicouche cuivre-kapton destiné à uniformiser la température de surface. Puis, ce flux s'écoule principalement à travers les plots de cuivre, traverse, en l'échauffant, la jonction chaude de chaque thermoélément et enfin se dissipe dans le puits thermique après avoir traversé le bicouche kapton-cuivre inférieur.

Les plots de cuivre sont également réalisés par gravure d'un laminé Cuivre-Kapton suivant les techniques classiques de circuit imprimé. Ces structures planaires ont l'avantage de pouvoir être réalisées en petites séries mais nécessitent beaucoup de main d'oeuvre. Un fluxmètre comporte en effet 4 feuilles à assembler par collage après avoir effectué trois étapes de photosensibilisation et de gravure sur deux d'entre-elles.

#### 1.4 Concepts ayant permis le développement d'une nouvelle famille de microfluxmètres thermiques en technologie silicium

Il ressort de la partie précédente qu'un capteur de flux thermique peut être décomposé en deux parties fonctionnelles : un transducteur thermoélectrique : la thermopile planaire et un corps d'épreuve destiné à convertir le flux thermique en gradient périodiques bidimensionnels de température (plots de cuivre).

En conséquence, le développement de microfluxmètres « faible coût » en technologie silicium basés sur les mêmes concepts nécessite de trouver les moyens adéquats de réalisation de ces deux parties fonctionnelles tout en minimisant le nombre d'étapes.

- Le procédé de fabrication de la thermopile planaire est maîtrisé depuis plusieurs années dans l'équipe [19], [20], [21]. Elles sont constituées du couple polysilicium N-P ou polysilicium P plaqué Or et ont été optimisées dans le cadre d'un doctorat [9].

- Pour convertir le flux thermique en gradients périodiques de température, la surface du corps d'épreuve couvrant la thermopile doit comporter des discontinuités surfaciques de conductivité thermique. Compte tenu de la forte conductivité d'un substrat de silicium ( $140 \text{ K/W.m}^2$ ) il suffit donc de créer des zones de conductivité plus faible pour obtenir ces discontinuités thermiques. Une méthode classique consiste à creuser des cavités dans le substrat par des moyens chimiques ou physiques afin d'obtenir des membranes de l'ordre du micromètre d'épaisseur. Cette solution qui est utilisée dans l'équipe pour réaliser les capteurs de rayonnement infrarouge n'est pas adaptée aux fluxmètres thermiques puisque les deux faces doivent pouvoir être mises en contact avec les corps à étudier et une membrane ne pourrait pas facilement supporter de telles contraintes mécaniques.

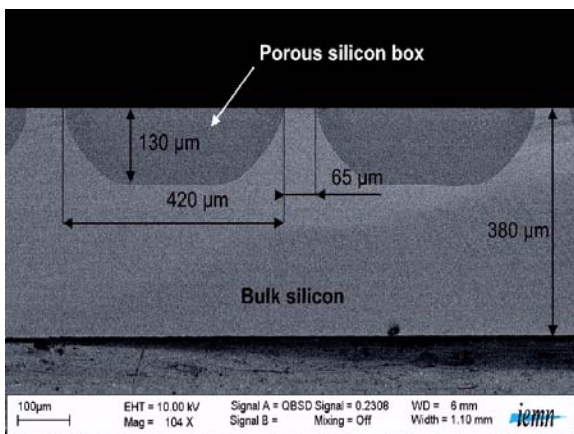


Figure 5 : Photographie en coupe du profil d'un caisson de silicium poreux

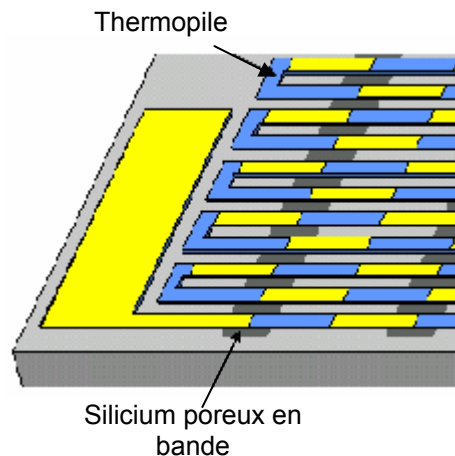


Figure 6 : Thermopile en « damier » et silicium poreux en « bandes »

Une étude bibliographique réalisée en 2003 a permis de trouver une solution à ce problème en modifiant localement et périodiquement les propriétés thermophysiques du substrat de silicium. Il s'agit d'un procédé électrochimique permettant de rendre poreux le silicium sur une profondeur d'une dizaine à une centaine de micromètres, ce qui fait passer sa conductivité thermique de 140 à  $1 \text{ W/m.K}$  (fig.5). Ce contraste est très largement suffisant et de plus, ce procédé ne modifie pas l'état macroscopique de la surface du wafer qui conserve toutes ses qualités de planéité et de robustesse pour supporter les étapes suivantes.

En revanche, il est apparu que la transposition directe de la structure en «damier» des fluxmètres «Captec» à des échelles beaucoup plus petites risquait de donner lieu à un mauvais rendement de fabrication en raison de la forme non parallélépipédique des caissons de silicium poreux obtenus (figure 5) et de l'imprécision de cette opération. Il est en effet beaucoup plus facile d'obtenir une excellente précision dimensionnelle sur la thermopile qui mesure moins d'un micromètre d'épaisseur et c'est pourquoi nous avons choisi de permuter le type de périodicité et d'utiliser une structure « bandes » pour le silicium poreux et une structure « damier » pour la thermopile (figure 6).

Le procédé technologique de réalisation de ces capteurs sera donné en détail dans le chapitre II. Auparavant, afin d'optimiser leurs performances, il a été nécessaire d'établir un modèle mathématique prenant en compte les nombreux paramètres thermophysiques intervenant dans le fonctionnement de ces microcapteurs. Le compte-rendu de ce travail fait l'objet de partie suivante.



## 2 MODELISATION ET OPTIMISATION DES MICROCAPTEURS

Les premiers microcapteurs de flux thermique réalisés dans l'équipe étaient simplement destinés à valider le concept et ont été dimensionnés de façon intuitive en se basant sur l'expérience de l'équipe dans ce domaine [8], [9], [22], [23].

La question qui se pose ensuite est d'identifier les performances essentielles à optimiser pour ce type de capteur. Puis, il faut établir un modèle mathématique, permettant d'ajuster les nombreux paramètres électriques, thermiques et géométriques caractérisant ce microcapteur dans le but d'optimiser les performances préalablement sélectionnées.

### 2.1 Structure d'un microfluxmètre thermique en silicium

Suivant les considérations données précédemment, un microfluxmètre thermique est donc constitué d'un substrat de silicium dans lequel ont été réalisés des caissons de silicium poreux sous forme de bande (fig.7a) le tout étant recouvert d'une couche diélectrique de nitrure de silicium ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ). La piste thermoélectrique constituée de polysilicium recouvert de plots d'or est ensuite réalisée (fig.7b). Une couche de polyimide est enfin déposée (fig.7c). Pour certains types de capteurs, la face supérieure du capteur peut être recouverte d'un dépôt d'or afin d'uniformiser la température (fig.7d).

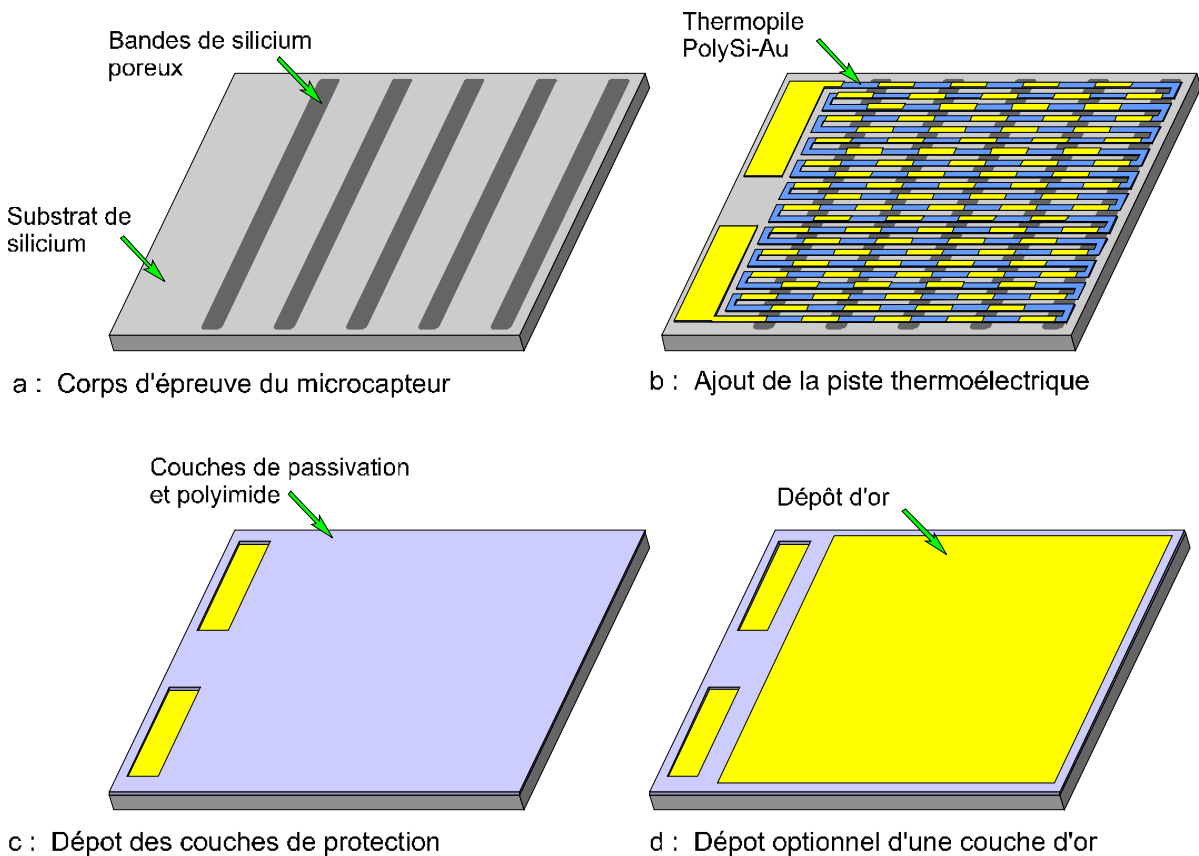


Figure 7 : Structure d'un microcapteur de flux thermique en technologie silicium

## 2.2 Identification des performances et paramètres à optimiser

Le microfluxmètre thermique étudié dans ce travail ne nécessite pas d'alimentation extérieure.

Il délivre une tension proportionnelle au flux thermique le traversant se comportant ainsi comme une source de tension dotée d'une résistance électrique interne. En prenant en compte l'utilisation ultérieure dans le domaine grand public il est essentiel que ce capteur puisse être connecté sur des composants électroniques bas de gamme tels que des amplificateurs opérationnels ou des convertisseurs analogiques/digitaux. Par ailleurs afin de pouvoir effectuer des mesures en régime permanent l'électronique de traitement doit pouvoir accepter un signal continu. Dans ce cas, il est important que la tension délivrée par le capteur soit maximale ce qui revient à maximiser la sensibilité. De plus, la résistance électrique interne devra être la plus faible possible afin de minimiser le bruit ainsi que l'offset introduit par le composant électronique d'entrée.

Une telle optimisation qui consiste à rendre maximale la sensibilité et minimale la résistance interne revient à rechercher le maximum de la détectivité spécifique ( $\text{cm} \cdot \text{Hz}^{1/2} \cdot \text{W}^{-1}$ ) donnée par la relation classique [24] :

$$D^* = \frac{Se}{\sqrt{4 \cdot k \cdot T \cdot S_{\text{surf}} \cdot R_{el}}} \quad (\text{I.5})$$

Où  $k$  est la constante de Boltzmann,  $T$  la température du capteur (en  $^{\circ}\text{K}$ ),  $R_{el}$  la résistance électrique interne ( $\Omega$ ),  $S_{\text{surf}}$  la surface du capteur ( $\text{m}^2$ ) et  $Se$  sa sensibilité ( $\text{V}/(\text{W}/\text{m}^2)$ ).

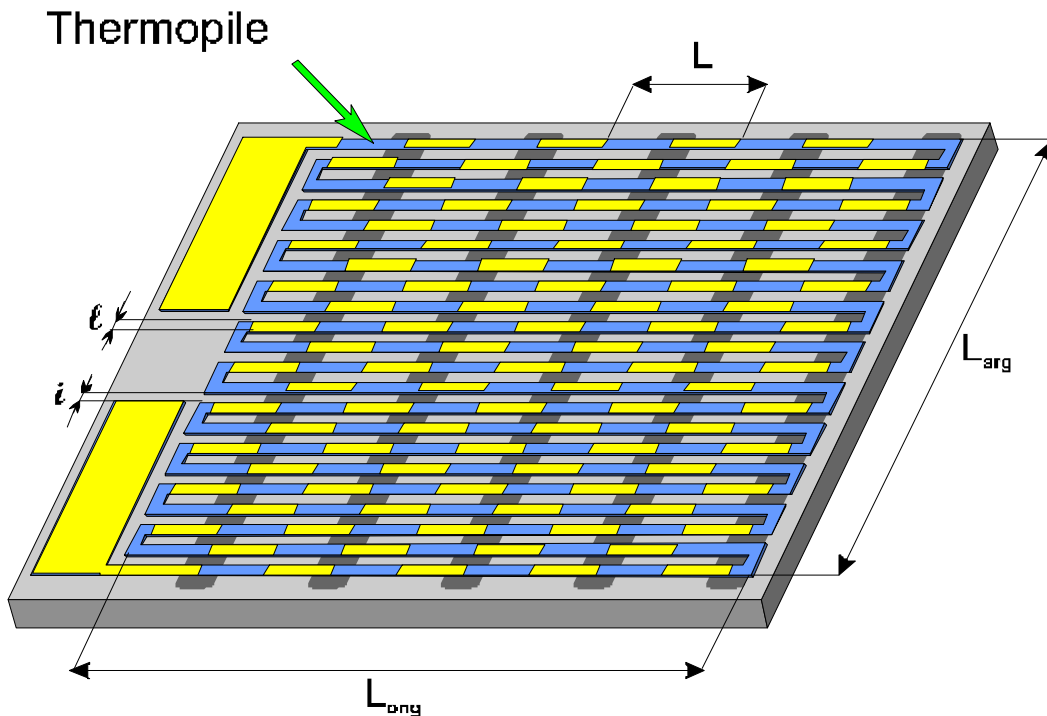


Figure 8 : Dimensionnement du microcapteur de flux

## Chapitre I : Présentation et principe de fonctionnement des microfluxmètres

Il suffit alors de faire apparaître dans cette relation les différents paramètres électriques, thermiques et géométriques propres au microfluxmètre afin d'identifier précisément l'influence de chacune de ces grandeurs sur la détectivité spécifique.

La tension délivrée par la thermopile est définie par [9] :

$$V = N.\alpha.\Delta T \quad (I.6)$$

Avec :

N : Le nombre de thermocouples

$\alpha$  : Le pouvoir thermoélectrique du couple Polysilicium-Or (V/K)

$\Delta T$  : La différence de température entre deux jonctions successives de la thermopile (K)

En introduisant  $r_{th}$ , la résistance thermique surfacique équivalente d'une cellule ( $K.m^2.W^{-1}$ ) représentative de la discontinuité thermique et  $\varphi$  : la densité de flux thermique traversant le capteur ( $W/m^2$ ) cette relation devient :

$$V = N.\alpha.r_{th}.\varphi \quad (I.7)$$

Nous verrons par la suite que la détermination de cette résistance tri-dimensionnelle est complexe et que l'utilisation d'un code de calcul numérique sera nécessaire.

Par définition, la sensibilité du microcapteur de flux ( $V/W.m^2$ ) est égale au quotient de la tension délivrée par le mesurande, en l'occurrence la densité de flux thermique ce qui donne :

$$Se = \frac{V}{\varphi} = N.\alpha.r_{th} \quad (I.8)$$

Par ailleurs, en fixant les dimensions de la partie active d'un capteur soit  $L_{ong}$  sa longueur et  $L_{arg}$  sa largeur (figure 10) le nombre de pistes  $N_p$  est égal à :

$$N_p = \frac{L_{arg}}{\ell + i} \quad (I.9)$$

avec :  $\ell$  et  $i$  : largeur de piste et interpiste

En notant  $L$  la longueur d'une cellule thermoélectrique élémentaire, le nombre de thermocouple  $N_{th}$  par piste s'exprime :

$$N_{th} = \frac{L_{ong}}{L} \quad (I.10)$$

En conséquence la sensibilité exprimée en (V.m<sup>2</sup>.W<sup>-1</sup>) peut s'écrire :

$$Se = N_{th}.N_p.\alpha.r_{th} = \frac{L_{ong}}{L} \cdot \frac{L_{arg}}{(\ell + i)} \cdot \alpha.r_{th} = \alpha \cdot \frac{S_{surf}}{(\ell + i)} \cdot \frac{r_{th}}{L} \quad (I.11)$$

Avec : S<sub>surf</sub> la surface active du capteur (m<sup>2</sup>)

Il apparaît que la sensibilité du capteur est proportionnelle au nombre de pistes et on pourrait être tenté de réaliser des pistes très proches l'une de l'autre et de très faible largeur. L'inconvénient majeur d'une telle approche est l'augmentation considérable de la résistance électrique interne correspondante étudiée ci-dessous.

En effet, la résistance électrique du capteur (R<sub>el</sub>) est également proportionnelle au nombre de cellules thermoélectrique N= N<sub>p</sub>.N<sub>th</sub> et donc à la surface du microfluxmètre soit :

$$R_{el} = N_p.N_{th}.r_{el} = \frac{L_{ong}}{L} \cdot \frac{L_{arg}}{(\ell + i)} \cdot r_{el} = \frac{S_{surf}}{(\ell + i)} \cdot \frac{r_{el}}{L} \quad (I.12)$$

Avec : r<sub>el</sub> la résistance électrique d'une cellule élémentaire de longueur L

En introduisant ces deux dernières relations dans l'expression de la détectivité spécifique [25], [26] il vient :

$$D^* = \frac{\alpha.r_{th}}{\sqrt{4.k.T.(\ell + i).L.r_{el}}} \quad (I.13)$$

La résistance électrique d'une cellule peut être reliée à sa longueur L, et en considérant que la résistance de la partie de la piste de polysilicium recouverte d'or est négligeable vis à vis de la partie restante (L/2) on obtient :

$$r_{el} = \frac{\rho_{poly}.L}{2.e_{poly}.\ell} \quad (I.14)$$

Avec e<sub>poly</sub> et ρ<sub>poly</sub> respectivement l'épaisseur et la résistivité électrique de la piste de polysilicium.

En remplaçant dans la relation (I.13), la détectivité spécifique s'écrit :

$$D^* = \alpha \cdot \frac{r_{th}}{L} \sqrt{\frac{2.e_{poly}}{4.k.T.\rho_{poly}}} \sqrt{\frac{1}{1 + \frac{i}{\ell}}} \quad (I.15)$$

Les paramètres à ajuster pour optimiser la détectivité du capteur apparaissent clairement et sont totalement découplés.

En ce qui concerne la thermopile :

- Le pouvoir thermoélectrique du couple ( $\alpha$ ) doit être maximum
- L'épaisseur de polysilicium ( $e_{\text{poly}}$ ) doit être maximale et sa résistivité électrique ( $\rho_{\text{poly}}$ ) minimale.

Cela revient à optimiser le facteur de mérite du couple polysilicium-or ce qui a été fait lors d'un travail précédent dans l'équipe [9], [27] par ajustement du dopage et du type de dopant.

Le terme faisant intervenir la largeur de piste ainsi que l'interpiste doit être maximal, pour cela le rapport  $i/\ell$  doit être proche de zéro. C'est ce qui sera fait en pratique en réduisant au minimum la distance  $i$  entre deux pistes successives.

Il reste donc à rendre maximal le terme en «  $r_{\text{th}}/L$  ». Cette étude qui va consister à étudier numériquement l'évolution de la résistance thermique équivalente en fonction de divers paramètres tels que la longueur et l'épaisseur des bandes de silicium poreux constitue l'essentiel de la partie suivante.

Par ailleurs, d'un point de vue purement thermique, et afin que le capteur introduise une perturbation la plus faible possible, il faut qu'il présente une résistance thermique  $R_{\text{th}}$  et une capacité thermique ( $C_{\text{th}}$ ) minimales soit :

$$R_{\text{th}} = \frac{e}{\lambda.S} \quad (\text{I.16})$$

et 
$$C_{\text{th}} = M.c = e.S.\rho.c \quad (\text{I.17})$$

Avec :  $e$  : l'épaisseur du capteur,  $S$  sa surface,  $\rho$  la masse volumique du silicium et  $c$  sa chaleur massique

Il apparaît que ces deux dernières conditions seront remplies en réalisant le capteur sur le substrat d'épaisseur ( $e$ ) la plus faible possible puisque sa nature, en l'occurrence du silicium a été déterminée par des contraintes technologiques et économiques et la surface par le type d'application envisagée.

### **2.3 Modélisation numérique de la résistance thermique surfacique équivalente $r_{\text{th}}$**

En raison du grand nombre de microthermocouples réalisés à la surface du capteur une modélisation numérique brutale de l'ensemble de la structure tridimensionnelle conduirait à effectuer des calculs dépassant très largement les capacités des calculateurs standards. Pour cette raison nous utiliserons les propriétés de périodicité du capteur en considérant que le champ de température est identique le long de chaque piste thermoélectrique constituant la thermopile. Cela revient à négliger l'influence des bords du capteur qui, en réalité, déforme localement ce champ de température. Compte-tenu de la très forte conductivité thermique du silicium et du grand nombre de pistes, l'influence de cette approximation sur la valeur de la

sensibilité du microcapteur est faible comme nous le montrerons lors de la confrontation des résultats théoriques et expérimentaux.

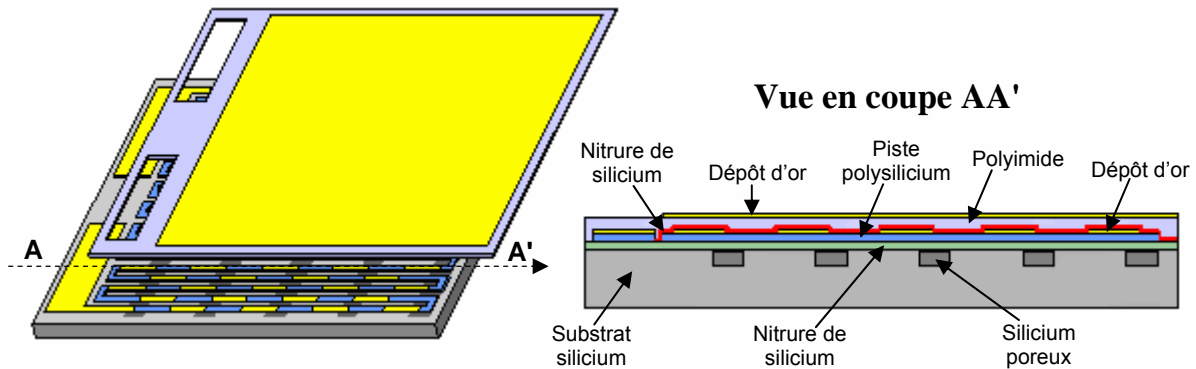


Figure 9 : Vue en coupe de la structure d'un microfluxmètre en technologie silicium

La figure 9 illustre la vue en coupe du capteur selon un plan AA' situé le long d'une piste thermoélectrique, la structure à étudier devenant alors bidimensionnelle. Une coupe le long de la piste suivante serait un peu différente en raison de périodicité spatiale en damier des dépôts d'or comme indiqué sur la figure 10.

Pour cette raison, la structure périodique élémentaire la plus simple pouvant être étudiée est constituée de deux sections de piste thermoélectrique de longueur  $dx$  et de largeur  $\ell$  et de deux interpistes de longueur  $dx$  et de largeur  $i$  (figure 10), soit un rectangle de largeur  $dx$  et de longueur  $2.(\ell + i)$ .

Afin de ramener cette cellule de base en une structure bidimensionnelle unique suivant une coupe transversale de type AA', les différents matériaux constituant toutes les couches déposées sur le substrat seront considérés comme un matériau unique de conductivité thermique équivalente  $\lambda_{equ}$  et d'épaisseur  $e_{equ}$  obtenue en sommant respectivement toutes les épaisseurs (figure 10). Ceci est d'autant plus justifié que l'épaisseur totale des couches superficielles est inférieure à  $2\mu\text{m}$  ce qui est très faible compte-tenu des dimensions minimales des microcapteurs étudiés :  $3 \times 3 \text{mm}$ .

La conductance thermique totale notée  $y$  « vue » entre les deux isothermes infiniment proches, constituée par les longueurs du rectangle est égale à la somme des conductances de chaque objet constituant la couche superficielle (figure 10) soit :

$$y = y_1 + y_2 + y_3 \quad (\text{I.18})$$

Avec :

$y_1$  : la conductance thermique des couches homogènes couvrant uniformément toute la surface du capteur : Couches diélectriques et or dans certains cas.

$$y_1 = (\lambda_1.e_1 + \lambda'_1.e'_1 + \lambda''_1.e''_1 \dots) \cdot \frac{2(\ell + i)}{dx} \quad (I.19)$$

Avec  $\lambda_1, \lambda'_1, \lambda''_1 \dots$  et  $e_1, e'_1, e''_1 \dots$  les conductivités thermiques et épaisseurs des différentes couches.

$y_2$  : la conductance thermique d'une piste en polysilicium

$$y_2 = \lambda_2.e_2 \cdot \frac{\ell}{dx} \quad (I.20)$$

Avec  $\lambda_2$  et  $e_2$  la conductivités thermiques et l'épaisseur de la couche de polysilicium

$y_3$  : la conductance thermique d'une piste en polysilicium recouverte d'un dépôt d'or et de la couche d'accrochage, titane en général

$$y_3 = (\lambda_2.e_2 + \lambda_3.e_3 + \lambda'_3.e'_3) \frac{\ell}{dx} \quad (I.21)$$

Avec  $\lambda_3, \lambda'_3$  et  $e_3, e'_3$  les conductivités thermiques et épaisseurs des couches de titane et d'or

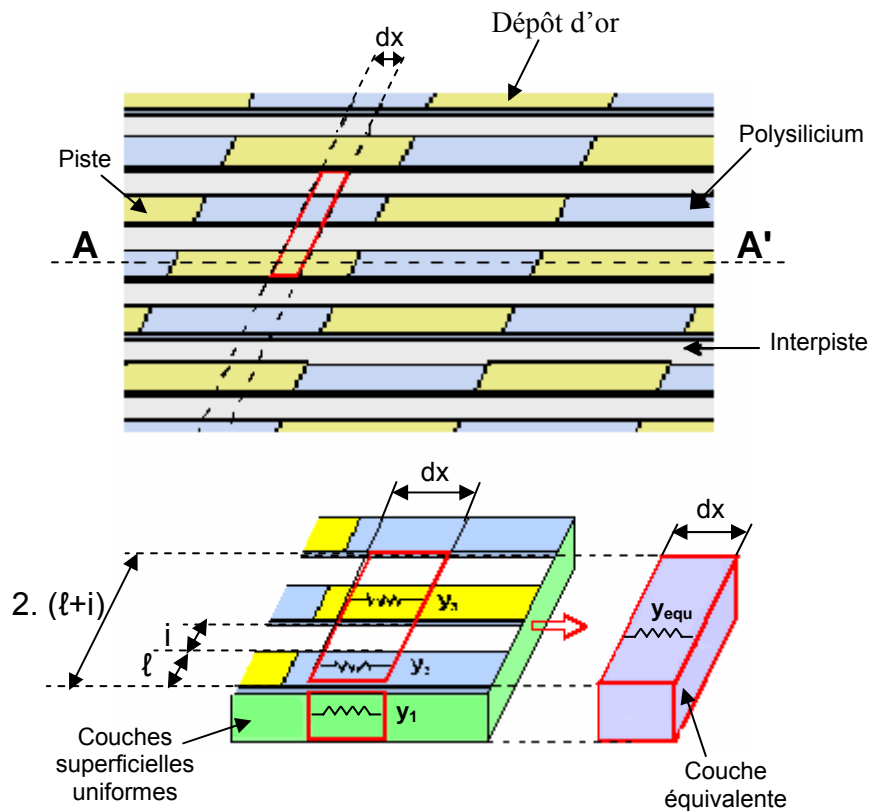


Figure 10 : Homogénéisation des couches superficielles du microcapteur

## Chapitre I : Présentation et principe de fonctionnement des microfluxmètres

Par ailleurs, la couche équivalente présente entre ses extrémités une conductance thermique  $y_{equ}$  définie par l'expression suivante :

$$y_{equ} = \lambda_{equ} \cdot e_{equ} \cdot \frac{2(\ell + i)}{dx} \quad (I.22)$$

L'identification des conductances  $y_{eq}$  et  $y$  fait alors apparaître une expression de la conductivité thermique de la couche thermoélectrique homogénéisée :

$$\lambda_{equ} \cdot e_{equ} = \frac{\ell}{\ell + i} \left[ \lambda_2 \cdot e_2 + \frac{(\lambda_3 \cdot e_3 + \lambda_3' \cdot e_3')}{2} \right] + (\lambda_1 \cdot e_1 + \lambda_1' \cdot e_1' + \lambda_1'' \cdot e_1'' \dots) \quad (I.23)$$

La conductivité thermique de la couche homogénéisée ainsi que son épaisseur ont été calculées à partir des paramètres de réalisation technologique suivant :

- Conductivité thermique du nitrure de silicium ( $Si_3N_4$ ) :  $\lambda_1 = 20 \text{ W/m.K}$  à  $20^\circ\text{C}$
- Epaisseur du nitrure de silicium ( $Si_3N_4$ ) :  $e_1 = 2000 \text{ \AA}$
- Conductivité thermique du polysilicium dopé n :  $\lambda_2 = 29 \text{ W/m.K}$  à  $20^\circ\text{C}$
- Epaisseur du polysilicium :  $e_2 = 6500 \text{ \AA}$
- Conductivité thermique du titane  $\lambda_3 = 21,9 \text{ W/m.K}$  à  $20^\circ\text{C}$
- Epaisseur du titane :  $e_3 = 1000 \text{ \AA}$
- Conductivité thermique de l'or  $\lambda_3' = 318 \text{ W/m.K}$  à  $20^\circ\text{C}$
- Epaisseur de l'or :  $e_3' = 2500 \text{ \AA}$

En conséquence, pour une épaisseur de couche équivalente  $e_{equ} = 1 \mu\text{m}$ , la conductivité thermique de la couche homogénéisée  $\lambda_{equ}$  est de  $52 \text{ W/m.K}$ .



## 2.4 Définition du modèle bidimensionnel simplifié

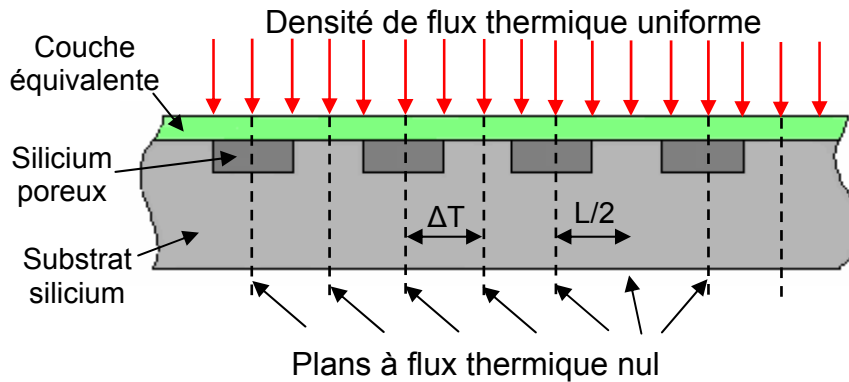


Figure 11 : Vue en coupe du microcapteur suivant une piste thermoélectrique

La figure 11, représente une coupe de la structure suivant une piste thermoélectrique (AA') les couches superficielles et la thermopile ayant été remplacées par la couche équivalente décrite précédemment. Le capteur est soumis à une densité de flux thermique uniforme  $\phi_0$ . La face inférieure du capteur est en contact parfait avec un puits thermique.

Dans de telles conditions il existe de nombreux axes de symétrie introduits par la périodicité de la structure qui ont la particularité de définir des plans dans lesquels le flux thermique est nul (plans adiabatiques).

L'objectif de cette modélisation est de calculer la valeur de la différence de température  $\Delta T$  apparaissant entre deux jonctions successives d'un thermocouple en fonction des dimensions géométriques et des matériaux constituant le microcapteur. Dans ce cas de figure, la cellule la plus simple à étudier est donc comprise entre deux axes de symétrie successifs (figure 11).

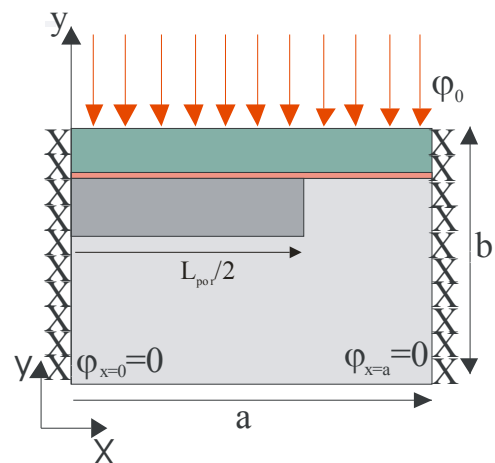


Figure 12 : Cellule élémentaire de modélisation

Les conditions limites imposées sont donc les suivantes :

- Densité de flux uniforme en surface : soit pour  $y=b$   $\phi_{x,b} = \phi_0 = cste$
- Puits thermique sur la face inférieure du capteur :  $T = 0$  en  $y = 0$  et  $0 \leq x \leq a$
- Flux thermique nul dans les plans de coupe latéraux de la cellule :

$$\varphi = -\lambda \frac{\partial T}{\partial x} = 0 \quad \text{en } x=0 \quad \text{et } \forall y \quad 0 \leq y < b$$

$$\varphi = -\lambda \frac{\partial T}{\partial x} = 0 \quad \text{en } x=a \quad \text{et } \forall y \quad 0 \leq y < b$$

Le logiciel de modélisation numérique utilisé est « FemLab » et, à titre d'exemple, le résultat d'un calcul mené sur la cellule précédemment décrite est donné figure 13. Un second calcul mené exceptionnellement sur une cellule complète est donné figure 14 afin de mieux illustrer la forme du champ de température. La carte de température bidimensionnelle obtenue fait apparaître très nettement un point chaud au milieu de la zone de silicium poreux faiblement conductrice, ce qui est tout à fait en accord avec le sens physique. C'est précisément à cet endroit qu'est située la première jonction d'un thermocouple élémentaire. Le point le plus froid ou doit se trouver la seconde jonction est assez mal défini sur cette carte. Le tracé du profil de température le long de la couche équivalente fait apparaître un palier d'environ 1mm ce qui signifie que la zone froide est trop large et que, en conséquence la longueur de cette cellule élémentaire doit être réduite.

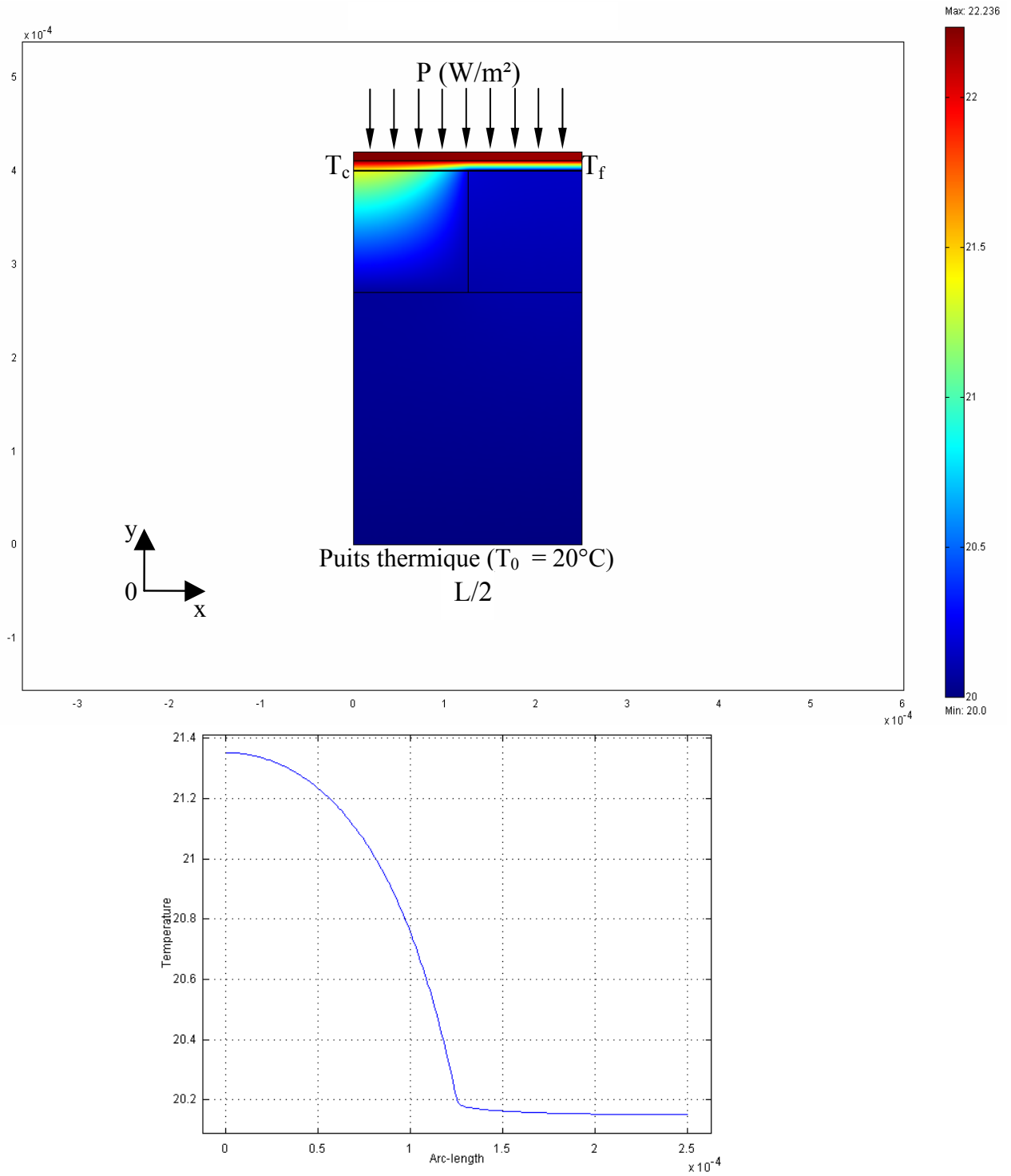


Figure 13 : Résultats de modélisation d'une demi-cellule

Chapitre I : Présentation et principe de fonctionnement des microfluxmètres

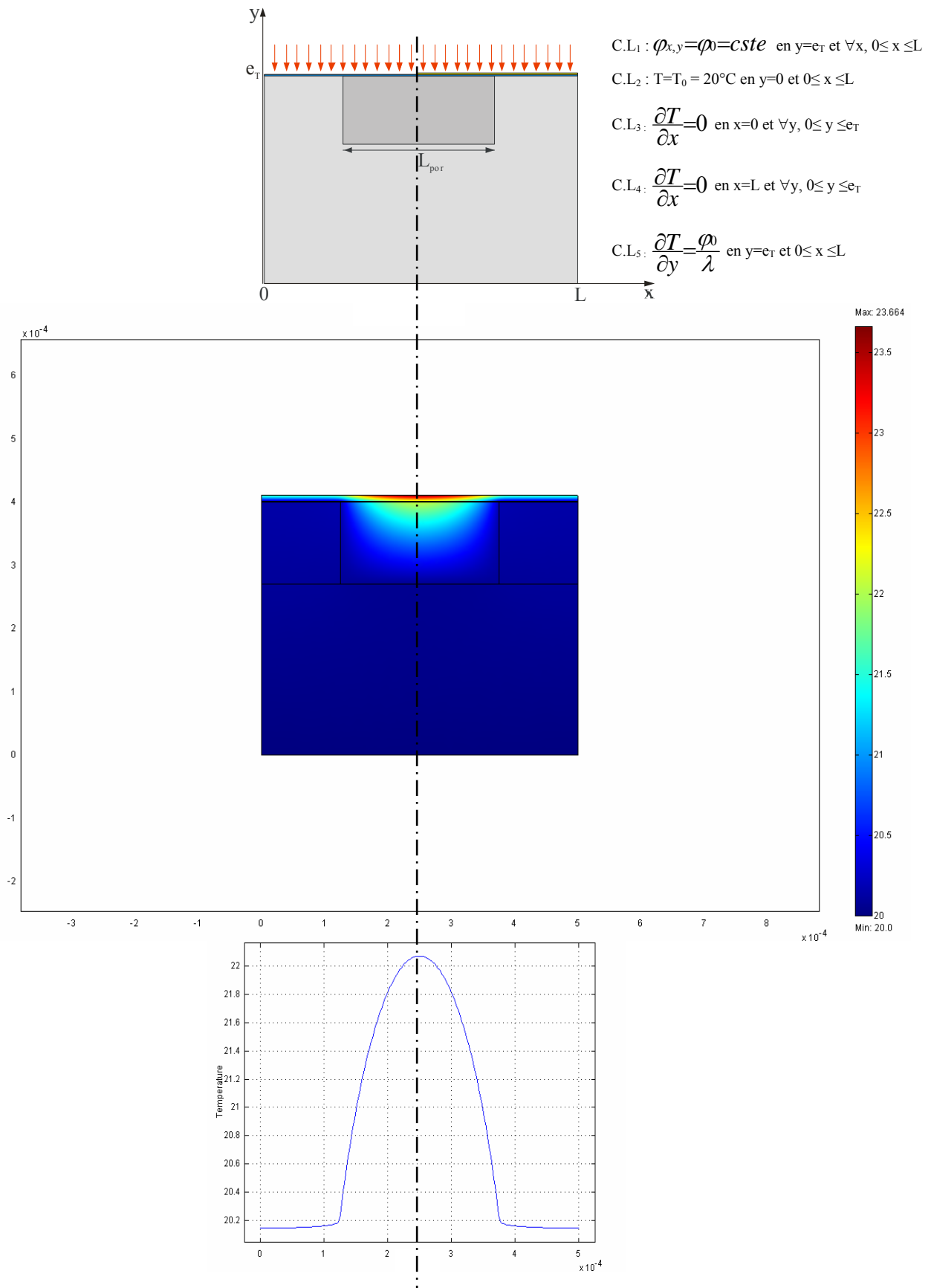


Figure 14 : Résultats de modélisation d'une cellule complète

Rappelons que l'objectif de cette partie était de mettre au point une méthode permettant de calculer la résistance thermique équivalente  $r_{th}$  définie par la relation suivante :

$$r_{th} = \frac{\Delta T}{\varphi} \quad (I.24)$$

Il suffit donc d'imposer dans le modèle une densité de flux  $\varphi$  suffisante pour obtenir une différence de température  $\Delta T$  significative et minimiser les erreurs d'arrondi induites par le code de calcul. Nous avons choisi arbitrairement d'imposer une densité de flux  $\varphi_0=40\ 000\text{W/m}^2$  ce qui correspond à 1 Watt sur un capteur standard de  $5\times 5\text{mm}^2$ .

Afin d'optimiser la détectivité donnée par la relation (I.15) il reste donc à chercher systématiquement la valeur maximale du terme «  $r_{th}/L$  » en faisant varier différents paramètres tels que la longueur et l'épaisseur des bandes de silicium poreux, la longueur des cellules, ce qui fait l'objet du paragraphe suivant.

## **2.5 Résultats de modélisation numérique**

Le modèle numérique décrit précédemment a donc été utilisé de très nombreuses fois afin d'obtenir les courbes donnant l'évolution de  $r_{th}/L$  en fonction des paramètres suivants :

- Longueur de la cellule (L)
- Largeur relative de la bande de silicium poreux ( $L_{por}$ ) par rapport à la longueur de la cellule (L)

soit :  $x = L_{por}/L$

- Épaisseur du silicium poreux ( $e_{por}$ )

Avec, comme paramètres fixes, la conductivité thermique (1.4 W/m.K.) du silicium poreux réalisé au laboratoire sur des wafers de silicium type p<sup>+</sup> (100) et la conductivité thermique de la couche équivalente : 52 W/m.K.

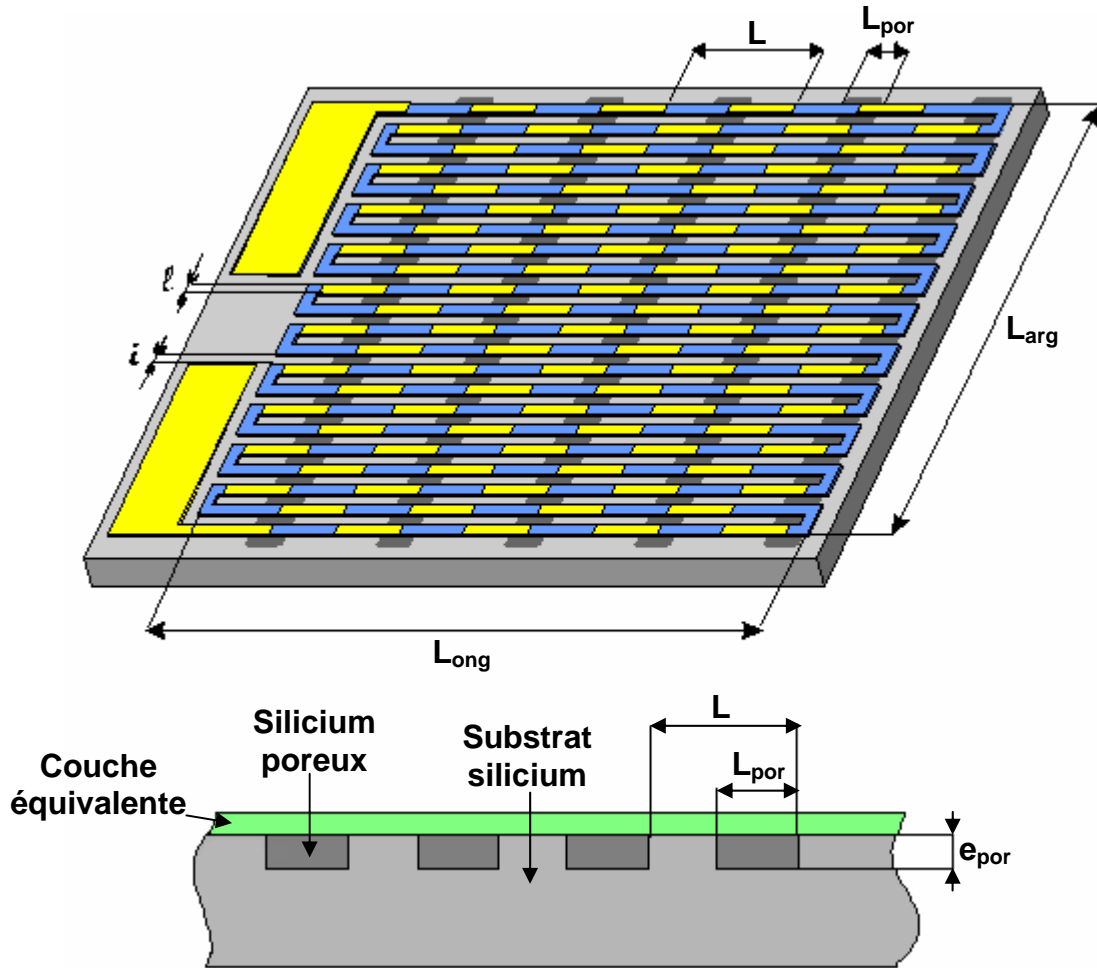


Figure 15 : Paramètres dimensionnels d'optimisation

La figure 16 montre l'évolution de  $r_{th}/L$  en fonction du rapport  $x = L_{por}/L$  pour des longueurs de cellules ( $L$ ) comprises entre 100 et 1000  $\mu\text{m}$ . Pour cette première famille de courbes l'épaisseur du silicium poreux à été fixée à 50  $\mu\text{m}$ . Dans ce cas, le terme  $r_{th}/L$  présente une valeur maximale apparaissant très nettement lorsque la longueur de la cellule est de 200  $\mu\text{m}$  et le rapport  $x$  voisin de 0,9 ce qui donne donc une largeur de bande poreuse=180 $\mu\text{m}$ .

Les mêmes analyses ont été menées pour des épaisseurs de silicium poreux de 100, 150, 200, et 300 $\mu\text{m}$ . Les réseaux de courbes correspondant sont donnés figures 17 à 20.

Il apparaît que le maximum de ces courbes est toujours situé au voisinage du même rapport  $x = 0,9$ . C'est pourquoi, afin de faciliter l'exploitation de ces résultats la valeur de ce maximum a été tracée en fonction de l'épaisseur de silicium poreux, pour différentes valeurs de la longueur de la cellule (figure 21).

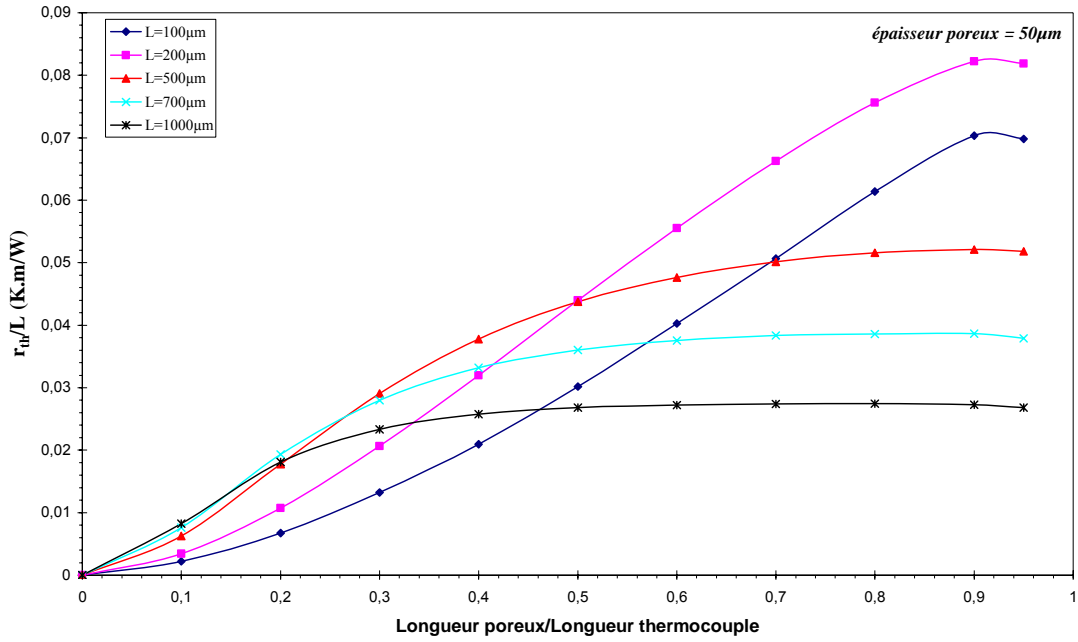


Figure 16 : Evolution de  $r_{it}/L$  en fonction du rapport  $x = L_{por}/L$  pour des longueurs de cellules  $L$  comprises entre 100 et 1000  $\mu m$ - épaisseur poreux = 50  $\mu m$ -

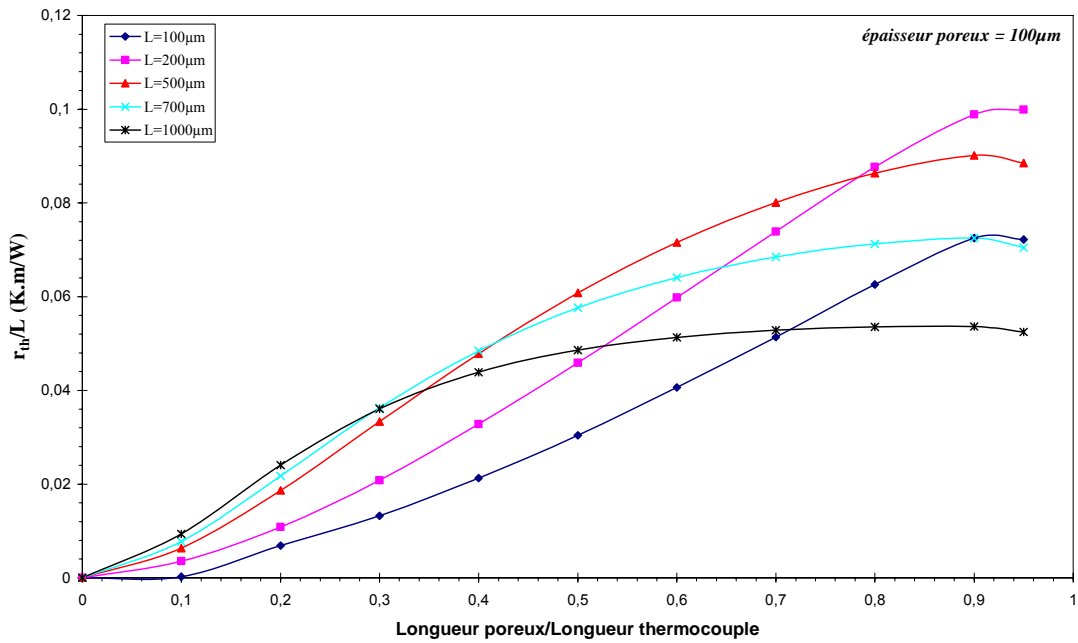


Figure 17 : Evolution de  $r_{it}/L$  en fonction du rapport  $x = L_{por}/L$  pour des longueurs de cellules  $L$  comprises entre 100 et 1000  $\mu m$  – épaisseur poreux 100  $\mu m$ -

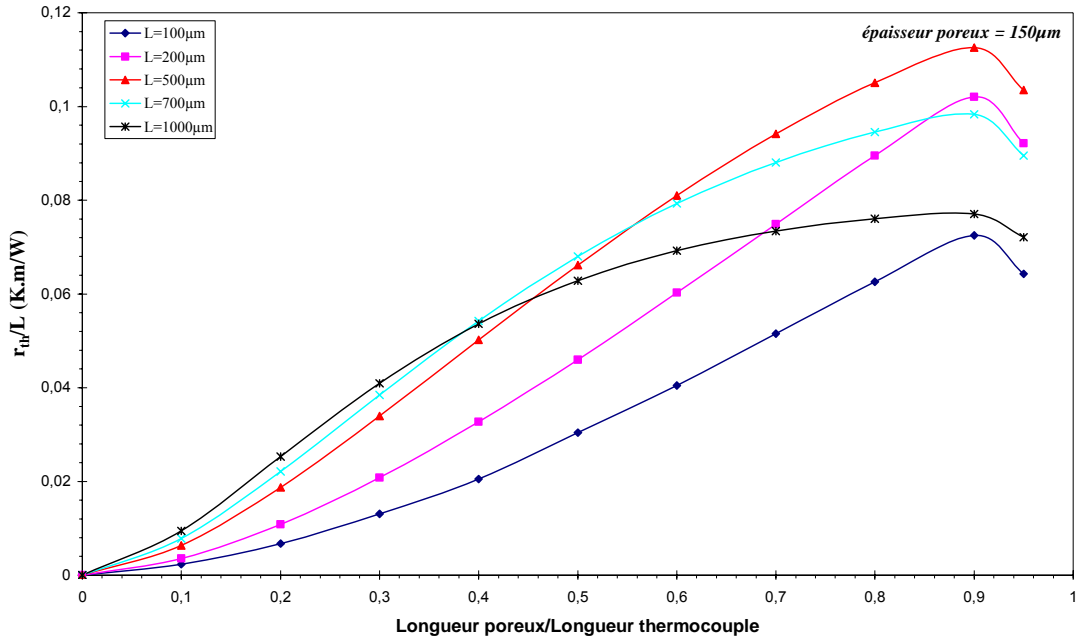


Figure 18 : Evolution de  $r_{th}/L$  en fonction du rapport  $x = L_{por}/L$  pour des longueurs de cellules  $L$  comprises entre 100 et 1000  $\mu m$  – épaisseur poreux 150  $\mu m$ –

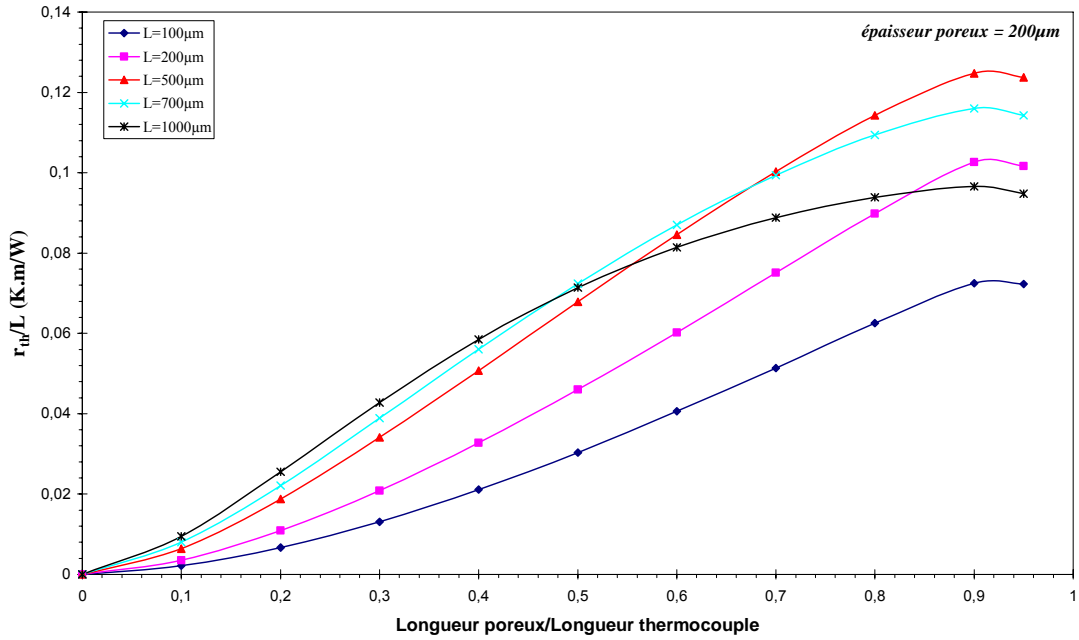


Figure 19 : Evolution de  $r_{th}/L$  en fonction du rapport  $x = L_{por}/L$  pour des longueurs de cellules  $L$  comprises entre 100 et 1000  $\mu m$  – épaisseur poreux 200  $\mu m$ –



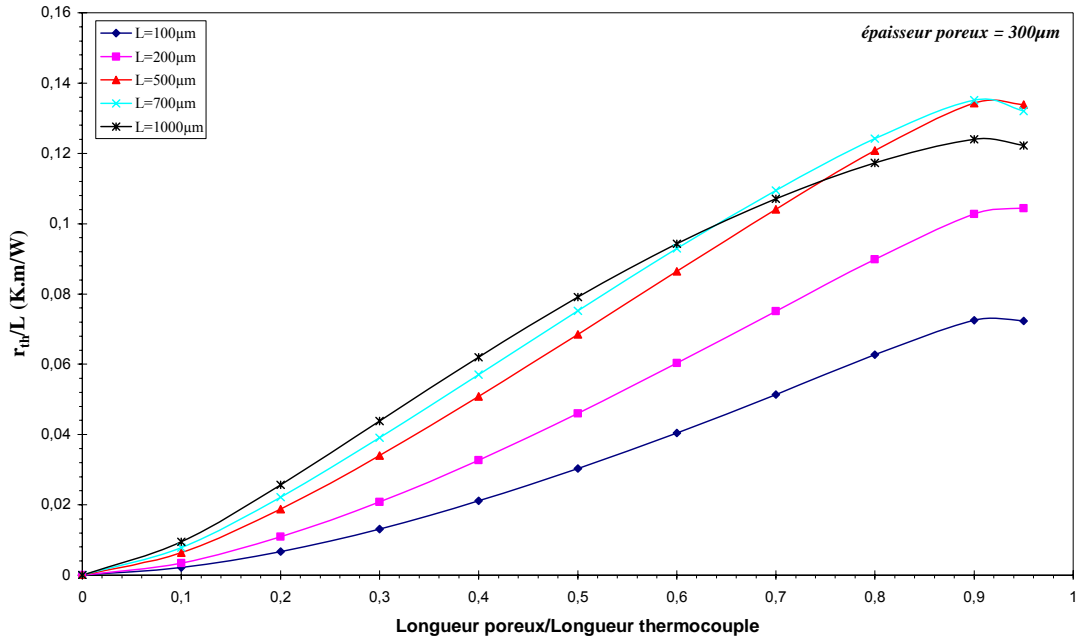


Figure 20 : Evolution de  $r_{th}/L$  en fonction du rapport  $x = L_{por}/L$  pour des longueurs de cellules  $L$  comprises entre 100 et 1000  $\mu\text{m}$  – épaisseur poreux 300  $\mu\text{m}$ –

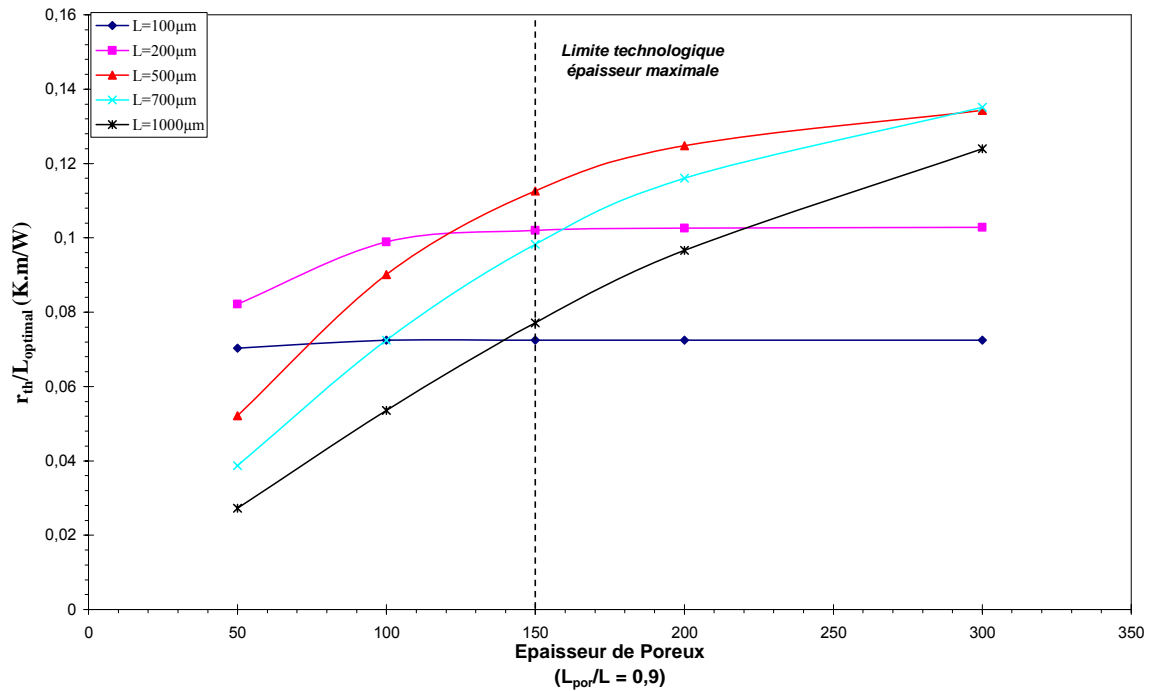


Figure 21 : Evolution de  $r_{th}/L_{optimal}$  en fonction de l'épaisseur du silicium poreux

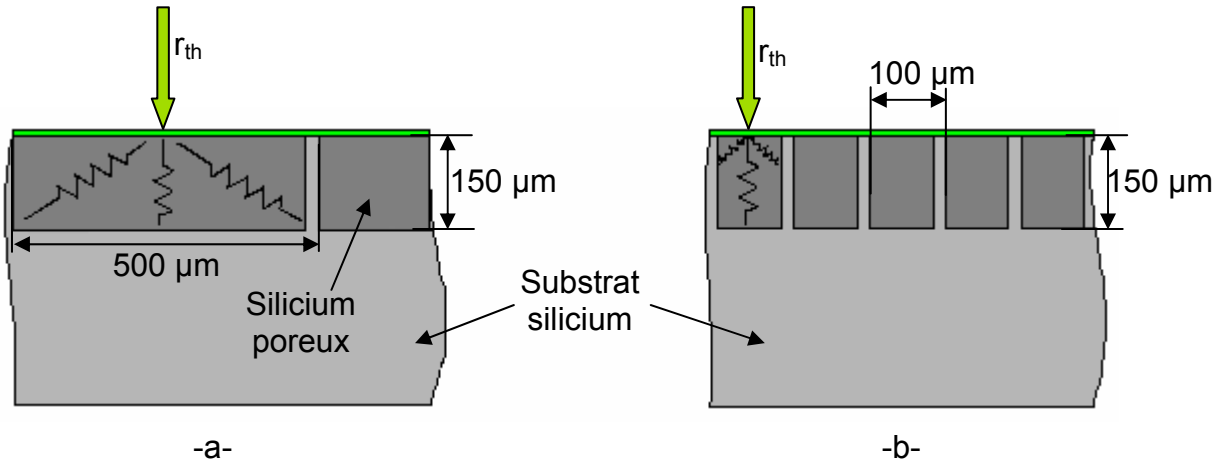


Figure 22 : Aspect des caissons de silicium poreux (échelles x,y respectées)

Lorsque les longueurs de cellules sont supérieures à  $500\mu\text{m}$ , la valeur maximale de  $r_{th}/L$  augmente avec l'épaisseur de silicium poreux. Ceci semble normal puisque le caisson étant large ( $> 450\mu\text{m}$ ), le fait d'accroître sa profondeur contribue fortement à l'augmentation de la résistance thermique vue entre le milieu du caisson et le substrat de silicium comme il est possible de l'imaginer en examinant la figure 22a. Par contre  $r_{th}/L$ , présente un palier très net pour les longueurs de cellule inférieures à  $200\mu\text{m}$ . De la même façon, l'analyse du rapport d'aspect des caissons représentés figure 22b fait bien ressentir que dans ce cas la résistance thermique est essentiellement limitée par les parois du caisson et qu'une variation de profondeur n'aura guère d'influence.

En pratique et pour des raisons technologiques il est difficile de réaliser des caissons de silicium poreux de profondeur supérieure à  $150\mu\text{m}$ . En fixant donc ce paramètre, les dimensions optimales du capteur à réaliser sont : Longueur des cellules  $L= 500\mu\text{m}$ , largeur de la bande de silicium poreux  $L_p= 450\mu\text{m}$ , ces grandeurs correspondant au dessin de la figure 22a.

Dans cette configuration,  $r_{th}/L= 0.11\text{ K.m/W}$  la valeur théorique de sensibilité d'un microfluxmètre  $5\times 5\text{mm}^2$  calculée à l'aide de la relation (I.11) rappelée ci-dessous est  $\mathbf{Se=7.37\mu V.m^2/W}$  en prenant :

$$Se = \alpha \cdot \frac{S_{surf}}{(\ell + i)} \cdot \frac{r_{th}}{L} \quad (\text{I.25})$$

- Pouvoir thermoélectrique :  $\alpha = 268\mu\text{V/K}$

- Surface du capteur :  $S_{surf} = 25\text{mm}^2$

- Largeur des pistes :  $\ell = 80\mu\text{m}$

- Largeur de l'interpiste :  $i= 20\mu\text{m}$

## Chapitre I : Présentation et principe de fonctionnement des microfluxmètres

Pour réaliser des capteurs de surfaces différentes il suffit de conserver les mêmes dimensions de motifs. Dans ce cas, la sensibilité est naturellement proportionnelle à la surface active du capteur ou au nombre N de cellules élémentaires.

La résistance électrique interne du capteur et sa détectivité spécifique peuvent ensuite être déterminées à partir des relations (I.12) et (I.15) rappelées ci-dessous :

$$R_{el} = N \cdot \frac{\rho_{poly} \cdot L}{2 \cdot e_{poly} \cdot \ell} \quad (I.26)$$

avec :

- Epaisseur de polysilicium.  $e_{poly} = 6500 \text{ \AA}$
- Résistivité électrique du polysilicium  $\rho_{poly} = 0.022 \text{ \Omega.cm}$
- Nombre de cellules  $N = 500$
- Longueur des cellules  $L = 500 \mu\text{m}$
- Largeur des cellules  $\ell = 80 \mu\text{m}$

ce qui donne  $R_{el} = 529 \text{ k}\Omega$  pour un capteur de  $5 \times 5 \text{ mm}^2$

Avec les mêmes paramètres, la détectivité spécifique calculée à partir de la relation I.15 rappelée ci-dessous :

$$D^* = \alpha \cdot \frac{r_{th}}{L} \sqrt{\frac{2 \cdot e_{poly}}{4 \cdot k \cdot T \cdot \rho_{poly}}} \sqrt{\frac{1}{1 + \frac{i}{\ell}}} \quad (I.27)$$

Soit :  $D^* = 1.57 \cdot 10^6 \text{ cm} \cdot \text{Hz}^{1/2} \cdot \text{W}^{-1}$  pour cette famille de microcapteurs optimisés

A titre de comparaison, les fluxmètres de dimensions  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  commercialisés par la société « CAPTEC » présentent une sensibilité de  $0.3 \mu\text{V.m}^2/\text{W}$ , une résistance électrique interne de 20 Ohms ce qui leur confère une détectivité spécifique de  $5.2 \cdot 10^6 \text{ cm} \cdot \text{Hz}^{1/2} \cdot \text{W}^{-1}$ .

La densité de puissance équivalente de bruit (NEPD) ou Noise Equivalent Irradiance (NEI) correspondant à la plus petite variation de densité de puissance détectable en  $\text{W}/(\text{m}^2 \cdot \text{Hz}^{1/2})$ , s'écrit :

$$NEPD = \frac{\sqrt{4 \cdot k \cdot T \cdot R_{el}}}{S_e} \quad (I.28)$$

Soit une valeur de :  $1.27 \cdot 10^{-14} \text{ W/m}^2 \cdot \text{Hz}^{1/2}$  pour ce capteur.

Pour certaines applications, notamment lorsque le capteur est amovible et pourra être disposé sur ou entre différents matériaux, il est utile de rendre sa sensibilité complètement

indépendante de l'environnement thermique. Pour cela une couche d'or est déposée à la surface du capteur constituant ainsi un collecteur de chaleur doté d'une fonction de « blindage » thermique et électrique. D'un point de vue « Modélisation », cette couche d'or ne peut pas être incluse dans la couche équivalente en raison de sa position stratégique en surface. La cartographie thermique d'une demi-cellule fluxmétrique soumise à une densité de flux constante représentée figure 23 montre bien la fonction « isothermique » du blindage thermique disposé en surface. Par ailleurs il apparaît que cette couche d'or participe au réchauffement de la partie froide de la cellule située en surface à droite ce qui conduit inévitablement à une diminution de la sensibilité du capteur.

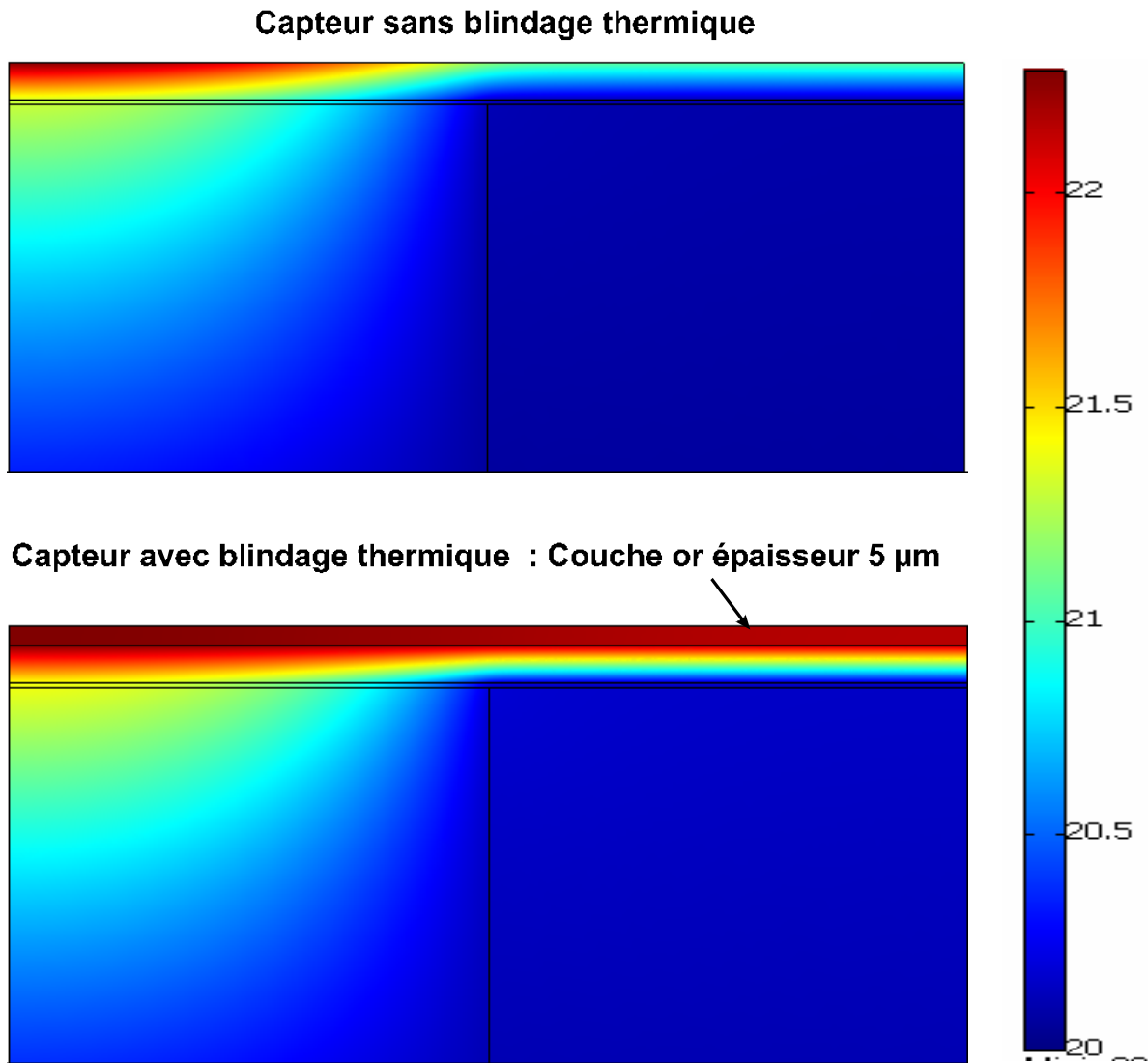


Figure 23 : Modélisation illustrant l'influence du blindage thermique

Les résultats donnés par le modèle et correspondant au capteur optimal ont été étudiés pour différentes épaisseurs de couches d'or afin de déterminer l'épaisseur minimale du blindage thermique. Il est apparu que le rapport  $r_{th}/L$  tend vers une limite finie (0.08 K.m/W) à partir une épaisseur d'or de 5  $\mu\text{m}$  ce qui signifie bien que le microcapteur n'est plus sensible

à son environnement thermique figures 24 et 25. C'est une longueur de cellule de 200 $\mu\text{m}$  qui, dans ce cas, donne la sensibilité maximale, comme le confirme également la figure 24 qui permet de choisir une épaisseur de silicium poreux réalisable en technologie pour une longueur aussi faible. Dans ce cas une épaisseur de 100 $\mu\text{m}$  est suffisante et ne dégrade pas la sensibilité du capteur.

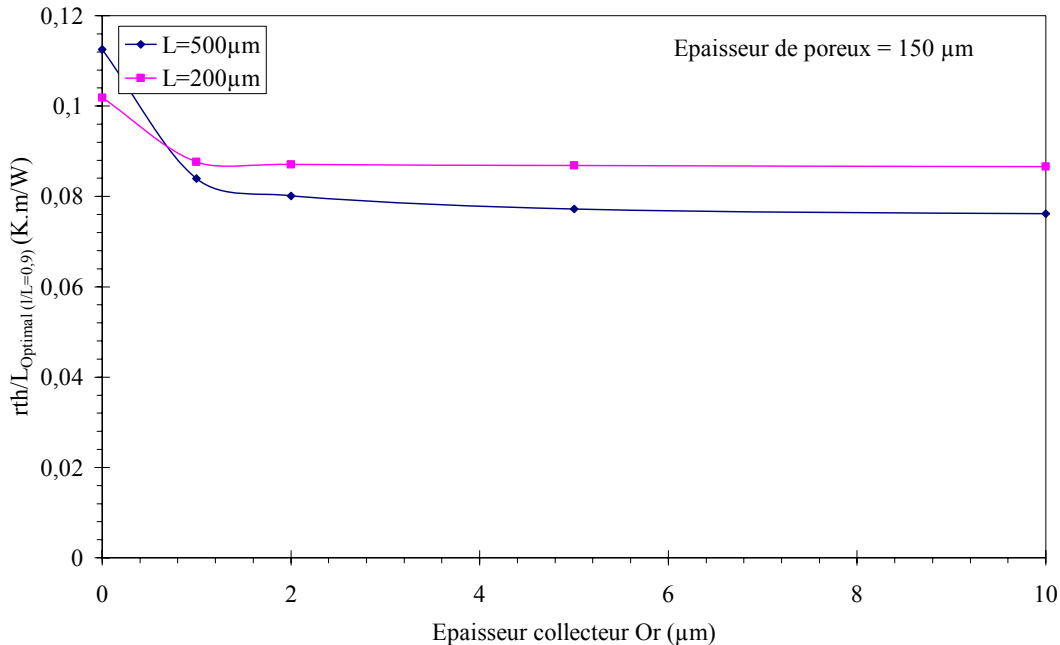


Figure 24 : Influence de l'épaisseur du blindage thermique sur le rapport  $r_{th}/L$

En définitive le blindage thermique d'un tel capteur fait passer le  $r_{th}/L$  de 0.11  $\text{K}\cdot\text{m}/\text{W}$  à 0.08  $\text{K}\cdot\text{m}/\text{W}$  ce qui correspond à une perte de sensibilité de l'ordre de 27%. De plus une étape technologique supplémentaire est nécessaire, c'est pourquoi cette opération ne sera effectuée que si le domaine d'application l'exige véritablement.

## Conclusion

Ce chapitre a permis d'établir un modèle mathématique du microfluxmètre. Les dimensions données par cette modélisation ont ensuite été utilisées pour réaliser une série de masques comportant différents types de microcapteurs de flux thermique. Cette diversité permettra de valider le modèle par confrontation des résultats théoriques et expérimentaux (chapitre III).

Auparavant, il nous semble logique de décrire précisément dans le chapitre suivant, le procédé de fabrication de ces microcapteurs entièrement réalisés dans la centrale de technologie de l'IEMN.

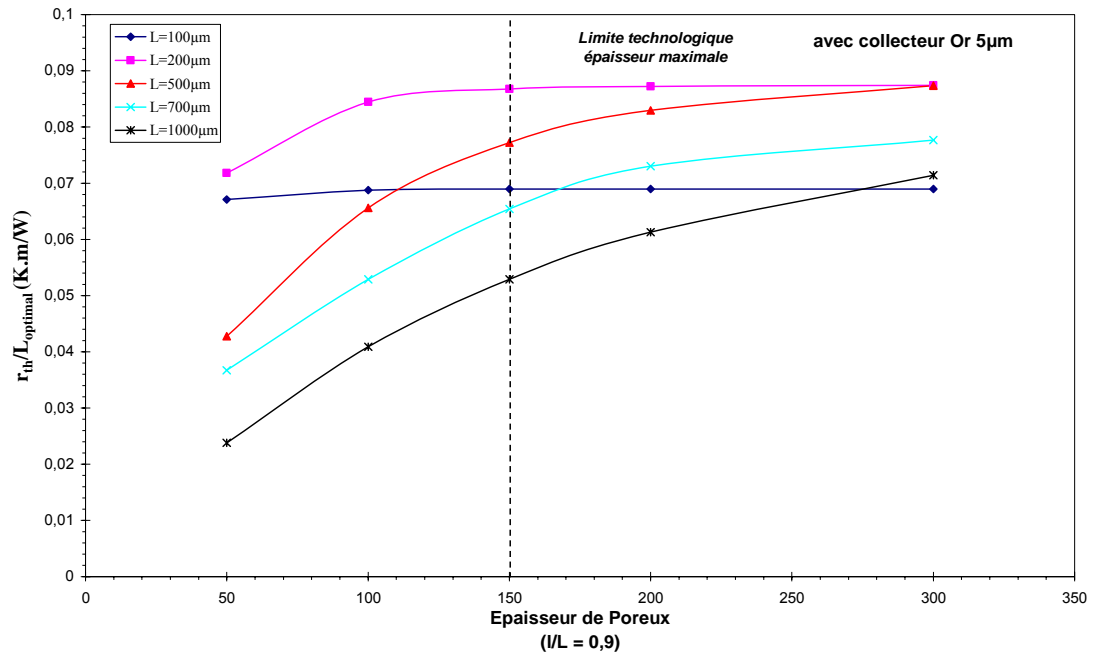


Figure 25 : Optimisation d'un capteur revêtu d'un blindage thermique ou collecteur d'épaisseur  $5\mu m$

## ***BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE I***

- [1] Entreprise Captec, 47 rue Jeanne d'Arc 59000 Lille France. <http://www.captec.fr>
- [2] Vatel Corporation, P.O. Box 66, Christiansburg, V A 24068, USA. <http://www.vatell.com>
- [3] K.Ziouche, P.Godts, D.Leclercq, "Polyimide resist as infrared absorbing layer for radiation microsensors", Sensors and Materials, Vol 12, N° 8, (2000) 445-454
- [4] M. Boutchich, K. Ziouche, M. Aithammouda-YALA, P. Godts and D. Leclercq, "Package-free infrared micro sensor using polysilicon thermopile", Sensors and Actuators A Physical, A121 (2005) 52-58
- [5] M. Haffar, M. Aithammouda, K. Ziouche, P. Godts and D. Leclercq, "Development of new thermal systems of human presence detection intended to introduce innovating functionalities into housing", Conférence internationale avec actes : Innovatives, M. Technologies For Infrastructure and Housing, 12-13 octobre 2005, Lille
- [6] Heimann Sensor GmbH, Grenzstrasse 22, 01109 Dresden (DE), <http://www.heimannsensor.com>
- [7] Dexter Research Center, Inc., 7300 Huron River Drive, Dexter, MI. 48130 U.S.A. <http://www.dexterresearch.com>
- [8] K. Ziouche, "Elaboration de nouveaux procédés de fabrication de microcapteurs de rayonnement. Application à la réalisation de microradiomètres UV et IR". Thèse de doctorat USTL, octobre 1999
- [9] M. Boutchich, "Microcapteurs de rayonnement infrarouge en technologie silicium", Thèse de doctorat USTL, décembre 2002
- [10] S. Güths, "Anémomètre à effet Peltier et fluxmètre thermique. Conception et réalisation. Application à l'étude de la convection naturelle". Thèse de doctorat : Université d'Artois – Pôle Béthune, novembre 1994
- [11] D. Dupont, P. Godts and D. Leclercq, "Design of textile heat flowmeter combining evaporation phenomena", Textile Research Journal, (Sous presse)
- [12] Conception et réalisation de fluxmètres radiatifs : Ce brevet n° 8607072 du 16 Mai 1986 a été étendu à l'Europe le 11/5/87 et aux U.S.A le 14/5/87.  
Inventeurs : P. Thery , D. Leclercq , P. Herin.
- [13] Procédé et dispositif utilisant les effets thermoélectriques pour la mesure d'une grandeur physique dont la variation est apte à modifier les propriétés thermophysiques d'un milieu.  
Demande de brevet déposée le 19 décembre 1989 sous le n° 89 16809.  
Inventeurs : P. Thery, D. Leclercq , F. Wattiau.
- [14] Device for measuring the intensity of a radiative flux and optionally also measuring the intensity of a convective flux. United State Patent, Number 4,850,713, July 25 1989  
Inventeurs : P. Thery, D. Leclercq , P. Herin



- [15] Procédé de mesure de la sensibilité d'un fluxmètre radiatif, le fluxmètre radiatif correspondant et l'utilisation de ce dernier. Brevet d'invention N° HF- DPB950077- Mars 1995  
Inventeurs : E. Gaviot, P. Godts, D. Leclercq, P. Thery
- [16] B. Duthoit, E. Gaviot, P. Herin, D. Leclercq, P. Razloznic, P. Thery, "Thermopiles à circuits imprimés bimétalliques appliquées à la mesure des flux thermiques et radiatifs sur les paroi", Société Française de Thermique, Journée d'études du 20 janvier 1988
- [17] E. Gaviot, D. Leclercq, P. Thery, "Les fluxmètres thermiques à circuits imprimés bimétalliques", Métrologie des propriétés thermophysiques des matériaux, Livre p. 213-221, Edition Masson –Auteur : J. Hladik, 1990
- [18] D. Leclercq, P. Thery, E. Gaviot, "New concepts for designing thermoelectric circuits-applications in instrumentation", 12<sup>th</sup> IMEKO world Congress measurement, Beijing 5-10 september 1991 China
- [19] K.Ziouche, P. Godts, D. Leclercq, " Polyimid resist as infrared absorbing layer for radiation microsensors", Sensors and Materials, Vol 12, N° 8(2000) 445-454
- [20] P. Godts, K. Ziouche, D. Leclercq, "Thermoelectric infrared microsensor using suspended membranes made by silicon micromachining", Aerosense, SPIE 15<sup>th</sup> Annual International Symposium on Aerospace/Defense sensing, Simulation and Controls, Infrared Technology and Applications, Orlando, USA, April 2001
- [21] K. Ziouche, M. Boutchich, M. Achani, P. Godts, D. Leclercq, "A new infrared microsensor", Sensors 2003, Nuremberg, Allemagne, mai 2003
- [22] S. Sakly, "Etude et réalisation de microcapteurs radiatifs infrarouges en technologies couches minces à structure distribuée périodique". Thèse de doctorat USTL, juin 1998
- [23] L. Camberlain, "Capteurs de température à réseau planaire distribué de thermopiles en couches minces". Thèse de doctorat USTL, 1997
- [24] G. Asch & Collaborateurs, "Les capteurs en instrumentation industrielle", Edition Dunod, Paris 1982
- [25] E. H. Putley, "Optical and Infrared detectors", Keye R.J. (Ed.), Springer, Berlin, 1977
- [26] R.C. Jones, J. Opt. Soc. Am, 37 (1947) 879-890
- [27] M. Boutchich, K. Ziouche, P. Godts, D. Leclercq, "Characterization of phosphorus and boron heavily doped LPCVD polysilicon films in the temperature range 293-373K". IEE Electronic De

***CHAPITRE II :***  
***REALISATION TECHNOLOGIQUE DES***  
***MICROCAPTEURS DE FLUX THERMIQUE***

## ***REALISATION TECHNOLOGIQUE***

## 1 INTRODUCTION

Dans le chapitre précédent, nous avons décrit chacune des parties fonctionnelles du capteur. Les simulations et les caractérisations réalisées nous ont permis de définir la géométrie optimale du capteur en faisant un compromis entre sensibilité, résistance électrique, taille du capteur et limites technologiques.

L'originalité du capteur et son caractère innovant combinés à l'impératif de le réaliser en technologie silicium (compatible CMOS), nous ont contraints à mener de nombreuses études afin de mettre au point de nouveaux procédés de réalisations technologiques et garantir à la fois reproductibilité et rendement élevé.

De plus, notre objectif de répondre à un fort besoin industriel et la volonté de faciliter le transfert technologique de notre capteur, ont orienté notre recherche avec le souci de la mise en œuvre d'une technologie simple et à coût minimal.

Dans ce chapitre, nous développons l'ensemble des étapes technologiques nécessaires à la réalisation des microfluxmètres.

## 2 REALISATION TECHNOLOGIQUE

### 2.1 Métrologie

L'un des principaux objectifs de ce travail est la conception et la réalisation d'une nouvelle génération de microcapteurs à faible coût, de performances supérieures ou égales à ceux déjà réalisés [1]. Les caractéristiques géométriques de ces microfluxmètres ont été définies dans le chapitre I et ont permis le dessin des masques permettant leur fabrication en centrale de technologie. Une étude « matériaux » concernant l'optimisation des caissons de silicium poreux et de la thermopile sera détaillée dans le chapitre III.

Une méthodologie a été mise en œuvre afin d'optimiser chacune des étapes du procédé de fabrication en vue de rendre maximale la répétabilité des caractéristiques des capteurs et minimiser les rebuts.

Les différentes étapes mises au point sont énumérées ci-dessous :

- ❑ Procédés de préparation du substrat
- ❑ Fabrication du silicium poreux et oxydation
- ❑ Dépôt d'une couche de passivation
- ❑ Dépôt et gravure du polysilicium
- ❑ Dépôt du deuxième thermoélément Or
- ❑ Recuits spécifiques des matériaux thermoélectriques
- ❑ Dépôt et gravure d'absorbants pour les radiomètres ou de couches passivation pour les fluxmètres

A noter qu'entre chaque étape, différents contrôles sont effectués :

- ❑ Etat de surface des couches fabriquées ou déposées
- ❑ Mesures des différentes épaisseurs
- ❑ Mesure de la résistivité électrique des couches, de la résistance électrique des pistes.

Plusieurs moyens sont utilisés pour ces contrôles :

- ❑ La microscopie : Il est possible d'effectuer différentes mesures, vérifier l'état de surface de l'échantillon. Le microscope est doté d'une caméra CCD qui nous permet de visualiser et sauvegarder les images.
- ❑ La profilométrie : Cette technique restitue le relief des matériaux (résines, alliages et métaux...) déposés ou gravés sur une zone donnée d'un échantillon. Ce système (Alphastep P10 Tencor) est basé sur le déplacement sur la surface à tester d'un stylet de rayon de courbure compris entre 0.1 et 0.2  $\mu\text{m}$ . Il permet des mesures avec une résolution de quelques dizaines d'angströms.
- ❑ Mesures électriques : Tout au long de la fabrication, il est indispensable d'évaluer les résistances électriques à l'aide d'un banc de mesure 4 pointes, de multimètre et aussi d'un mesureur à effet hall.

## 2.2 Choix et préparation du substrat

### 2.2.1 Choix du substrat

Le choix du substrat est dans notre cas conditionné par la nature du silicium poreux souhaité. Comme, nous le verrons dans le chapitre suivant, la conductivité thermique la plus faible est obtenue avec le silicium mésoporeux. La réalisation de ce type de silicium nécessite l'utilisation de wafer de silicium fortement dopé P<sup>++</sup>.

Les wafers processés sont fournis par Siltrix<sup>®</sup>. Ils présentent les caractéristiques suivantes :

Type	Dopant	Résistivité	Epaisseur	Diamètre	Orientation
P+	Bore	0.009-0.01 $\Omega\cdot\text{cm}$	380 $\pm$ 25 $\mu\text{m}$	3"	100

Tableau 1 : Caractéristiques des wafers de silicium utilisés

### 2.2.2 Nettoyage du substrat

Les échantillons utilisés subissent un nettoyage minutieux courant en microélectronique afin de garantir un excellent état de surface et une bonne adhérence des matériaux. Cette étape est cruciale car la surface de l'échantillon 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 ou entraîner une rupture de la piste due à la présence de poussière. La procédure de nettoyage est la suivante :

- Une désoxydation dans l'acide fluorhydrique à 50% pendant 5 minutes pour dissoudre l'oxyde natif recouvrant le silicium.
- Un nettoyage oxydant dans une solution « piranha » mélange d'acide sulfurique et d'eau oxygénée ( $\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{SO}_4$  dans la proportion 2/1). Ce mélange exothermique à fort pouvoir oxydant vise à remettre les impuretés métalliques en solution tout en oxydant la surface pour éviter leur dépôt. Cette oxydation nécessite parfois un léger chauffage pour amorcer la réaction. En général, cette étape dure 10 à 20 minutes, jusqu'à fin du phénomène de bullage lié à la réaction chimique.

- Un rinçage abondant sous courant d'eau est nécessaire.
- Une dernière désoxydation dans l'HF à 50% élimine l'oxyde précédent (pendant 2 minutes).
- Après rinçage à l'eau désionisée, les plaquettes sont séchées à l'azote.

Le silicium étant un matériau hydrophobe, il est facile d'observer la désoxydation de visu en le sortant de l'eau. Un contrôle optique de la qualité du nettoyage se fait par microscope Leica®.

### 2.3 Description des différentes étapes technologiques

Rappelons que le microfluxmètre est composé de trois parties fonctionnelles :

- Un substrat qui est le siège des transferts thermiques dans lequel il faut réaliser des **caissons de silicium poreux** par anodisation (figure1).

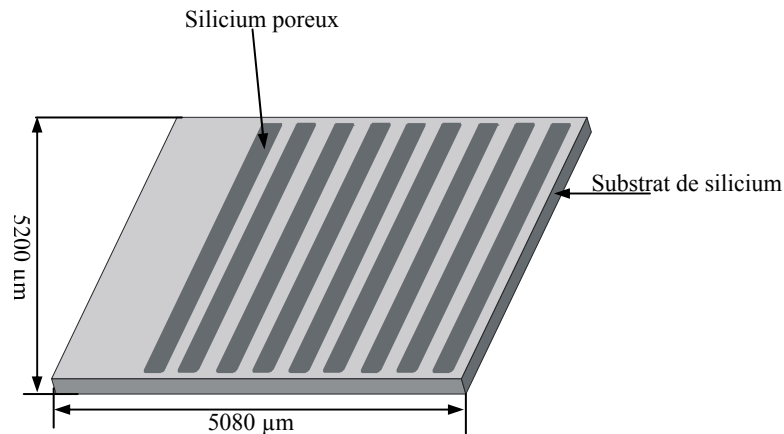


Figure 1 : Silicium avec caissons de silicium poreux

- Une partie détection qui est constituée de deux éléments (figure 2) :
  - Une thermopile planaire réalisée en polysilicium et en métal. Plusieurs dispositions de thermopiles sont possibles. Nous décrirons, dans la suite, les études nécessaires à la mise en œuvre de ces différentes configurations.
  - Une sonde platine Pt<sub>1000</sub>, réalisée au cœur du capteur, permettant de connaître avec précision la température superficielle moyenne du fluxmètre.

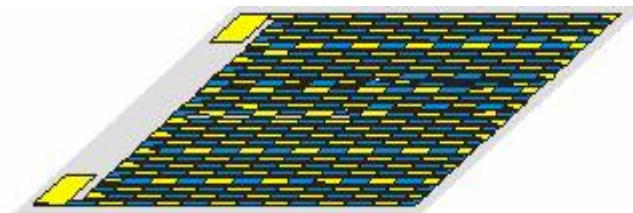


Figure 2 : Schéma de la partie détection

- La partie supérieure qui récolte le flux de chaleur qu'il soit de nature radiative ou conductive. Celle-ci collecte, canalise et évacue la chaleur vers le substrat. Selon les applications visées la partie supérieure se déclinera différemment, comme nous le verrons dans la suite.

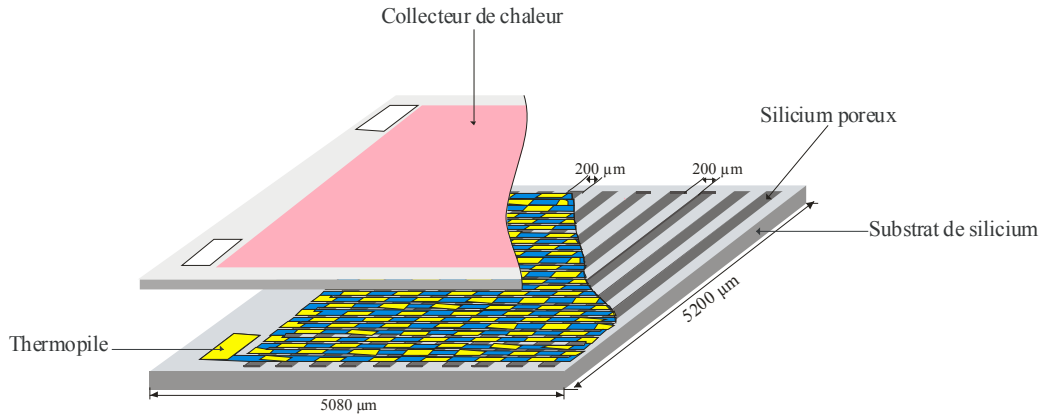


Figure 3 : Vue éclatée du fluxmètre thermique

### 2.3.1 Réalisation des caissons de silicium poreux

#### 2.3.1.1 Cellules d'anodisation

Le Silicium poreux est obtenu par gravure électrochimique du silicium dans un bain à base de HF. Cette gravure, communément appelée anodisation, dépend de nombreux paramètres comme la densité de courant, le dopage du silicium, la concentration de l'électrolyte en HF :

- l'électrolyte, composé de HF (vendu en solution aqueuse avec une concentration allant jusqu'à 50 %), d'eau désionisée et d'éthanol absolu, ce dernier étant nécessaire afin d'augmenter la mouillabilité de la surface, améliorer l'homogénéité du Silicium poreux et évacuer les bulles d'hydrogène qui se forment en surface du poreux dans les solutions purement aqueuses de HF. Il est aussi possible de rajouter un faible pourcentage d'acide acétique afin de permettre une meilleure élimination des bulles d'hydrogène. De plus, on peut aussi réduire l'inhomogénéité et la rugosité de surface en augmentant la viscosité de l'électrolyte soit en diminuant la température, soit en ajoutant du glycérol à la composition de l'électrolyte ;
- la gravure est effectuée en contrôlant soit le courant, soit la tension.

La méthode la plus employée pour la fabrication du poreux est l'anodisation dans une solution aqueuse ou éthanolique de HF. Deux types de cellules en téflon ont été utilisés. La première cellule à simple anodisation a été réalisée au laboratoire. Elle a permis d'effectuer les premières phases de tests et les premières études de faisabilité du silicium poreux et des fluxmètres. Les résultats concluants obtenus avec ce premier dispositif, nous ont permis de finaliser l'acquisition d'un dispositif industriel AMMT<sup>®</sup> à double réservoir.

a) Cellule d'anodisation simple

Cette cellule, couramment utilisée, donne des couches de silicium poreux avec une bonne uniformité. Elle permet par simple contrôle du courant et du temps d'anodisation de fixer la porosité et l'épaisseur souhaitées.

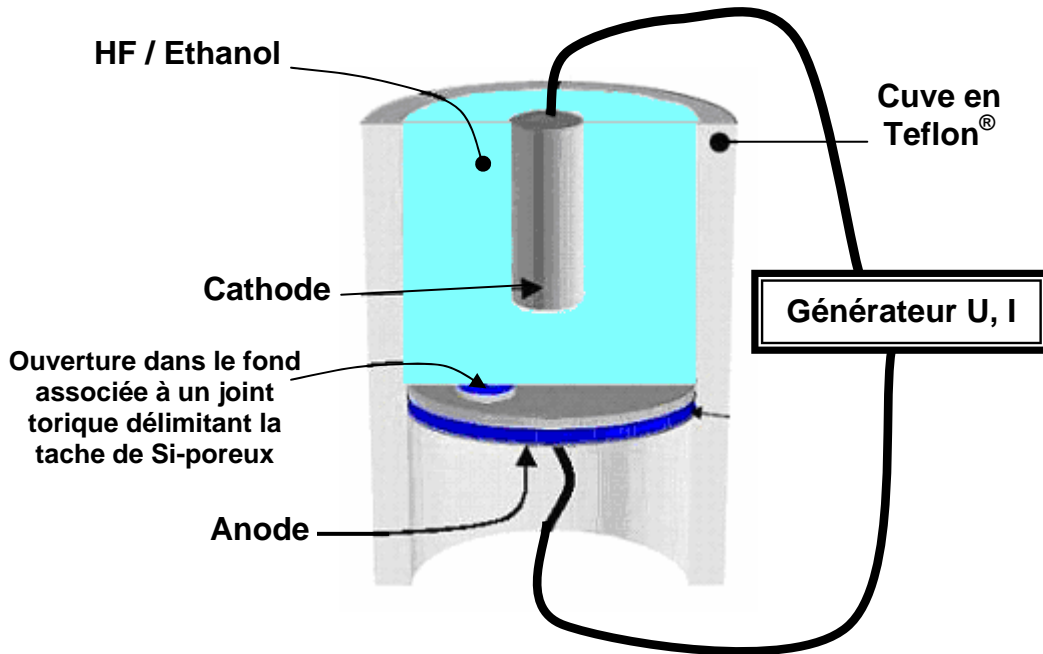


Figure 4 : Vue schématique en coupe d'une cellule d'anodisation simple pour la réalisation du silicium poreux

La première cellule d'anodisation réalisée au sein de notre équipe est une cuve en téflon qui résiste aux attaques d'acide fluorhydrique concentré. Elle a été conçue pour pouvoir contenir un substrat de silicium de 2 pouces en position horizontale. La surface d'anodisation est délimitée par la dimension du joint torique en *viton* qui assure l'étanchéité entre la plaquette de silicium et le corps de la cellule. Le contact électrique est pris sur la face arrière de la plaquette de silicium (figure 4).

Etant donné que les wafers utilisés ont une très faible résistivité ( $\rho \leq 0.01 \Omega \cdot \text{cm}$ ), un bon contact ohmique sur la face arrière est obtenu. Pour des wafers plus faiblement dopés ( $\rho > 1 \Omega \cdot \text{cm}$ ), il est nécessaire de recourir à une étape d'implantation d'une forte dose de dopant sur la face arrière, ou de le recouvrir d'aluminium pour assurer un bon contact électrique.

Cette première cellule nous a permis de valider le procédé durant mon stage de DEA [2]. Pour la réalisation des fluxmètres, nous avons réalisé une autre cuve qui supporte les wafers 3 pouces (figure 5), cependant ces cuves verticales sont dangereuses à cause de fuites récurrentes (un couple de serrage précis des vis est exigé), de plus nous avons constaté des problèmes de reproductibilité qui sont dus au changement d'électrolyte à chaque utilisation. Le serrage de l'anode n'étant pas uniforme, la formation de la couche poreuse ne l'était pas non plus. Pour ces raisons notre équipe a acquis une cellule à double réservoir dans le cadre d'une ARC (Action Régionale Concertée) soutenue par la région Nord-Pas de Calais et le FEDER.



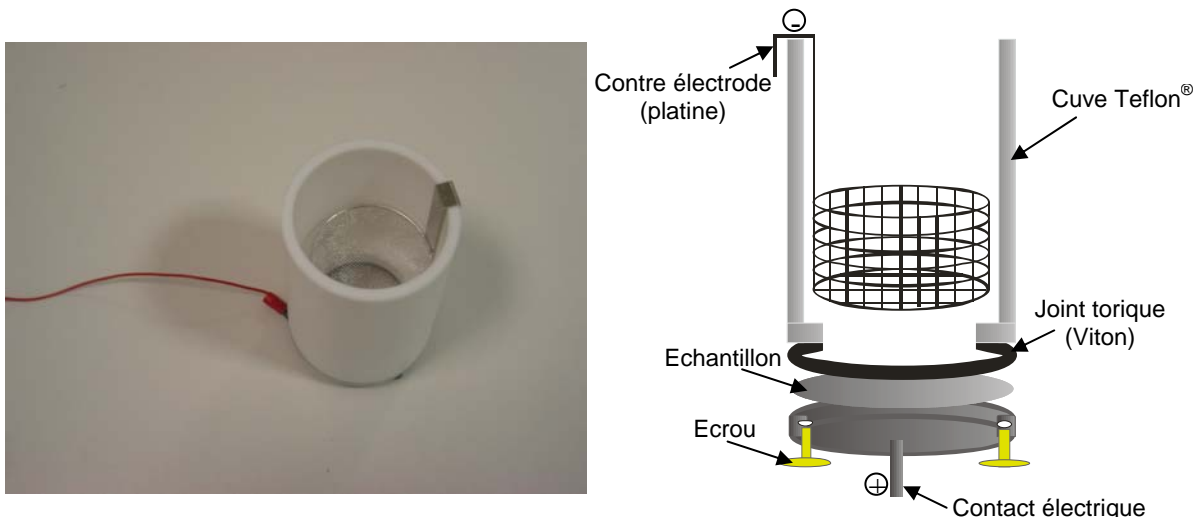


Figure 5 : Photo de la cellule d'anodisation simple réalisée au laboratoire et schéma de principe

**b) Cellule d'anodisation à double réservoir**

Cette cellule utilise un contact sur la face arrière de type électrolytique. Elle est composée de deux demi réservoirs remplis d'électrolyte (HF / Ethanol / Eau Désionisée). Les deux faces du wafer sont exposées au liquide électrolytique (figure 6). Le wafer joue le rôle de barrière entre les deux demi réservoirs. L'étanchéité est assurée avec des joints toriques en viton (résistant à l'acide fluorhydrique). Le contact de la face arrière est assuré dans ce cas par la solution HF/Ethanol/Eau DI.

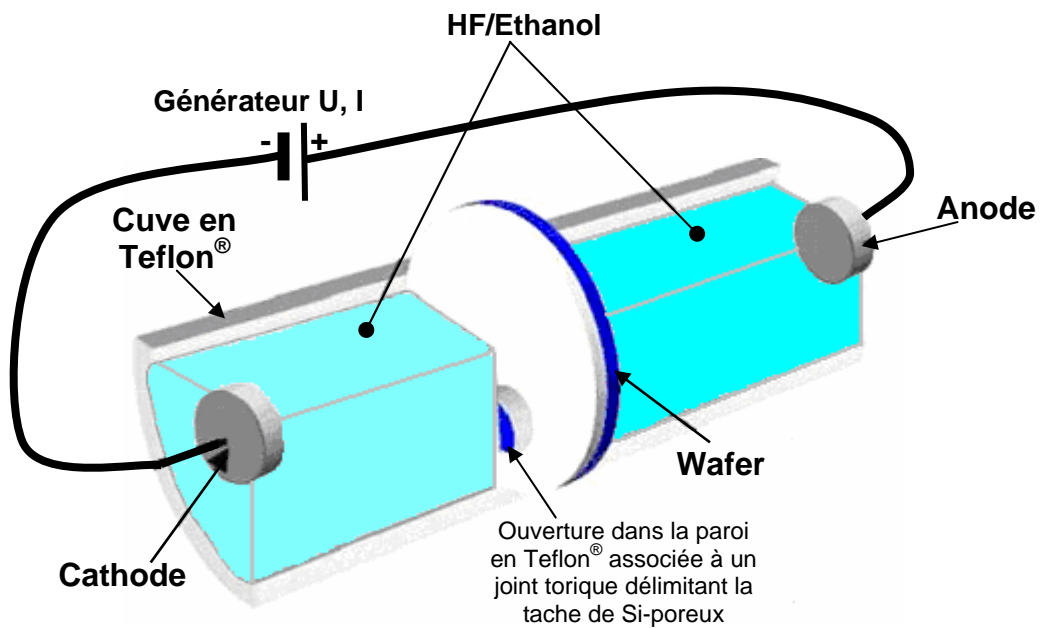


Figure 6 : Vue schématique en coupe d'une cellule d'anodisation à double réservoirs pour la réalisation du silicium poreux

Les deux électrodes sont placées aux extrémités de chaque demi réservoir. Elles sont constituées de platine assurant ainsi une bonne stabilité chimique face à l'attaque du HF. De la même manière que pour la cellule simple, un fort dopage du wafer est recommandé pour l'obtention de couches uniformes. Les résultats obtenus avec cette cellule sont comparables à ceux obtenus avec la cellule simple.

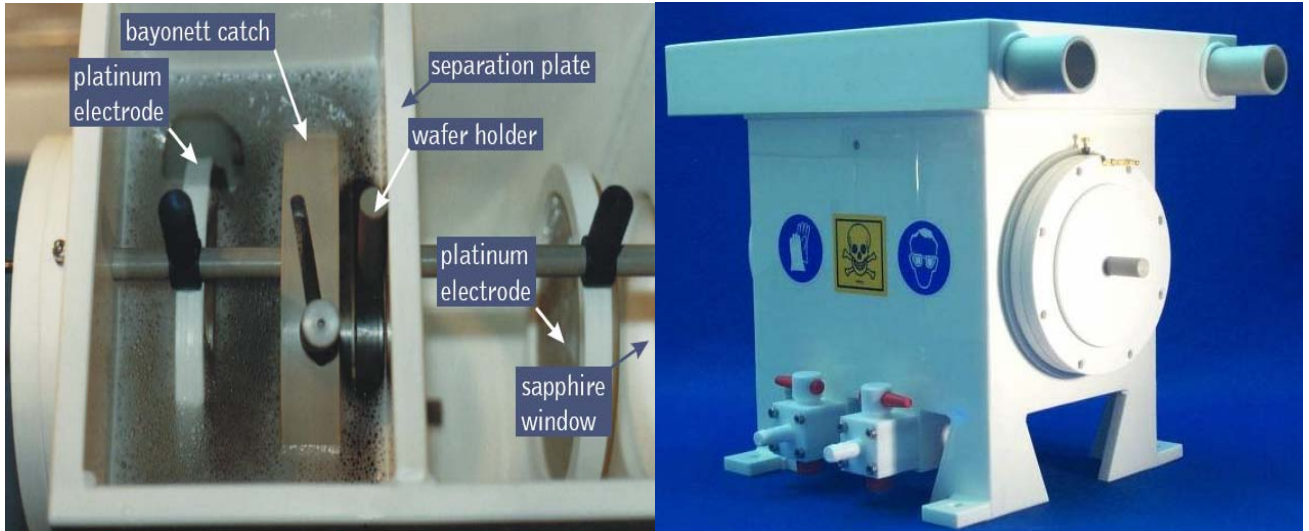


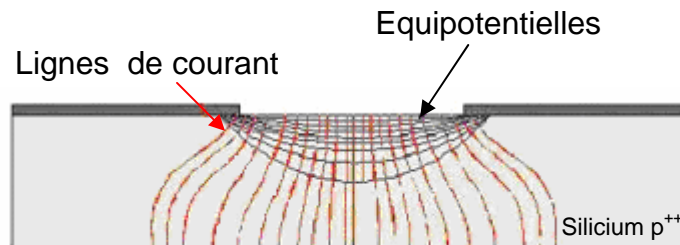
Figure 7 : Photo de la cellule double réservoir AMMT®

### 2.3.1.2 Phénomènes de sous gravure

L'épaisseur et la largeur des caissons de silicium poreux ont été déterminées par modélisation numérique au chapitre un. Cependant deux problèmes se sont rapidement posés :

- D'une part, le choix de la résine à utiliser pour la réalisation des caissons qui doit permettre la réalisation de silicium poreux uniquement dans des zones bien localisées du wafer. Il est essentiel que cette résine résiste suffisamment longtemps à une électrochimie à base d'acide fluorhydrique concentré et à des densités de courant élevées.
- D'autre part, la résolution du problème de la sous gravure lié aux fuites latérales de courant dans le substrat (les lignes de courant sont isotropes, cf. figure 8).

Compartiment cathodique



Compartiment anodique

Figure 8 : Lignes de courant dans le wafer

### 2.3.1.3 Enduction et lithographie optique UV

Les résines sont généralement déposées par centrifugation. Pour localiser les zones à graver électrochimiquement, 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 et un traitement de photolithographie UV permettant l'alignement des motifs et l'insolation de la résine.

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

- L'accélération, exprimée en nombre de tours par minute et par seconde, ou RPMS
- La vitesse de rotation, exprimée en nombre de tours par minute, ou RPM
- Le temps d'enduction, exprimé en seconde.

( RPMS: rate per minute and second , RPM: rate per minute )

Les réglages de ces paramètres influent sur l'épaisseur et l'homogénéité du dépôt et doivent être ajustés pour l'enduction de chaque fluide.

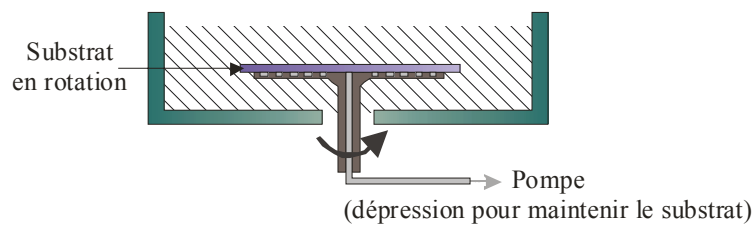


Figure 9 : Schéma de principe d'une tournette à capot ouvert

De nombreux essais et études étaient effectués pendant mon stage de DEA [2]. Notre choix s'est porté sur la résine épaisse AZ4562. Celle-ci, permet de résister après traitement spécifique à une longue durée de l'électrolyse à des densités de courants élevées.

Cependant, l'un des inconvénients de cette résine épaisse est le phénomène d'effet de bord, se traduisant par l'apparition d'une boursouffure correspondant à une surépaisseur sur la périphérie des échantillons. Celle-ci peut être parfois supérieure à quelques dizaines de microns. 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  $\mu\text{m}$ ) - le substrat réfléchissant par les rétro-insolations et les effets liés à l'irrégularité de la surface de l'échantillon (effet Speckles) -. Le problème de l'uniformité du film enduit peut être partiellement résolu en augmentant l'accélération. En outre, la phase de recuit de polymérisation de la résine peut permettre d'atténuer les phénomènes de bord.

La résine est insolée à l'aide d'un aligneur double face modèle MA6 de la société Karlsüss. Cet appareil est constitué de trois modules :

- une alimentation l'électronique de pilotage de l'aligneur

- les plateaux porte-masque et porte-substrat mobiles
- une source UV

Les paramètres de réglage sont la durée d'insolation, la distance entre le masque et le substrat (de 80 à 200  $\mu\text{m}$ ), ou encore la force de contact (typiquement de l'ordre de 500g) 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  $\theta$  par rapport au substrat.

Après révélations un deuxième recuit est nécessaire pour bien durcir la résine en surface. Il nous permet d'accroître le temps d'électrolyse à l'acide fluorhydrique sans détériorer la résine.

Dépôt promoteur d'adhérence HMDS	Rotation lente 500 rpm pendant 2 min
Vitesse (rpm)	2000
Accélération (rpm/s)	3000
Temps (s)	30
Recuit polymérisation sur plaque	3 min à 100°C
Insolation (s)	Lampe UV ( $\lambda = 365 \text{ nm}$ ) 9 mW/cm <sup>2</sup> 27 s
Révélation (s)	AZ400 (1/4) pendant 1min 10s
Rinçage	EDI
Séchage	N <sub>2</sub>
Recuit durcissement sur plaque	3min à 100°C
Épaisseur de résine	8 $\mu\text{m}$

Tableau 2 : Paramètres lithographiques pour la réalisation du silicium poreux

#### 2.3.1.4 Condition d'anodisation

Les propriétés des couches de silicium poreux, comme la porosité, le diamètre des pores et leur morphologie, l'épaisseur des couches, sont fortement dépendantes des conditions d'anodisation.

Ces conditions sont:

- Le rapport de concentration HF /Ethanol
- La densité de courant
- Le type du wafer
- La résistivité du silicium
- L'orientation cristalline
- La température
- Le temps d'anodisation

Seule la prise en compte et le contrôle de tous ces paramètres permettent d'obtenir une reproductibilité optimum des couches réalisées.

La porosité et la taille des cristallites [3] des couches représentent les paramètres les plus pertinents pour caractériser le silicium poreux.

Comme nous l'avons vu, l'anodisation du silicium est une gravure électrochimique. En général, elle suit les lignes de courant électrique et se fait anisotropiquement.

Theunissen M.J.J. et al. [4] ont établi une relation entre l'anisotropie de la propagation des pores et l'orientation cristalline des wafers de silicium soumis à une gravure anodique dans une solution HF/HNO<sub>3</sub>/Ethanol. Les substrats orientés (111) et (100) possèdent des

pores reposant dans les plans [111], dans la direction (100). Il explique ce phénomène par une meilleure dissolution le long des directions où les impuretés de dopage dans le silicium sont préférentiellement localisées.

L'épaisseur des couches de silicium poreux «e» croît linéairement avec le temps d'anodisation. La photo, figure 10, montre une vue en coupe réalisée par microscopie électronique à balayage. De manière générale, la croissance s'accompagne toujours d'une sous gravure « s » liée aux phénomènes de bords (cf. figure 10). La longueur de cette sous gravure est liée à celle de l'épaisseur de poreux obtenue. De nombreuses observations au MEB nous permettent d'écrire la relation  $s = \frac{e}{2}$ , avec une erreur inférieure à 5%. Il s'en suit, que la largeur des caissons obtenue après anodisation est approximativement égale à « L+e ».

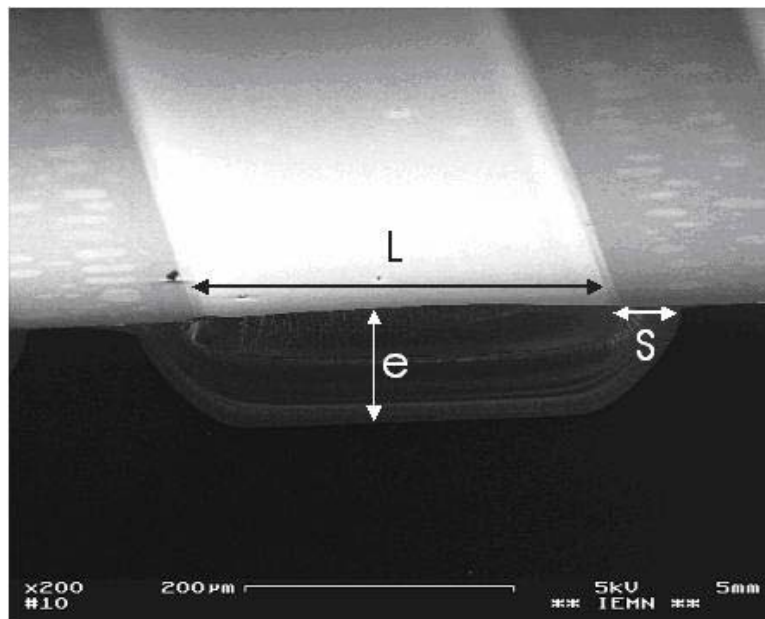


Figure 10 : Photo au MEB d'un caisson de silicium poreux  
(Observation du phénomène de sous gravure)

Le courant d'anodisation est fixé en fonction de la surface ouverte dans la résine. Celle-ci définit la densité de courant permettant de réaliser le silicium poreux. La durée de la gravure électrochimique, la densité de courant et la concentration de l'électrolyte sont données dans le tableau 3. Ces paramètres définissent la porosité et l'épaisseur correspondant aux valeurs optimales définies dans le chapitre précédent. Le système d'anodisation est programmable à l'aide d'un ordinateur pilotant une alimentation autorégulée. Ce dispositif permet de contrôler avec précision le courant et la tension, assurant ainsi une très bonne reproductibilité des couches de silicium poreux réalisées au laboratoire.

Surface ouverte dans la résine	6.24 cm <sup>2</sup>
Densité de courant	100 mA/cm <sup>2</sup>
Concentration électrolyte (HF / Ethanol / Eau DI)	27 % / 35 % / 38 %
Durée d'anodisation	30 min
Epaisseur obtenue	150 μm
Porosité	60 %

Tableau 3 : Paramètres de réalisation du silicium poreux

La concentration en acide fluorhydrique est limitée afin de ne pas obtenir une taille de pores trop petite incompatible avec notre réalisation. Une forte concentration en éthanol empêche la formation des bulles d'oxygène à la surface du silicium poreux, néfaste à l'homogénéité souhaitée. Ces conditions garantissent en outre un très bon état de surface après électrolyse.

Il est important de signaler que la température est un paramètre qui influe sur la valeur critique de la densité de courant pour laquelle la réaction évolue du mode de gravure du silicium pour l'obtention de silicium poreux au mode électropolissage. Cette valeur passe typiquement de 50 à 200 mA/cm<sup>2</sup> lorsque la température augmente de 17°C à 50°C [5]. La température n'a que très peu d'influence sur la vitesse de croissance des couches de silicium poreux.

Une étude systématique permettant de déterminer les paramètres optimaux de fabrication de la couche de silicium poreux a été effectuée dans le cadre de ce travail. Les résultats obtenus sont présentés dans le chapitre III.

### 2.3.1.5 Contraintes mécaniques dans la structure

L'obtention de couches épaisses (> 150 μm) de silicium mésoporeux présentant une porosité élevée (> 60 %) se heurte souvent à des faiblesses de la tenue mécanique. Roussel Ph. et Lysenko V. [6] ont démontré la possibilité d'obtenir des couches très épaisses et mécaniquement stables de silicium mésoporeux en évitant un électropolissage et la destruction de la couche. Une procédure permet la fabrication de couches dites complexes de mésoporeux. Celle-ci consiste à réduire progressivement la densité de courant d'anodisation de 100 mA/cm<sup>2</sup> à 25 mA/cm<sup>2</sup> pendant les 2 dernières minutes de gravure (décroissance de 0.625 mA/cm<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>). La valeur initiale de la densité de courant détermine la porosité de surface et peut être ajustée en fonction des besoins spécifiques. La faible valeur finale de la densité de courant permettant l'obtention d'une couche plus faiblement poreuse qui assure la stabilité mécanique de l'ensemble de la couche. Cette méthode permet de réaliser des épaisseurs élevées (plusieurs centaines de microns).

La résine est ensuite enlevée par dissolution dans de l'acétone, puis le wafer est plongé très longuement dans un bain d'eau DI avec bullage d'azote. Cette opération a pour but de dissoudre les éventuelles traces d'acide piégé dans les pores. L'échantillon est ensuite rincé à l'alcool isopropanol puis séché pendant 24 heures à l'étuve à une température modérée (60°C) afin d'éviter une oxydation prématurée du silicium poreux. Nous disposons dans le laboratoire d'un bâti de séchage hypercritique. Il s'agit d'une technique de séchage qui opère dans des conditions de température et pression où la tension superficielle du solvant est nulle (conditions critiques) et permet l'expulsion du solvant sans dégradation de la structure ramifiée de la phase solide. En pratique, nous avons préféré mettre au point une technique plus simple décrite dans la partie suivante afin de réduire les coûts de production.

a) **Contraintes thermiques**

Les phases de pré oxydation et d'oxydation du silicium poreux sont primordiales. Dans un premier temps, la pré oxydation thermique à « basse température ( $< 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) » sous atmosphère  $\text{O}_2$  ou ambiant est nécessaire afin de stabiliser mécaniquement la structure et permettre les traitements thermiques « hautes températures » ultérieurs ( $> 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). En outre, comme nous allons le voir au chapitre III, l'oxydation du silicium poreux change radicalement les paramètres thermiques du matériau, notamment sa conductivité thermique. Cette étape est nécessaire à l'optimisation des fluxmètres.

L'oxydation du poreux nécessite cependant quelques précautions, en effet une distribution non homogène de l'oxydation le long de la couche de mésoporeux engendre des contraintes mécaniques importantes qui déforment fortement les échantillons lorsque la température d'oxydation dépasse les  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ , comme le montre la photo sur la figure qui suit.



Figure 11 : Photographie d'un wafer déformé par la contrainte liée à l'oxydation du poreux

Des études réalisées à l'INSA de Lyon [7], montrent la bonne perméabilité de la couche de mésoporeux à l' $\text{O}_2$  permettant au gaz de diffuser en profondeur dans la couche et l'oxydant dans toute son épaisseur. Un traitement thermique a donc été mis au point afin de stabiliser mécaniquement la couche.

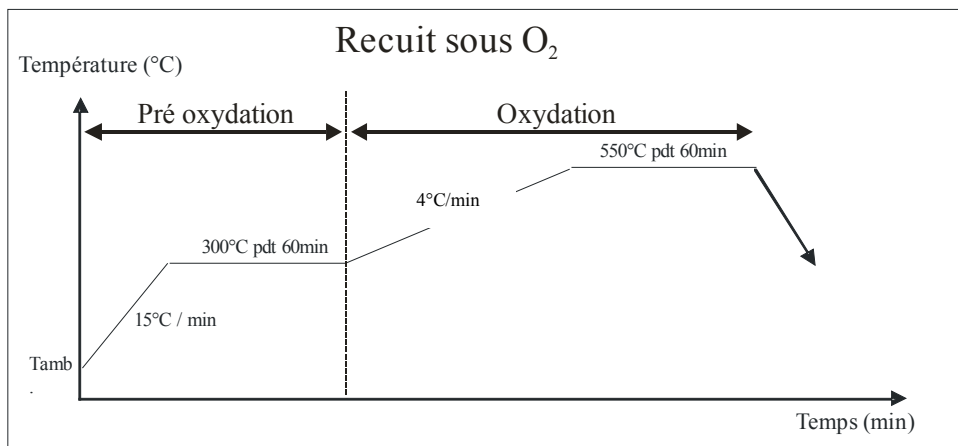


Figure 12 : Traitement thermique d'oxydation du silicium poreux

Les échantillons de silicium mésoporeux ainsi préparés ont subi ensuite les traitements thermiques typiques de la microélectronique (recuits rapide RTA - Rapid Thermal Annealing - et recuit long à plus de 1000°C) sans rupture par contrainte destructive, ni déformation.

**b) Contrôle de la croissance de l'oxyde lors de la pré oxydation**

Certaines de nos observations, liées aux recuits d'oxydation à 550 °C, nous ont permis de constater une croissance au niveau des zones poreuses. Celle-ci se traduisant par à une légère déformation de la structure comme illustrée sur la figure 13. L'épaisseur de la croissance est liée à la durée de ce recuit, comme le montre, la courbe figure 14.

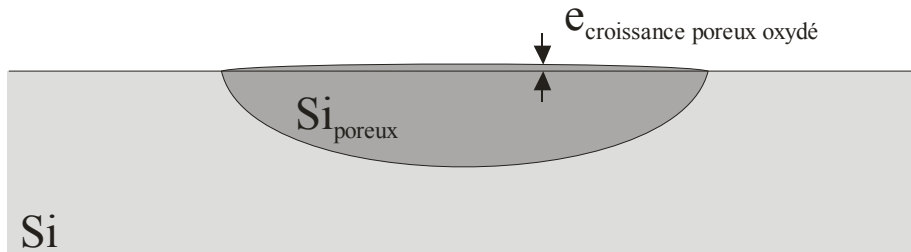


Figure 13 : Croissance de la couche de poreux oxydée

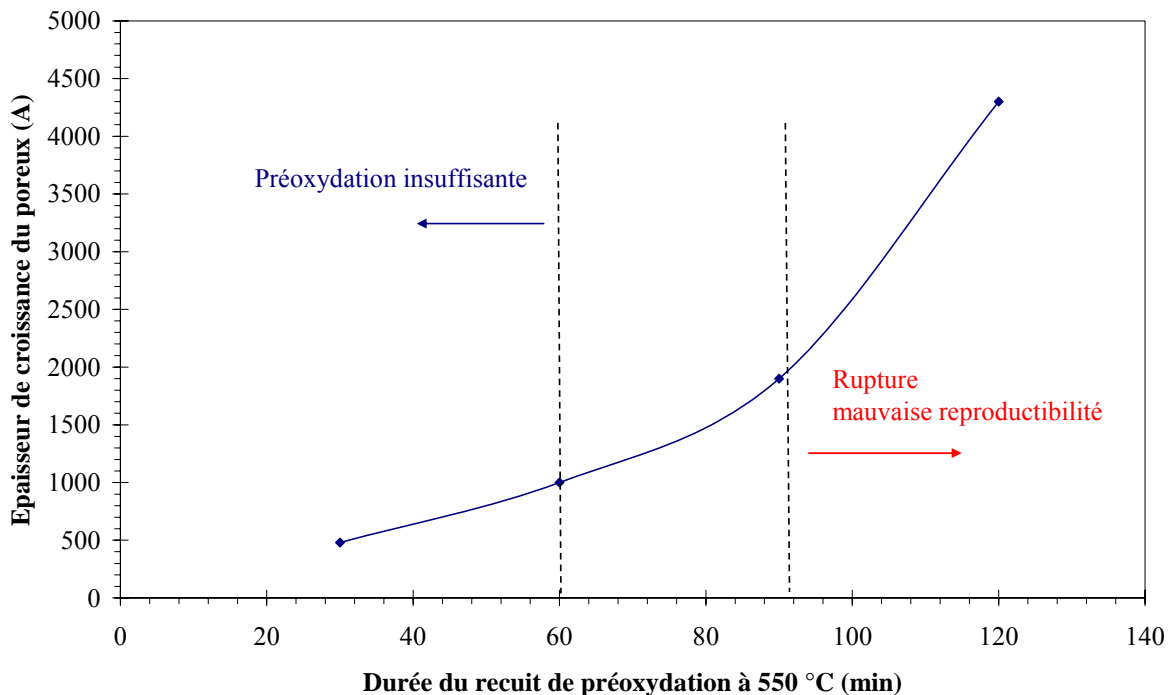


Figure 14 : Croissance de la couche de poreux oxydé en fonction du temps de recuit de préoxydation (à 550 °C)

La courbe de recuit donnée figure 14 permet de minimiser la croissance du silicium poreux tout en garantissant une bonne tenue mécanique de la structure.



La photographie réalisée au MEB (figure 15), donne une vue en coupe de plusieurs caissons de silicium poreux oxydé dans un wafer de silicium.

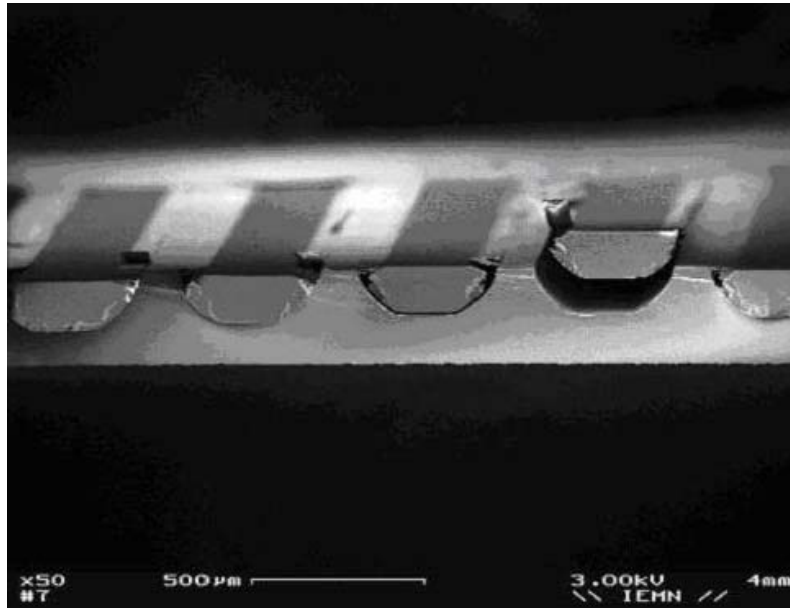


Figure 15 : Caissons de silicium poreux oxydé réalisés dans un wafer de silicium

### 2.3.2 Réalisation de la couche isolante entre le wafer et la thermopile

Le silicium utilisé étant fortement dopé, il est indispensable de le passiver afin de l'isoler électriquement avant de réaliser la thermopile. Celle-ci nécessite l'utilisation de polysilicium, matériau déposé à température élevée. Notre choix, pour les couches de passivation, s'est donc orienté vers l'utilisation de nitrure de silicium ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ). Ce matériau est couramment utilisé et compatible avec la technologie silicium. Les premiers essais de passivation ont mis en évidence la complexité de mise en œuvre liée aux contraintes élevées de ce matériau (une couche de 1000 Å de nitrure de silicium présente une contrainte en tension de plusieurs centaines de MPa) [8]. De plus, ce type de dépôt nécessite l'utilisation de fours à atmosphère saturée en réactifs et à des températures très élevées.

#### 2.3.2.1 Choix de la technique utilisée

La réalisation de la couche de nitrure est donc basée sur la technique de dépôt LPCVD (Low Pressure Chemical Vapor Deposition). Celle-ci nécessite l'utilisation d'un réacteur constitué d'un four tubulaire (figure 16), d'un ensemble de débitmètres pour la mesure des flux gazeux et d'une pompe pour l'évacuation des produits issus des réactions chimiques. La réaction chimique produite entre les différents gaz produit une phase solide. Trois paramètres principaux gouvernent la vitesse de dépôt et l'uniformité des films ainsi déposés :

- Le flux de transfert de masse des gaz réactifs vers la surface du substrat à travers la couche limite.
- La vitesse de réaction des gaz réactifs à la surface du substrat
- La température

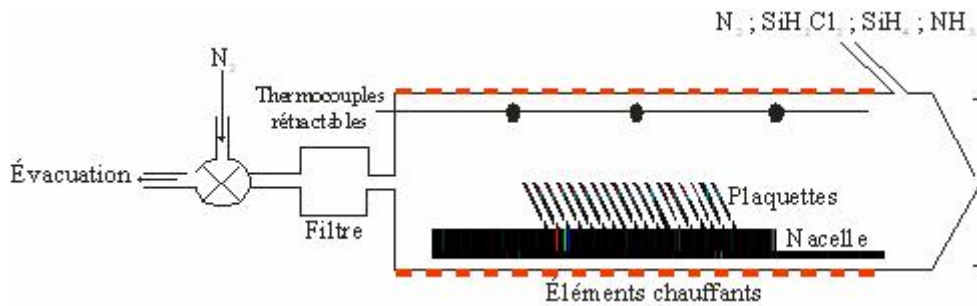


Figure 16 : Schéma de principe d'un four LPCVD

Les dépôts CVD sont effectués avec introduction et évacuation continues des réactifs et des gaz inutilisés. L'introduction et le retrait des plaquettes se font sous flux d'azote et de manière progressive pour éviter les chocs thermiques susceptibles de les endommager. Ce procédé dans lequel ces gaz réactifs réagissent à la surface du substrat, nécessite une température de l'ordre de 500 à 700 °C, pour former un film solide à sa surface.

Cette technique présente l'avantage, par rapport à la technique PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition), de réaliser des couches plus denses et moins poreuses [9].

Nous disposons au laboratoire de deux fours TEMPRESS composés chacun de trois tubes horizontaux. L'un de ces tubes permet la réalisation de nitrure de silicium.

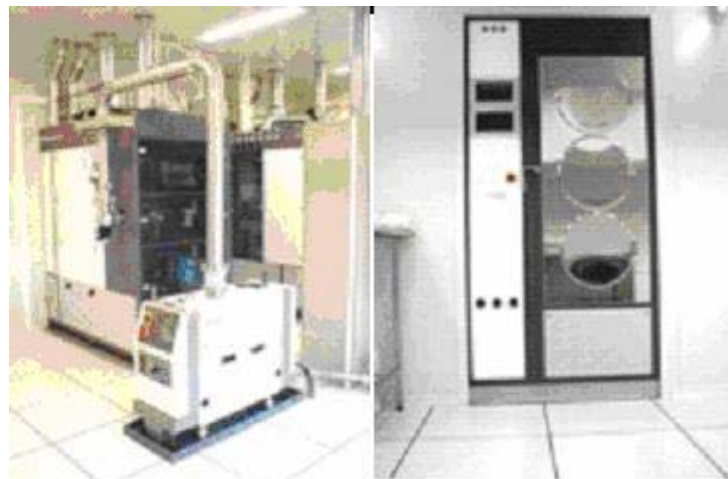


Figure 17 : Photos d'un four TEMPRESS

### 2.3.2.2 Paramètres de dépôts du nitrure de silicium par LPCVD

Le dépôt d'une couche de nitrure sur le wafer dans lequel ont été réalisés les caissons de silicium poreux a nécessité la mise au point d'un process adapté. Celui-ci est décrit sur la figure 18. Le contrôle de la montée en température permet une croissance lente de la couche et évite les chocs thermiques. Le wafer est ainsi introduit dans le réacteur à la température de 400 °C. La réaction chimique permettant le dépôt de la couche ne peut être activée à une

température inférieure à 700°C, ce qui explique, que nous n'introduisons les réactifs qu'à partir de cette température. Dans ces conditions, la couche de nitrure obtenue est dense et de très bonne qualité. Le contrôle de celle-ci se fait par la mesure, par ellipsométrie, de l'indice de réfraction de la couche.

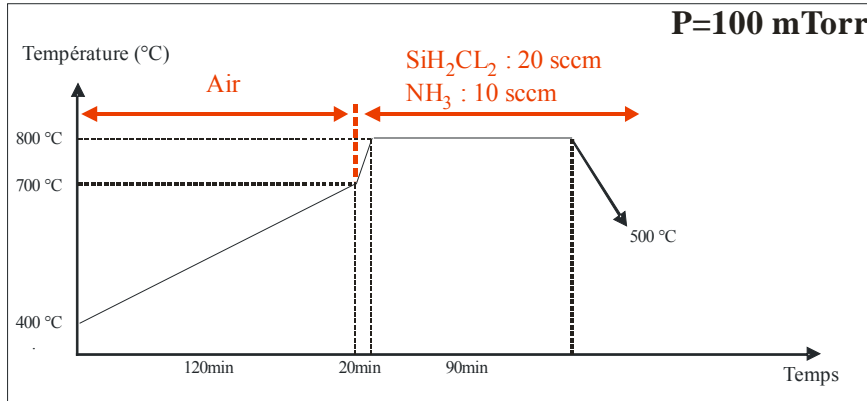


Figure 18 : Processus dépôt Nitrure

L'épaisseur obtenue est de 1400 Å, suffisante pour garantir une bonne isolation électrique entre le substrat et la thermopile. Il est cependant nécessaire de préciser que le nitrure de silicium présentant une conductivité thermique relativement élevée ( $\lambda_{\text{Si}_3\text{N}_4}=20\text{W/m.K}$ ), une épaisseur trop grande risque de diminuer les performances du capteur. En outre, ce procédé et les paramètres choisis permettent l'obtention d'une couche faiblement contrainte (< 80 MPa) [10]. De plus, il est important de signaler que cette technique provoque le dépôt de nitrure sur les 2 faces du substrat, cette symétrie permettant une compensation des contraintes apportées par chacune des couches.

Un autre avantage de ce type de dépôt chimique en LPCVD (Low Pressure Chemical Vapor Deposition) est qu'il produit des couches très homogènes et denses [11]. Celles-ci sont très pures et ne présentent aucune zone poreuse. La stabilité de la couche déposée et sa bonne tenue mécanique, consolident la structure.

### 2.3.3 Réalisation de la thermopile

La partie détection est essentiellement assurée par thermopile. Celle-ci est réalisée par l'association en série d'un très grand nombre de thermocouples. Deux configurations de thermocouples ont été développées au laboratoire [12]. Celles-ci utilisent deux technologies similaires et le choix de la technologie utilisée se fera en fonction des applications visées.

#### 2.3.3.1 Configuration de thermopile

Les deux types de thermopiles sont décrites dans la suite. La première consiste à associer en série les thermoéléments en polysilicium respectivement dopés N et P comme le montre la figure 19. Les segments disposés bout à bout sont connectés électriquement par des contacts ohmiques déposés au niveau des interfaces.

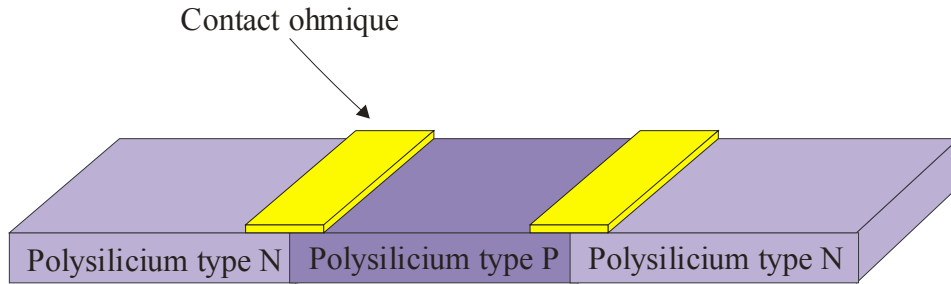


Figure 19 : Configuration bout à bout de la thermopile en polysilicium dopé

Dans cette disposition, le pouvoir thermoélectrique équivalent d'un thermocouple élémentaire constituant la thermopile est égal à la différence des pouvoirs thermoélectriques de chaque thermoélément.

La seconde configuration consiste en la réalisation de thermocouples en technologie plaquée, (figure 20). Dans ce cas le matériau servant de plaquage doit posséder une conductivité électrique très supérieure à celle du polysilicium qu'il recouvre (thermoélément 1). Une couche métallique en or convient parfaitement.

Si l'épaisseur de la couche métallique est suffisante, le pouvoir thermoélectrique équivalent est en première approximation égal au pouvoir thermoélectrique du polysilicium [12].

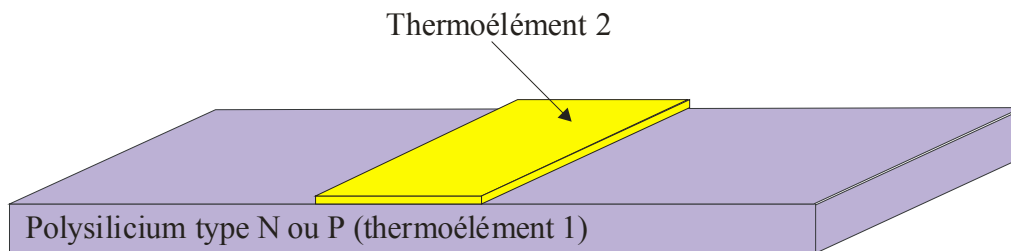


Figure 20 : Configuration plaquée de la thermopile en polysilicium dopé- métal

Ces deux configurations se valent du point de vue des performances. Un compromis est dans les deux cas de figures nécessaire entre pouvoir thermoélectrique élevé et résistance électrique de la thermopile. La réalisation de la thermopile en configuration « bout à bout » nécessite cependant plus de niveaux de masquage et l'utilisation d'équipement lourd, tels que l'implanteur ionique pour implanter les 2 espèces bore et phosphore, un four de recuit haute température pour assurer la diffusion et l'activation des espèces implantées, la gravure plasma pour enlever le masque d'exodiffusion nécessaire, le délaqueur pour enlever les résines dégradées par l'implantation,... Certaines de ces étapes ont d'ailleurs été décrites dans des travaux antérieurs de l'équipe [13].

Avec le souci constant de développer une technologie simple à mettre en oeuvre, nous avons opté pour la réalisation de la technologie plaquée. Comme nous le verrons dans le chapitre III, la technologie bout à bout trouve un grand intérêt pour des applications très haute température pour lesquelles il est important de limiter la dérive en température du pouvoir thermoélectrique des matériaux utilisés. Dans le chapitre suivant, nous montrons que cette compensation est possible en configuration bout à bout par associant des thermoéléments dopés avec des espèces différentes.

### 2.3.3.2 Réalisation du polysilicium dopé « in situ »

Le silicium polycristallin ou polysilicium est déposé en phase vapeur et sous basse pression par le technique RT-LPCVD (Rapid Thermal Low Pressure Chemical Vapor Deposition) dans un réacteur à lampes halogènes. Les dépôts ont été effectués par décomposition thermique de silane dilué  $\text{SiH}_4$  à basse pression (quelques mbar) et à températures variables (600-850°C).

L'étude des cinétiques de dépôt sur échantillons de différentes dimensions a révélé un phénomène de déplétion radiale du gaz réactif inhérent à la géométrie d'injection et d'extraction des gaz du réacteur utilisé. L'analyse SIMS a révélé la présence de contaminants (O, C) dans les couches que nous attribuons au dégazage des parois internes du réacteur en cours de dépôt [13]. Néanmoins, l'abaissement de la pression et l'introduction préalable d'un cycle thermique de dégazage permet de réduire sensiblement cette contamination. Les analyses par microscopie électronique, ainsi que les mesures de résistance carrée ont montré que les propriétés structurales (rugosité, texture, taille des grains), mécaniques (contraintes résiduelles), et électriques des couches dépendent des paramètres de dépôt et sont fortement corrélées au niveau de contamination [14].

L'un des grands avantages de cette technique de dépôt est qu'il est possible de procéder à un dopage in-situ au phosphore en introduisant du  $\text{PH}_3$  dans le réacteur. Le tableau 4 résume les conditions de dépôt pour l'obtention d'une couche de polysilicium correspondant au critère défini dans le chapitre 1. Cette technique permet de s'affranchir d'une implantation, elle diminue sensiblement le nombre d'étape technologique et ne nécessite plus l'utilisation des équipements lourds décrits précédemment. En outre, celle-ci permet de réaliser le dépôt de couche de polysilicium dopé d'épaisseur supérieure d'au moins 25% à celle obtenue avec le procédé par implantation (l'énergie d'implantation étant limitée, il n'est pas possible d'implanter les espèces au-delà d'une épaisseur limite, dans notre cas les couches obtenues sont limitées à une épaisseur maximale de 4500 Å [13]).

Un autre grand avantage, qui trouve tout son intérêt dans l'industrie, est qu'il est possible de réaliser simultanément le dépôt sur plusieurs wafers ce qui réduit considérablement les coûts de fabrication.

Epaisseur (Å)	6000
$\text{SiH}_4$ (sccm)	45
$\text{PH}_3$ dilué dans $\text{H}_2$ (1%) (sccm)	15
Pression (mTorr)	100
Température (°C)	700
Temps (min)	180

Tableau 4 : Paramètres de dépôt du polysilicium dopé « in situ »

Dans ces conditions de réalisation, le polysilicium obtenu présente une résistivité électrique de 0.022  $\Omega$ .cm correspondant à celle d'un polysilicium implanté au phosphore avec une dose comprise entre 2 et  $5 \cdot 10^{15}$  at/cm<sup>2</sup>. Le pouvoir thermoélectrique mesuré est de 268  $\mu\text{V/K}$  à 20°C.

### 2.3.3.3 Réalisation de la piste de polysilicium

Le masque à réaliser est un serpentín de polysilicium, qui représente le premier niveau de la thermopile plaquée. Le procédé utilisé pour graver le polysilicium est la Gravure Ionique Réactive ou RIE (Reactive Ion Etching) avec un bâti Oxford Plasmalab 80<sup>+</sup>. Ce procédé repose sur réactivité chimique de la surface solide à attaquer avec les espèces gazeuses qui sont plus ou moins énergiquement activées par un bombardement ionique [15]. Ce bombardement ionique est obtenu par l'application d'une tension radio fréquence (RF) entre deux électrodes. L'échantillon à graver est disposé sur la cathode, comme cela est illustré sur la figure ci dessous.

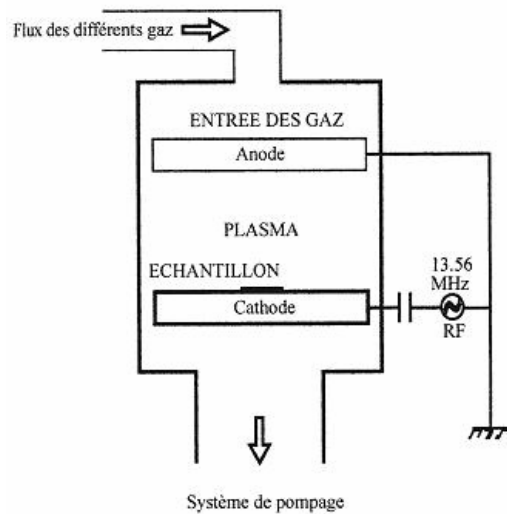


Figure 21 : Schéma d'un bâti de gravure ionique

Il est ainsi possible d'obtenir la gravure de motifs d'une très grande finesse ( $< 0.5 \mu\text{m}$ ), et ce, avec une grande anisotropie et une profondeur pouvant aller jusqu'à  $100 \mu\text{m}$  pour certains matériaux (réalisation de trou dans un wafer de GaAs). Cette gravure est certes fonction de la puissance RF du plasma, du débit des gaz, mais également de la nature des gaz utilisés. Pour des puissances élevées la gravure est essentiellement physique, très peu sélective, et directionnelle ; par contre avec de faibles puissances la gravure est essentiellement chimique, très sélective, et isotrope. Ainsi un bon compromis permet de réaliser des gravures utilisant les deux procédés (physico-chimique).

Pour la gravure du polysilicium nous disposons de deux gaz fluorés, l'hexafluorure de soufre ( $\text{SF}_6$ ) et le tétrafluorure de carbone ( $\text{CF}_4$ ). Ils réagissent tous deux avec le polysilicium. De nombreux essais de gravure nous ont permis d'optimiser le procédé de gravure du polysilicium en combinant ces deux gaz. Pour dégager les pistes, le masque physique est réalisé avec la résine AZ 1518. Cette résine provoque, pendant la gravure, l'apparition de nombreuses traces de polymères sur la plaquette. Une solution simple et efficace afin d'éliminer ces redépôts de polymères est de procéder à l'ajout d'oxygène dans l'enceinte.

La résine AZ1518 est déposée à l'aide d'une tournette à capot fermé (figure 22) munie d'un Gyrset. Le système Gyrset permet, par le biais de la fermeture d'un capot, un épandage de résine sous atmosphère saturée en solvant, d'où une meilleure uniformité de dépôt, en particulier sur les bords de l'échantillon. Cette tournette présente également l'avantage de

pouvoir programmer un certain nombre de cycles d'épandage. Elle est en particulier nécessaire pour l'obtention de motifs homogènes de taille voisine du micron.

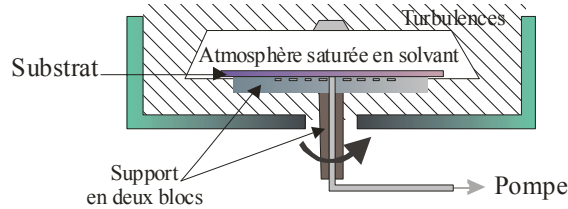


Figure 22 : Schéma de principe d'une tournette à capot fermé

Le tableau 5 résume les paramètres de dépôt de la résine AZ1518.

Accélération tournette	3000 rpm.s <sup>-1</sup>
Vitesse tournette	2500 rpm
Centrifugation	10 s
Recuit plaque à 110°C	60 s
Insolation UV 365 nm 11.5 mW/cm <sup>2</sup>	1.8 s
Révélation AZ726	45s
Rinçage	EDI
Séchage	N <sub>2</sub>
Epaisseur	1.5 µm

Tableau 5 : Paramètres lithographiques pour la définition de la piste de polysilicium

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 du polysilicium. Ceci est effectué par interférométrie Laser. La mesure de l'épaisseur gravée au R.I.E. 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 d'onde 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 est  $e = \frac{\lambda}{2n}$  où  $\lambda$  est la longueur d'onde du laser et  $n$  l'indice de réfraction du matériau à graver.

Le logiciel utilisé pour la visualisation des oscillations interférométriques permet de calculer et d'afficher la dérivée et la dérivée seconde du signal observé [16]. Cette caractéristique est exploitée lorsqu'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). Pour la gravure, les paramètres optimisés choisis sont résumés dans le tableau suivant :

SF <sub>6</sub> (sccm)	10
CF <sub>4</sub> (sccm)	5
O <sub>2</sub> (sccm)	5
Puissance RF (W)	50
Pression (mTorr)	50
Tension DC (V)	138
Temps de gravure (s)	160
Epaisseur de polysilicium gravée (Å)	6000
Epaisseur de résine gravée (Å)	3000

Tableau 6 : Paramètres de gravure RIE du polysilicium

### 2.3.3.4 Réalisation du second thermoélément

Pour la réalisation des thermocouples plaqués (cf. figure 20), notre choix s'est porté sur l'utilisation de l'or comme second thermoélément. Ce choix est avant tout motivé par sa conductivité électrique très élevée qui va permettre le passage des lignes de courant sur la couche superficielle du contact constitué d'or. Néanmoins, cette condition nécessite l'obtention d'un bon contact ohmique entre les deux thermoéléments.

Deux inconvénients majeurs s'opposent cependant au dépôt d'or directement sur le silicium polycristallin : d'une part, l'or nécessite une couche d'adhérence sur le semiconducteur et d'autre part, il est quasi impossible d'obtenir de bon contact ohmique avec ce seul métal (toute élévation de température entraîne une diffusion quasi intégrale de l'or dans le polysilicium). L'utilisation d'une couche métallique intermédiaire apporte des solutions à ces problèmes sans modifications notables du pouvoir thermoélectrique. De manière générale, deux conditions sont à remplir pour la réalisation d'un bon contact ohmique : l'obtention d'une résistance de contact aussi faible que possible et une morphologie après recuit acceptable.

De nombreux essais nous ont permis d'optimiser le contact ohmique en procédant au dépôt d'une couche intermédiaire de Titane. La métallisation Ti/Au (1000Å /1500Å) permet de minimiser la résistance de contact. Un recuit effectué dans un four à recuit rapide RTA (Rapid Thermal Annealing) prévu à cet effet permet de stabiliser la couche sans la dégrader et la résistance de contact est minimisée à 10<sup>-1</sup>Ω, après un recuit flash à 400°C pendant 30s (cette valeur de résistance de contact est mesurée à l'aide d'une échelle TLM [17]).

#### a) Photolithographie

L'adhérence est une condition indispensable pour obtenir le contact ohmique. Il est donc essentiel de s'assurer que la surface de dépôt soit parfaitement propre. Un nettoyage systématique des substrats est entrepris avant et après la photolithographie. L'immersion des échantillons dans un bain d'acide fluorhydrique et le rinçage à l'eau désionisée permettent l'élimination de l'oxyde natif et des impuretés.

Pour le dépôt des plots métalliques constituant les seconds thermoéléments, il est nécessaire de réaliser un profil casquette permettant un recours au lift off, cf. figure 23.



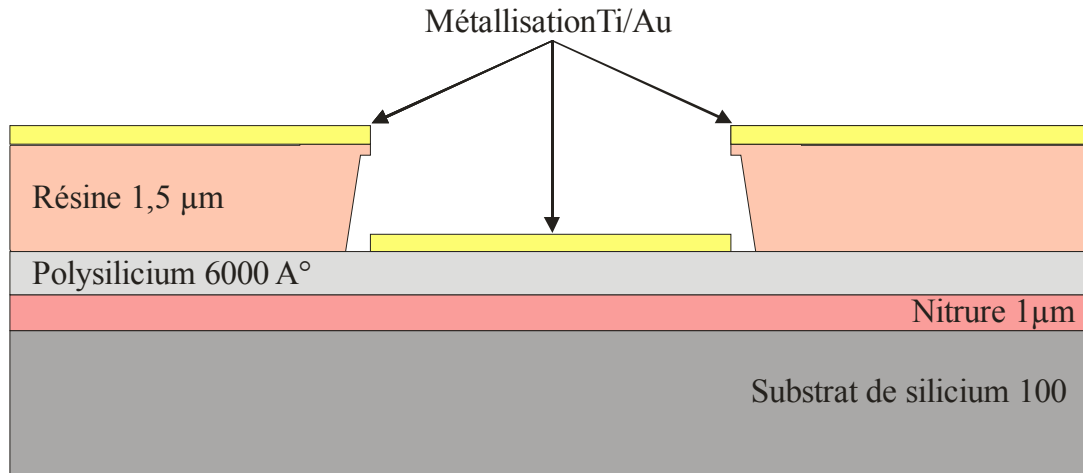


Figure 23 : Vue en coupe de la thermopile avec la casquette après dépôt métallique

Accélération tournette	3000 rpm.s <sup>-1</sup>
Vitesse tournette	2500 rpm
Centrifugation	10 s
Recuit plaque à 110°C	60 s
Durcissement surface résine AZ326	35 s
Insolation UV 365 nm 11.5 mW/cm <sup>2</sup>	1.9 s
Recuit plaque à 120°C	60 s
Révélation AZ400/Eau DI (1/3)	50 s
Rinçage	EDI
Séchage	N <sub>2</sub>
Epaisseur	1.5 µm

Tableau 7 : Paramètres lithographiques pour la formation d'un profil casquette avec la résine AZ1518

### b) Métallisation

Le dépôt métallique est précédé d'une étape de désoxydation à l'acide fluorhydrique après dépôt de la résine. Il s'effectue par évaporation à l'aide d'un bâti MECA 2000 disponible au laboratoire. Cette méthode de dépôt requiert un vide poussé, dans lequel vont être vaporisées les espèces à déposer, puis transportées en phase vapeur sur le substrat. Les propriétés et le rendement du dépôt dépendent essentiellement de la nature du matériau à évaporer et de la pression dans l'enceinte du bâti. La température de vaporisation est fonction de la pression comme l'illustre le tableau 8 suivant :

Elément	Nombre atomique Z	Température pour lesquelles on a les pressions de vapeur suivantes en mTorr		
Pression (mTorr)		0,001	0,01	0,1
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 8 : Température pour pression de vapeur saturante

Les épaisseurs déposées par évaporation vont, en pratique, de la centaine d'Angstrom à deux ou trois micromètres. Cette technique est relativement lente, avec des vitesses de dépôt de l'ordre  $30 \text{ nm.min}^{-1}$  pour l'or par exemple. 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). 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 s'avère très utile pour la réalisation du procédé de type « lift-off ».

La source permettant de chauffer le métal à évaporer est dans notre cas un canon à électrons dont le faisceau est dévié par un champ magnétique. Cette technique permet de porter à ébullition le métal dans l'enceinte ultravide.

Un bombardement à l'argon (Ar etching) est généralement effectué avant que les métaux Ti/Au soient déposés séquentiellement [18], [19].

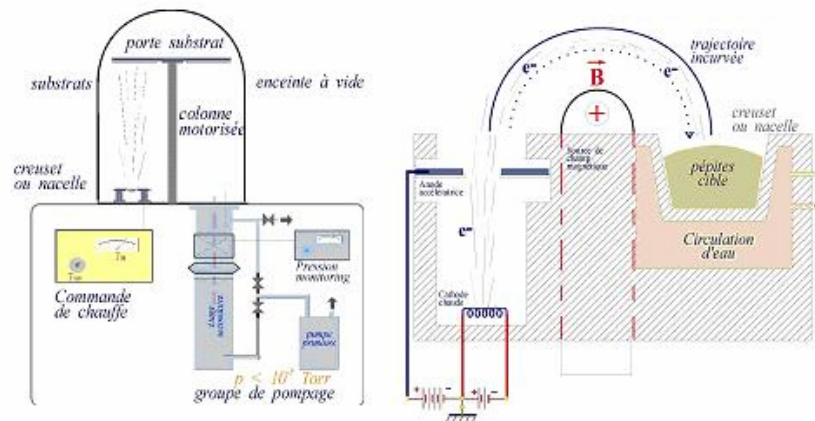


Figure 24 : a. Schéma de principe d'un système de dépôt par évaporation  
b. Principe de l'évaporation par canon à électrons

### c) Lift off

La technique de lift off consiste à décoller les zones métallisées supportées par la résine. Dans ce but, les substrats sont immergés dans un bain d'acétone permettant de dissoudre cette résine et rincés à l'alcool. Seuls les motifs qui reposent directement sur le polysilicium subsistent [20].

### 2.3.4 Réalisation du collecteur

Deux configurations de collecteur sont possibles selon les applications envisagées. La première consiste à réaliser un fluxmètre permettant de capter l'énergie radiative ; celle-ci ne nécessite que l'utilisation d'un matériau permettant d'allier à la fois isolation électrique de la thermopile et bonne absorptivité dans l'infrarouge. La seconde configuration, quant à elle, destinée à la mesure de flux thermique par contact nécessite, en plus de l'utilisation de ce premier matériau, un blindage thermique à l'aide d'un second matériau ayant une conductivité thermique très élevée, comme nous l'avons indiqué au chapitre 1.

Des études réalisées dans le cadre de travaux antérieurs [13], [16], [21] ont montré que le polyimide PI 2732, fourni par la société HD Microsystems [22] convient parfaitement pour la réalisation de la couche de passivation avec une absorptivité moyenne dans l'infrarouge de 0.9. De plus celui-ci ne nécessite pas de moyens technologiques importants pour son dépôt. La réalisation du blindage thermique nécessite, quant à elle, l'utilisation d'un métal présentant une forte conductivité thermique. Notre choix s'est porté sur l'or ( $\lambda_{OR} = 318 \text{ W/m.K}$ ), celui-ci pouvant être déposé en couche épaisse ( $>5\mu\text{m}$ ) par électrolyse. Une couche d'accrochage réalisée par évaporation (Ti 100Å / Ni 200Å / Au 1000Å) est néanmoins nécessaire avant la croissance électrolytique de l'or.

#### 2.3.4.1 Dépôt du polyimide

Le polyimide PI2732 utilisé dans notre procédé technologique est déposé à la tournette de la même façon que les résines. Celui-ci permet l'obtention de couche dont l'épaisseur est de l'ordre de  $10\mu\text{m}$  après polymérisation. De plus, il est photosensible (négatif), ce qui va nous permettre de réaliser le dégagement des plots de contacts par photolithographie.

L'utilisation de ce polyimide nécessite néanmoins quelques précautions :

- Afin de garantir une bonne adhérence, il est essentiel de déposer au préalable sur le wafer du HMDS (promoteur d'adhérence généralement préconisé pour les réalisations en technologie silicium).
- Un dosage de la quantité de polyimide liquide est nécessaire pour éviter les effets d'accumulations sur les bords lors de la rotation du wafer (une surface non plane entraînerait des difficultés pour le plaquage du masque négatif nécessaire pour libérer les plots de contacts).
- un pré étalement à vitesse réduite est effectué afin de faciliter le dépôt, les paramètres sont résumés dans le tableau 9.

Vitesse de rotation (rpm)	500
Accélération (rpm/s)	500
Temps (s)	90

Tableau 9 : Paramètres de pré étalement du polyimide PI2732

La figure 25 donne l'évolution de l'épaisseur de polyimide en fonction de la vitesse de rotation de la tournette pour une accélération de 4500 rpm/s et une centrifugation de 30s.

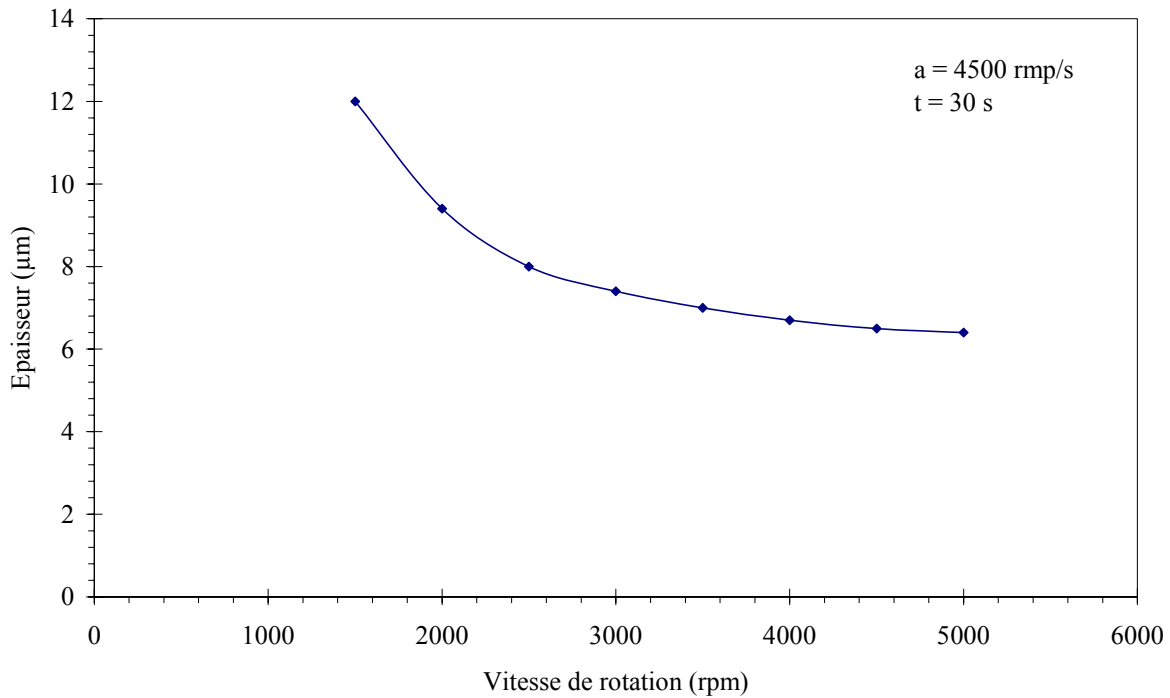


Figure 25 : Épaisseur de polyimide obtenue en fonction de la vitesse de rotation de la tournette (accélération = 4500 rpm/s, t=30s)

Les épaisseurs indiquées sur la figure ci-dessus sont obtenues après le recuit long décrit par la suite. Une fois le polyimide déposé, pour permettre le durcissement superficiel et éviter ainsi les effets de coulées, un premier recuit peut être effectué selon deux procédés (tableau 10) :

60 °C puis 95°C pendant 3 minutes sur plaque	55°C pendant 75 minutes dans un four à convection
--	---

Tableau 10 : Conditions de durcissement du polyimide après le dépôt

Les nombreux tests réalisés ont montré que le recuit dans un four à convection est préférable au recuit sur plaque.

L'étape suivante consiste à ouvrir les plots de contacts par photolithographie pour accéder à la piste thermoélectrique. Le polyimide PI2732 est photonégatif, il réagit à la longueur d'onde UV de 365 nm. Une énergie de 42 mJ/cm<sup>2</sup> par µm de polyimide suffit à ponter les molécules du polymère (insolation de 40s avec une lampe UV 365nm de puissance 10.5 mW/cm<sup>2</sup>, pour une couche de 10µm de polyimide). Cette insolation va permettre de dégager le polyimide au niveau des plots de contacts électriques (les parties non insolées vont être dissoutes lors de la révélation). L'insolation est une étape primordiale dans la réalisation du capteur. En effet, une insolation insuffisante entraînerait une ouverture incomplète des plots ce qui ne nous permettrait pas de réaliser le contact électrique avec la piste. La révélation s'effectue avec des produits spécifiques fournis avec le polyimide par la société HD Microsystems [22] (tableau 11).

Développeur DE9040	150 s
Rinse RI9180	60s
Séchage tournette	30s à 1000rpm

Tableau 11 : Produits et paramètres nécessaires à la révélation du polyimide après insolation

L'étape finale est la polymérisation. Le cycle de recuit permet la conversion de l'ester polyamic en imide insoluble et évapore les solvants restants. Cette étape requiert des températures élevées et un environnement contrôlé. La température de 200°C est suffisante pour achever la polymérisation du PI2732 mais des températures supérieures sont nécessaires pour assurer l'évaporation totale des solvants et obtenir de bonnes caractéristiques optiques, mécaniques et électriques. Au-delà de 200°C une atmosphère azotée est requise pour éviter l'adsorption des atomes de l'air dans le polymère, les montées en température doivent s'effectuer avec des pentes relativement faibles afin d'éviter une contrainte du polyimide. La figure 26 présente le cycle de recuit optimisé du polyimide.

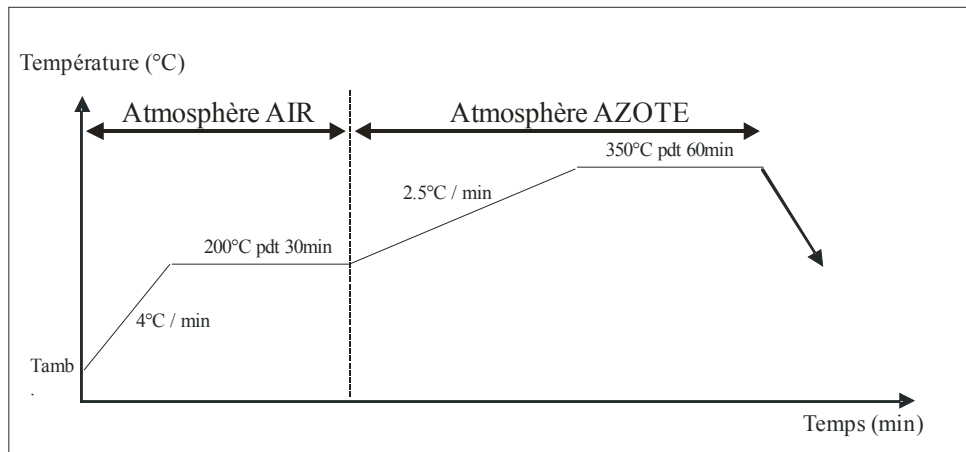


Figure 26 : Cycle de recuit long de polymérisation du polyimide PI2732

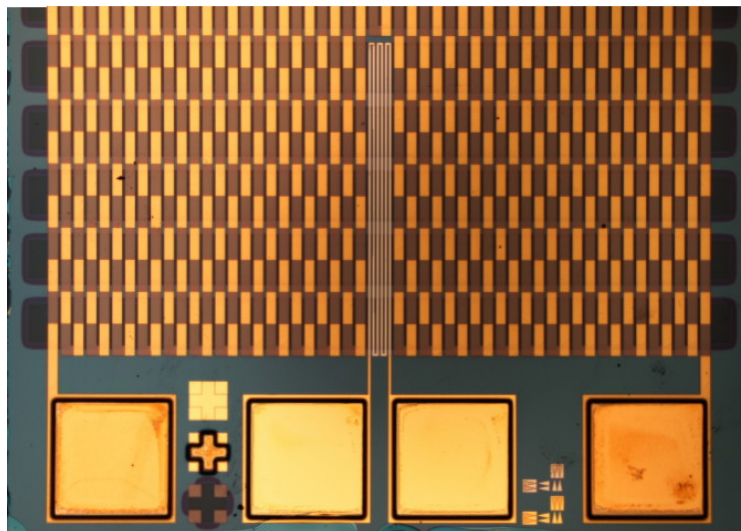


Figure 27 : Photo des plots de contact dégagés

La photographie, figure 27, réalisée au microscope optique, montre une partie de microfluxmètre. Elle permet d'observer l'ouverture des plots de contacts dans le polyimide ainsi que les nombreux thermocouples constituant la thermopile plaquée Or-Polysilicium . Le capteur de température intégré constitué d'une résistance en platine est également visible au centre de l'image.

### **3 CONCLUSION**

Cette partie, nous a permis de présenter les différentes étapes de fabrication d'un microcapteur de flux thermique ainsi que les techniques utilisées. Nous avons pris soin de bien maîtriser tous les paramètres technologiques associés à chaque étape afin d'être en mesure d'assurer un transfert de technologie efficace vers un fondeur. Par ailleurs, les nombreux essais effectués dans la centrale de technologie de l'IEMN, nous ont permis de réduire au maximum le nombre d'étapes nécessaires pour fabriquer ces microfluxmètres dans le but de réduire les coûts en vue d'une production de masse.

## ***BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE II***

- [1] P. Thery, " Etude et caractérisation d'un nouveau fluxmètre", J. of Physics, E. Sci. Instruments, Vol. 13 (1980) 858-865.
- [2] M. Ait-hammouda-Yala, "Micromoteur de Stirling en technologie Silicium", DEA, USTL, 2002
- [3] K. Imai, H. Unno, H. Takaoka, "Crystalline quality of silicon layer formed by FIPOS technology", J. Cryst. Growth, Vol.3 (1983) 547-553.
- [4] M.J.J. Theunissen, J.A. Appels, W.H. Verkuylen, "Application of preferential electrochemical etching of silicon to semiconductor device technology", J. Electrochem. Soc., Vol.117 (1970) 959-965.
- [5] R. Herino, A. Perio, K.Barla, G. Bomchil, "Microstructure of porous silicon and its evolution with temperature", Matt. Lett., Vol.2 (1984) 519-523.
- [6] Ph. Roussel, V. Lysenko, B. Remaki, G. Delhomme, A. Dittmar, D. Barbier, "Thick oxidized porous silicon layers for the design of a biomedical thermal conductivity microsensor", Sensors and Actuators A, Vol.74 (1999) 100-103.
- [7] Ph. Roussel, "Microcapteur de conductivité thermique sur caisson épais de silicium poreux pour la mesure de la microcirculation sanguine", Thèse: INSA de Lyon, 1999
- [8] C. Rossi, P. Temple-Boyer, D. Esteve, "Realisation and performances of thin SiO<sub>2</sub>/SiN<sub>x</sub> membrane for microheater applications", LAAS Report N° 97008, January 1997
- [9] D. L. Smith, "Plasma deposition of SiN<sub>x</sub>H<sub>y</sub> : 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
- [10] P. Singer, "Film Stress and How to Measure It", Semiconductor International, October 1992, p.54
- [11] S. Astie, E. Scheid, L. Lescouzeres, "Silicon oxynitride membrane for chemical sensor application", MRS 98, San Francisco
- [12] D. Leclercq, "Contribution à l'étude de l'effet Peltier dans les circuits bimétalliques à électrodes plaquées. Application à la conception de nouveaux capteurs". Thèse d'état : USTL, octobre 1991
- [13] M. Boutchich, "Microcapteurs de rayonnement infrarouge en technologie silicium", Thèse de doctorat USTL, décembre 2002
- [14] M. B. Semmache, "Etude du dépôt et des propriétés physiques de couches minces de silicium polycristallin obtenu par RT-LPCVD", Thèse de doctorat INSA de Lyon, 1994.
- [15] H. Sawin Herbert, "A review of Plasma Processing Fundamentals", Solid State Technology (April 1985) 211-216



- [16] A. Ebonguè, "Conception et réalisation de microradiomètres thermiques sur substrats polymères adaptés à la sécurité des biens et des personnes en milieu industriel", Thèse de doctorat USTL, décembre 2002
- [17] W. Schockley, "Air Force Atomic Laboratory", Wright-Patterson Air Force, Ohio, September 1964, Report N°. AI. TOR. 64.207
- [18] A. Richardt, A.M. Durand, "Le vide", Editions In Fine, 1994
- [19] A. Richardt, A.M. Durand, "La pratique du vide et les dépôts de couches minces", Editions In Fine, 1994
- [20] J.R. Lothian, F. Ren, S.J. Pearton, U.K. Chakrabarti, C.R. Abernathy, A. Katz, "Trilayer lift-off metallization process using low temperature deposited SiNx", J. Vac. Sci. Techno. B 10(6), Nov/Dec 1992.
- [21] K. Ziouche, "Elaboration de nouveaux procédés de fabrication de microcapteurs de rayonnement. Application à la réalisation de microradiomètres UV et IR". Thèse de doctorat USTL, octobre 1999
- [22] HDMICROSYSTEMS, <http://www.hdmicrosystems.com>

***CHAPITRE III :***  
***ETUDE MATERIAUX, BANCS DE MESURES ET***  
***RESULTATS DE CARACTERISATION***

***OPTIMISATION DES MATERIAUX, BANCS DE  
MESURES ET RESULTATS DE  
CARACTERISATION***

## **1 INTRODUCTION**

Dans les chapitres précédents, nous avons montré que les performances des microcapteurs de flux thermique dépendent fortement de certains paramètres thermophysiques propres aux matériaux mis en oeuvre.

- La conductivité thermique du silicium poreux qui doit être la plus faible possible car elle influence proportionnellement la sensibilité ainsi que la détectivité du capteur.
- Le pouvoir thermoélectrique de la thermopile qui joue également proportionnellement sur la sensibilité doit être le plus élevé possible sans que la résistance électrique de la thermopile ne soit trop élevée ce qui serait néfaste pour la détectivité.

Par ailleurs il est important d'étudier l'influence de la température sur ces paramètres car un capteur de flux idéal doit présenter une sensibilité constante quelle que soit sa température.

Ce chapitre est donc consacré, en première partie aux méthodes de réalisation du silicium poreux et aux différentes caractérisations morphologiques et thermiques. La deuxième partie est dédiée à l'étude de la thermopile en polysilicium pour des applications haute température jusqu'à 450°C. Enfin la troisième partie décrit les bancs de mesures mis en oeuvre pour déterminer la sensibilité des capteurs ainsi que les valeurs obtenues.

## **2 ETUDE THEORIQUE ET EXPERIMENTALE DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE DU SILICIUM POREUX**

L'histoire du silicium poreux a commencé depuis maintenant un demi-siècle lorsque Uhler [1] puis Turner [2] observent un film coloré de nature inconnue à la surface de leur échantillon, en mettant au point une méthode électrochimique pour le polissage du silicium.

Quelques années plus tard, les travaux de Memming et Schwandt [3] puis de Theunissen [4], montrèrent que sa formation résulte d'une dissolution localisée du silicium et non d'un dépôt de surface. C'est Watanabe [5] qui parla en premier de la nature poreuse de cette couche, et ses études ont permis de conclure que ce n'était pas une redéposition du silicium en surface, mais qu'il s'agissait d'une dissolution localisée du substrat de silicium. C'est seulement en 1990, avec la découverte de la forte luminescence à température ambiante du silicium poreux, que ce matériau attira l'attention du monde entier.

Le silicium poreux est une forme microstructurée du silicium monocristallin. Sa porosité influe largement sur ses propriétés thermiques, faisant chuter la conductivité thermique du matériau d'un facteur 100 et plus après divers traitements oxydants. Cette faible valeur, autorise alors l'emploi du silicium poreux comme isolant thermique dans les microsystèmes. Nous avons donc exploité cette propriété spécifique dans le microfluxmètre, où il est nécessaire d'avoir un grand contraste de conductivité thermique périodique à la surface du substrat [6], [7].

## 2.1 Formation du silicium poreux

Le silicium poreux est obtenu par attaque anodique du silicium monocristallin dans une solution à base d'acide fluorhydrique et d'éthanol. De façon générale, la réaction a lieu à densité de courant contrôlée. La polarisation est appliquée entre l'électrode de silicium (anode) et la contre électrode inattaquable (cathode).

La formation du silicium poreux est déterminée par les paramètres suivants :

- La nature et le niveau de dopage du silicium monocristallin.
- La concentration d'acide fluorhydrique dans l'électrolyte.
- La densité de courant anodique de formation.
- L'éclairement du substrat (pour les substrats de type n)

La porosité du matériau peut être ajustée en fonction de la concentration d'acide fluorhydrique et de la densité de courant. Le rôle de l'éthanol est seulement physique, il permet de diminuer la tension de surface afin d'aider les bulles d'hydrogène formées au cours de l'électrolyse à se détacher du substrat. Une concentration en éthanol de l'ordre de 30% permet d'obtenir un état de surface de bonne qualité puisque la diminution de la taille des bulles et leur faible accrochage ne perturbe plus la circulation du courant dans le bain. De plus, les couches des substrats ne présentent aucune irrégularité : après dissolution de la couche poreuse, on ne peut détecter que de faibles ondulations sur toute la surface anodisée.

Par ailleurs, avec un électrolyte contenant moins de 30% d'éthanol les surfaces rugueuses obtenues sont difficiles à processor (figure 1).

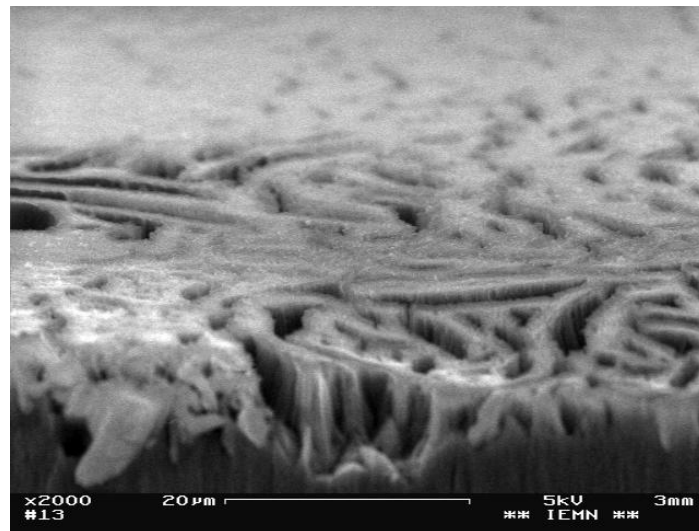
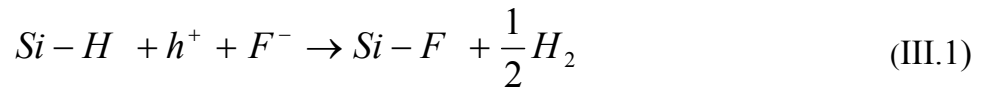


Figure 1 : Etat de surface d'un échantillon fabriqué avec moins de 30% d'éthanol

Dans les conditions de dissolution chimique que nous avons citées auparavant, il est possible que l'attaque commence à un endroit donné plutôt qu'à un autre en raison des défauts du réseau cristallin qui sont présents même dans le silicium de très bonne qualité.

Le substrat de silicium, après avoir été immergé dans l'acide fluorhydrique et avant qu'il y ait passage de courant dans le système, présente une surface saturée en liaisons Si-H, qui stabilisent la structure en complétant la couche externe du silicium. Quand le circuit est fermé, un électron arrive à la cathode et un trou à l'anode. La présence d'un ion de fluor favorise la rupture d'une liaison Si-H selon la réaction :



A cause de la polarisation induite par cette première liaison, un autre ion  $F^-$  peut se substituer à un atome d'hydrogène et ainsi former une deuxième liaison  $Si - F$ , avec la production d'une demi molécule d'hydrogène et l'injection d'un électron dans l'électrode. Pour casser deux liaisons superficielles  $Si-H$ , deux électrons sont donc nécessaires ; pour mettre un atome de silicium en solution, il faut casser les deux liaisons  $Si-Si$  selon la réaction :



qui est favorisée du point de vue énergétique (la polarisation induite de deux liaisons  $Si-F$  induit une diminution de la densité électronique des deux liaisons  $Si-Si$  restantes et permet l'attaque de l'acide fluorhydrique). Ce type de processus est appelé divalent ; il faut en effet deux trous pour mettre en solution un atome de silicium sous la forme d'une molécule de  $SiF_4$ , pendant que la surface est à nouveau passivée par des liaisons  $Si-H$  qui permettent à la réaction de continuer. La surface est donc alternativement recouverte d'atomes d'hydrogène et de fluor. Le mécanisme est présenté sur la figure 2:

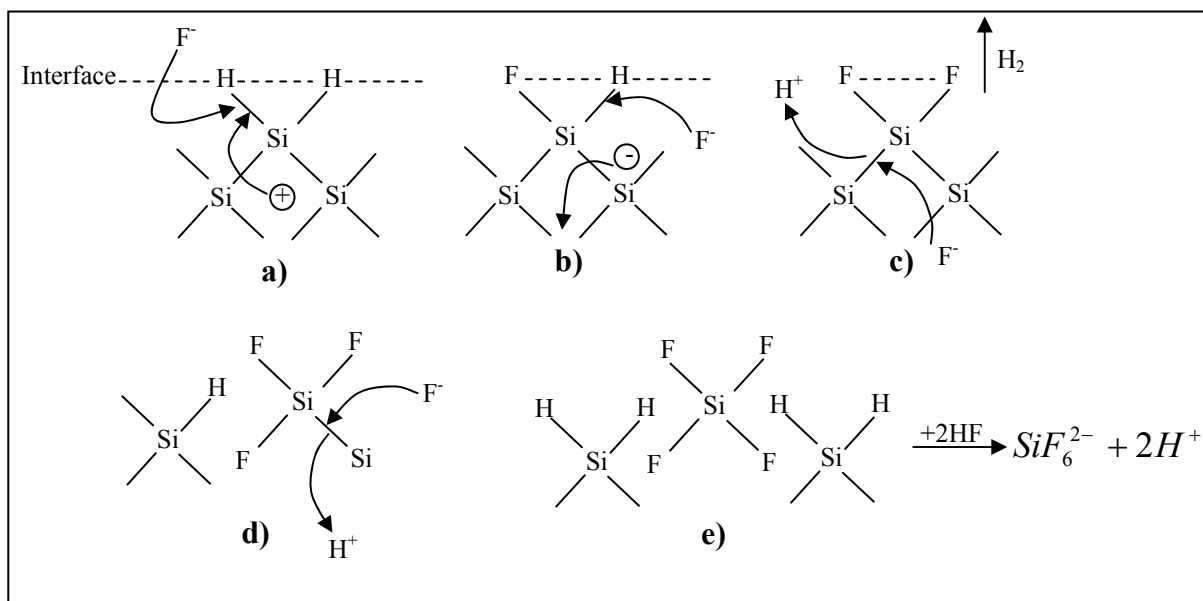


Figure 2 : Mécanisme de formation du silicium poreux d'après Lehmann et Gösele [8]

## 2.2 Les différents types de silicium poreux

La formation du silicium poreux est contrôlée par la valeur de la densité de courant et la concentration d'acide fluorhydrique dans l'électrolyte. Suivant la nature du silicium attaqué, du silicium **macroporeux**, **mésoporeux** ou **nanoporeux** pourra être obtenu. La morphologie des pores dépend de la concentration des dopants [9]. La figure suivante (figure 3) donne la taille des pores associée à chaque type de silicium poreux.

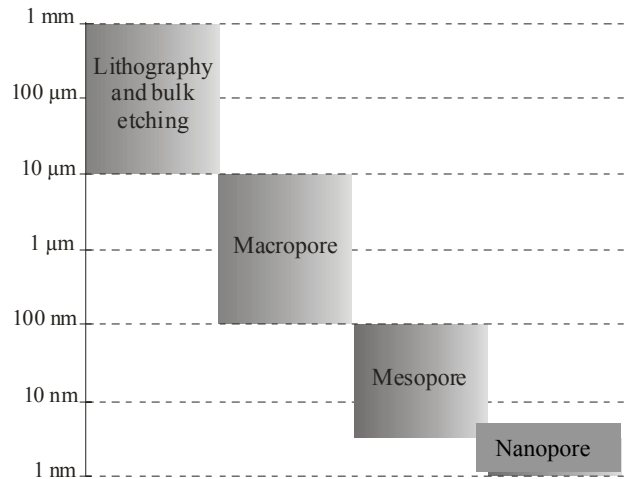


Figure 3 : Echelle des tailles des réalisations par électrolyse du silicium d'après Canham et al. [11]

### 2.2.1 Le silicium nanoporeux

Les diamètres des pores et de l'espace interpore du silicium nanoporeux (ou microporeux) de type p, sont extrêmement petits, généralement compris entre 1 et 5nm, avec beaucoup d'interconnexions et un réseau de pores homogène (figure 4). Plus la concentration en dopant augmente et plus les diamètres des pores et l'espace interpore croissent doucement jusqu'à obtenir du silicium mésoporeux. En ce qui concerne le silicium de type n, l'influence de la concentration en dopant n'est pas très claire [10]. Généralement, la taille des pores et la moyenne de l'espace interpore décroissent avec l'augmentation de la concentration en dopant.

Le diamètre des pores, du silicium type n, est considérablement plus grand que celui du silicium type p et montre une forte tendance à former des canaux droits à faible concentration, contrairement au réseau de pores aléatoire obtenu avec du silicium type p.

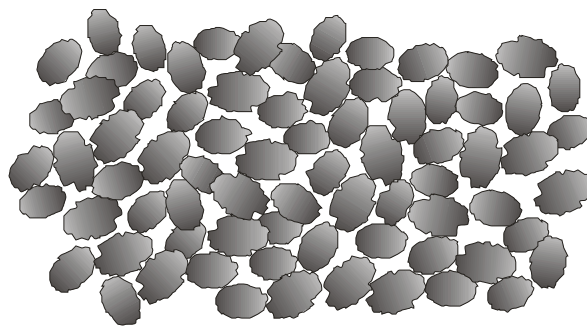


Figure 4 : Structure schématique du silicium nanoporeux

### 2.2.2 Le silicium mésoporeux

Le silicium mésoporeux est constitué de colonnes claires et de longs pores parcourant perpendiculairement la surface du wafer avec de petites ramifications (figure 5). Il est obtenu sur du silicium type p+ ou du silicium type n+ éclairé. Le diamètre type de ces pores est compris entre 5 et 100nm.

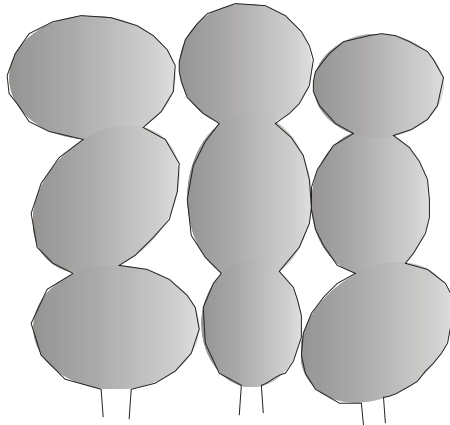


Figure 5 : Structure schématique du silicium mésoporeux

### 2.2.3 Le silicium macroporeux

Le silicium macroporeux est obtenu sur un substrat de type n faiblement dopé et non éclairé. La taille des pores est comprise entre 0.1 et 1  $\mu\text{m}$  avec une structure colonnaire associée à des branches (figure 6).

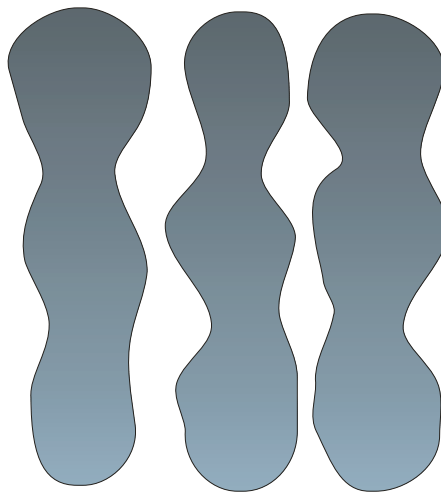


Figure 6 : Structure schématique du silicium macroporeux

### 2.3 Réalisation et oxydation de la couche de silicium mésoporeux

C'est le silicium macroporeux qui présente la plus faible conductivité thermique, et conviendrait donc le mieux pour réaliser les microfluxmètres d'un point de vue strictement thermique. Cependant, la grande taille des pores le rend très fragile (figure 7) ce qui est un frein à la réalisation de toutes les étapes technologiques. Quant au silicium microporeux, il a été écarté à cause de son oxydation complète après les recuits thermiques, ce qui obstrue les pores et augmente donc sa conductivité thermique initiale.



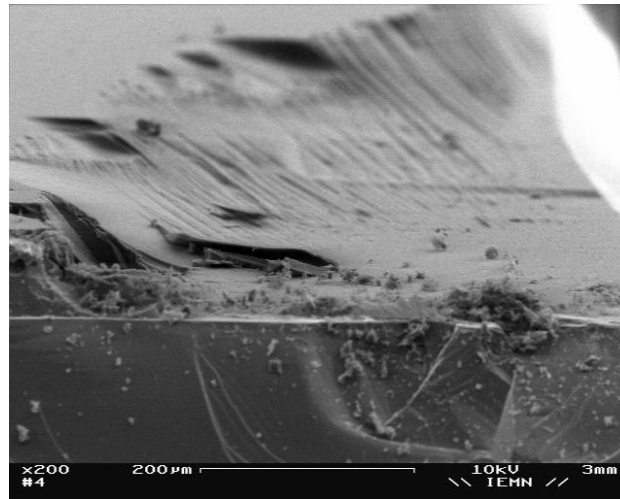


Figure 7 : Dissolution du silicium macroporeux

En définitive, notre choix s'est porté sur le silicium mésoporeux pour sa faible conductivité thermique, et sa faculté de se prêter parfaitement aux microtechnologies et notamment aux process en haute température.

Le silicium mésoporeux est préparé sur du silicium p fortement dopé (la résistivité électrique est de l'ordre de  $0.01\Omega\cdot\text{cm}$ ) et produit des structures colonnaires claires. Il se compose de longs pores parcourant perpendiculairement l'échantillon avec de petites ramifications (figure 8).

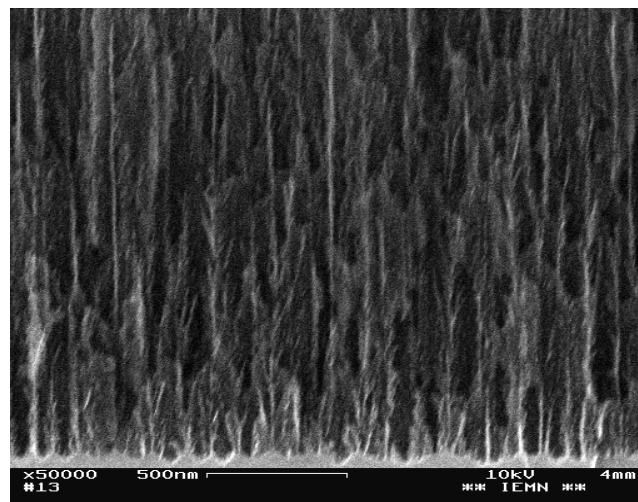


Figure 8 : Photo au MEB sur la structure colonnaire du silicium mésoporeux

Dans notre travail, nous avons utilisé des wafers de silicium de type p fortement dopé (une résistivité de  $0.01\Omega\cdot\text{cm}$ ) afin d'obtenir des couches mésoporeuses. Pour diminuer la conductivité thermique de la couche obtenue par électrolyse, il est nécessaire de procéder à une oxydation. La procédure classique est une pré-oxydation à  $300^\circ\text{C}$  pendant 1 heure suivie d'une montée lente ( $100^\circ\text{C}/\text{heure}$ ) jusqu'à  $550^\circ\text{C}$  et le maintien de cette température pendant 1 heure [12].

Ce cycle de recuit très long donne une couche d'oxyde importante (protubérance) de la zone de silicium poreux par rapport au wafer (environ  $1\mu\text{m}$ ), ce qui est nuisible à la qualité

des process suivant cette étape. Nous avons donc modifié un peu ce cycle pour remédier à ce problème soit une pré-oxydation à 300°C pendant une heure suivie d'une montée de (240°C/heure) jusqu'à 550°C puis le maintien de cette température 1 heure (figure 9). Avec ce cycle de recuit, nous avons obtenu des marches d'oxyde beaucoup moins importantes, au maximum 4000 Å. D'autres essais ont été faits pour essayer de réduire encore cette marche d'oxyde, mais un temps de montée plus rapide ou un temps de stabilisation moins long engendre des contraintes mécaniques très fortes déformant le wafer.

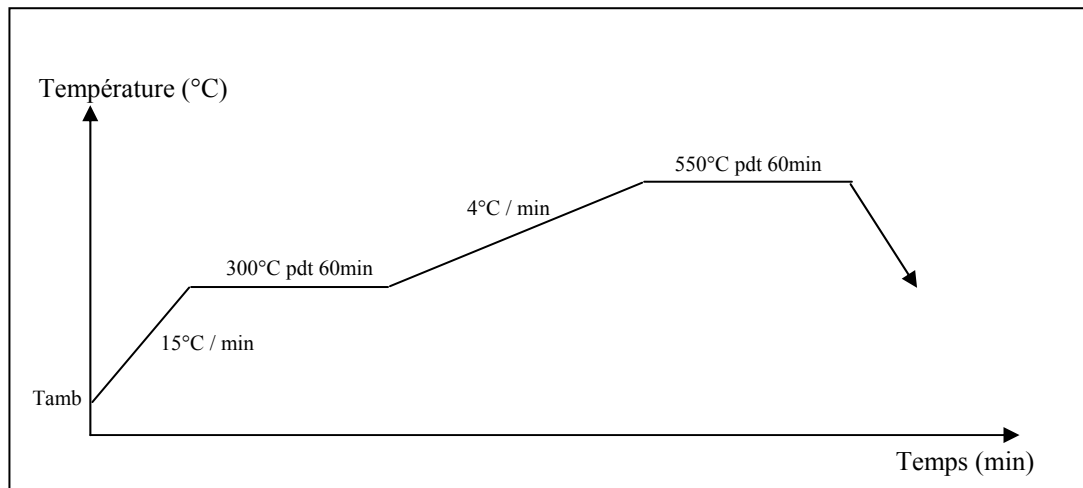


Figure 9 : Le cycle d'oxydation du silicium poreux

#### 2.4 Les cellules d'anodisation

Deux types de cellules d'anodisation, permettant la réalisation de silicium poreux, ont été décrites dans le chapitre précédent : la cellule simple et la cellule à double réservoir. Le dispositif à double réservoir utilisé dans ce travail est doté de supports spécifiques (figure 10b) permettant la réalisation de silicium poreux sur de petites surfaces, ce qui donne la possibilité de réaliser plusieurs échantillons (5 à 6) de silicium poreux sur un même wafer.

La suite de ce chapitre est consacrée à l'étude de l'influence des différents paramètres de réalisation du Silicium poreux (concentration de l'électrolyte, densité de courant,...) dans le but d'obtenir une couche poreuse présentant la plus faible conductivité thermique possible.

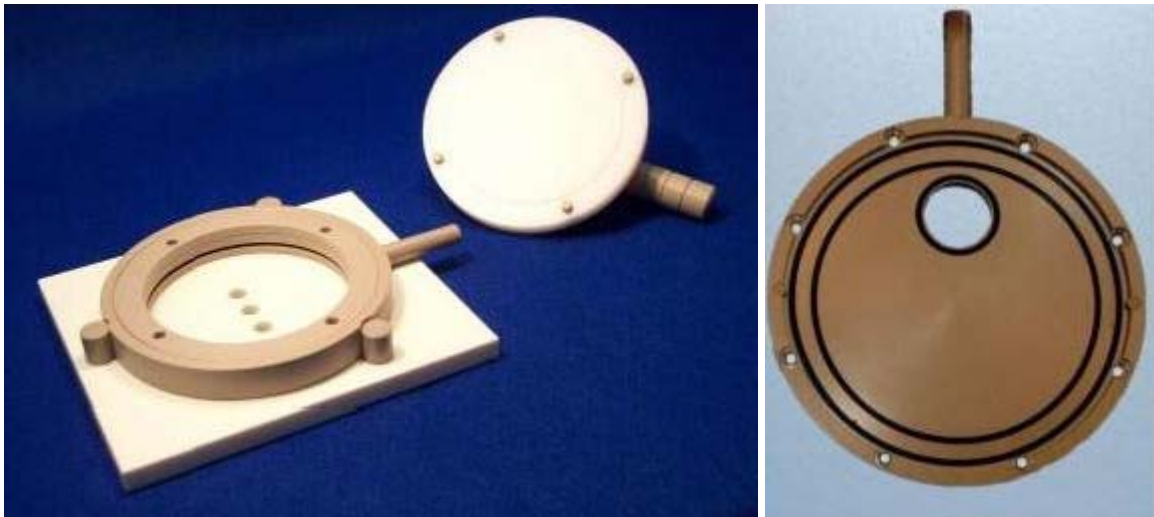


Figure 10 : Support en téflon des wafers utilisé pour les différentes réalisations

## 2.5 Caractérisation du silicium poreux

Dans cette partie, seront détaillées les différentes caractérisations morphologiques permettant de contrôler le type de la couche mésoporeuse obtenue. Ensuite, les méthodes de mesure de la conductivité thermique de cette couche et les résultats obtenus seront présentés.

### 2.5.1 Caractérisation morphologique

L'étude de la morphologie du silicium poreux est une étape cruciale pour l'exploitation, a posteriori, des couches réalisées. La morphologie des couches permet de déterminer les caractéristiques essentielles du matériau, à savoir, la porosité, la taille des pores, l'épaisseur de la couche poreuse en fonction des différents paramètres influents.

#### 2.5.1.1 Mesure de la porosité du silicium poreux

L'une des caractéristiques importantes du silicium poreux est le degré de porosité, pouvant être défini comme le pourcentage de vide de la structure.

La détermination de la porosité a été effectuée par méthode gravimétrique [13]. Le substrat du silicium est pesé avant (masse  $m_1$ ) et après la formation de la couche poreuse (masse  $m_2$ ). La masse  $m_3$  est obtenue après ablation du silicium poreux avec de la soude ( $\text{NaOH} - \text{H}_2\text{O} : 5\text{gr} - 50\text{ml}$ ). La concentration de la soude importe peu puisqu'elle ne joue que sur la vitesse de gravure, lente ou rapide. Avec la concentration utilisée, la vitesse de gravure est de  $30\mu\text{m}/\text{mn}$  en moyenne. La porosité  $\varepsilon$  de l'échantillon est alors donnée par la relation suivante:

$$\varepsilon = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} * 100$$

$m_1$  : Masse totale du wafer.

$m_2$  : Masse du wafer après électrolyse.

$m_3$  : Masse du wafer après gravure du Si-poreux.

Il est tentant de réaliser des couches les plus poreuses possibles afin de minimiser la conductivité thermique, mais une trop grande porosité conduit à une faible tenue mécanique comme nous pouvons le constater en manipulant les wafers et à l'aide d'images obtenues à l'aide du MEB (figure 11).



Figure 11 : Photographie au MEB d'une couche de Si-poreux à 60%

De nombreux essais ont été menés sur des wafers 3" de type p fortement dopé (résistivité entre 0.009 et 0.01  $\Omega$ .cm). C'est ce type de wafer qui sera utilisé par la suite pour réaliser les microfluxmètres. Les pesées ont été effectuées à l'aide d'une balance analytique « Denver Instrument » (précision 0,1mg, portée maximale : 200 g). Avec cette méthode simple, et compte tenu des fluctuations de la balance, l'erreur de mesure sur la porosité est de l'ordre de 3%. Les résultats obtenus, en faisant varier différents paramètres, sont présentés dans les paragraphes suivants. La durée de l'électrolyse fixée à 30 minutes n'a pas d'influence sur la porosité elle joue uniquement sur l'épaisseur de la couche.

**a) Influence de la densité de courant sur la porosité**

La figure 12 représente la variation de la porosité en fonction de la densité de courant dans l'électrolyte composé de 25% d'acide fluorhydrique (HF) et 50% d'Ethanol. La porosité varie quasi linéairement avec la densité de courant. Ainsi, aux faibles densités de courant (10 mA/cm<sup>2</sup>) nous sommes en présence d'un matériau dont la porosité est de 37% alors qu'aux fortes densités de courant (240mA/cm<sup>2</sup>), la porosité est supérieure à 60%. Aux densités de courant supérieures à 240mA/cm<sup>2</sup> on obtient des couches poreuses extrêmement fragiles dont la très grande porosité ne peut pas être déterminée avec précision en raison de la faible tenue mécanique.

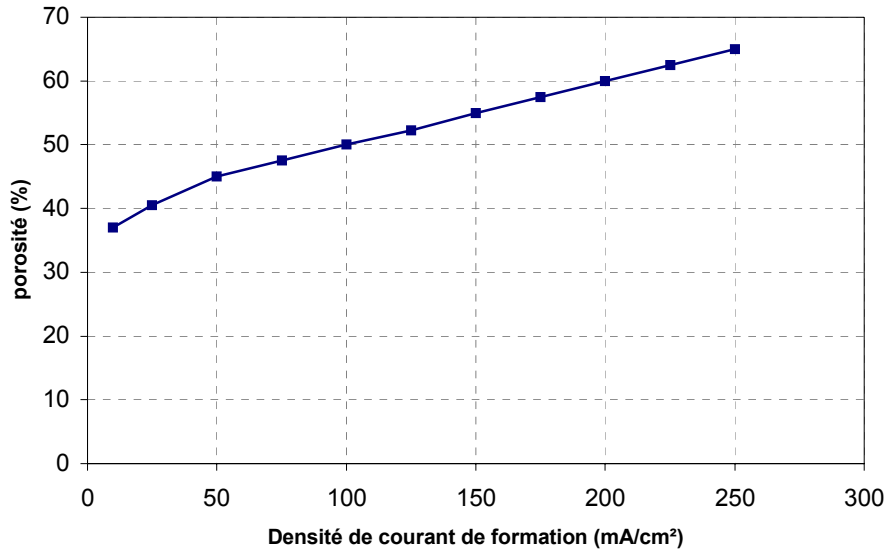


Figure 12 : Porosité du silicium poreux p+ en fonction de la densité de courant dans l'électrolyte composé de 25 % d'HF, 50 % d'Ethanol

**b) Influence de la concentration de l'acide fluorhydrique sur la porosité**

La figure 13 montre l'influence de la concentration en HF dans l'électrolyte sur la structure des couches poreuses obtenues à 10 mA/cm<sup>2</sup>, 80 mA/cm<sup>2</sup>, 100 mA/cm<sup>2</sup> et 240 mA/cm<sup>2</sup>. Nous remarquons que pour une densité de courant fixée, la porosité diminue avec l'augmentation de la concentration en HF ; pour une concentration d'acide donnée, plus le courant est grand et plus la porosité sera élevée. Il semble donc que les faibles concentrations en HF donnent des structures plus poreuses que les fortes concentrations.

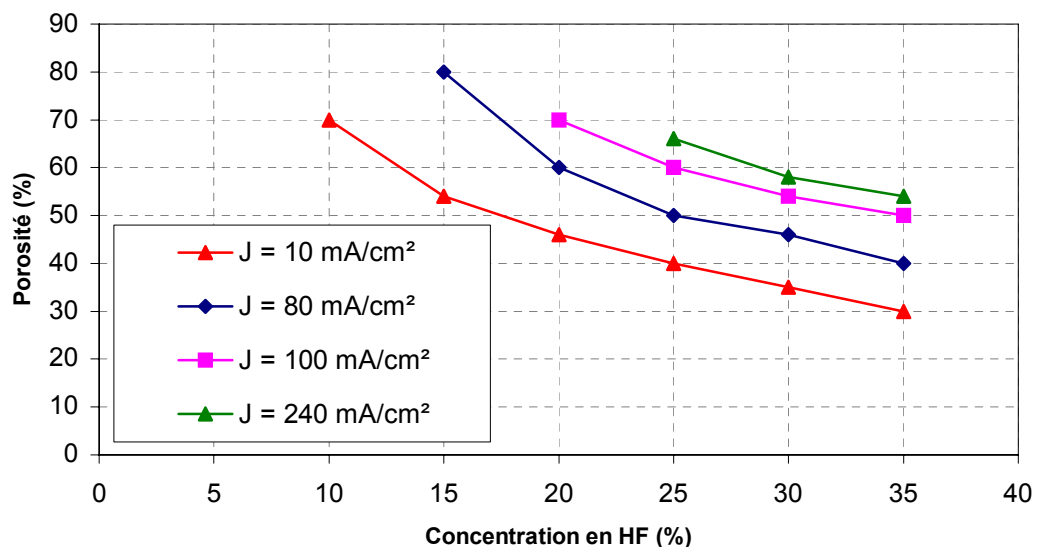


Figure 13 : Variation de la porosité en fonction de la concentration en HF pour différentes densités de courant

### 2.5.1.2 Mesure de la taille des pores du silicium poreux (diamètre)

Contrairement à la mesure de la porosité, la mesure de la taille des pores, ou plus précisément de leur diamètre, est une méthode non destructive. C'est une topologie de la surface qui, en plus de nous renseigner sur la taille des pores, nous informe sur l'état de surface obtenu après anodisation et oxydation du silicium poreux. Il doit présenter des caractéristiques proches de celui du silicium monolithique pour pouvoir supporter les dépôts, les gravures et recuits haute température d'un process standard en microélectronique.

Le microscope à force atomique (ou AFM pour Atomic Force Microscope) est un dérivé du microscope à effet tunnel (ou Scanning Tunneling Microscope, STM), qui peut servir à visualiser la topologie de la surface d'un échantillon ne conduisant pas l'électricité. Le principe se base sur les interactions entre l'échantillon et une pointe robuste en nitrure de silicium ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) de forme pyramidale ou tétraédrique se terminant par un empilement quasi monoatomique montée sur un cantilever de quelque dizaine de microns en silicium. La pointe balaie la surface à représenter, et est soumise au changement de topologie de la surface et fait varier la flexion des bras du cantilever selon le relief rencontré (figure 14). L'extrémité du cantilever réfléchit un faisceau laser et le renvoie sur des photodétecteurs. Ainsi, les mouvements du cantilever dévient le trajet du faisceau réfléchi selon la topologie du relief. Ces mouvements sont donc captés par le photodétecteur et analysés dans le but de reconstruire graphiquement par ordinateur la topologie du relief. Le dispositif scanne la surface d'analyse choisie ligne par ligne pour reconstituer une image. Un ordinateur enregistre cette hauteur et peut ainsi reconstituer une image de la surface. L'AFM donne la possibilité d'étudier l'échantillon jusqu'à une résolution nanométrique.

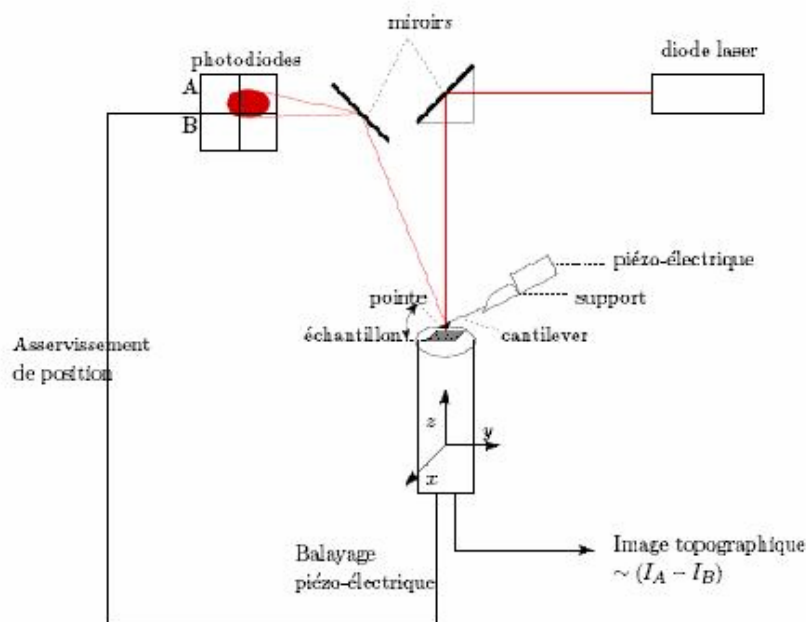


Figure 14 : Schéma représentatif d'un Microscope à Force Atomique (AFM)

L'imagerie AFM nous a permis de visualiser l'état de surface de l'échantillon du silicium poreux (figure 15).

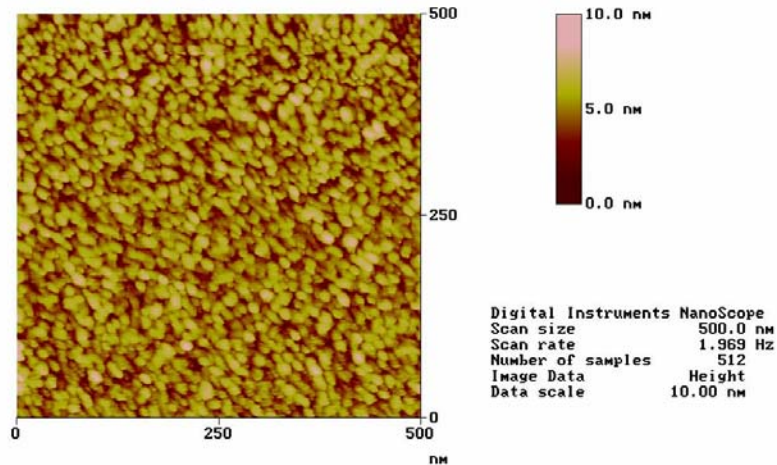


Figure 15 : Image par AFM de la surface du silicium poreux

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour *Scanning Electron Microscopy* en anglais) est une technique de microscopie basée sur le principe des interactions électrons-matière. Un faisceau d'électrons balaie la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules. Différents détecteurs permettent d'analyser ces particules et de reconstruire une image de la surface. Dans la pratique, au XXI<sup>e</sup> siècle, un grand nombre de constructeurs proposent des microscopes à balayage de série équipés de détecteurs d'électrons secondaires et dont la résolution se situe entre 1 nm à 20 nm.

Ces deux appareils de mesure (AFM et MEB) ont donc été utilisés sur le même échantillon réalisé avec les paramètres suivants : 27% d'HF, 35% d'éthanol, densité de courant de 100 m/cm<sup>2</sup> durant 30mn. Dans les deux cas, la taille des pores peut être évaluée aux alentours de 20 nm (figures 15 et 16) et en définitive, pour des raisons pratiques, c'est le MEB qui est utilisé pour effectuer une étude systématique sur une série d'échantillons.

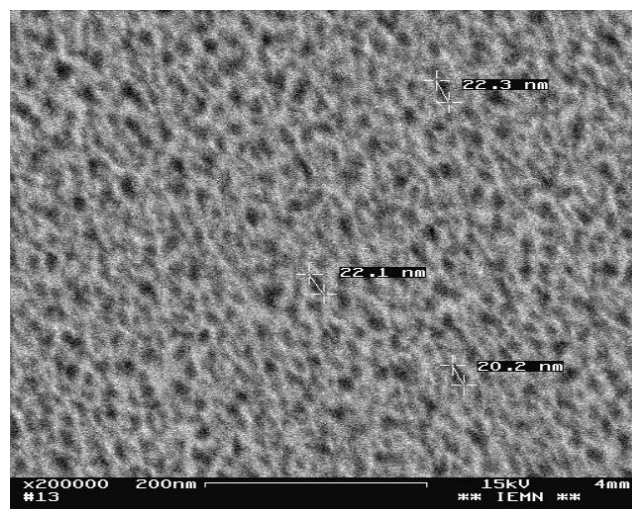


Figure 16 : Photographie au MEB de la surface d'un mésoporeux

a) Influence de la densité de courant sur la taille des pores

La taille des pores du silicium mésoporeux obtenu sur des échantillons préparés à 10, 80, 100 et 240 mA/cm<sup>2</sup> dans un électrolyte composé de 27% d'HF et 50% d'Ethanol a été mesurée à l'aide du MEB pour différentes valeurs de densité de courant. Les résultats obtenus sont présentés (figure 17) et il apparaît que dans le cas du silicium mésoporeux la taille des pores est sensiblement proportionnelle à la densité de courant.

Il est important de noter que la porosité et la taille des pores qui représentent les paramètres les plus pertinents pour caractériser le silicium poreux varient tous deux quasi-linéairement avec la densité de courant imposée dans le bain d'électrolyse.

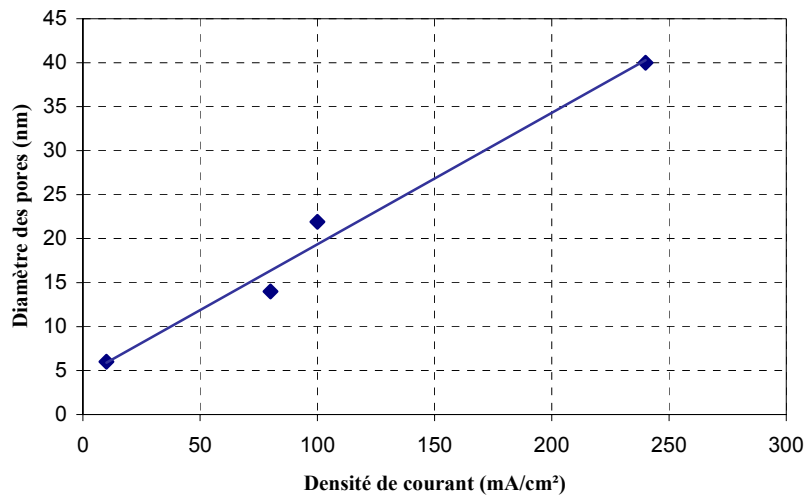


Figure 17 : Influence de la densité de courant sur la taille des pores

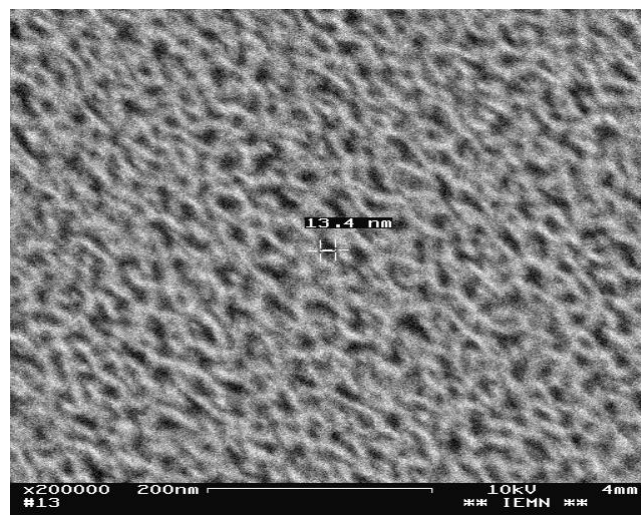


Figure 18 : Photographie au MEB avec la taille des pores –silicium poreux réalisé avec une densité de courant de 80 mA/cm<sup>2</sup>



**b) Influence de la concentration de l'acide fluorhydrique sur la taille des pores**

La figure 19, montre l'évolution de la taille des pores en fonction de la concentration de l'acide fluorhydrique (HF) avec une densité de courant de  $100\text{mA}/\text{cm}^2$ . Il apparaît donc que les faibles concentrations d'HF provoquent l'élargissement de la taille des pores.

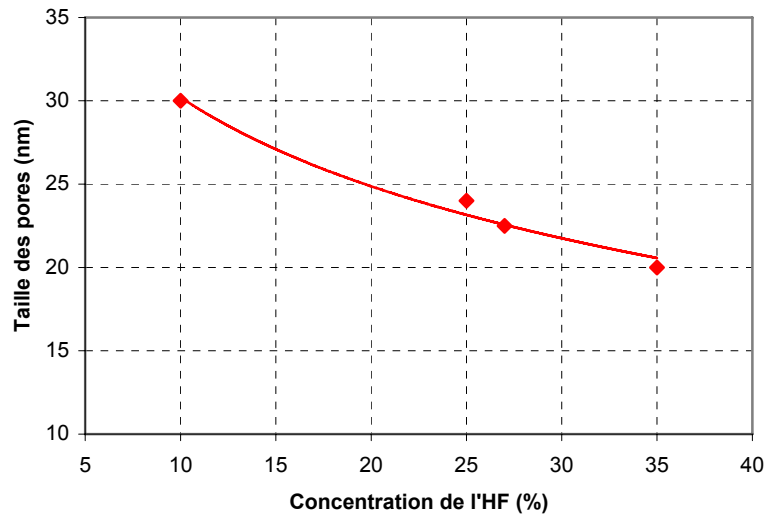


Figure 19 : Evolution de la taille des pores en fonction de la concentration de l'HF –densité de courant  $100\text{ mA}/\text{cm}^2$ -

**2.5.1.3 Mesure de l'épaisseur des couches de silicium poreux**

L'épaisseur de la couche poreuse formée au cours d'une anodisation en mode galvanostatique (courant constant) est proportionnelle à la quantité de charge échangée et par conséquent à la durée de l'anodisation. Pour obtenir l'épaisseur désirée, il suffit donc de contrôler le temps d'anodisation tout en imposant la densité de courant injectée.

La mesure de l'épaisseur de silicium poreux peut être faite de deux manières différentes,

- Au MEB, l'épaisseur est directement mesurée sur l'image d'une coupe transversale de l'échantillon (figure 20).
- A l'aide d'un profilomètre qui détermine avec une pointe le dénivelé entre le sommet et le fond, après avoir éliminé localement la couche poreuse à la soude (NaOH). Pour être certain de la qualité de cette mesure, nous avons pris soin de vérifier que l'ablation du silicium poreux n'avait pas provoqué de perte d'épaisseur du wafer et que l'état de surface de qualité miroir du fond et des flancs autorisent ce type de caractérisation (figure 21).

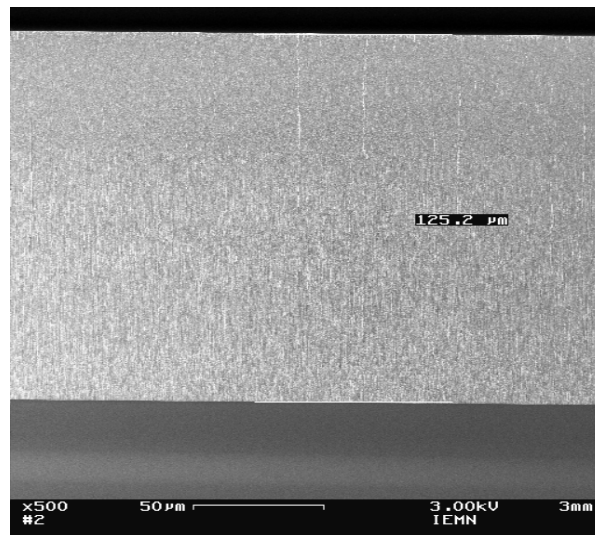


Figure 20 : Mesure au MEB de l'épaisseur du silicium poreux – réalisé sur du silicium type  $p^+$ , 30 mn d'anodisation

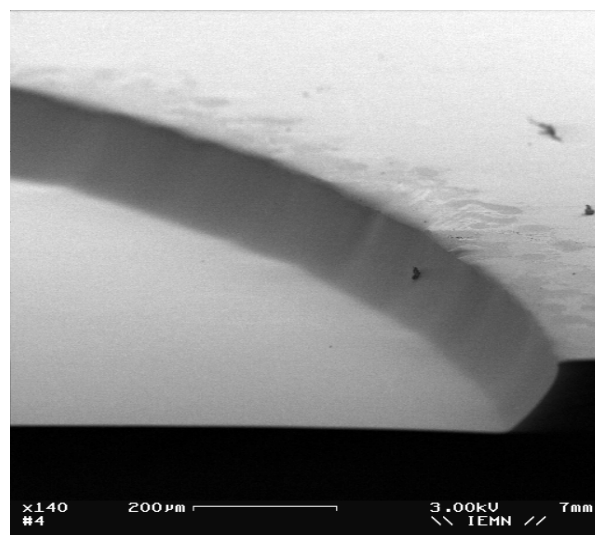


Figure 21 : Profil de gravure du silicium poreux (fond et flancs)

**a) Influence de la concentration de l'acide fluorhydrique sur l'épaisseur des couches de silicium poreux**

La concentration en acide fluorhydrique (HF) joue peu sur la formation des couches poreuses. En comparant les échantillons obtenus dans trois concentrations différentes (10%, 23% et 27%) nous obtenons sensiblement les mêmes épaisseurs, comprises entre 120μm et 150μm. Ces résultats sont obtenus pour une densité de courant fixée de 100mA/cm<sup>2</sup> et une durée d'électrolyse de 30 minutes. (Tableau 1).

Concentration en acide fluorhydrique (%)	10	23	27
Epaisseur du silicium poreux ( $\mu\text{m}$ )	120	120	150

Tableau 1 : Epaisseur de silicium poreux pour trois concentrations d'HF différentes

**b) Influence du temps d'anodisation sur l'épaisseur des couches de Silicium poreux**

Le banc d'anodisation a donc été étalonné en faisant varier la durée du traitement et la densité de courant sur des substrats de type p<sup>+</sup> et les résultats obtenus sont présentés figures 22. Il apparaît que l'épaisseur de la couche augmente bien quasi-linéairement avec le temps d'anodisation pour deux densités de courant différentes fixées.

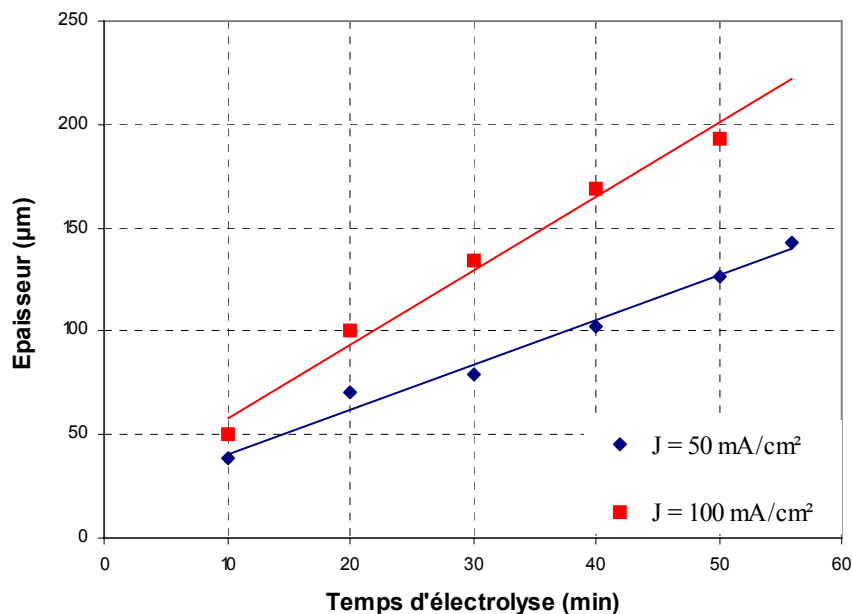


Figure 22 : Epaisseur du silicium poreux formé en fonction du temps d'anodisation pour deux densités de courant différentes dans un électrolyte composé de 27% d'HF et de 35% d'Ethanol

**c) Influence de la densité de courant sur l'épaisseur des couches de Silicium poreux**

Le graphe suivant (figure 23), représente la variation de l'épaisseur du silicium poreux formé en fonction de la densité de courant dans un électrolyte composé de 27% d'HF et de 35% d'Ethanol. Aux fortes densités de courant (>200mA/cm<sup>2</sup>), l'évolution de l'épaisseur du poreux par rapport à la densité de courant utilisée devient de plus en plus négligeable. Nous n'avons pas pu aller au-delà de cette valeur car nous obtenons des couches poreuses extrêmement fragiles et très difficiles à manipuler.

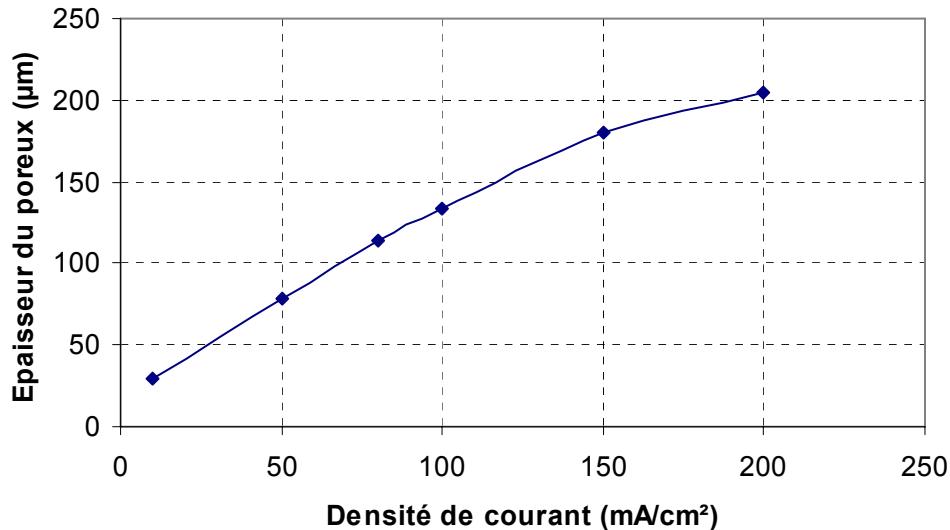


Figure 23 : Evolution de l'épaisseur du silicium poreux p+ en fonction de la densité de courant de formation dans un électrolyte composé de 27% d'HF et de 35% d'Ethanol

Dans cette partie, nous avons en premier lieu présenté les cellules électrochimiques et déterminé de bonnes conditions pour la fabrication du silicium poreux. Nous avons ensuite mis en évidence les différents paramètres qui entrent en jeu, à savoir l'influence de la densité de courant et de la concentration de l'HF pour contrôler la porosité, la taille des pores et l'épaisseur du silicium poreux.

Il reste donc à mesurer la conductivité thermique de la couche poreuse des différents échantillons réalisés afin d'optimiser cette grandeur et introduire sa valeur numérique dans le modèle du microfluxmètre décrit au chapitre I.

### 2.5.2 Mesure de la conductivité thermique du silicium poreux

La conductivité thermique des couches de silicium poreux peut être mesurée à l'aide de différentes méthodes de mesures : spectroscopie Raman basée sur la variation d'émissivité d'une surface en fonction de sa température [14], [15], sonde de balayage thermique Kelvin montée sur microscope à force atomique (AFM) [16] ou encore la méthode de différence de phase entre une source de chaleur sinusoïdale et un point de mesure éloigné [17].

Compte-tenu de la difficulté de disposer de tels moyens de mesure sur place et du grand nombre d'essais à effectuer, nous avons préféré mettre au point un dispositif permettant de mesurer directement et rapidement la conductivité thermique des couches poreuses réalisées. Cet appareil très simple n'est pas un appareil de grande précision et son étendue de mesure est limitée à une gamme de conductivité thermique comprise entre 0,5 et 5 W/m.K.

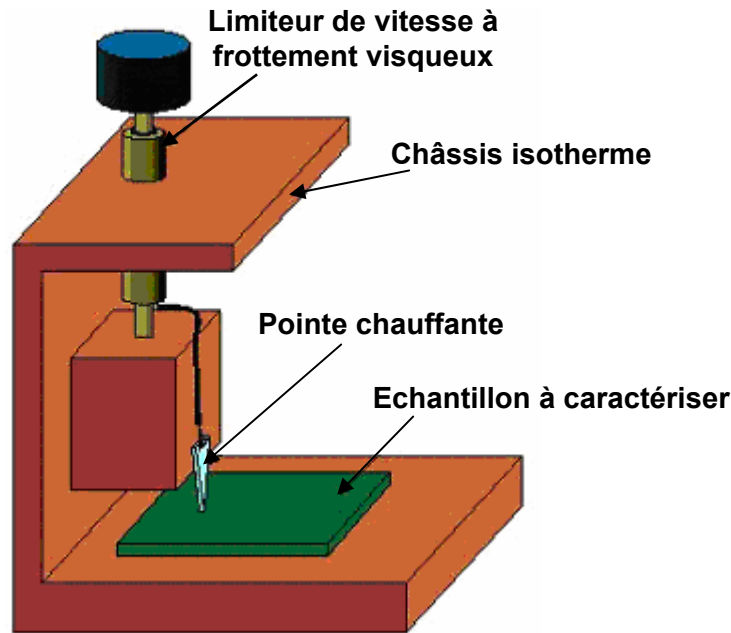


Figure 24 : Dispositif de mesure de la conductivité thermique

### 2.5.2.1 Principe de la mesure mise en œuvre

Le principe de la mesure est classique. Il consiste à poser une pointe chauffante sur la surface de l'échantillon à caractériser et à mesurer, en régime quasi-stationnaire, la différence de température entre la pointe et son support, en l'occurrence le châssis qui supporte également l'échantillon. Dans ce cas, plus la conductivité thermique de l'échantillon est forte et plus la différence température entre la pointe et son support sera faible.

#### a) Conception et réalisation de la pointe de mesure

La pointe idéale destinée à équiper le dispositif devrait être équipée d'un capteur de température et d'une résistance chauffante infiniment fins sur son extrémité afin de mesurer exactement la température de surface de l'échantillon. De plus cette pointe devrait présenter une conductance thermique la plus faible possible afin que la chute de température soit maximale.

C'est pourquoi nous avons choisi de réaliser cet élément sur un substrat de verre de conductivité thermique voisine de (1W/m.K) beaucoup plus faible que celle d'un substrat de silicium (140 W/m.K).

En utilisant les ressources de la centrale de technologie de l'IEMN, il est très facile de réaliser sur ce support une série de pointes identiques équipés d'une résistance chauffante plane en or et d'un capteur de température constitué d'un thermocouple plan nickel/or (figure 25). La découpe du verre, très précise permet d'obtenir une pointe très aigüe que nous polissons ensuite légèrement afin d'éviter la formation de cratères dans les échantillons.

Cette sonde de mesure répond donc assez bien aux critères de qualité précédemment définis comme nous avons pu le vérifier expérimentalement en effectuant de nombreuses mesures sur des échantillons de référence. De plus l'utilisation d'un thermocouple permet d'obtenir naturellement une tension proportionnelle à la différence de température pointe-

châssis qui est la grandeur la plus judicieuse à exploiter comme il sera montré dans la partie suivante.

La réalisation de la pointe fait appel à quatre étapes :

- Dépôt du premier thermoélément et de la résistance: 200Å Ti/1000Å (évaporation + lift off)
- Dépôt du deuxième thermoélément et couverture des pistes d'alimentation de la résistance : 200Å Ti/2500Å Au (évaporation + lift off)
- Dépôt d'une couche isolante : 1µm de nitrure de silicium (PECVD)
- Ouverture des plots de contact (RIE).

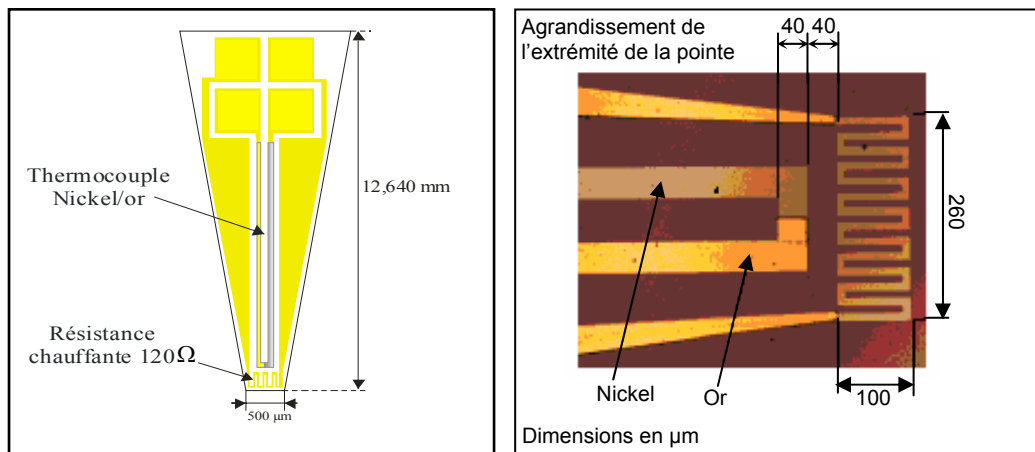


Figure 25 : Schéma et photographie de la pointe de mesure de conductivité thermique

**b) Modélisation du dispositif de mesure de la conductivité thermique**

Un schéma électrique équivalent du dispositif en régime stationnaire peut facilement être établi (figure 26).

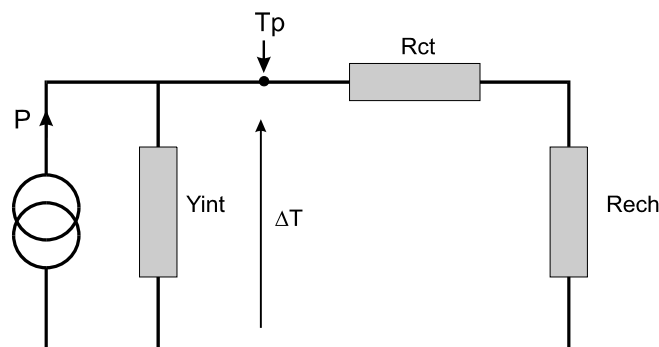


Figure 26: Schéma équivalent électrique du dispositif

Lorsque la pointe est mise en contact avec l'échantillon, la différence de température  $\Delta T$  est alors égale à :

$$\Delta T = T_p - T_{ch\grave{a}ssis} = \frac{P}{Y_{int} + \frac{1}{R_{ct} + R_{ech}}} \quad (III.3)$$

Avec

$T_p$  : Température de la pointe

$P$  : Puissance dissipée par la pointe

$Y_{int}$  : Conductance thermique entre la pointe et son support en cuivre isotherme à température  $T_{ch\grave{a}ssis}$

$R_{ct}$  : résistance thermique de contact entre la pointe et la surface

$R_{ech}$  : résistance thermique tridimensionnelle de la couche poreuse parcourue par le flux de chaleur quittant la pointe.

Cette relation comporte deux grandeurs caractérisant le système de mesure :

- la résistance de contact  $R_{ct}$  qui doit être identique pour tous les échantillons. Pour cela il faut que la force appliquée sur la pointe soit toujours la même et que la vitesse au moment de l'impact soit faible afin d'éviter le creusement de cratères. Ces critères ont pu être obtenus et vérifiés en équipant le dispositif d'une masse ralentie par un frottement visqueux (fig. 24).
- la conductance thermique  $Y_{int}$  qui dépend un peu des mouvements de convection de l'air environnant. Pour la même raison, la puissance circulant effectivement dans la pointe ( $P$ ) est un peu plus faible que la puissance fournie par effet joule. C'est pourquoi le mode opératoire choisi consiste à effectuer systématiquement un étalonnage rapide et à prendre immédiatement les mesures. Dans ce cas, la durée totale de l'opération n'excédant pas 30 minutes, les conditions thermiques environnementales demeurent sensiblement invariantes.

Pour déterminer ces deux grandeurs, nous avons effectué un premier relevé de la différence de température ( $\Delta T$ ) en fonction de la puissance joule dissipée dans la pointe. La pointe étant en position haute, uniquement en contact avec l'air dont la conductivité thermique est très faible ce qui permet d'introduire  $R_{ech} \rightarrow \infty$  dans la relation (III.3) qui devient :

$$\Delta T_{air} = \frac{P}{Y_{int}} \quad (III.4)$$

Un second relevé a également été mené avec la pointe en contact avec un puits thermique constitué d'une plaque de cuivre de 2mm d'épaisseur, correspondant à  $R_{ech} \rightarrow 0$  soit :

$$\Delta T_{puits} = \frac{P}{Y_{int} + \frac{1}{R_{ct}}} \quad (III.5)$$

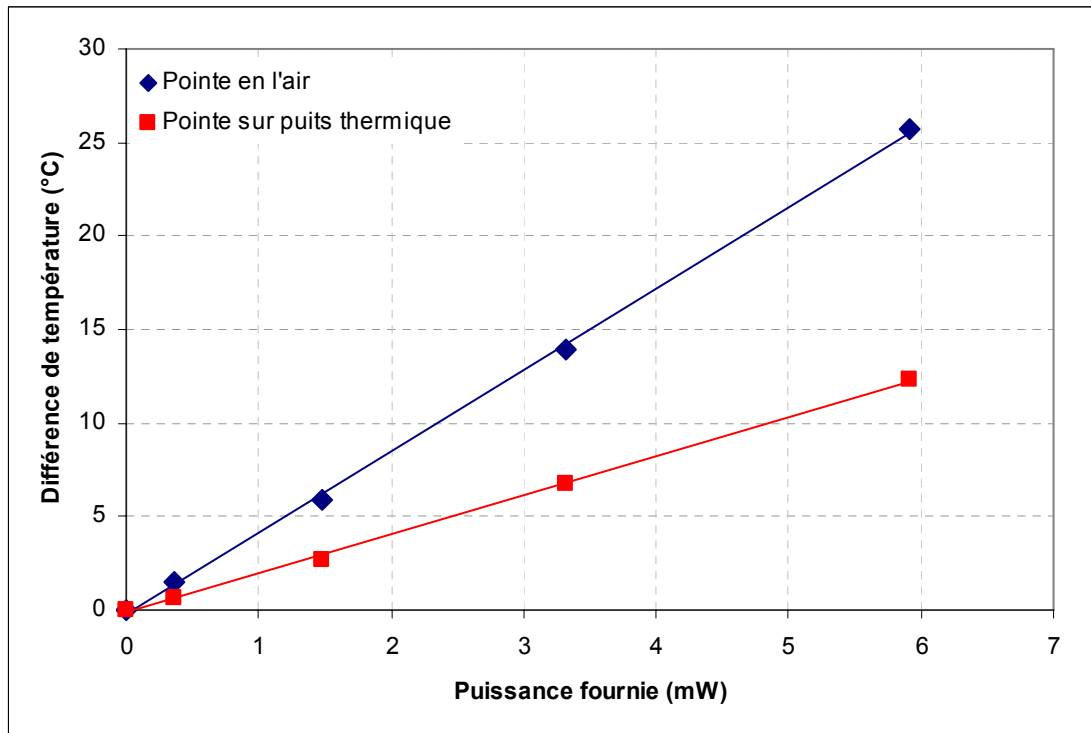


Figure 27 : Evolution de la différence de température en fonction de la puissance fournie

Les points obtenus expérimentalement sont représentés sur le graphe de la figure 27, Des droites d'ajustement passent dans les deux cas pratiquement par ces points ce qui permet de déterminer avec précision la valeur de la conductance de la pointe ( $Y_{int}$ ) soit :

$$Y_{int} = \frac{P}{\Delta T_{air}} \quad \text{ce qui donne } Y_{int} = 0.24 \times 10^{-3} \text{ W/K} \quad (\text{III.6})$$

$$R_{ct} = \frac{\Delta T_{puits}}{Y_{int} (\Delta T_{air} - \Delta T_{puits})} \quad \text{soit : } R_{ct} = 2800 \text{ K/W} \quad (\text{III.7})$$

La mesure de la résistance thermique de l'échantillon est donc très simple, il suffit d'effectuer une mesure de  $\Delta T$  pointe en l'air, puis pointe posée sur le puits et enfin pointe posée sur la couche de silicium poreux pour deux ou trois valeurs de puissance dissipée. Il faut attendre environ une minute dans chaque cas pour que le régime stationnaire soit atteint ce qui nécessite environ 10 minutes pour effectuer tous les relevés. La valeur de la résistance thermique  $R_{ech}$  du silicium poreux est ensuite calculée à l'aide de la relation (III.8) déduite de la relation III.3, après avoir déterminé la valeur de  $Y_{int}$  et  $R_{ct}$  à l'aide des relations III.6 et III.7.

$$R_{ech} = \frac{1}{\frac{P}{\Delta T} - Y_{int}} - R_{ct} \quad (\text{III.8})$$



En définitive, la grandeur qui nous intéresse n'est pas la résistance thermique mesurée à l'aide de la pointe mais la conductivité thermique du matériau :  $\lambda_{th}$ . Cette résistance a priori tridimensionnelle est bien proportionnelle à la conductivité thermique mais est également fonction des dimensions géométriques des échantillons. Néanmoins, compte tenu de leurs structures en forme de « plaquettes » de faibles épaisseurs, il doit être possible de les considérer comme semi-infini suivant leur surface. Pour vérifier cette hypothèse, une modélisation numérique tridimensionnelle en coordonnées sphériques a été menée à l'aide du logiciel «FemLab». Une densité de flux thermique est imposée sur une surface circulaire de diamètre 0.5mm correspondant à la longueur de la pointe de mesure (Figure 28). La thermographie suivant une coupe AA' perpendiculaire à la surface représentée figure 29 montre que l'influence de la chaleur dégagée par la pointe ne se fait plus sentir au delà de deux millimètres. Les échantillons analysés présente une surface minimale de 15x15 mm<sup>2</sup> et, dans ces conditions l'hypothèse d'un milieu semi-infini suivant la longueur et la largeur pourra être considérée comme valide.

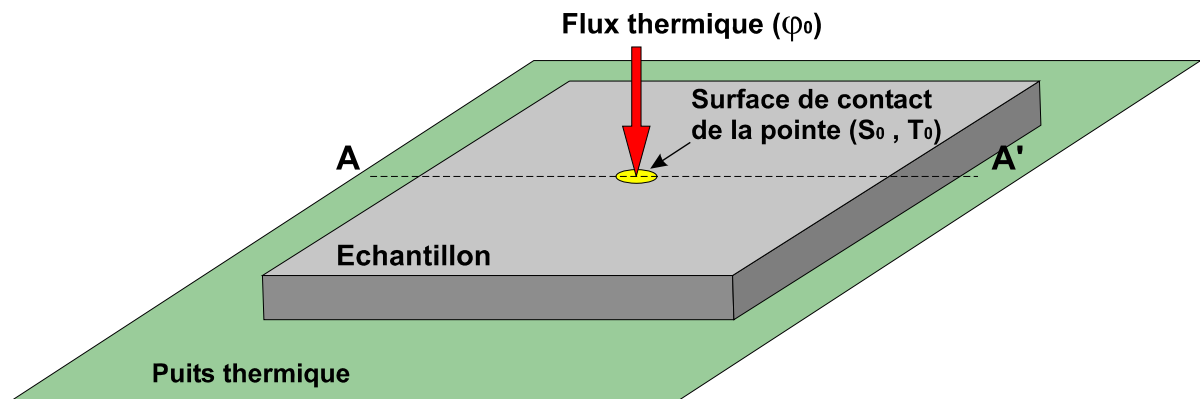


Figure 28 : Principe de la modélisation numérique tridimensionnelle en coordonnées sphériques

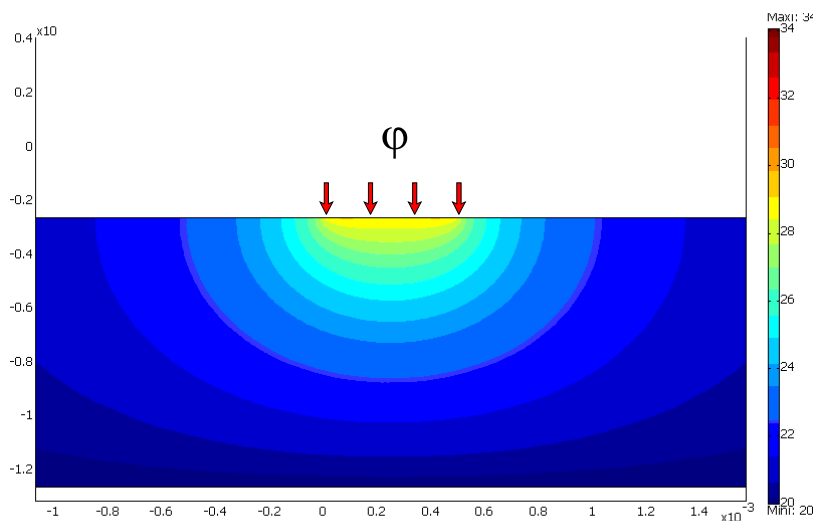


Figure 29 : Coupe thermographique AA' suivant l'épaisseur de l'échantillon

Compte tenu de cette simplification, il reste à déterminer la valeur de la conductivité thermique de la couche de silicium poreux connaissant son épaisseur et la valeur de la résistance thermique  $R_{ech}$  mesurée.

Le modèle précédent permet de calculer la différence de température entre la surface de contact à température  $T_0$  et le puits, soit :  $\Delta T_0 = T_0 - T_{Puits}$  (figure 28). Ce gradient de température est induit par la densité de flux  $\varphi_0$  appliquée sur la surface  $S_0$  de la plaquette. Dans ces conditions, la résistance thermique tridimensionnelle  $R_{ech}$  est définie par :

$$R_{ech} = \frac{\Delta T_0}{\varphi_0 \cdot S_0} \quad (III.9)$$

En pratique, compte tenu de la non planéité de la pointe à l'échelle microscopique et du polissage effectué manuellement, il est difficile de déterminer théoriquement la surface de contact  $S_0$  entre la pointe et l'échantillon. Ce paramètre influe considérablement sur la valeur de la résistance mesurée  $R_{ech}$  comme le montre la relation III.9.

Pour résoudre ce problème, nous avons effectué une série de modélisations utilisant deux matériaux «étalon», du verre à vitre de conductivité thermique = 0,8 W/m.K et du plexiglass de conductivité = 0.18 W/mK. Des mesures ont été effectuées sur des échantillons de ces matériaux en ajustant la valeur de la surface  $S_0$  pour faire correspondre le point obtenu expérimentalement pour le plexiglass de 4 mm d'épaisseur et la valeur obtenue théoriquement. La validité de cette méthode est vérifiée par trois autres points obtenus sur une plaquette de plexiglass de 1.2 mm et deux échantillons de verre. La même valeur de surface corrigée  $S_0$  donne une très bonne concordance théorie-expérience avec une erreur relative inférieure à 5% comme le montrent les courbes représentées figure 30. La surface corrigée  $S_0$  est de 0.265 mm<sup>2</sup> ce qui est encore relativement proche de la valeur prévue sur le profil de découpe du verre avant polissage : 0.5 x 0.4 mm<sup>2</sup> soit 0.2 mm<sup>2</sup>.

Le réseau de courbes paramétriques permettant la détermination de la conductivité thermique du silicium poreux à partir de sa résistance thermique  $R_{th}$  et de son épaisseur peut alors être établi. En raison de sa forte conductivité thermique (140 W/m.K) le substrat de silicium situé sous la couche poreuse est considéré comme un puits thermique. Le modèle numérique précédent a donc été utilisé pour tracer un réseau de courbes encadrant la conductivité supposée du silicium poreux soit : 0.8 W/mK <  $\lambda_{th}$  < 2W/mK. Une densité de flux ( $\varphi_0=62kW/m^2$ ) est imposée sur une surface circulaire située sur la superficie d'un échantillon homogène de conductivité thermique  $\lambda_{th}$  disposé sur un puits thermique à 20°C.

Ce réseau est représenté figure 31, il est montré à titre d'exemple la détermination de la conductivité thermique d'une couche de silicium poreux non oxydé d'épaisseur 123  $\mu$ m. La résistance thermique  $R_{th}$  mesurée étant de 260 K/W, la valeur de la conductivité de cette couche  $\lambda_{th} = 1.8$  W/m.K est obtenue par interpolation linéaire des courbes  $\lambda_{th} = 1.5$  et  $\lambda_{th}=2$ W/m.K.

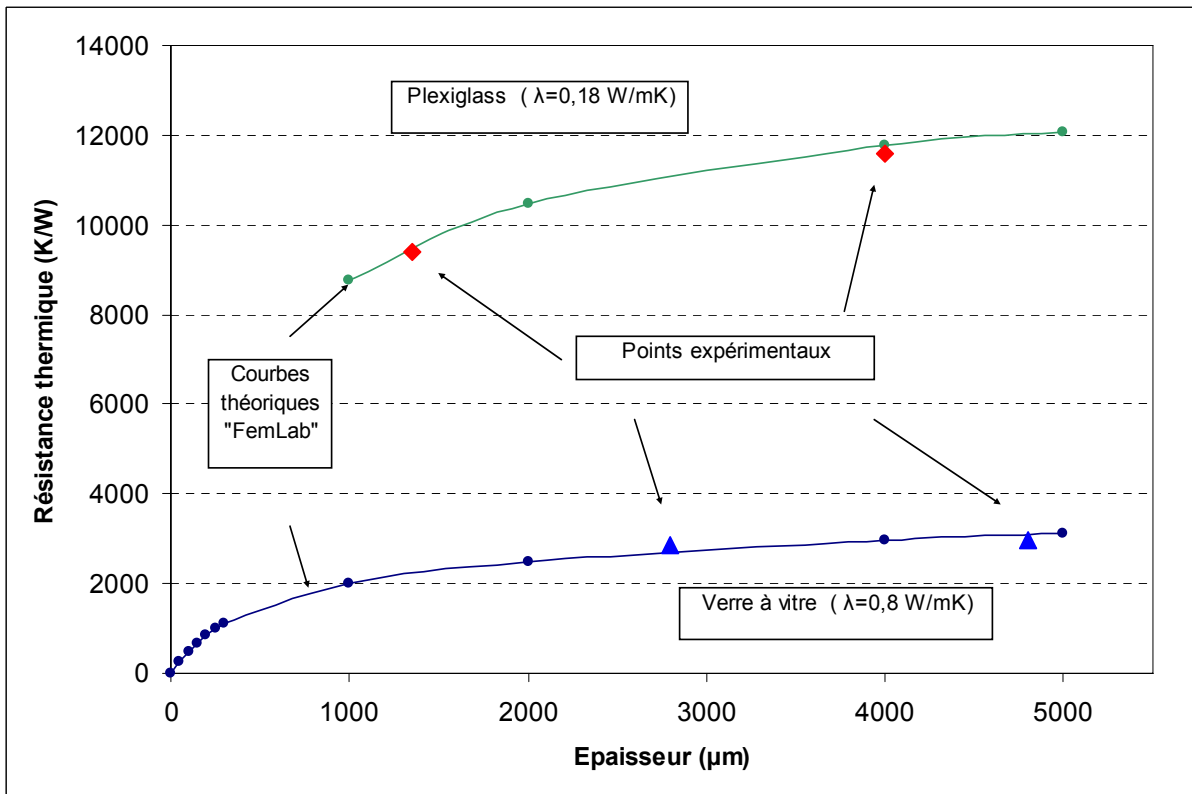


Figure 30 : Ajustement de la surface de contact pointe/échantillon

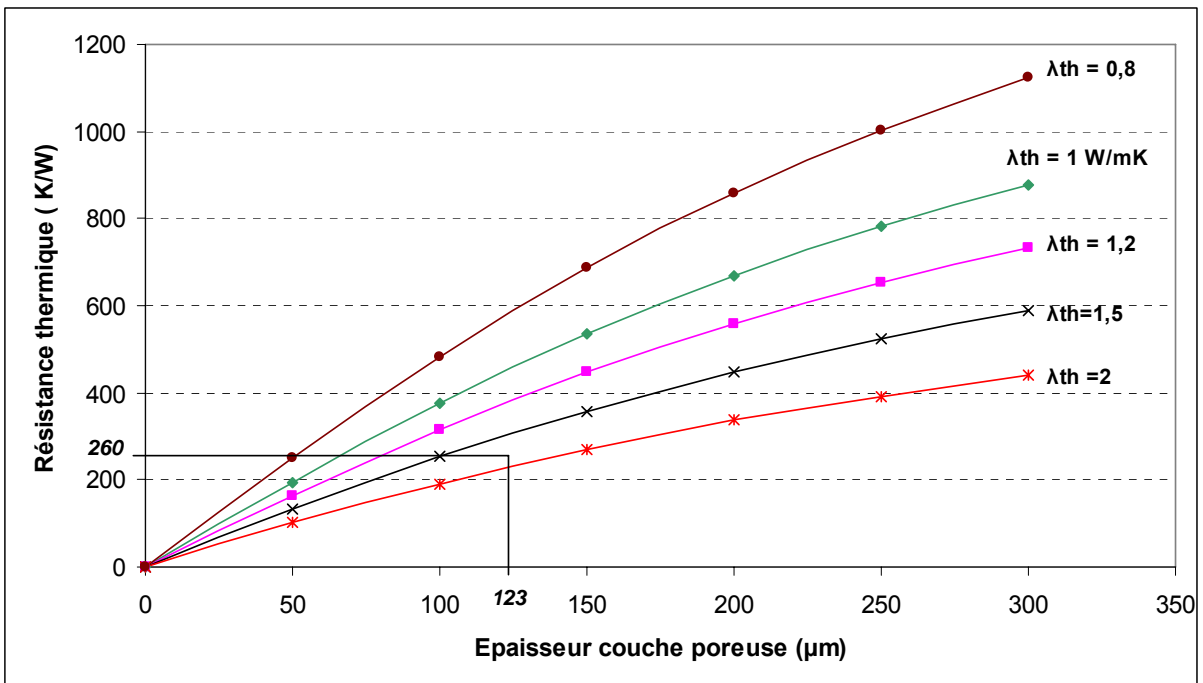


Figure 31 : Réseau de courbes paramétriques pour la détermination de la conductivité thermique

c) **Résultats de caractérisation**

Les couches de silicium poreux sont préparées sur des substrats de silicium d'orientation cristalline 100 dopés p (résistivité 0.01Ω.cm). Le choix de la nature et du dopage du silicium a été décrit dans les paragraphes précédents. Les paramètres de réalisation du silicium poreux sont résumés dans le tableau 2. Après électrolyse, les échantillons ont été séchés au four pendant 1h à 50°C, pour faire évaporer toute l'eau contenue dans les pores. Ces plaquettes sont ensuite caractérisées afin d'obtenir la conductivité thermique du silicium poreux avant oxydation. Ensuite, ces mêmes échantillons sont soumis au processus d'oxydation afin de diminuer la conductivité thermique et sont de nouveau caractérisés.

Silicium poreux	
Epaisseur (μm)	120-150
HF (%)	27
Ethanol (%)	35
Densité de courant (mA/cm <sup>2</sup> )	100
Temps d'électrolyse (min)	30

Tableau 2 : Paramètres de réalisation du silicium poreux

Les différentes valeurs obtenues sont présentées dans le graphe suivant (figure 32), Pour des épaisseurs allant de 120μm à 150μm, la conductivité thermique moyenne représentée par une droite varie peu pour le même type de silicium poreux. Le processus l'oxydation provoque une diminution notable de la conductivité thermique de la couche qui passe d'environ 2.15 W/m.K au départ pour atteindre une valeur moyenne de 1.3 W/m.K après traitement. Les écarts types sont respectivement de 0.23 et 0.13 W/m.K.

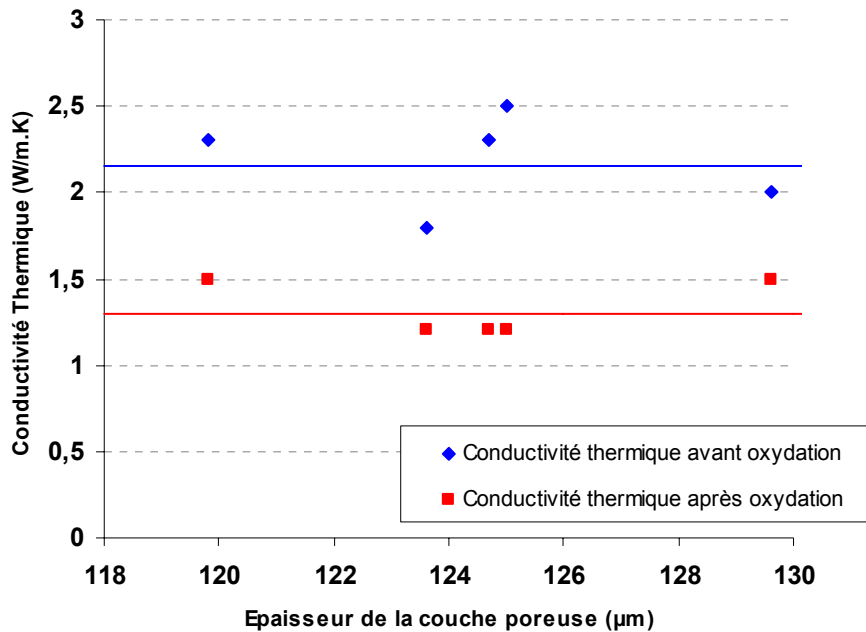


Figure 32 : Conductivité thermique du silicium poreux pour différents échantillons d'épaisseurs voisines

### 2.5.2.2 Confrontation résultats expérimentaux et valeurs théoriques de la conductivité thermique des couches poreuses réalisées

Dans le cas d'une grande porosité ( $\geq 50\%$ ), les colonnes de silicium qui constituent le silicium poreux peuvent être représentées comme étant un empilement de cristallites quasi-sphériques avec une dimension moyenne de 10nm, ce qui n'est pas loin de la réalité [18]. La conductivité thermique de la couche mésoporeuse peut alors être calculée à partir de la relation suivante :

$$k_{meso-PS} = \frac{k_{Si}}{1 + \frac{4}{3} \frac{\Lambda_{Si}}{r_{cr}}} (1 - P)^3 \quad (III.10)$$

Avec :  $k_{Si}$  : conductivité thermique du silicium monocristallin

$r_{cr}$  : taille des cristallites

$\Lambda_{Si}$  : libre parcours moyen d'un phonon dans le silicium monocristallin

$P$  : porosité

La porosité du silicium poreux réalisé est de 54%, la taille des cristallites mesurée au MEB est de 10nm. Avec une conductivité thermique du silicium monocristallin de 140W/m.K et  $\Lambda_{Si} = 43$ nm, la conductivité thermique du mésoporeux non oxydé est donc  $k_{mésop-PS} = 2.17$  W/m.K

Cette valeur extrêmement proche de la valeur moyenne obtenue expérimentalement soit 2.15 W/m.K pour le silicium non oxydé valide la méthode de mesure utilisée. Néanmoins, il faut avoir conscience que cette excellente concordance est un effet du hasard compte tenu de la dispersion des points de mesure (écart type de 0.23 W/m.K) et de l'imprécision sur les valeurs des différents paramètres de la relation III.10.

## 3 ETUDE ET OPTIMISATION DE LA THERMOPILE

Comme nous l'avons montré dans le premier chapitre, pour optimiser les performances du microfluxmètre il est nécessaire que le détecteur constitué par une thermopile présente un pouvoir thermoélectrique élevé et une résistance électrique faible. Par ailleurs ce microcapteur doit posséder une sensibilité indépendante de sa température dans toute sa gamme d'utilisation : 20 à 450°C. En conséquence, les matériaux thermoélectriques constituant les thermocouples planaires seront élaborés afin d'obtenir un pouvoir thermoélectrique élevé et peu dépendant de la température, ainsi qu'une conductivité électrique la plus forte possible. En thermoélectricité, ces deux derniers critères sont classiquement formalisés en introduisant un facteur de mérite :

$$Z = \alpha^2 \cdot \frac{\sigma}{\lambda} \quad (III.11)$$

avec  $\alpha$  : pouvoir thermoélectrique ( $\mu V/K$ )

$\lambda$  : conductivité thermique (W/mK)

$\sigma$  : conductivité électrique ( $\Omega^{-1}/m$ )

Dans notre cas, la conductivité thermique ( $\lambda$ ) a peu d'influence car la thermopile est déposée sur un substrat assez conducteur et c'est le facteur de puissance ( $\sigma \cdot \alpha^2$ ) le plus élevé qui devra être recherché. Des observations effectuées par IOFFE [19] sur de nombreux types de matériaux sont résumées figure 33. Les courbes dont l'abscisse représente la densité électronique des électrons de conduction montre que le pouvoir thermoélectrique ( $\alpha$ ) et la conductivité électrique ( $\sigma$ ) varient en sens inverse. Le facteur de puissance présente un maximum correspond aux densités électroniques de l'ordre de  $10^{18}$  à  $10^{20}$  cm<sup>-3</sup> (semi-conducteurs).

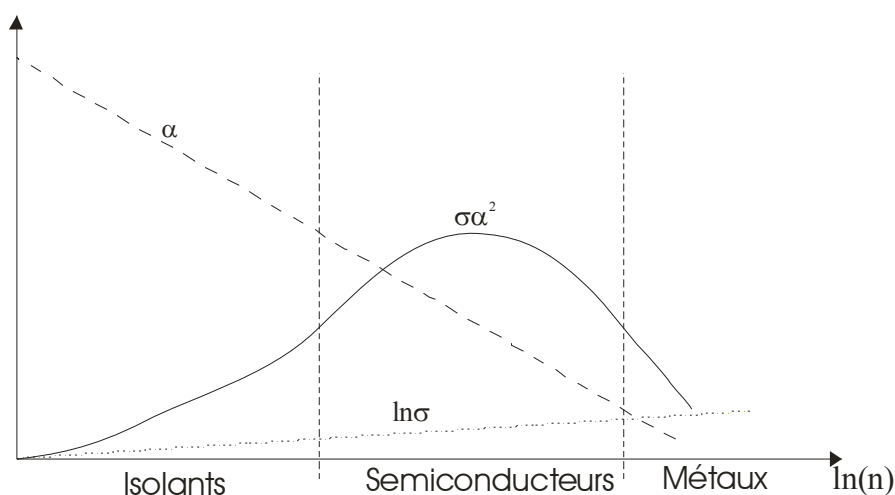


Figure 33 : Courbes illustrant l'évolution – du coefficient Seebeck  $\alpha$ ,  
 - de la conductivité électrique  $\sigma$  (échelle log),  
 - du facteur de puissance  $\sigma \alpha^2$   
 en fonction de la densité électronique des électrons de conduction

Compte tenu du choix de la technologie silicium pour réaliser les microfluxmètres, le polysilicium dopé N ou P a été sélectionné pour réaliser la thermopile. Il est par ailleurs très largement utilisé dans la réalisation de nombreux capteurs tels que accéléromètres, capteurs de pression, ... [20],[21],[22],[23].

Afin d'obtenir un pouvoir thermoélectrique total important, les matériaux constituant la thermopile sont constitués de polysilicium type N et P. En choisissant la nature du dopant et en ajustant le dosage il est possible de réaliser une thermopile compensée en température comme le montre l'étude expérimentale décrite dans la partie suivante.

### 3.1 Réalisation des thermopiles de test

Pour caractériser le pouvoir thermoélectrique, des thermopiles de test ont été réalisées [24], [25] sur des substrats rectangulaires de grandes longueurs afin de permettre une bonne précision lors de la mesure des températures des jonctions situées aux extrémités (figure 34). La thermopile est constituée de trois thermocouples plaqués de type métal-semiconducteur ce qui permet de déterminer séparément les coefficients Seebeck du polysilicium dopé N et du polysilicium dopé P. Le pouvoir thermoélectrique du métal utilisé (or) est négligeable en regard de celui du polysilicium dopé ( $<$  à 1%). Une piste sur deux est métallisée afin de former un contact ohmique optimisé Ti (100Å) / Al(1500Å) / Ni(400Å) / Au(1000Å). La température de recuit choisie à 550 °C se situe près de l'eutectique Al/Si (577°C) [26].

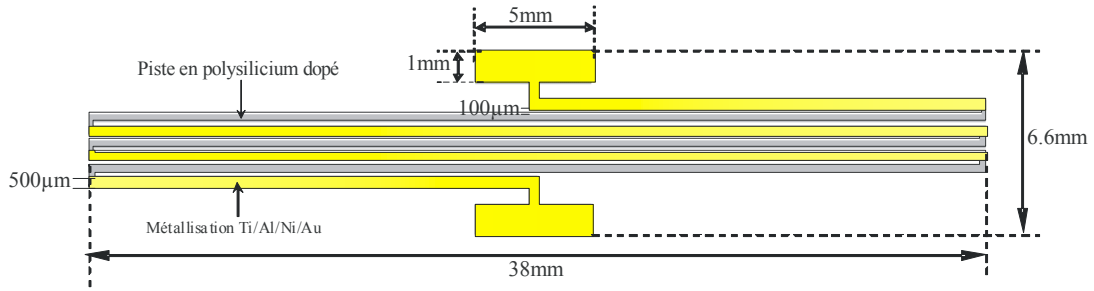


Figure 34 : Schéma de la cellule thermoélectrique de mesure du pouvoir thermoélectrique

De nombreuses plaquettes de test ont été réalisées en faisant varier le dopage et la nature du dopant (bore, arsenic, phosphore) par implantation ionique et les résultats obtenus sont présentés dans la suite de cette partie. Le procédé de fabrication de ces composants est détaillé en annexe C.

### 3.2 Description du banc et principe de mesure

Un dispositif de caractérisation décrit figure 35 et adapté aux mesures à haute température a été réalisé à partir d'une plaque en céramique usinable de conductivité thermique (1W/mK). Un élément chauffant constitué d'une résistance « enterrée » dans la céramique, à l'une des extrémités du dispositif, permet d'élever la température des jonctions situées à proximité. Deux thermocouples standards, type K utilisables jusqu'à 1200°C ont été insérés pour mesurer les températures sous les 2 zones de jonctions (figure 36). La connexion entre les fils du microvoltmètre et la thermopile est effectuée à l'aide de plots en laiton serrés par des vis.

Ce système est ensuite disposé dans un four régulé en température afin de pouvoir ajuster la température moyenne de la thermopile indépendamment de la différence de température entre les jonctions ( $\Delta T$ ). La tension générée par la thermopile ( $V_{Sbk}$ ) est mesurée à l'aide d'un microvoltmètre et le pouvoir thermoélectrique  $\alpha$  déduit à partir de la relation suivante :

$$\alpha = \frac{V_{Sbk}}{N \cdot \Delta T} \quad (III.12)$$

avec N : Nombre de thermocouples PolySi/Au

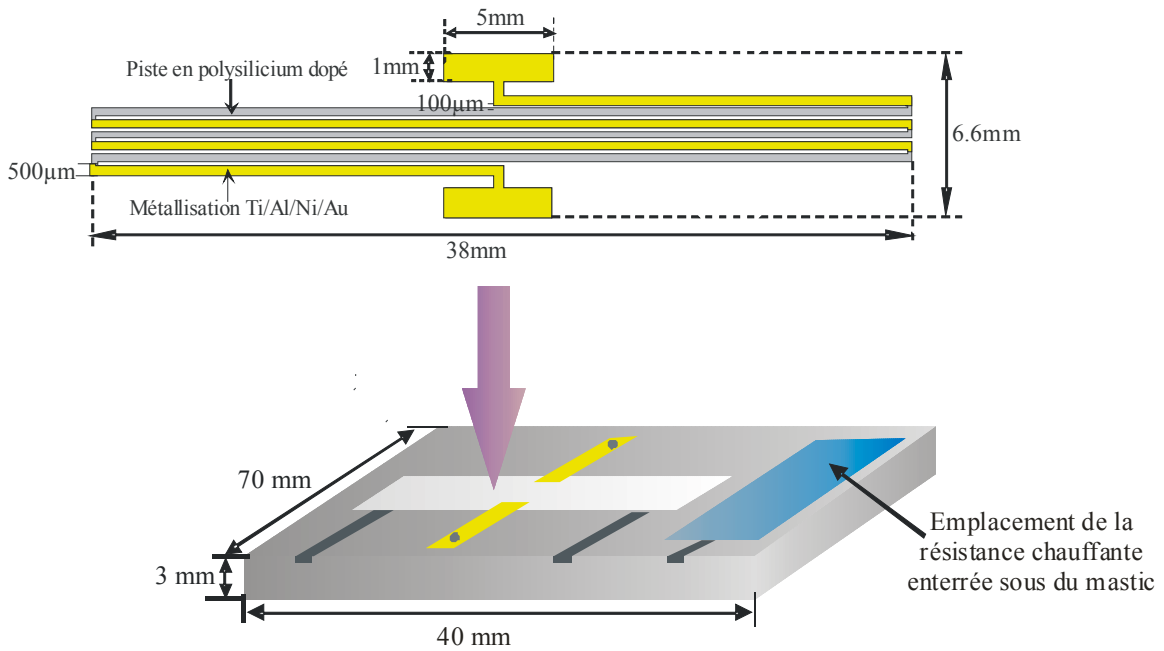


Figure 35 : Dispositif de mesure sur céramique usinée

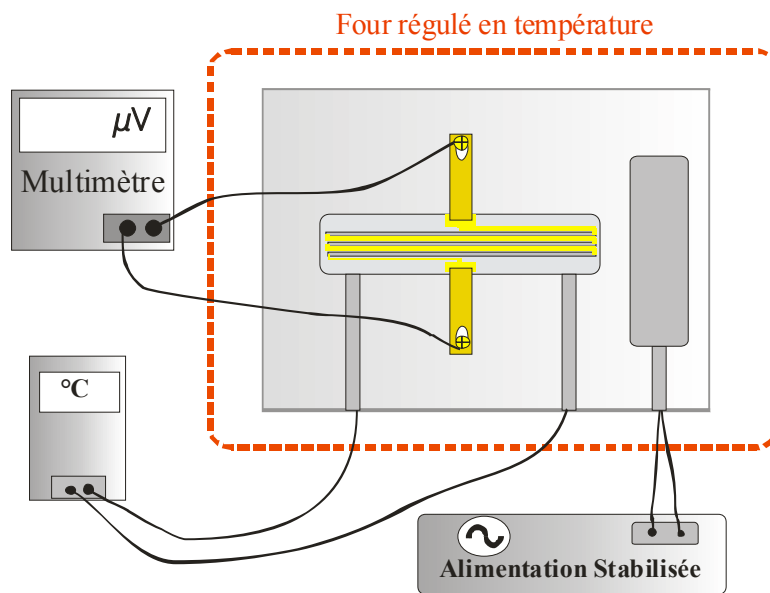


Figure 36 : Banc de caractérisation du pouvoir thermoélectrique

### 3.3 Résultats de caractérisation thermoélectrique du polysilicium

Les figures 37 et 38 représentent les évolutions du pouvoir thermoélectrique du polysilicium dopé bore et phosphore en fonction de la dose implantée dans une gamme de température allant de 20-450°C.

Par convention, le pouvoir thermoélectrique du polysilicium type N est négatif alors que celui du type P est positif. Les coefficients de température de ces pouvoirs thermoélectriques sont de signes opposés ce qui montre qu'il est possible de réaliser des thermopiles compensées en



température en associant du polysilicium type N et du polysilicium type P pour former un thermocouple présentant un pouvoir thermoélectrique important [27].

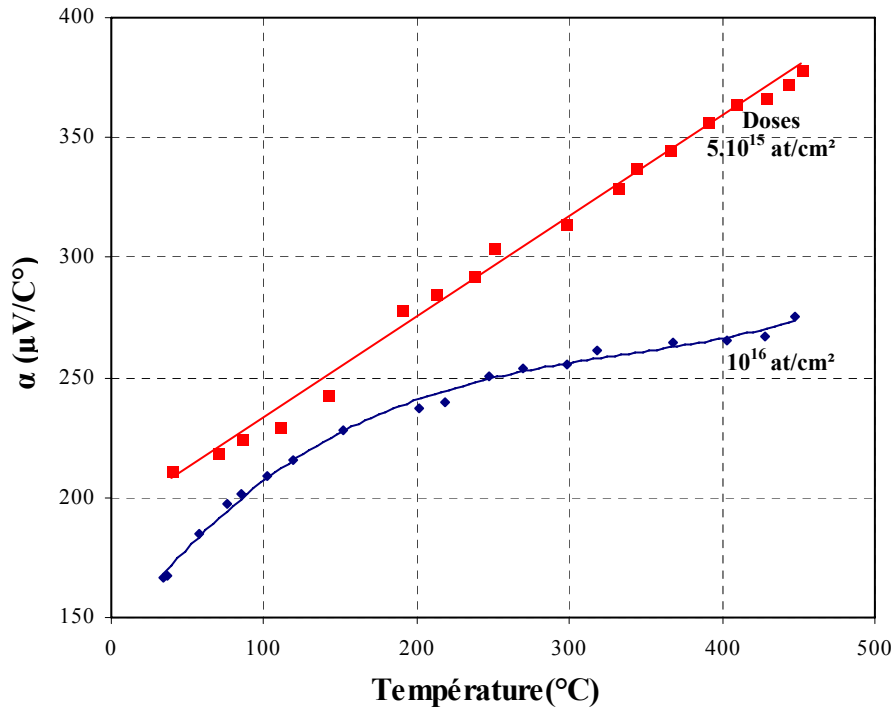


Figure 37 : Evolution du pouvoir thermoélectrique du Polysilicium dopé bore en fonction de la température

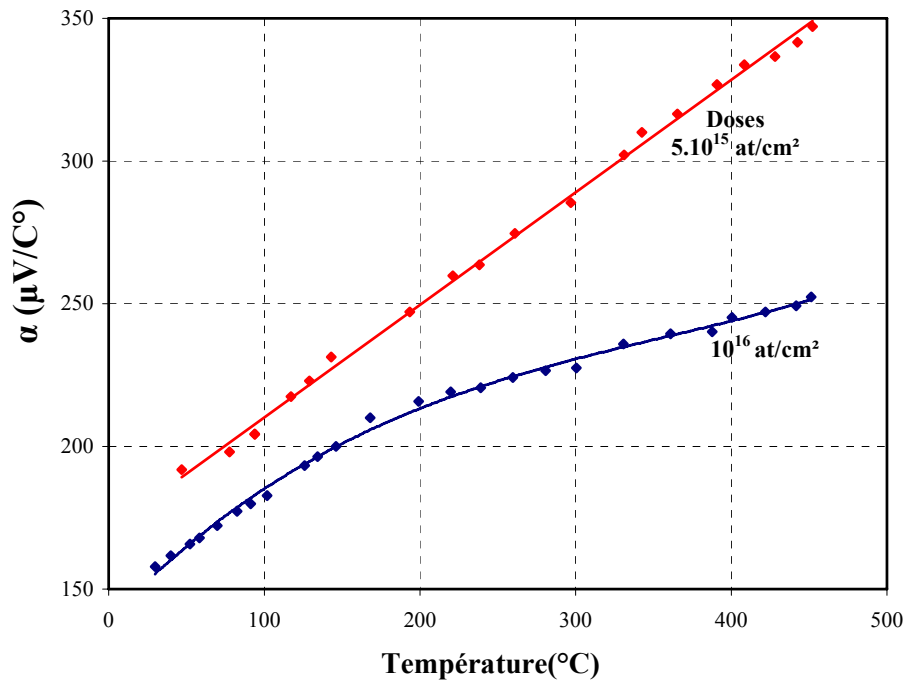


Figure 38 : Evolution du pouvoir thermoélectrique du polysilicium dopé phosphore en fonction de la température

Il apparaît que des thermopiles dopées bore et phosphore compensées en température ne peuvent pas être réalisées car les coefficients de température correspondants sont tous deux positifs. Par contre un dopage à l'arsenic à  $10^{16}$  at/cm<sup>2</sup> donne un coefficient de température négatif (figure 39) Une thermopile compensée en température peut donc être obtenue en associant des zones de polysilicium dopées bore et arsenic. La courbe correspondante est représentée sur la figure 39.

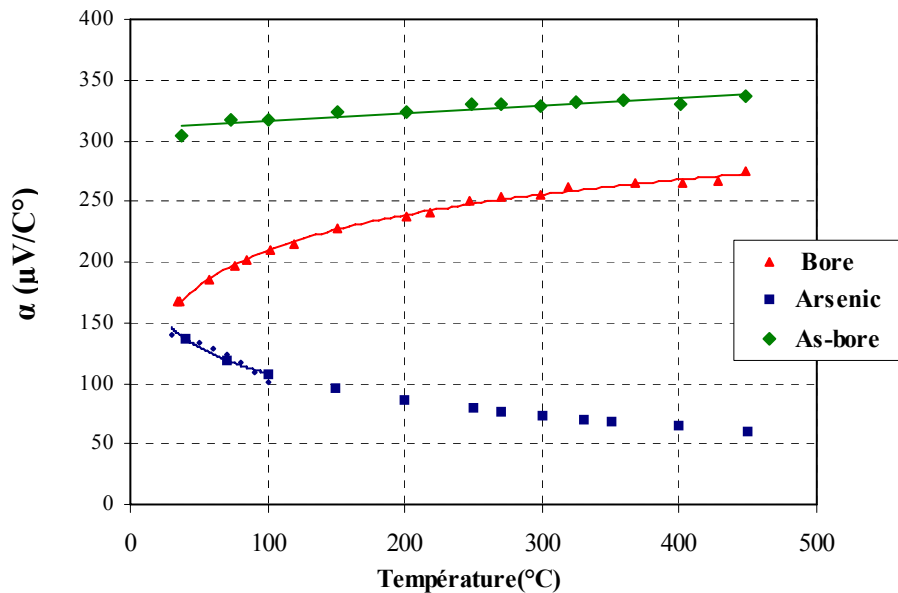


Figure 39 : Evolution du pouvoir thermoélectrique du polysilicium dopé arsenic et bore (dose  $10^{16}$  at/cm<sup>2</sup>) en fonction de la température

Cette étude nous a permis de quantifier l'évolution du pouvoir thermoélectrique du polysilicium dopé bore ou phosphore en fonction de la température dans la gamme 100-450°C, la gamme 20–100 °C ayant été explorée dans le cadre de travaux antérieurs [28].

Par ailleurs, il faut remarquer que pour obtenir un coefficient de Seebeck important, il faut doper très faiblement mais dans ce cas la résistance électrique du thermocouple augmente, ce qui provoque la diminution du facteur de mérite.

L'association de pistes de polysilicium dopé bore et arsenic à  $10^{16}$  at/cm<sup>2</sup> reliés par un contact ohmique permet de réaliser des thermopiles dont le coefficient de Seebeck est quasi-constant dans la gamme 20-450 °C ce qui est fondamental pour réaliser des microfluxmètres pouvant fonctionner à haute température. En pratique des microcapteurs « Low-cost » dotés d'une thermopile Métal/Polysilicium type N dopé in-situ ont également été réalisés à l'aide du procédé de fabrication décrit dans le chapitre II et sont destinés à fonctionner dans une plage de température réduite ( 0-100°C).

## 4 CARACTERISATION DES MICROFLUXMETRES

### 4.1 Mesure de la sensibilité

#### 4.1.1 Caractérisation par contact

Une méthode classique de mesure de la sensibilité d'un fluxmètre thermique consiste à le faire traverser par un flux de chaleur connu et à mesurer la tension générée résultante. Pour cela des résistances chauffantes correspondant aux différentes dimensions des fluxmètres à caractériser ont été fabriquées (figure 40) en microtechnologie.

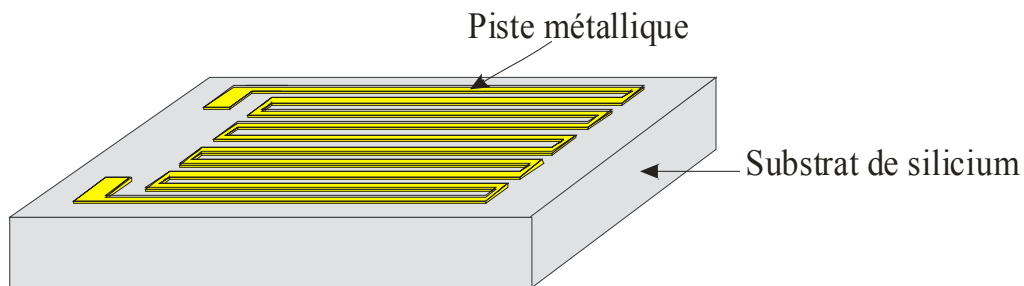


Figure 40 : Schéma de la résistance chauffante de caractérisation

Cette réalisation est effectuée en trois étapes (figure 33):

- Dépôt de 1000 Å de nitrure de silicium en LPCVD,
- Dépôt par évaporation de : 200 Å de titane qui sert de couche d'accrochage, 1500 Å d'aluminium, 400 Å de Nickel et 2000 Å d'or. Lift-off
- Dépôt d'une couche de passivation de 1µm de nitrure de silicium en PECVD et ouverture des plots de contact

Le banc de mesure (figure 41) a été réalisé au laboratoire. Il est composé d'un puits thermique à circulation d'eau. La résistance chauffante est plaquée sur le microcapteur. Le dispositif (microfluxmètre et résistance chauffante) est encapsulé dans un isolant thermique (polystyrène extrudé) pour minimiser les déperditions de chaleur afin que la quasi-totalité de la puissance dissipée traverse le fluxmètre. Pour assurer un bon contact thermique entre ces différents composants une graisse de contact thermique est utilisée au niveau de chaque interface. La tension issue du fluxmètre est mesurée à l'aide d'un microvoltmètre.

La f.e.m. délivrée par le microfluxmètre est relevée en fonction de la puissance dissipée dans la résistance. La sensibilité aux flux (responsivité) exprimée en  $\mu\text{V}/\text{W}$  est égale à la pente de la courbe obtenue. La sensibilité peut également être exprimée en  $\mu\text{V}/\text{W}/\text{m}^2$  en multipliant la responsivité par la surface du capteur.

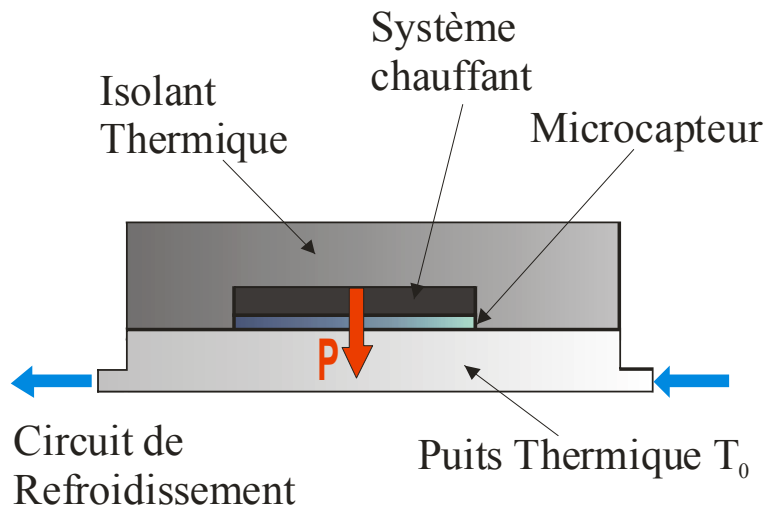


Figure 41 : Banc de mesure de la sensibilité du microfluxmètre

La figure 42 montre l'évolution de la tension délivrée par différents microcapteurs en fonction de la puissance injectée. Afin de minimiser l'échauffement du dispositif, la puissance dissipée a été limitée à environ 2 W pour les fluxmètres de dimensions 3X3 mm<sup>2</sup> et 5X5 mm<sup>2</sup>.

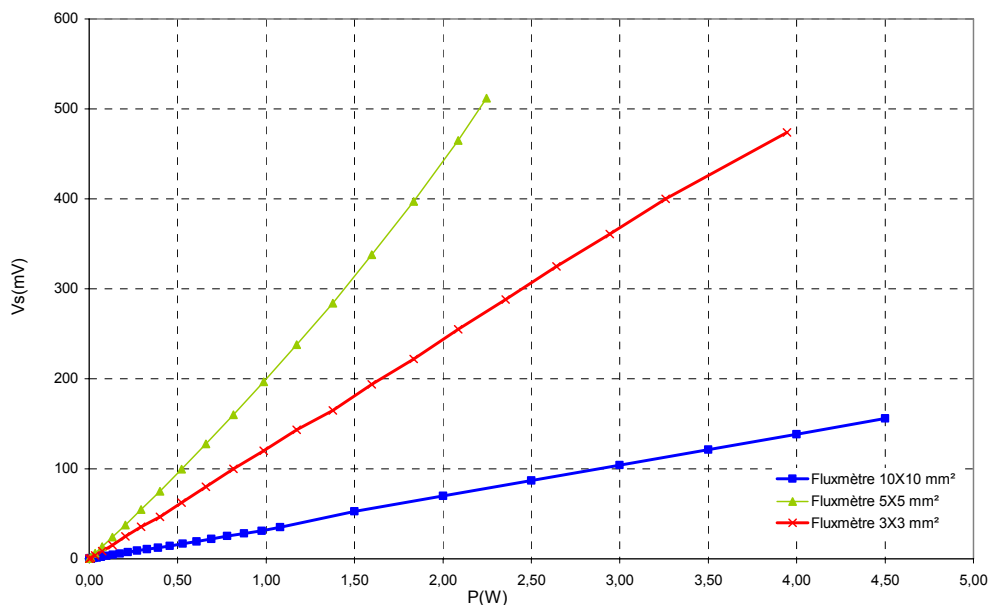


Figure 42 : Tension délivrée par différents fluxmètres en fonction de la puissance injectée

Les courbes présentent une linéarité assez moyenne en raison probablement des pertes de chaleur dans l'isolant thermique. Cette procédure de mesure a été répétée trois fois en démontant l'ensemble. Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau 3. L'erreur relative de répétabilité sur la sensibilité est de  $\pm 8\%$ . Celle-ci est essentiellement due à la difficulté de positionnement de la résistance chauffante sur le microcapteur, compte tenu des faibles dimensions de l'ensemble, aux pertes de chaleur latérales et par l'intermédiaire des fils de connexion.

Dimensions (mm <sup>2</sup> )	Résistance électrique (kΩ)	Sensibilité (μV/W/m <sup>2</sup> )
<b>3x3</b>	<b>210</b>	<b>1,0 ± 0.1</b>
<b>5x5</b>	<b>504</b>	<b>6,3 ± 0.5</b>
<b>10x10</b>	<b>108</b>	<b>3,00 ± 0.25</b>

Tableau 3 : Sensibilité des différents capteurs réalisés

Cette méthode d'étalonnage nous semblant peu précise et longue à mettre en œuvre nous avons décidé d'étudier la possibilité d'utiliser un banc de mesure par rayonnement infrarouge disponible au laboratoire.

#### 4.1.2 Caractérisation par rayonnement

Le dispositif de caractérisation par rayonnement a fait l'objet d'une étude détaillée dans le cadre d'un doctorat [24]. Le microcapteur est collé sur une plaque dont la température  $T_s$  est maintenue constante grâce à un système de refroidissement, face à une plaque chauffante d'émissivité  $\varepsilon = 0.97$  réglée à la température  $T_c$  (figure 43). Les plaques ont une surface totale de 20x20 cm<sup>2</sup>, et sont distantes de 5 cm. Dans ces conditions, le capteur (de dimensions 5X5 mm<sup>2</sup>) est placé en influence quasi totale face à la cible.

Par ailleurs, cette distance de 5 cm permet de minimiser les phénomènes de convection et conduction gazeuse induits par la lame d'air comprise entre la cible et le capteur. Ainsi le capteur est soumis essentiellement au rayonnement thermique. L'absorptivité du capteur étant fixée par celle de la couche superficielle de polyimide ( $a=0.9$ ) [29], le flux net surfacique échangé entre le capteur et la cible est donné par [30] :

$$\varphi = 0.9 \cdot \sigma_0 \cdot (T_c^4 - T_s^4) \quad (\text{III.13})$$

avec  $\sigma_0 = 5.67 \cdot 10^{-8} \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}^4$

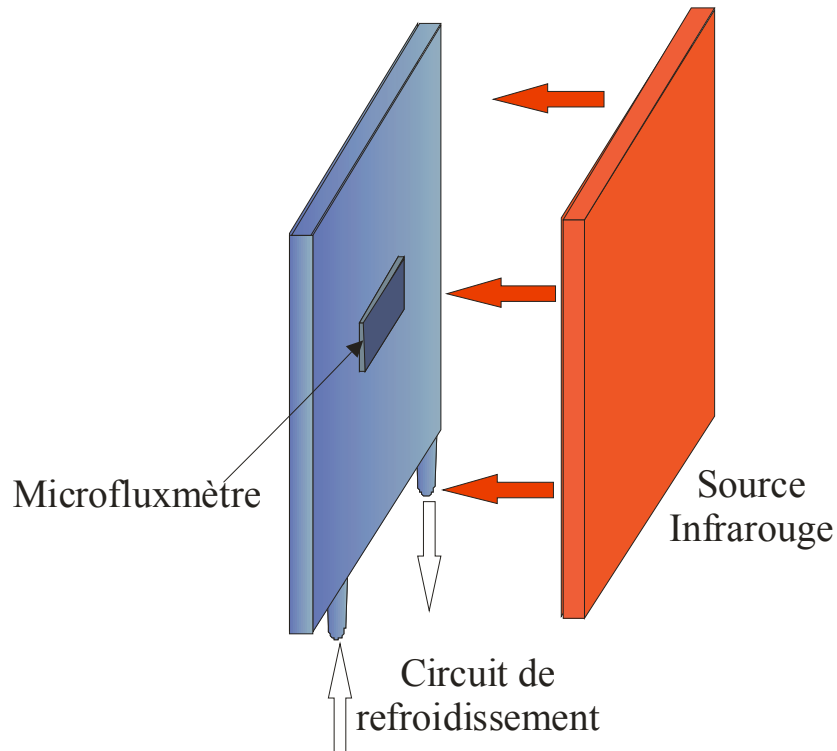


Figure 43 : Dispositif de mesure de la sensibilité du microfluxmètre par rayonnement

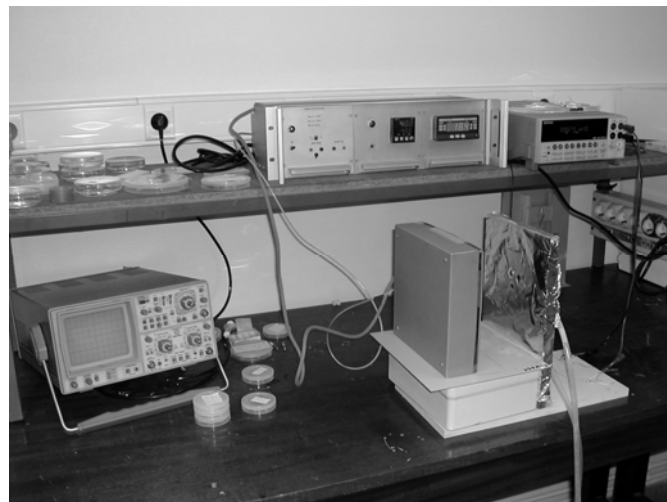


Figure 44 : Photographie du banc de caractérisation du capteur

Pour différentes valeurs de la température de la cible, la tension délivrée par le capteur est relevée et la densité de flux net radiatif échangé entre la cible et chaque capteur est calculée à partir de l'équation (III.13). Le résultat obtenu est représenté figure 45 et dans ce cas la linéarité est quasi-parfaite. La pente de cette droite permet de déterminer la sensibilité  $S=6.5\mu V/(W/m^2)$  ou encore, en tenant compte de la surface du microcapteur, sa responsivité :  $R=260\text{ mV/W}$ . La même expérience a été effectuée trois fois et l'écart relatif de sensibilité est cette fois-ci inférieur à  $\pm 4\%$ .

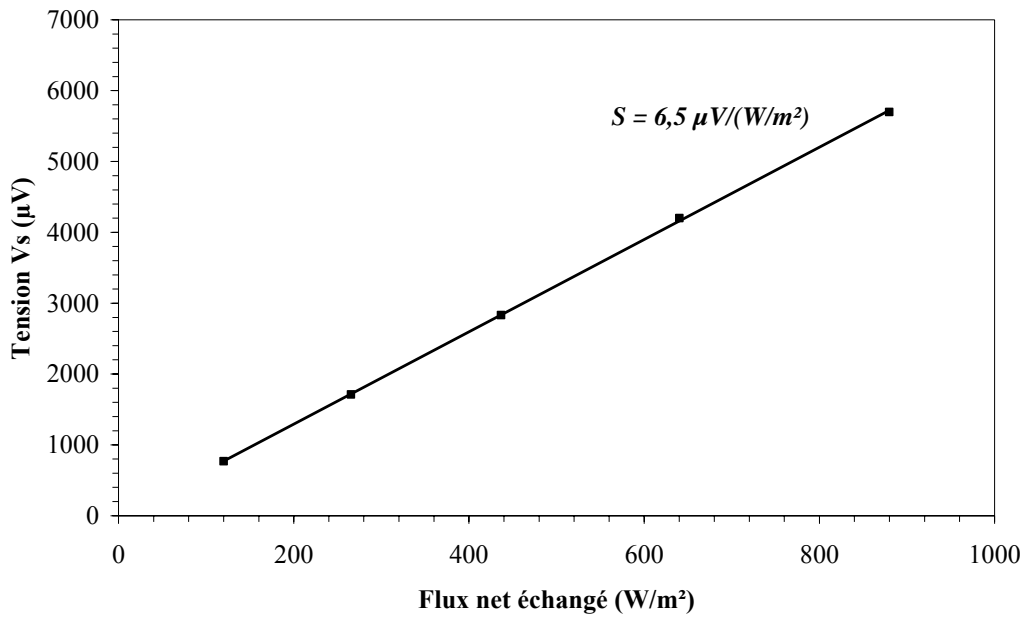


Figure 45 : Tension délivrée par le microfluxmètre en fonction de la densité de flux net radiatif

Il apparaît clairement que, pour ce type de capteurs la méthode radiative présente le meilleur intervalle de confiance. Celui-ci est par ailleurs inclus dans l'intervalle de confiance déterminé par la méthode conductive ce qui permet de valider les résultats obtenus.

Les résultats annoncés par le modèle numérique que nous avons développé sont confrontés aux résultats expérimentaux dans le tableau suivant (tableau 4).

Dimensions (mm <sup>2</sup> )	Mesures expérimentales		Résultats théoriques	
	Résistance électrique (kΩ)	Sensibilité (µV/W/m <sup>2</sup> )	Résistance électrique (kΩ)	Sensibilité (µV/W/m <sup>2</sup> )
<b>5x5</b>	<b>504</b>	<b>6,5</b>	<b>529</b>	<b>7.4</b>

Tableau 4 : Comparaison des résultats théoriques et les mesures expérimentales

L'analyse de ces données montre que la sensibilité obtenue théoriquement est surestimée d'environ 15 % en moyenne. Pour la résistance électrique, l'erreur est plus faible, environ 6% ce qui est normal car l'incertitude sur les grandeurs purement thermiques ne joue pas. Compte tenu de ces premiers résultats, nous pouvons dire que le modèle mathématique décrit au chapitre I donne des résultats assez proches des valeurs expérimentales.

Enfin, les principales caractéristiques des microfluxmètres 5x5 mm sont présentées dans le tableau suivant :

Surface (mm <sup>2</sup> )	5x5
Epaisseur (µm)	400
Nombre de lignes de silicium poreux	10
Nombre de thermocouple	500
Longueur de cellule (µm)	500
Largeur du silicium poreux (µm)	450
Sensibilité (µV.m <sup>2</sup> /W)	6.5
Responsivité (mV/W)	260
Délectivité spécifique (cm. Hz <sup>1/2</sup> .W <sup>-1</sup> )	1.57 10 <sup>6</sup>
NEPD (W/m <sup>2</sup> .Hz <sup>1/2</sup> )	1.27 10 <sup>-14</sup>
Résistance thermique (K/W)	0.2
Temps de réponse (ms)	10

Tableau 5 : Caractéristiques des microfluxmètres 5x5mm<sup>2</sup>

Compte tenu du procédé de fabrication, le microfluxmètre est destiné à être produit en grandes quantités et à faible coût afin de permettre son utilisation dans le domaine grand public tel que l'électroménager, la domotique et l'automobile. La dispersion de la sensibilité de l'ordre de ±12 % a été mesurée sur un lot de 30 capteurs issus d'un wafer de 3 pouces. En production industrielle les équipements permettent de travailler sur des wafers beaucoup plus grands ce qui permettra de réduire notablement cette dispersion.

Par ailleurs, ce capteur perturbe très peu l'environnement thermique du corps sur lequel il est fixé, en raison de sa très faible résistance thermique de l'ordre de 0.2 K/W pour une surface de 5x5 mm<sup>2</sup> et une épaisseur 400 µm. De plus, ce type de capteur présente une excellente sensibilité et peut supporter des températures élevées, jusqu'à 500°C, en remplaçant la couche de polyimide par du nitrure de silicium.

Le temps de réponse mesuré à l'aide d'un obturateur mécanique interceptant le rayonnement infrarouge est de l'ordre de 10 ms.

## 5 CONCLUSION

La première partie, comprend une étude détaillée d'un matériau nouveau nécessaire pour la fabrication de ces capteurs, à savoir le silicium poreux. Nous avons développé les différentes méthodes permettant sa formation, les paramètres à contrôler, ainsi que l'optimisation du processus d'oxydation. Puis, une étude détaillée de la conductivité thermique du silicium poreux a été présentée, ainsi que le développement d'un banc de mesure spécifique. Les résultats obtenus ont été validés théoriquement.

Nous avons ensuite présenté une étude sur l'élaboration de thermocouple planaire à fort pouvoir thermoélectrique quasiment indépendant de la température. Pour cela, un banc de caractérisation spécifique a également été réalisé.

Enfin, deux bancs de mesure de la sensibilité des microfluxmètres ont été testés. Il ressort que pour des capteurs d'aussi petites dimensions, la méthode de caractérisation par rayonnement infrarouge est la plus facile à mettre en œuvre et donne la meilleure précision et répétabilité.



***BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE III***

- [1] A. Uhler, "Electronics Shaping of Germanium and Silicon", Bell Syst. Tech. J. 35 (1956) 333
- [2] D. R. Turner, Journal of Electrochemical Society, 105 (1958) 402
- [3] R. Memming, G. Schwandt, "Anodic dissolution of silicon in hydrofluoric acid solutions", Surface SCI, 4:2 (march 1966) 109-124
- [4] M.J.J. Theunissen, J.A. Appels, W. Verkuylen, "Application of preferential electrochemical etching of silicon to semiconductor device technology", J. Electrochem Soc, 1970
- [5] Y. Watanabe, Y. Arita, T. Yokoyama, Y. Igarashi, "Formation and properties of porous Si and its application", J. Electrochem. Soc. 122:10 (October 1975) 1351-1355
- [6] V. Lysenko, S. Périchon, B. Remaki, D. Barbier, "Thermal isolation in microsystems with porous silicon", Sensors and Actuators A 99 (2002) 13-24
- [7] A. Drost, P. Steiner, H. Moser and W. Lang, "Thermal Conductivity of Porous Silicon", Sensors and Materials, Vol. 7, N° 2 (1995) 11-120
- [8] V. Lehman, U. Gösele, "Porous silicon formation: a quantum effect", Appl. Phys. Lett., 58 (1991) 856-858
- [9] I.J.Beale, J.D.Benjamin, M.J.Uren, N.G.Chew, A.J.Cullis, "An experimental and technological study of the formation and microstructure of porous silicon", J. Cryst. Growth 73 (1985) 622
- [10] R.L. Smith, S. D. Collins, "Porous silicon formation mechanisms", J. Appl. Phys., 1992, Vol 71, 1-22
- [11] L. T. Canham, "Silicon quantum wire array fabrication by electrochemical and chemical dissolution of wafers", Appl. Phys. Lett., 57(1990) 1046-1048
- [12] P. Roussel, "Microcapteur de conductivité thermique sur caisson épais de silicium poreux pour la mesure de la microcirculation sanguine", Thèse: INSA de Lyon, 1999
- [13] C. Bertrand, "Préparation et caractérisation du silicium poreux obtenu sur substrats P et N", Thèse: Institut National Polytechnique de Grenoble, 1986
- [14] S. Périchon, V. Lysenko, B. Remaki, D. Barbier, "Measurement of porous silicon thermal conductivity by micro-Raman scattering", J. Appl. Phys., Vol. 86, N° 8 (1999)4700-4702
- [15] S. Périchon, V. Lysenko, Ph. Roussel, B. Remaki, B. Champagnon, D. Barbier, P. Pinard, "Technology and micro-Raman characterization of thick meso-porous silicon layers for thermal effect Microsystems", Sensors and Actuators 85 (2000) 335-339
- [16] M. Nonnenmacher, H.K. Wickramasinghe, "Scanning probe microscopy of thermal conductivity and subsurface properties", Appl. Phys. Lett. Vol. 61, N° 2 (1992)168-170

- [17] G. Benedetto, L. Boarino, R. Spagnolo, "Evaluation of thermal conductivity of porous silicon layers by a photoacoustic method", *Appl. Phys. A* 64, 155-159 (1997)
- [18] V. Lysenko, L. Boarino, M. Bertola, B. Remaki, A. Dittmar, G. Amato, D. Barbier, "Theoretical and experimental study of heat conduction in as-prepared and oxidized mesoporous silicon", *Microelectronics Journal* 30 (1999) 1141-1147
- [19] A.F. Ioffe, "Semiconductor thermoelements and thermoelectrics cooling", Infosearch, London, 1957
- [20] G.R. Lahiji, K.D. Wise, "A batched-fabricated silicon thermopile infrared detector", *IEEE Trans. Electron Devices*, ED-29, pp.14-22, 1982
- [21] R. Lenggenhager, H. Baltes, J. Peer, M. Forster, "Thermoelectric infrared sensors by CMOS technology", *IEEE Electron Device Letters*, Vol. 13, No. 9, 454-456, september 1992
- [22] D. Moser, H. Baltes, "A high sensitivity CMOS gas flow sensor based on an N-Poly/P-Poly thermopile", *DSC-Vol.40*, 91-101, *Micromechanical Systems*, ASME 1992
- [23] P. Malcovati, "Cmos thermoelectric Sensors interfaces", Thesis submitted to the Swiss federal institute of technology Zurich
- [24] M. Boutchich, "Microcapteurs de rayonnement infrarouge en technologie silicium", Thèse de doctorat USTL, décembre 2002
- [25] S. Sakly, "Etude et réalisation de microcapteurs radiatifs infrarouges en technologies couches minces à structure distribuée périodique", Thèse de doctorat USTL, juin 1998
- [26] D.H.StJohn, A.K. Dahle, M.A. Easton, J.E.C. Hutt and N.L.M. Veldman, "Solidification of Hypoeutectic Aluminium-Silicon Alloys". *Materials forum* (1999), p. 137-152
- [27] M. Aithammouda, K. Ziouche, M. Haffar, P. Godts, D. Leclercq, "Etude du pouvoir thermoélectrique des couches de polysilicium dopées N et P de 20 à 450 °C. MejecSTIC 2005 (Prix du meilleur article court)
- [28] M.Boutchich, K. Ziouche, P. Godts, D. Leclercq,"Characterization of phosphorus and boron heavily doped LPCVD polysilicon films in the temperature range 293-373K". *IEE Electronic Device Letter*, Vol. 23, N°3, p. 139-141(2002)
- [29] C. Rossi, P. Temple-Boyer, D. Esteve,"Realisation and performances of thin SiO<sub>2</sub>/SiN<sub>x</sub> membrane for microheater applications", *LAAS Report N° 97008*, January 1997
- [30] D. L. Smith, "Plasma deposition of SiN<sub>x</sub>H<sub>y</sub> : 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

## ***CONCLUSION GENERALE***

Les travaux rapportés dans ce mémoire ont conduit à la mise au point d'une nouvelle génération de microcapteurs de flux thermique entièrement réalisés en technologie silicium. Ces microfluxmètres ont déjà fait l'objet d'un dépôt de brevet Européen cofinancé par l'ANVAR et le CNRS.

Compte tenu du procédé de fabrication standard mis au point à l'IEMN, ces capteurs peuvent être produits en grandes quantités et à faible coût ce qui permet de les intégrer dans des équipements grand public relevant de nombreux domaines tels que l'électroménager, la domotique et l'automobile.

De plus, ce type de microcapteur possède une excellente sensibilité et une bonne tenue en température (jusqu'à 500°C), ce qui permet également de le mettre en oeuvre dans des applications scientifiques ou industrielles très exigeantes. Par ailleurs, en raison de sa très faible résistance thermique de l'ordre de 0.2 K/W pour une surface de 5x5 mm<sup>2</sup> et une épaisseur de 400 µm, il perturbe très peu l'environnement thermique du corps sur lequel il est fixé. Son temps de réponse est de l'ordre de 10 ms.

La structure périodique de ce microfluxmètre thermique permet de le décliner sous différentes formes géométriques : surfaces rectangulaires, circulaires ou même quelconques afin de l'adapter aux applications visées. Sur des wafers d'épaisseur 400 µm, la surface minimale d'un capteur est d'environ 1mm<sup>2</sup>, la valeur maximale correspondant à la surface totale du wafer utilisable, soit 6x6 cm<sup>2</sup> pour la centrale de technologie de l'IEMN.

Pour parvenir à ces résultats, de nombreuses études ont été menées durant ce travail de Doctorat :

- Une modélisation complète du microcapteur validée par les résultats expérimentaux. Ce modèle permet de définir à l'avance la sensibilité et la résistance électrique d'un microfluxmètre en fonction des dimensions de chaque élément constitutif. Le modèle permet également de déterminer les caractéristiques géométriques d'un capteur optimisé pour obtenir une détectivité maximale.

- Une étude matériau poussée qui a permis d'optimiser les propriétés thermophysiques et thermoélectriques du silicium poreux et de la thermopile réalisés en centrale de technologie. A cette fin, un dispositif original permettant de mesurer la conductivité thermique de la couche de silicium poreux a été développé au laboratoire.

- Une étude détaillée du procédé de fabrication, avec pour objectif principal de maîtriser parfaitement chaque étape et d'en minimiser le nombre. Les étapes nécessitant des matériels hauts de gamme disponibles à l'IEMN ont pu être remplacées par d'autres afin de faciliter le transfert de technologie vers une fonderie de silicium moins bien équipée.

- Une étude comparative entre deux méthodes de mesure de la sensibilité des capteurs a été menée en gardant à l'esprit les critères essentiels au transfert possible du banc de mesure en milieu industriel.

Afin de montrer que ces microcapteurs permettent d'introduire de nouvelles fonctionnalités dans les équipements et produits existants, des prototypes assortis de notes d'application ont été fournis pour évaluation à plusieurs sociétés telles que SEB pour l'électroménager, SOMFY pour la domotique, KSB pour intégration dans ses systèmes de pompage.

De plus, des applications innovantes, telles que la mesure de la chaleur latente d'évaporation de gouttes de liquides, mesure de température sans contact en milieu non propre, détection de présence humaine ont été publiées ou présentées lors de récents congrès : SENSOR 2007 à Nuremberg et le Congrès 2007 de la Société Française de Thermique. Des démonstrateurs semi-industriels sont en cours de réalisation dans le cadre du label « CARNOT » récemment obtenu par l'IEMN.

Par ailleurs, des collaborations ont été établies avec différents laboratoires en vue de mettre en évidence l'intérêt de ces microcapteurs dans d'autres domaines scientifiques : d'une part, en sonochimie avec le laboratoire DTI de l'Université de REIMS, afin de mesurer en temps réel la puissance dissipée par un transducteur ultrasonique lors de la synthèse électrochimique de nanopoudres ; d'autre part, dans le domaine du textile avec l'ESTIT/ HEI, dans le but de caractériser les propriétés d'évaporation de différents textiles.

D'autres champs d'applications restent encore à explorer notamment celui des Sciences de la Nature et de la Vie pour lesquels la mesure en temps réel d'infimes quantités de chaleur nous semble prometteuse. Dans ce cas il faudra probablement étudier les problèmes posés par une miniaturisation très poussée des microfluxmètres thermiques.

Il reste également à évaluer le potentiel de tels microcapteurs pour constituer des microsources d'énergie électrique capables d'exploiter des transferts de chaleur à basse température. Dans cette perspective de nouvelles études structurelles sont en cours afin de diminuer fortement la résistance électrique interne du capteur tout en préservant sa sensibilité.

## ***ANNEXES***

## ANNEXE 1 : Fiches techniques fluxmètres



### BF Heat Flux Transducer Advantages

- Low profile.
- Flexibility – small bend radius.
- Low thermal resistance – little effect on measured parameter.
- Equal sensitivity for measuring heat flow in both directions.
- Output proportional in magnitude and polarity to heat flux.
- Optional thermocouple (for temperature measurement ) available.

**Construction:** This transducer measures the rate of thermal energy flow per unit area (heat flux). When heat flows into or out of the transducer surface, a small temperature difference develops across the thermal resistance of the transducer thermopile. Each thermocouple pair of the thermopile produces a voltage proportional to heat flux. The total voltage across the thermopile is the sum of these voltages and indicates the direction and magnitude of heat flux.



Photo: BF-03

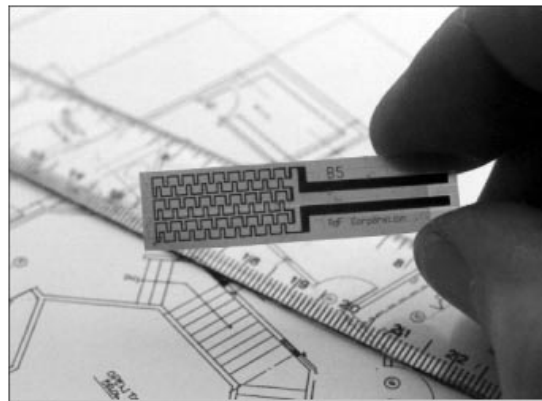
	BF-02	BF-03	BF-04	BF-05	BF-06	BF-07
Size	1x1cm	5.1x5.1 cm	2.5x2.5 cm	1x1 cm	5.1x5.1 cm	2.5x2.5 cm
Active area	0.82x0.716cm	4.7x4.77 cm	2.18x2.18 cm	0.82x0.716cm	4.7x4.77cm	2.18x2.18cm
Sensitivity	1 mV/W/cm <sup>2</sup>	50 mV/W/cm <sup>2</sup>	10 mV/W/cm <sup>2</sup>	0.5 mV/W/cm <sup>2</sup>	25 mV/W/cm <sup>2</sup>	5 mV/W/cm <sup>2</sup>
Thermal Conductivity	0.25 W/m <sup>2</sup> K			0.62 W/m <sup>2</sup> K		
Thickness	0.25mm (adhesive tape adds 0.127mm)			0.20 mm (adhesive tape adds 0.127 mm)		
Max. Temp	150° C continuous, 200° C intermittent			175° C continuous, 270° C intermittent		
Response Time	0.9 sec.					
Min. Bend Radius	30 mm (adhesive that is supplied will hold sensor at 60 mm)					





## INDUSTRIAL/COMMERCIAL MICRO-FOIL HEAT FLUX SENSOR MODEL 27160

The RdF Model 27160 Heat Flux Sensor is a differential thermopile. Heat passing through a calibrated polyimide membrane produces a small temperature differential (see thermal impedance feature). The signal is proportional to the difference in temperature and the number of junctions in the thermopiles.



### Features

- **Low thermal impedance:** 0.007°F·BTU/(ft<sup>2</sup>·hr)
- **High sensitivity:** 2.6mV/BTU/(ft<sup>2</sup>·hr)
- **Fast response:** 0.13 sec
- **Temperature range:** -300 to +300°F
- **Thickness:** 0.007 in.

### Applications Include

- HVAC
- Medical
- Structural Analysis
- Equipment Analysis
- Safety

RdF's new low cost planar heat flux sensor self-generates an interchangeable, linear mV measurement of heat flux in or out by all modes: convection, conduction or radiation. Output polarity defines the direction of the net total heat flux measured at up to 150°C. Exclusive features include the interchangeable mV output and a conformable, sealed configuration for lamination or surface mounted application. Edge connections can be soldered. Adhesive backing and addressable wide area sensor arrays are available. Temperature control can be enhanced by reacting to heat flux changes detected before temperature can change. Building controls systems can add real time reaction to solar and wind loads.

RdF's Micro-Foil® Heat Flux Sensors feature true iso-thermal properties. Thermal losses are kept to a minimum and highly accurate readings are obtainable because of their extremely thin construction (Low thermal impedance). The mV or mV output is proportional to the heat flux passing through the sensor thickness. Their sensitivity is controlled by the thickness of the thermal barrier and the number of thermocouple junctions within the sensor.

# Captec

Entreprise ®

## Flux Thermique

( [Accueil](#) [Plan du Site](#) )



Capteurs de flux thermique

Le capteur de flux thermique est réalisé à la demande, de dimensions et de formes sur mesure.

Il produit une tension positive ou négative dépendant de l'orientation du flux thermique.

Le signal est généré par le flux, ce capteur ne nécessite pas d'alimentation électrique.

N'hésitez pas à nous contacter afin de définir le produit adapté à votre application !

### Avantages

- Mesure un bilan thermique
- Epaisseur: de l'ordre de 420  $\mu\text{m}$
- Dimensions: de 5x5mm à 250x250mm, forme sur demande
- Sensibilité: de l'ordre de 3 mV/(W/cm<sup>2</sup>) pour un capteur de 1 cm<sup>2</sup>
- Résistance électrique: 20 Ohm par cm<sup>2</sup> de capteur ( faible impédance ! )
- Temps de réponse: 150 ms
- Option: Thermocouple intégré type T
- Rigide ou Flexible ( rayon de courbure supérieur à 1 cm)
- Tenue en température: 200°C, **pas de dérive en température**
- Sensibilité linéaire par rapport au flux
- Connexions: fils PTFE, **ne nécessite pas de fils compensés**
- Zone de connexion plate et longue pour éviter la surépaisseur due aux fils, au niveau de la zone de mesure (permet de placer le capteur entre deux surfaces planes)

### Ordres de grandeur

dimensions ( mm )	Résistance électrique ( Ohm )	Sensibilité $\mu\text{V}/( \text{W}/\text{m}^2 )$	Sensibilité $\text{mV}/( \text{W}/\text{cm}^2 )$
10x10	20	0,3	3
50x50	200	7,5	75
100x100	800	30	300
diamètre 30	60	2	20
15x130	150	6	60



## HFP01 HEAT FLUX PLATE / HEAT FLUX SENSOR

*HFP01 is the world's most popular sensor for heat flux measurement in the soil as well as through walls and building envelopes. By using a ceramics-plastic composite body the total thermal resistance is kept small.*

HFP01 serves to measure the heat that flows through the object in which it is incorporated or on which it is mounted. The actual sensor in HFP01 is a thermopile. This thermopile measures the differential temperature across the ceramics-plastic composite body of HFP01. Working completely passive, HFP01 generates a small output voltage proportional to the local heat flux. Using HFP01 is easy. For readout one only needs an accurate voltmeter that works in the millivolt range. To calculate the heat flux, the voltage must be divided by the sensitivity; a constant that is supplied with each individual instrument. HFP01 can be used for in-situ measurement of building envelope thermal resistance (R-value) and thermal transmittance (H-value) according to ISO 9869, ASTM C1046 and ASTM 1155 standards.

Traceability of calibration is to the "guarded hot plate" of National Physical Laboratory (NPL) of the UK, according to ISO 8302 and ASTM C177. A typical measurement location is equipped with 2 sensors for good spatial averaging. If necessary two sensors can be put in series, creating a single output signal.

If measuring in soil, in case a more accurate measurement is needed the model HFP01SC should be considered.

See also models HFP03 and the PU series.

### HFP01 SPECIFICATIONS

Sensitivity (nominal):	50 $\mu\text{V}/\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$
Temperature range:	-30 to +70 $^{\circ}\text{C}$
Sensor thermal resistance:	$< 6.25 \cdot 10^{-3} \text{K}\cdot\text{m}^2/\text{W}$
Range :	+2000 to -2000 $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$
Calibration traceability:	NPL, ISO 8302 / ASTM C177
Expected typical accuracy: (12hr totals)	within +5/- 15% in most common soils, within +5/ -5 % on walls

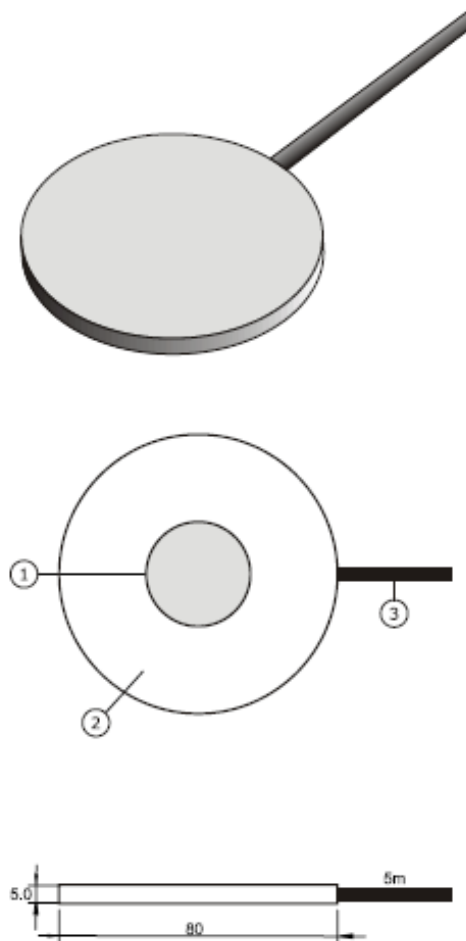
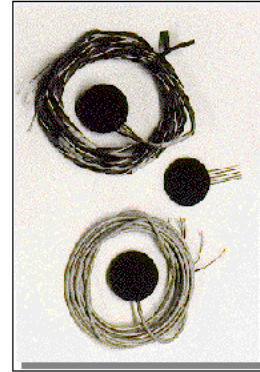


Figure 1 HFP01 heat flux plate dimensions: (1) sensor area, (2) guard of ceramics-plastic composite, (3) cable, standard length is 5 m. All dimensions are in mm.

Universal HEAT FLOW SENSOR

Features:

- Direct Heat Flux Readout.
- Measures Bidirectional Heat Flow.
- Sensitivity unaffected by Vacuum.
- Self-generating output - requires no Amplifier nor Power Supply or Reference Junction.
- Easy to install - stick (glue) on or screw on.



**Heat Flux Range:** (0.10" thick models) 3000 BTU/ft high 2 --hr, 814 cal/cm high 2 --hr (0.062" thick modele) 4800 BTU/ft high 2 --hr 1302 cal / cm high 2 --hr

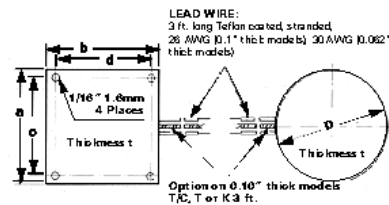
**Time Constant:** (0.10" thick modele) 14 sec. (0.062" thick modele) 5 sec.

**Operating Temperature:** (-) 325° F to 400° F (-)198°C to 204°C

**Thermal Conductivity (mean):** 3 BTU/hr --ft high 2 --°F/in

**Accuracy:** ± 2%

**Linearity:** ± 1%

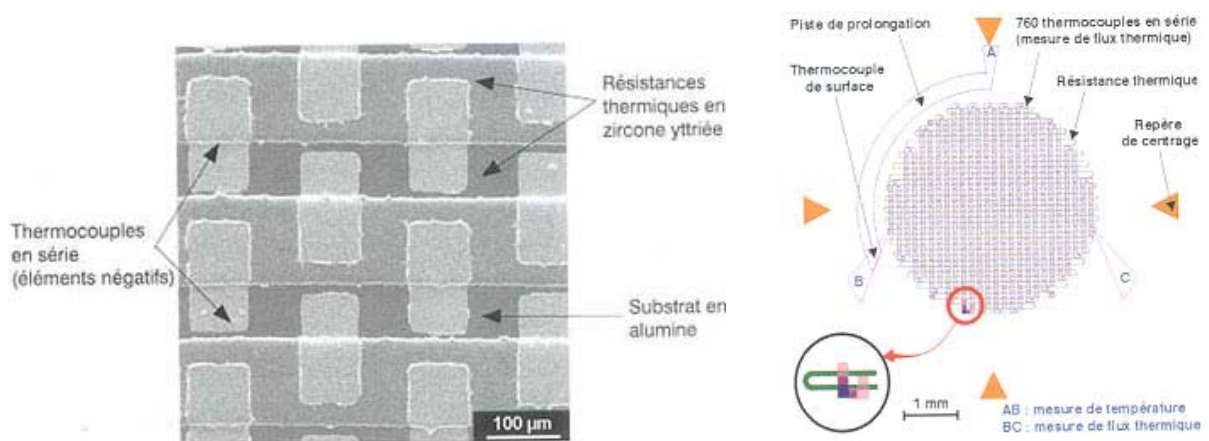


Model	F-080-4	F-040-4	F-020-4	F-010-4	F-070-2	F-035-2	F-018-2	FR-025-4	FR-050-2	F-002-4
(BTU/ft <sup>2</sup> -hr)/mV	80	40	20	10	70	35	18	25	50	2
(cal/cm <sup>2</sup> -hr)/mV	21.7	10.8	5.4	2.7	19.0	9.5	4.9	6.8	13.6	0.54
Max. Impedance Ohms	20	80	160	280	130	260	450	100	250	1600
Max. Temp. °F	250 a 400	250 a 400	250	250	250 a 400	250	250	250	250	250
°C	120 200	120 200	120	120	120 200	120	120	120	120	120
inch	0.62	0.62	1.00	1.38	0.62	1.00	1.38	-	-	2.75
mm	15.8	15.8	25.4	35.1	15.8	25.4	35.1	-	-	69.9
inch	1.0	1.0	1.0	1.38	1.00	1.00	1.38	-	-	2.75
mm	25.4	25.4	25.4	35.1	25.4	25.4	35.1	-	-	69.9
inch	0.48	0.48	0.85	1.125	0.48	0.85	1.125	-	-	2.50
mm	12.2	12.2	21.6	28.6	12.2	21.6	28.6	-	-	63.5
inch	0.75	0.75	0.85	1.125	0.75	0.85	1.125	-	-	2.50
mm	19.1	19.1	21.6	28.6	19.1	26.1	28.6	-	-	63.5
inch	0.10	0.10	0.10	0.10	0.062	0.062	0.062	0.10	0.062	0.125
mm	2.54	2.54	2.54	2.54	1.58	1.58	1.58	2.54	1.58	3.17
inch	-	-	-	-	-	-	-	1.00	1.00	-
mm	-	-	-	-	-	-	-	25.4	25.4	-

## ONERA (capteur non commercialisé)

**Auteurs:** KAYSER P.;RODRIGUES M.;GODEFROY J.C.

- **Titre original:** Thin gradient heat fluxmeters developed at ONERA.
- **Titre traduit:** Fluxmètres thermiques à gradient et à structure mince développés à l'ONERA.
- **Titre de congrès:** Workshop ONERA "New Trends in Instrumentation for Hypersonic research
- **Lieu de Congrès:** FAUGA-MAUZAC
- **Dates de Congrès:** 27 avril - 1 mai 1992
- **Année:** 1992
- **Mots clés:** FLUXMETRE THERMIQUE; FLUXMETRE A GRADIENT; FLUXMETRE MINCE; ETALONNAGE; FILM MINCE



## ***ANNEXE 2 : Analyses SIMS***

La Spectrométrie de masse à ionisation secondaire, est un procédé d'analyse de surface connu sous le nom de SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry). Il consiste à bombarder la surface de l'échantillon à analyser avec un faisceau d'ions. L'échantillon est alors pulvérisé, et une partie de la matière pulvérisée est ionisée. Ces ions secondaires sont alors accélérés vers un spectromètre de masse qui permettra de mesurer la composition élémentaire ou isotopique de la surface de l'échantillon.

Le SIMS permet d'obtenir des détections limite d'éléments trace entre  $10^{12}$  et  $10^{16}$  atomes/cm<sup>3</sup>. Du fait de la pulvérisation de la surface de l'échantillon, la technique permet la reconstitution de "profils en profondeur" jusqu'à une profondeur de 10 micromètres. Lorsque le faisceau primaire a une énergie d'impact inférieure à 500eV, la résolution en profondeur est de l'ordre du nanomètre [1]

En imagerie par balayage, certains instruments permettent d'obtenir une résolution latérale meilleure que 50 nanomètres.

Pour des expérimentations d'une thèse de notre laboratoire [2] des analyses SIMS ont été faites au laboratoire de Physique des Solides et de Cristallogénèse de Meudon montrent, qu'avant recuit, les films de référence ont bien le maximum de la gaussienne à la moitié de l'épaisseur (figure 1 & 2).

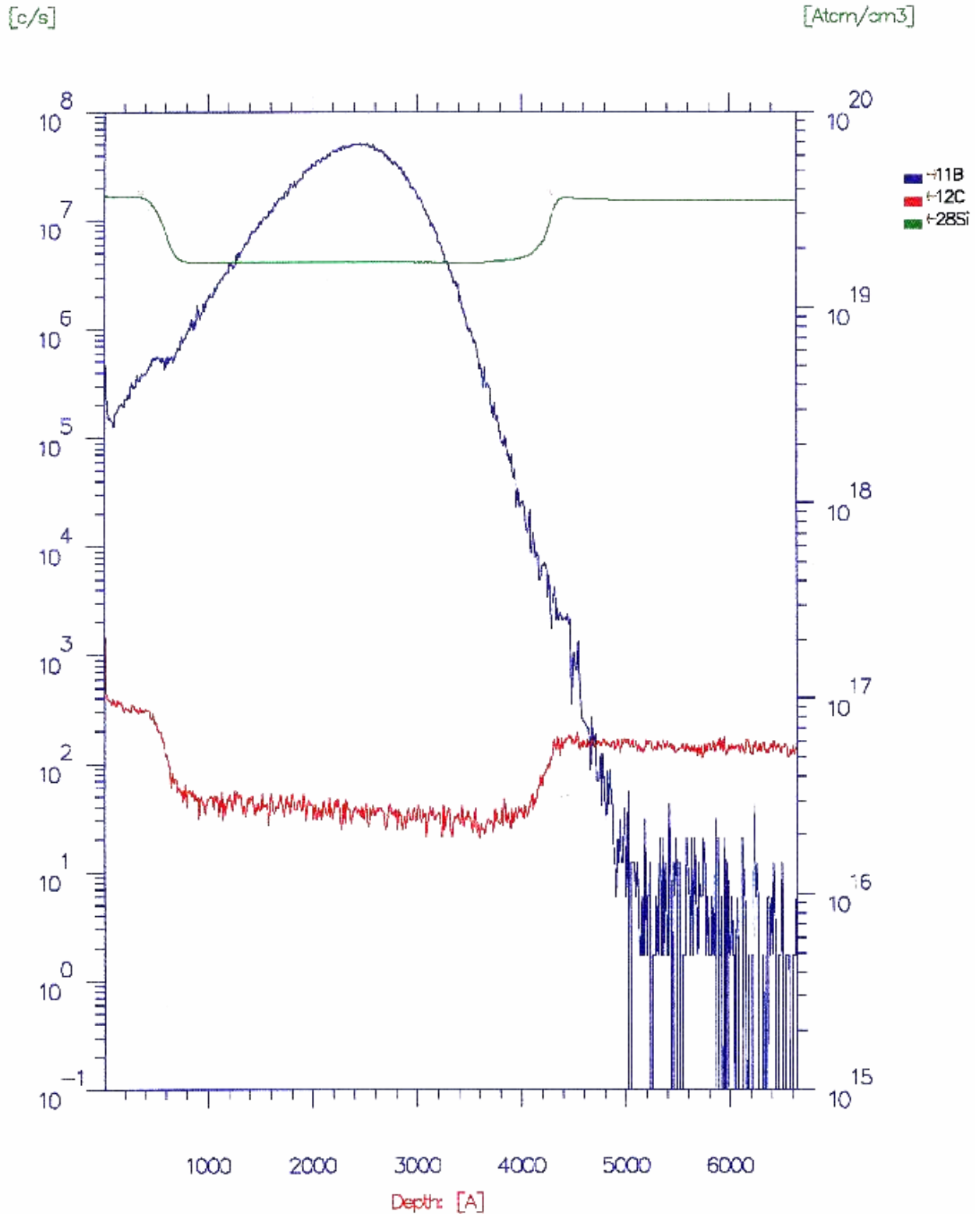


Figure 1 : Profil d'implantation du bore dans le polysilicium sans recuit d'activation. Analyses SIMS réalisés par le Laboratoire de Physique des Solides et de Cristallogénèse de Meudon

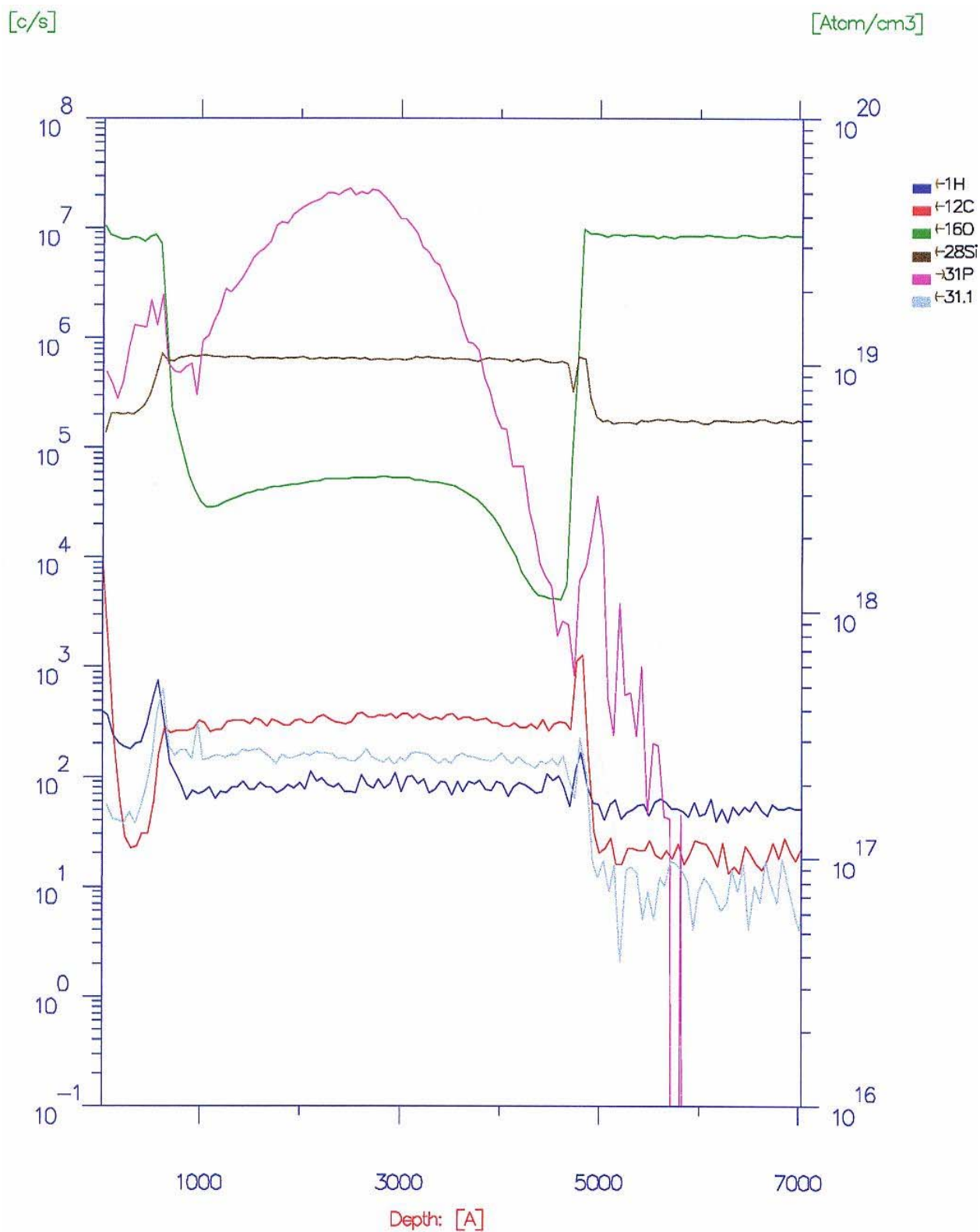


Figure 2 : Profil d'implantation du phosphore dans le polysilicium sans recuit d'activation. Analyses SIMS réalisés par le Laboratoire de Physique des Solides et de Cristallogénèse de Meudon



### Recuit d'activation

Le phénomène de diffusion est un phénomène très général dans la nature, qui correspond à la tendance à l'étalement d'espèces, particules, atomes ou molécules grâce à une excitation énergétique apportée par la chaleur. Suivant le milieu dans lequel se déplacent ces espèces, l'étalement sera plus ou moins grand. A température ambiante le phénomène de diffusion sera très important dans un milieu gazeux, plus faible dans un milieu liquide et pratiquement nul dans un milieu solide. Pour obtenir un phénomène de diffusion dans un solide ou un cristal, il faudra chauffer le matériau à des températures voisines de 1000°C. Deux types de recuits existent : le recuit rapide RTA (Rapid Thermal Annealing) et le recuit long. Le RTA ne permet que l'activation électrique des espèces alors que le recuit de diffusion va permettre aux impuretés en plus de l'activation électrique de migrer à travers l'épaisseur de la couche et d'uniformiser le profil de dopage. Plusieurs recuits ont été effectués en mesurant l'évolution de la résistance carrée de la couche. Des analyses SIMS ont été faites sur les recuits présentant les résistances carrées les plus faibles.

Température (°C)	Temps	$R_{\square}$ ( $\Omega/\square$ )
1000	1 H	385
1000	30 min	357
1100	1 H	281
1100	10 min	255

Tableau 1 : Résistances carrées du polysilicium dopé Bore dosé à  $10^{15}$  at/cm<sup>2</sup> [2]

Température (°C)	Temps	$R_{\square}$ ( $\Omega/\square$ )
1000	1 H	1304
1000	30 min	1186
1100	1 H	713
1100	10 min	624

Tableau 2 : Résistances carrées du polysilicium dopé Phosphore dosé à  $10^{15}$  at/cm<sup>2</sup> [2]

L'analyse du recuit à 1100°C pendant 10 min, permet une diffusion uniforme sur toute l'épaisseur avec des résistivités moins élevées, tout en réduisant le budget thermique. C'est pourquoi nous avons choisi ce recuit.

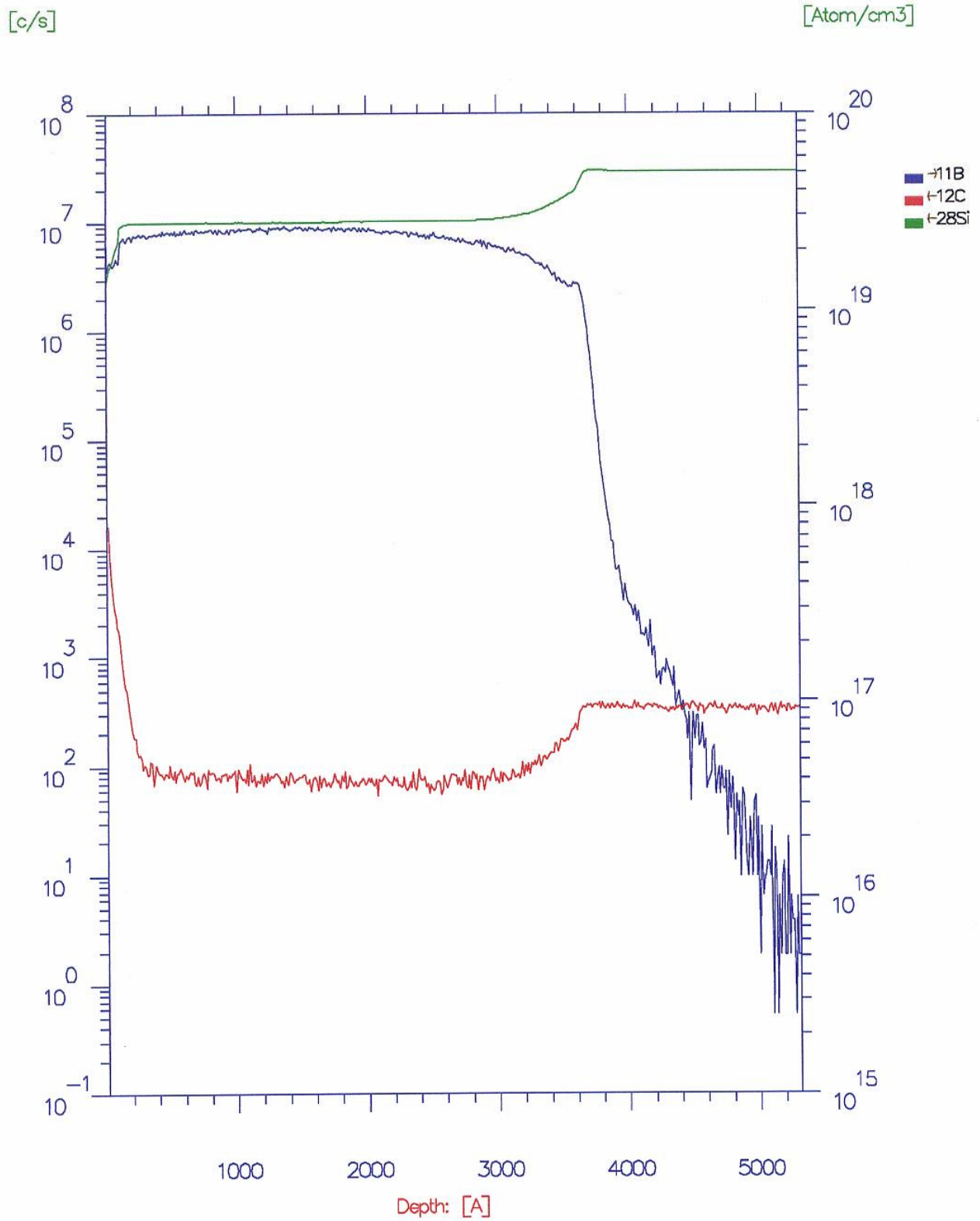


Figure 3 : Profil d'implantation du bore dans le polysilicium avec un recuit (1000°C, 1H). Analyses SIMS réalisés par le Laboratoire de Physique des Solides et de Cristallogénèse de Meudon

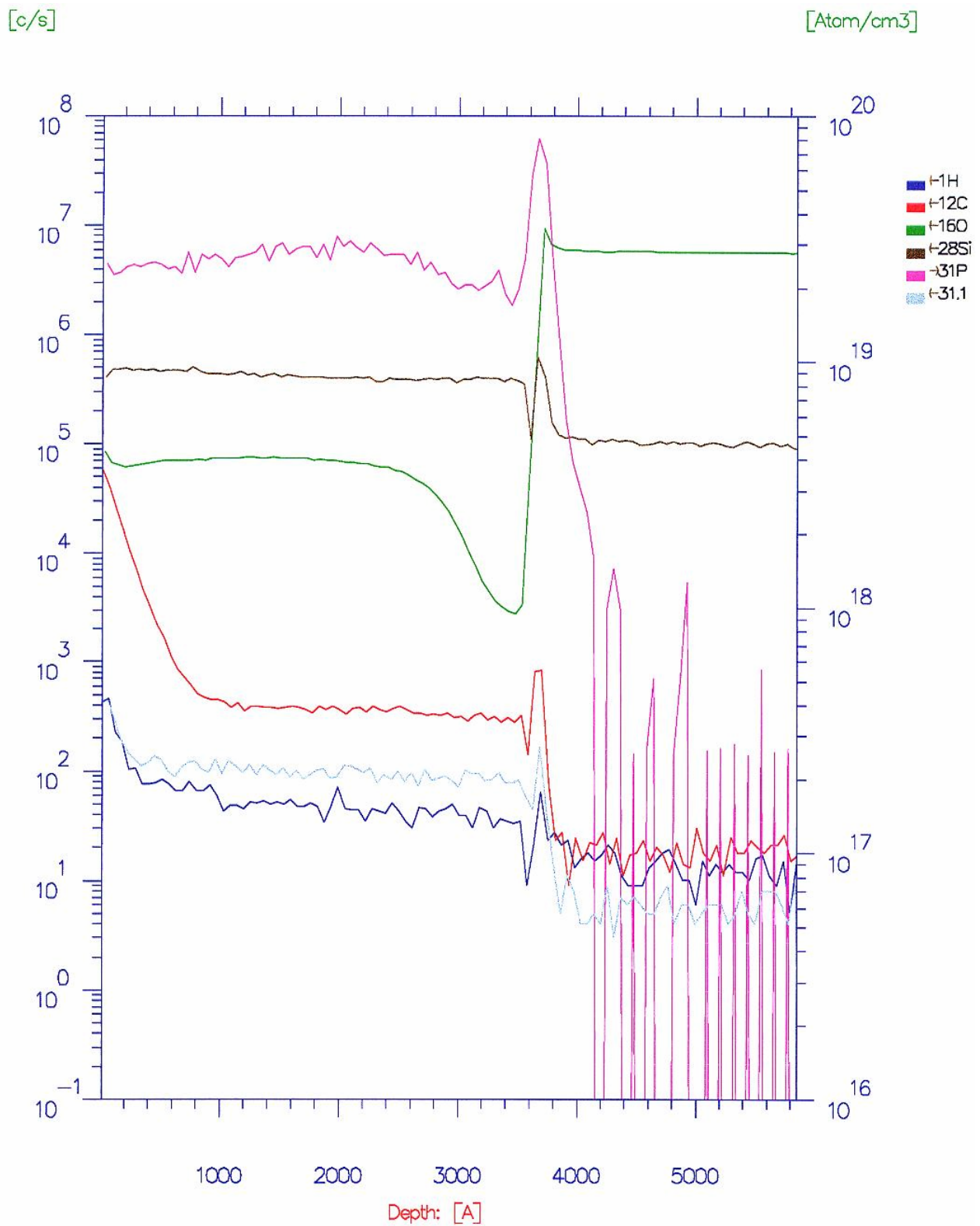


Figure 4 : Profil d'implantation du phosphore dans le polysilicium avec un recuit (1000°C, 1h). Analyses SIMS réalisés par le Laboratoire de Physique des Solides et de Cristallogénèse de Meudon

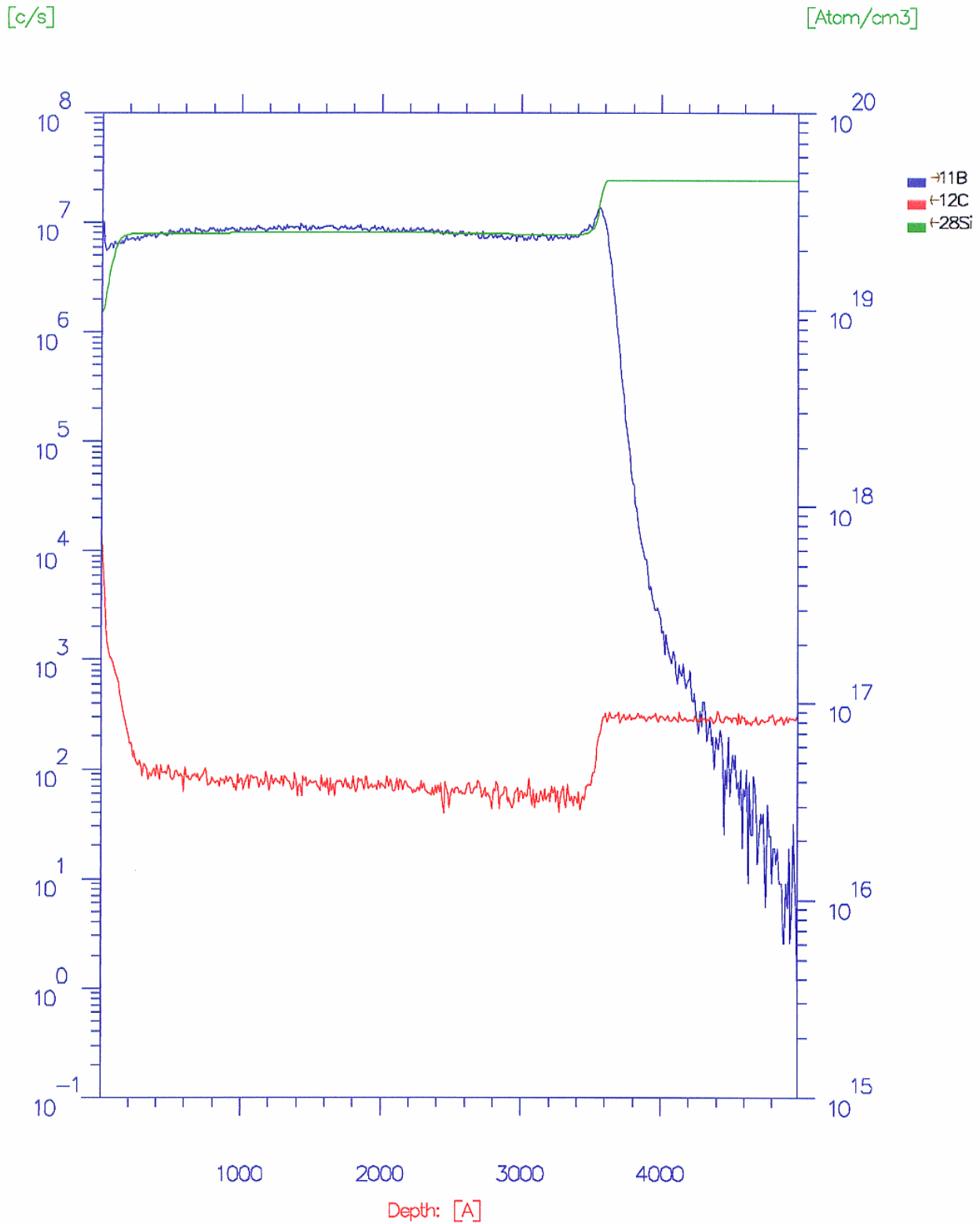


Figure 5 : Profil d'implantation du bore dans le polysilicium avec un recuit ( $1100^\circ\text{C}$ , 10 min). Analyses SIMS réalisés par le Laboratoire de Physique des Solides et de Cristallogenèse de Meudon

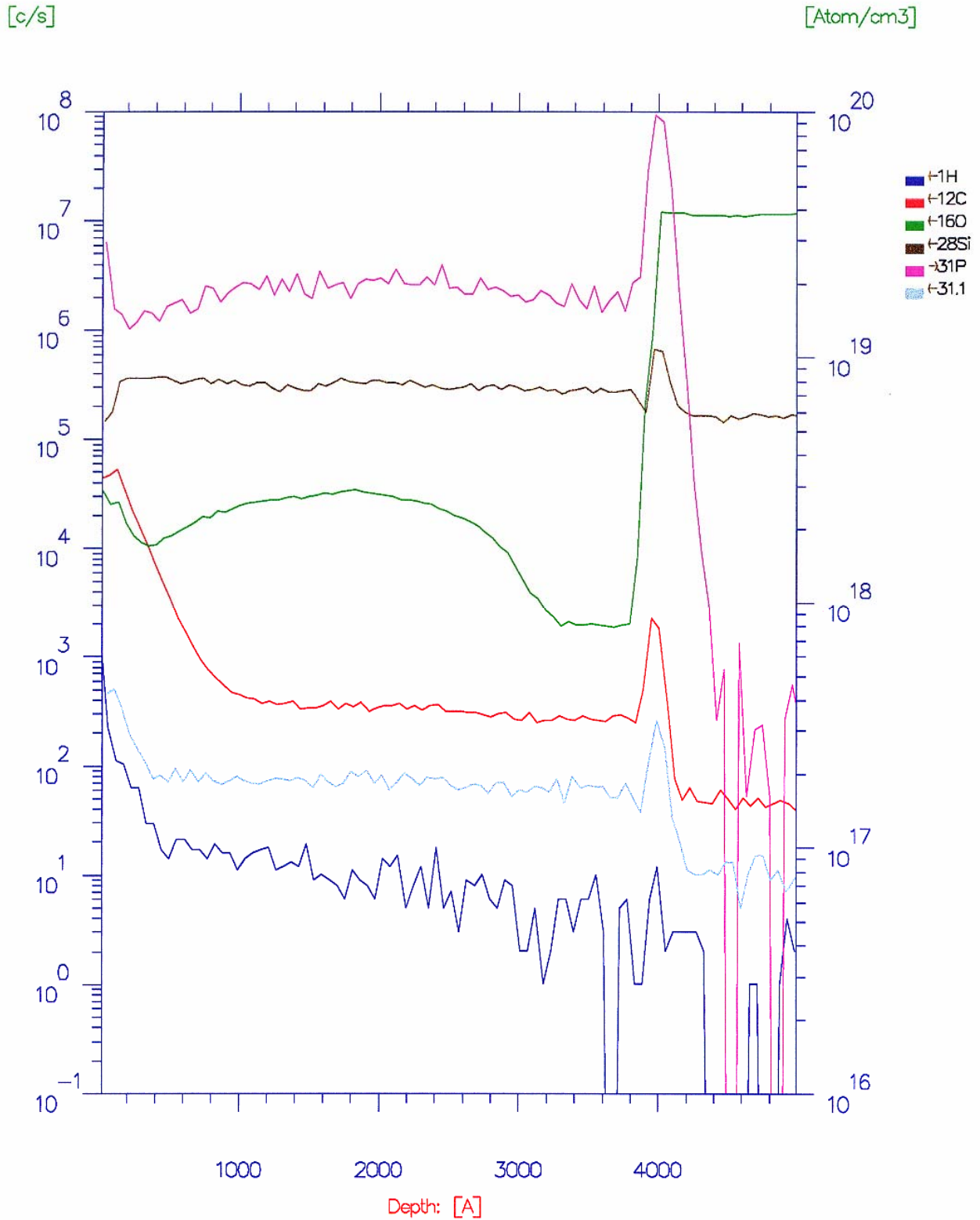
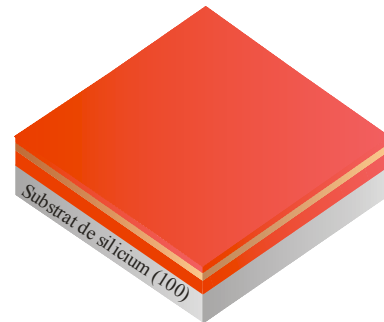


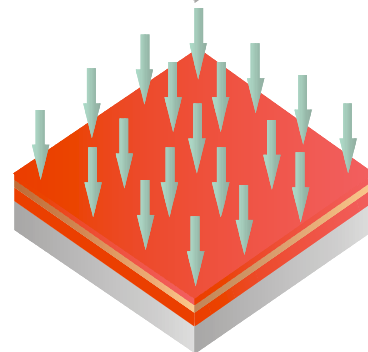
Figure 6 : Profil d'implantation du phosphore dans le polysilicium avec un recuit (1100°C, 10 min). Analyses SIMS réalisés par le Laboratoire de Physique des Solides et de Cristallogénèse de Meudon

## ***ANNEXE 3 : Réalisation technologique des plaquettes de mesure du pouvoir thermoélectrique***

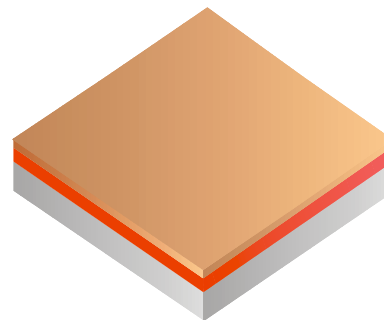
Dépôt de 1 $\mu$ m d'oxyde humide / 4500 Å de polysilicium / 500 Å d'oxyde sec



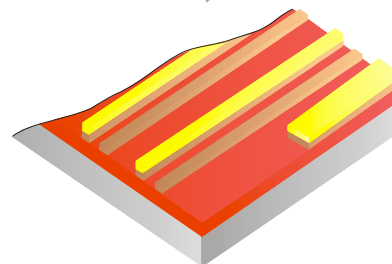
Implantation Bore à 70keV ou Phosphore à 180 keV et recuit d'activation pour diffusion des espèces implantées



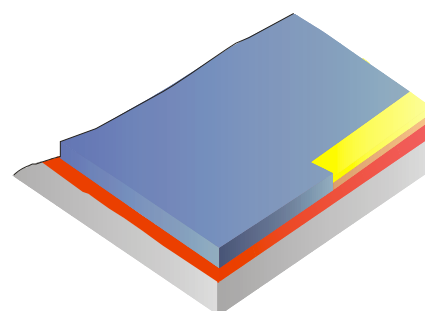
Enlèvement de la couche d'oxyde et gravure RIE du polysilicium dopé, création du premier thermoélément



Dépôt du deuxième thermoélément 100 Å titane / 1500 Å aluminium / 400 Å nickel / 1000 Å d'or



Dépôt de 1000 Å de nitrure en PECVD et gravure RIE pour dégagement des plots de contact



*Figure 7 : Etapes de fabrication des thermopiles de test en microtechnologies*

La technique de l'implantation ionique consiste à ioniser puis accélérer par un champ électrostatique des atomes ou des molécules ionisées, et à les diriger sur la cible. Ces espèces ionisées sont généralement accélérées à des énergies comprises entre quelques centaines d'eV à plusieurs MeV. La profondeur de pénétration de l'ion est principalement contrôlée par cette énergie d'implantation et par la charge et la masse de l'ion implanté. La machine disponible à l'IEMN est un bâti moyen courant (1.5mA) EATON modèle GA3204 qui permet l'implantation d'espèces telles que l'arsenic, le gallium, le carbone, le silicium, le bore, le phosphore à doses et énergie relativement élevées (figure 8).

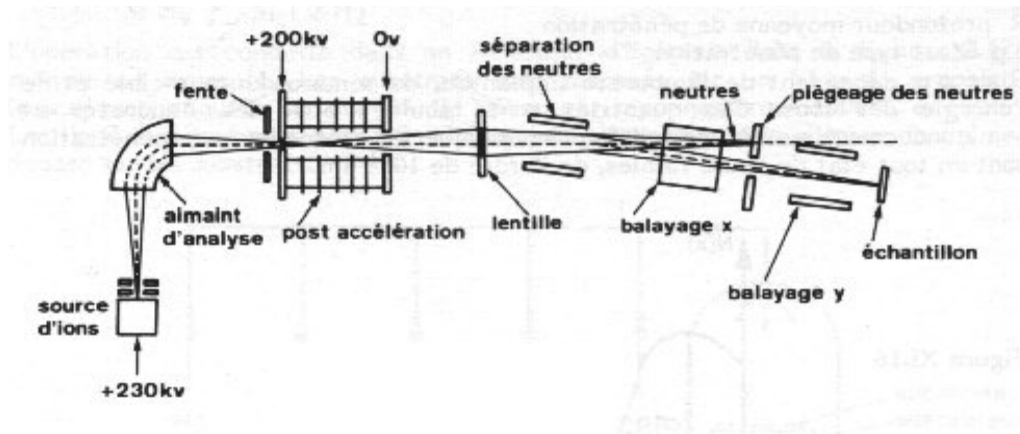


Figure 8 : Schéma d'un implantateur ionique [3]

Au cours de ce processus, les ions accélérés vont subir de nombreuses collisions avec des atomes de la cible, et subir une perte graduelle d'énergie jusqu'à être arrêtés par la matrice des atomes de la cible. L'implantation ionique permet de connaître les caractéristiques du profil d'impuretés de manière précise. La profondeur d'implantation est directement liée à l'énergie du faisceau incident. La quantité de dopants est, quant à elle, contrôlée par la mesure du courant d'ions du faisceau et le temps d'exposition au faisceau [4].

L'inconvénient majeur à l'implantation ionique est du à la pénétration aléatoire des ions, qui provoque des défauts dans le réseau cristallin. La répartition des ions se fait selon une loi de probabilité gaussienne (figure 9). Pour y remédier, on procède à un recuit au cours duquel l'agitation thermique permet aux éléments dopants de prendre une position de substitution.

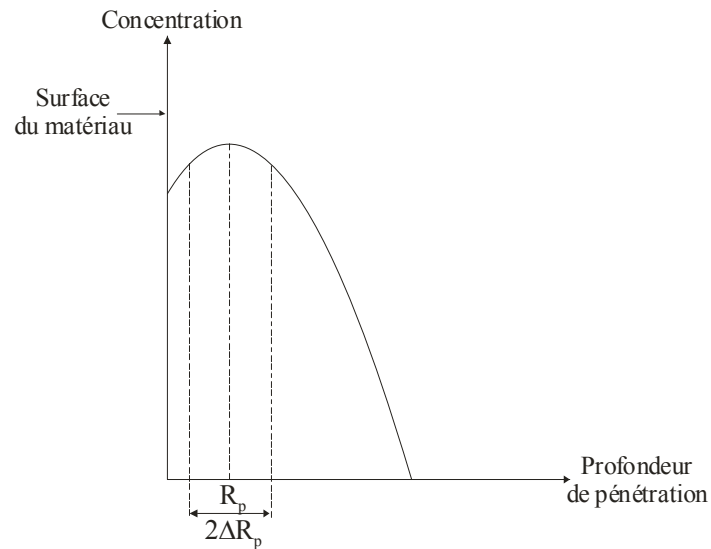


Figure 9 : Profil de dopage après implantation ionique

Pour des raisons technologiques, notre choix s'est porté sur le phosphore et le bore pour les implantations N et P respectivement. De manière générale, le profil de dopage obéit à la loi :

$$n(x) = \frac{\text{Dose implantée}}{\sqrt{2\pi} \cdot \Delta R_p} \cdot \exp \left[ - \left( \frac{x - R_p}{\sqrt{2} \cdot \Delta R_p} \right)^2 \right] \quad (\text{A.1})$$

$n$  : concentration en donneur ou accepteur en  $\text{at}/\text{cm}^3$   
 $R_p$  : profondeur de pénétration des ions  
 $\Delta R_p$  : distribution de la gaussienne

Un logiciel développé par IBM, SRIM (Stopping and Range Ions in Matter) nous a servi pour simuler et déterminer la profondeur moyenne de pénétration des ions  $R_p$  et l'ouverture du profil de distribution  $\Delta R_p$ . Cela nous a permis de déterminer l'énergie de bombardement de manière à ajuster le maximum de la gaussienne à peu près au milieu du film de polysilicium.

La figure 10 nous donne l'ordre de grandeur des concentrations et la profondeur de pénétration des espèces implantées avant recuit pour le phosphore et le bore respectivement.



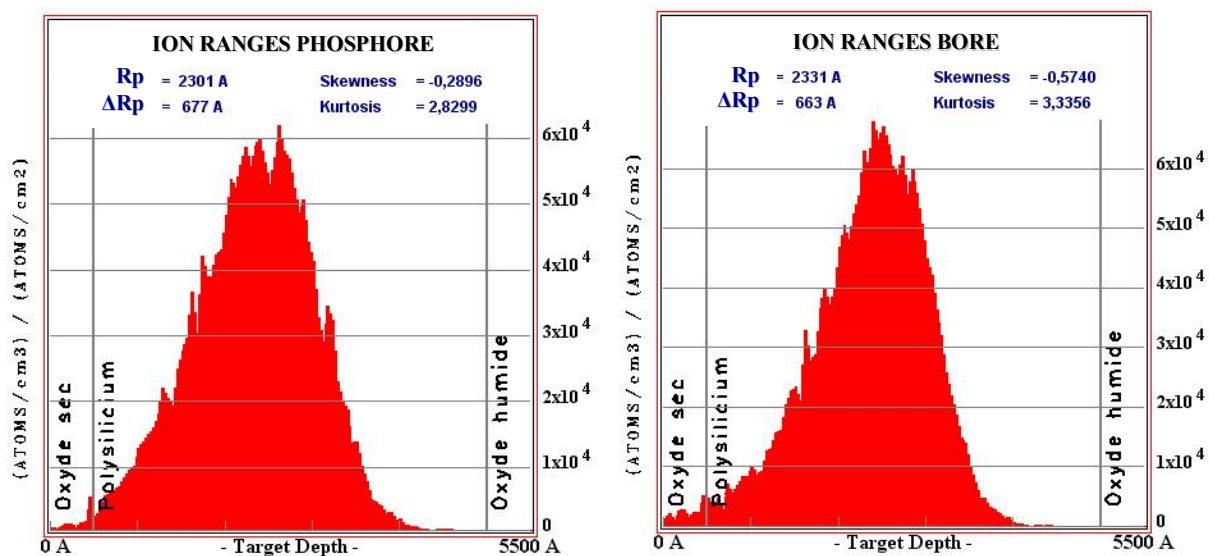


Figure 10 : Profil de concentration des espèces dans les couches avant recuit –Simulation SRIM

Avec ces simulations, nous avons pu choisir une énergie de bombardement des électrons de façon à avoir le maximum de la gaussienne à peu près au milieu du film polysilicium. Le tableau 3 résume les énergies utilisées et les profondeurs de pénétration moyenne.

Eléments	Energie (KeV)	$R_p$ (A°)	$\Delta R_p$ (A°)
Phosphore	180	2301	677
Bore	70	2331	663

Tableau 3 : Détermination  $R_p$  et  $\Delta R_p$  par rapport aux énergies choisies

Des analyses SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry) –annexe 2- ont été effectuées dans le cadre d'une thèse antérieure dans notre équipe [2]. Les analyses concordent bien avec nos simulations, à savoir le maximum de la gaussienne se trouve à peu près au milieu du film polysilicium avant recuit. Les mêmes analyses ont été refaite après un recuit optimisé à 1100°C pendant 10 min, nous montre une diffusion uniforme des espèces sur toute l'épaisseur du film et avec moins de résistivité.

[1] A. Benninghoven, F.G. Rüdenauer, H.W. Werner, "Secondary Ion Mass Spectrometry: Basic Concepts, Instrumental Aspects, Applications and Trends", Wiley, New York, 1987

[2] M. Boutchich, "Microcapteurs de rayonnement infrarouge en technologie silicium", Thèse de doctorat USTL, décembre 2002

[3] [http://perso.orange.fr/michel.hubin/physique/solide/chap\\_s4.htm](http://perso.orange.fr/michel.hubin/physique/solide/chap_s4.htm)

[4] M. Hernandez, "Procédé laser de réalisation de jonctions ultra-minces pour la microélectronique silicium : étude expérimentale, modélisation et tests de faisabilité". Thèse de doctorat Université d'Orsay, mai 2005

## ***LISTE DES FIGURES ET TABLEAUX***



**Liste des figures**

**Introduction Générale**

- Figure 11 : Portrait de Lavoisier : remerciements à the Blocker History of Medecine Collections, The University of Texas Medical Branch, Galveston, Texas, USA  
Figure 12 : Mémoire sur la chaleur. Remerciements au Centre de Recherche en Histoire des Sciences et des Techniques (CRHST Unité Mixte de Recherche n° 2139 CNRS/Cité des Sciences)

**Chapitre I**

- Figure 1 : Capteur de flux thermique disposé sur la surface d'un corps  
Figure 2 : Vue écorchée d'un capteur de flux thermique « Captec » en technologie feuilles minces  
Figure 3 : Vue en coupe et éclatée d'une partie du capteur de flux thermique « Captec » (les épaisseurs de colle n'ont pas été représentées)  
Figure 4 : Principe de fonctionnement d'un capteur de flux thermique (Captec)  
Figure 5 : Photographie en coupe du profil d'un caisson de silicium poreux  
Figure 6 : Thermopile en « damier » et silicium poreux en « bandes »  
Figure 7 : Structure d'un microcapteur de flux thermique en technologie silicium  
Figure 8 : Dimensionnement du microcapteur de flux  
Figure 9 : Vue en coupe de la structure d'un microfluxmètre en technologie silicium  
Figure 10 : Homogénéisation des couches superficielles du microcapteur  
Figure 11 : Vue en coupe du microcapteur suivant une piste thermoélectrique  
Figure 12 : Cellule élémentaire de modélisation  
Figure 13 : Résultats de modélisation d'une demi-cellule  
Figure 14 : Résultats de modélisation d'une cellule complète  
Figure 15 : Paramètres dimensionnels d'optimisation  
Figure 16 : Evolution de  $r_{th}/L$  en fonction du rapport  $x = L_{por}/L$  pour des longueurs de cellules  $L$  comprises entre 100 et 1000  $\mu\text{m}$ - épaisseur poreux = 50  $\mu\text{m}$ -  
Figure 17 : Evolution de  $r_{th}/L$  en fonction du rapport  $x = L_{por}/L$  pour des longueurs de cellules  $L$  comprises entre 100 et 1000  $\mu\text{m}$  – épaisseur poreux 100  $\mu\text{m}$ -  
Figure 18 : Evolution de  $r_{th}/L$  en fonction du rapport  $x = L_{por}/L$  pour des longueurs de cellules  $L$  comprises entre 100 et 1000  $\mu\text{m}$  – épaisseur poreux 150  $\mu\text{m}$ -  
Figure 19 : Evolution de  $r_{th}/L$  en fonction du rapport  $x = L_{por}/L$  pour des longueurs de cellules  $L$  comprises entre 100 et 1000  $\mu\text{m}$  – épaisseur poreux 200  $\mu\text{m}$ -  
Figure 20 : Evolution de  $r_{th}/L$  en fonction du rapport  $x = L_{por}/L$  pour des longueurs de cellules  $L$  comprises entre 100 et 1000  $\mu\text{m}$  – épaisseur poreux 300  $\mu\text{m}$ -  
Figure 21 : Evolution de  $r_{th}/L_{optimal}$  en fonction de l'épaisseur du silicium poreux  
Figure 22 : Aspect des caissons de silicium poreux (échelles x,y respectées)  
Figure 23 : Modélisation illustrant l'influence du blindage thermique  
Figure 24 : Influence de l'épaisseur du blindage thermique sur  $l$   
Figure 25 : Optimisation d'un capteur revêtu d'un blindage thermique ou collecteur d'épaisseur 5  $\mu\text{m}$

**Chapitre II**

- Figure 1 : Silicium avec caissons de silicium poreux  
Figure 2 : Schéma de la partie détection  
Figure 3 : Vue éclatée du fluxmètre thermique  
Figure 4 : Vue schématique en coupe d'une cellule d'anodisation simple pour la réalisation du silicium poreux

- Figure 5 : Photo de la cellule d'anodisation simple réalisée au laboratoire et schéma de principe
- Figure 6 : Vue schématique en coupe d'une cellule d'anodisation à double réservoirs pour la réalisation du silicium poreux
- Figure 7 : Photo de la cellule double réservoir AMMT<sup>®</sup>
- Figure 8 : Lignes de courant dans le wafer
- Figure 9 : Schéma de principe d'une tournette à capot ouvert
- Figure 10 : Photo au MEB d'un caisson de silicium poreux
- Figure 11 : Photographie d'un wafer déformé par la contrainte liée à l'oxydation du poreux
- Figure 12 : Traitement thermique d'oxydation du silicium poreux
- Figure 13 : Croissance de la couche de poreux oxydée
- Figure 14 : Croissance de la couche de poreux oxydé en fonction du temps de recuit de préoxydation (à 550 °C)
- Figure 15 : Caissons de silicium poreux oxydé réalisés dans un wafer de silicium
- Figure 16 : Schéma de principe d'un four LPCVD
- Figure 17 : Photos d'un four TEMPRESS
- Figure 18 : Process dépôt Nitrure
- Figure 19 : Configuration bout à bout de la thermopile en polysilicium dopé
- Figure 20 : Configuration plaquée de la thermopile en polysilicium dopé- métal
- Figure 21 : Schéma d'un bâti de gravure ionique
- Figure 22 : Schéma de principe d'une tournette à capot fermé
- Figure 23 : Vue en coupe de la thermopile avec la casquette après dépôt métallique
- Figure 24 : a. Schéma de principe d'un système de dépôt par évaporation                      b.Principe de l'évaporation par canon à électrons
- Figure 25 : Epaisseur de polyimide obtenue en fonction de la vitesse de rotation de la tournette (accélération = 4500 rpm/s, t=30s)
- Figure 26 : Cycle de recuit long de polymérisation du polyimide PI2732
- Figure 27 : Photo des plots de contact dégagés

### **Chapitre III**

- Figure 1 : Etat de surface d'un échantillon fabriqué avec moins de 30% d'éthanol
- Figure 2 : Mécanisme de formation du silicium poreux d'après Lehman et Gösele [8]
- Figure 3 : Echelle des tailles des réalisations par électrolyse du silicium d'après Canham et al.
- Figure 4 : Structure schématique du silicium nanoporeux
- Figure 5 : Structure schématique du silicium mésoporeux
- Figure 6 : Structure schématique du silicium macroporeux
- Figure 7 : Dissolution du silicium macroporeux
- Figure 8 : Photo au MEB sur la structure colonnaire du silicium mésoporeux
- Figure 9 : Le cycle d'oxydation du silicium poreux
- Figure 10 : Support des wafers utilisé pour les différentes réalisations en téflon
- Figure 11 : Photographie au MEB d'une couche de si-poreux à 60%
- Figure 12 : Porosité du silicium poreux p+ en fonction de la densité de courant dans l'électrolyte composé de 25 % d'HF, 50 % d'Ethanol
- Figure 13 : Variation de la porosité en fonction de la concentration en HF pour différentes densités de courant
- Figure 14 : Schéma représentatif d'un Microscope à Force Atomique (AFM)
- Figure 15 : Image par AFM de la surface du silicium poreux
- Figure 16 : Photographie au MEB de la surface d'un mésoporeux
- Figure 17 : Influence de la densité de courant sur la taille des pores

- Figure 18 : Photographie au MEB avec la taille des pores –silicium poreux réalisé avec une densité de courant de 80 mA/cm<sup>2</sup>
- Figure 19 : Evolution de la taille des pores en fonction de la concentration de l'HF –densité de courant 100 mA/cm<sup>2</sup>-
- Figure 20 : Mesure au MEB de l'épaisseur du silicium poreux – réalisé sur du silicium type p+, 30 mn d'anodisation
- Figure 21 : Profil de gravure du silicium poreux (fond et flancs)
- Figure 22 : Epaisseur du silicium poreux formé en fonction du temps d'anodisation pour deux densités de courant différentes dans un électrolyte composé de 27% d'HF et de 35% d'Ethanol
- Figure 23 : L'évolution de l'épaisseur du silicium poreux p+ en fonction de la densité de courant de formation dans un électrolyte composé de 27% d'HF et de 35% d'Ethanol
- Figure 24 : Dispositif de mesure de la conductivité thermique
- Figure 25 : Schéma et photographie de la pointe de mesure de conductivité thermique
- Figure 26: Schéma équivalent électrique du dispositif
- Figure 27 : Evolution de la différence de température en fonction de la puissance fournie
- Figure 28 : Principe de la modélisation numérique tridimensionnelle en coordonnées sphériques
- Figure 29 : Coupe thermographique AA' suivant l'épaisseur de l'échantillon
- Figure 30 : Ajustement de la surface de contact pointe/échantillon
- Figure 31 : Réseau de courbes paramétriques pour la détermination de la conductivité thermique
- Figure 32 : Conductivité thermique du silicium poreux pour différents échantillons d'épaisseurs voisines
- Figure 33 : Courbes illustrant l'évolution – du coefficient Seebeck  $\alpha$ ,
- Figure 34 : Schéma de la cellule thermoélectrique de mesure du pouvoir thermoélectrique
- Figure 35 : Dispositif de mesure sur céramique usinée
- Figure 36 : Banc de caractérisation du pouvoir thermoélectrique
- Figure 37 : Evolution du pouvoir thermoélectrique du Polysilicium dopé bore en fonction de la température
- Figure 38 : Evolution du pouvoir thermoélectrique du polysilicium dopé phosphore en fonction de la température
- Figure 39 : Evolution du pouvoir thermoélectrique du polysilicium dopé arsenic et bore (dose  $10^{16}$  at/cm<sup>2</sup>) en fonction de la température
- Figure 40 : Schéma de la résistance chauffante de caractérisation
- Figure 41 : Banc de mesure de la sensibilité du microfluxmètre
- Figure 42 : Tension délivrée par différents fluxmètres en fonction de la puissance injectée
- Figure 43 : Dispositif de mesure de la sensibilité du microfluxmètre par rayonnement
- Figure 44 : Photographie du banc de caractérisation du capteur
- Figure 45 : Tension délivrée par le microfluxmètre en fonction de la densité de flux net radiatif

*Liste des tableaux*

**Chapitre I**

Tableau 1 : Caractéristiques des différents fluxmètres thermiques commercialisés

**Chapitre II**

Tableau 1 : Caractéristiques des wafers de silicium utilisés

- Tableau 2 : Paramètres lithographiques pour la réalisation du silicium poreux
- Tableau 3 : Paramètres de réalisation du silicium poreux
- Tableau 4 : Paramètres de dépôt du polysilicium dopé « in situ »
- Tableau 5 : Paramètres lithographiques pour la définition de la piste de polysilicium
- Tableau 6 : Paramètres de gravure RIE du polysilicium
- Tableau 7 : Paramètres lithographiques pour la formation d'un profil casquette avec la résine AZ1518
- Tableau 8 : Température pour pression de vapeur saturante
- Tableau 9 : Paramètres de pré étalement du polyimide PI2732
- Tableau 10 : Conditions de durcissement du polyimide après le dépôt
- Tableau 11 : Produits et paramètres nécessaires à la révélation du polyimide après insolation

***Chapitre III***

- Tableau 1 : Epaisseur de silicium poreux pour trois concentrations d'HF différentes
- Tableau 2 : Paramètres de réalisation du silicium poreux
- Tableau 3 : Sensibilité des différents capteurs réalisés
- Tableau 4 : Comparaison des résultats théoriques et les mesures expérimentales
- Tableau 5 : Caractéristiques des microfluxmètres 5x5mm<sup>2</sup>



---

**RESUME : ETUDE ET REALISATION DE MICROCAPTEURS DE FLUX THERMIQUE EN TECHNOLOGIE SILICIUM**

---

La mesure du flux thermique total échangé entre deux milieux, présente un grand intérêt, puisqu'elle permet d'établir directement des bilans énergétiques. Le principe de fonctionnement des microfluxmètres thermiques réalisés au laboratoire est basé sur la conversion du flux thermique en gradients périodiques de température. Pour cela, des discontinuités périodiques de conductivité thermique sont générées à la surface d'un substrat de silicium. Les gradients périodiques de température sont ensuite exploités à l'aide d'une thermopile planaire constituée par l'association d'un grand nombre de micro-thermocouples agencés en série. La thermopile délivre alors une tension qui est à la densité de flux thermique traversant le capteur.

Un modèle mathématique intégrant les différents paramètres des microcapteurs a été développé et validé expérimentalement à l'aide d'un banc de caractérisation développé dans le cadre de ce travail. Une étude approfondie a été menée sur la fabrication et caractérisation des matériaux entrant dans la réalisation de cette nouvelle génération de fluxmètres.

Les résultats obtenus sont très encourageants. De nombreux microcapteurs ont été fabriqués et caractérisés permettant ainsi de vérifier l'excellente répétabilité de la sensibilité et de la résistance électrique ce qui est très important pour envisager une production en grandes séries.

**Mots clés :** Microfluxmètre, thermopile, silicium poreux, microtechnologies, Microcapteur thermique,

---

**ABSTRACT: STUDY AND REALIZATION OF HEAT FLOW MICROSENSORS IN SILICON TECHNOLOGY**

---

The measurement of the total heat flux exchanged between two mediums, is of great interest, since it makes it possible to establish energy balances directly. The principle of operation of the thermal microfluxmeters produced at the laboratory is based on the conversion of the heat flux into periodic variations in temperature. For that, periodic discontinuities of thermal conductivity are generated on the surface of a silicon substrate. The periodic variations in temperature are then exploited using a planar thermopile consisted the association of a great number of microthermocouples arranged in series. The thermopile then delivers a tension which is with the density flux thermal crossing the sensor.

A mathematical model integrating the various parameters of the microsensors was developed and validated in experiments using a bench of characterization developed within the framework of this work. A thorough study was undertaken on the manufacture and characterization of materials entering the realization of this new generation of fluxmeters.

The results obtained are very encouraging. Many microsensors manufactured and were characterized thus making it possible to check the excellent repeatability of the sensitivity and electric resistance what is very important to consider a mass production.

**Key words:** Microfluxmeter, thermopile, porous silicon, microtechnologies, thermal Microsensor,