



HAL
open science

Développement de bolomètre refroidi à 0,1 K pour une détection X dans la gamme 100 eV – 10 keV

Abdelkader Aliane

► **To cite this version:**

Abdelkader Aliane. Développement de bolomètre refroidi à 0,1 K pour une détection X dans la gamme 100 eV – 10 keV. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2009. Français. NNT: . tel-00387573

HAL Id: tel-00387573

<https://theses.hal.science/tel-00387573>

Submitted on 25 May 2009

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Remerciements

Remerciements :

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été effectués au Laboratoire de Packaging et d'Assemblage (LPA) au département optronique du laboratoire d'électronique de technologie de l'information (LETI) du commissariat à l'énergie atomique (CEA) à Grenoble. Ces travaux de thèse sont le fruit d'un co-financement CNES-CEA et d'une collaboration entre le CEA/LETI/DOPT et le CEA/IRFU/Service d'Astrophysique.

J'adresse mes plus sincères remerciements à Mr Patrick Agnès, mon co-encadrant au CEA/LETI, qui m'a suivi durant ces trois années de thèse et qui a su instaurer une bonne ambiance de travail avec ses conseils et son niveau scientifique hors du commun. Merci beaucoup Patrick. Je remercie également Mme. Yveline Gobil pour ses conseils en techno et sa disponibilité.

Je suis également très reconnaissant pour le temps et le travail accordés par l'ensemble des membres du jury de ma thèse :

M. Pierre Gentil, professeur à l'INP de Grenoble.

M. Jean Pierre Vilcot, directeur de recherche à l'IEMN.

M. José Busto, Professeur, à l'Université de la Méditerranée (Aix-Marseille II).

M. Maurice Chapellier, chercheur au CSNSM.

M. René Louis Inglebert, professeur à Polytech'Grenoble.

M. Jean Louis Counil, représentant du Centre National d'Etudes Spatiales (CNES).

En particulier, je remercie M. Jean Pierre Vilcot et M. José Busto d'avoir accepté d'être les rapporteurs de cette thèse.

Je tiens à remercier M. Claude Pigot, mon directeur de thèse, qui m'a apporté bien plus qu'un encadrement scientifique. Il a su par son soutien me donner confiance et me pousser à m'améliorer. Il m'a offert un contexte de travail de très bonne qualité. Je lui suis également reconnaissant pour tous ses gestes (le temps et l'énergie dispensés !) d'encouragement.

Je remercie également M. Jean Luc Sauvageot, partenaire de travail indéfectible de M. Claude Pigot, qui, par son approche personnelle des problèmes, a su me convaincre qu'un problème d'apparence complexe peut s'avérer encore plus complexe et impénétrable que prévu !!! Je le remercie pour ses encouragements.

Je tiens à remercier aussi M. Hervé Geoffray et M. Alain Bardoux du CNES-Centre Spatial de Toulouse pour les différentes collaborations et réunions techniques.

Je tiens à remercier M. Hervé Ribot, le chef de laboratoire LPA pour son accueil et ses encouragements. Je remercie aussi Adrien pour ses conseils et sa disponibilité. Je remercie également M. Xavier Hugon chef du DOPT, M. Raymond Boch chef de service du STM, M. Eric Mottin Chef de service du SLIR, pour leurs accueil au sein du LETI.

Je veux remercier toutes les personnes directement liées à mes travaux, en premier lieu, M. Alain Cazarré pour m'avoir accueilli en DEA et M. Jean-Yves Fourniols pour m'avoir encadré en stage de DEA au LAAS-CNRS, qui m'a ouvert les portes de cette thèse.

Remerciements

Je remercie également : Mohamed, le critiqueur, qui m'a conseillé durant cette thèse merci beaucoup. Je tiens à remercier toute ma famille (Aliane et Dahman) à Metz et à Oued-Rhiou (Algérie), et la famille Djeridi du Péage de Roussillon (notamment Hamid, Mohamed et dahou et sans oublier Lakhdar notre cher grand savant avec ses codes couleurs, ses critiques à deux balles !!!). Je remercie aussi Rachid Meddouri pour son calme et sa gentillesse. Je remercie également mes amis de Metz, Rachid Akil de Longwy (pour ses conseils et sa gentillesse), Mohamed de Guénange. Je remercie très chaleureusement mon ami d'enfance, le pharmacien Samir Lahlaf (Et je ne comprends toujours pas pourquoi t'as pas supporté la fac à Nancy ???).

Merci à toute l'équipe du LPA pour son accueil et sa bonne humeur : Lydie, Charly avec sa patience et sa gentillesse, Jean Marc, Manuel (pour ses conseils et sa vision des choses), François, Marion, Isabelle, Julien (le footballeur de l'équipe), Stéphane (mon voisin de bureau), Frédéric, Gilles (avec ses roulades au foot), Alain, Stéphanie, Delphine, Nacer (pour ses conseils et sa disponibilité), Fabrice (le projet du KEBAB est toujours d'actualité !!!), Damien, Jérôme (pour ses conseils et sa sympathie), Antoine, Johanne (le thésard qui va reprendre la suite de mes travaux de thèse), Sophie, Aurélie. Sans oublier Christine Louis (pour son accueil au sein du laboratoire LIC) et Thierry Terrier (mon ancien voisin de bureau parti à la retraite, que je remercie beaucoup pour son aide et sa gentillesse).

Je tiens à remercier toutes les personnes que j'ai rencontré au Service d'Astrophysique et du laboratoire SEDI du CEA à Saclay : Virginie (merci pour ton aide et ta disponibilité sans oublier les petites poupées !!), M. Pierre Olivier Lagage (chef de service du SAp), M. Michel Talvard, M. Louis Rodriguez, M. Yannick Le Pennec, Emile, Florian, M. Vincent Reveret, M. Xavier de la broise, M. Xavier François Navick. Je tiens aussi à remercier M. Nicolas Billot (Caltech), pour ses conseils concernant la rédaction de ma thèse. Je remercie également M. Louis Dumoulin du laboratoire CSNSM pour ses explications de la supraconductivité dans le tantale.

Je tiens aussi à remercier Mme Caroline Stahle Kilbourne du GSFC (NASA) pour m'avoir scanné et envoyé son manuscrit de thèse et sa disponibilité et sa sympathie concernant les échanges sur le sujet. Je tiens aussi à remercier les autres personnes des autres laboratoires et départements du LETI que j'ai connu durant ma thèse : Pierrette (qui m'a formé sur les outils SILVACO, merci beaucoup Pierrette pour ta patience et ta disponibilité), M. Stéphane Ballerand, Cécile, Carole, Sylvain, Claire, Erik, Guillaume, Gwladys, Sandra, Xavier, Rolland Gers, Selimen, Florence, Véronique, Melle. Agnès Arnaud, M. Jean Marie Quemper, M. Michel Heitzmann, M. Patrice Rey, Mme. Mouna Klein, M. Denis Renaud, Mme. Cécile Bory, Mme Orlane Fanget, M. Cyrille Rossat, M. Jean Louis Pornin, M. Joseph Cigna, M. Raphael Elouet, Mme. Chantal Beccia, Mme. Nathalie Bernard-henriques, M. Jeremy Bilde, Mme Boixaderas, M. Olivier Savry, Mme Nicole Bouzaida.

Je remercie aussi mes potes Camille de Metz, Ahmed de Toulouse, Karim de Paris.

Je finis par remercier tous les gens qui m'ont aidé et que je n'ai pas cité, MERCI à TOUS.

Table des matières

Table des matières:

Introduction générale :	10
CHAPITRE 1 : Présentation du contexte général et conception du microcalorimètre	13
I. Introduction :	14
II. Présentation des objectifs scientifiques et théorie du microcalorimètre:	15
II.1. Etat de l'art et améliorations futures de la résolution en énergie :	16
II.2. Rayonnement X:	17
II.3. Concept de la mission XEUS:	18
II.4. Contexte de la R&D instrumentale pour la mission XEUS:	19
II.5. Bolomètres/microcalorimètres : Histoire et récentes technologies :	20
II.6. L'instrument Astro-E2/XRS2:	22
II.7. Présentation de la structure du microcalorimètre objet de la présente étude :	24
II.8. Equation du bolomètre/microcalorimètre:	25
II.9. Thermométrie à basse température	27
II.10. Autres types de thermomètres :	28
II.11. Sensibilité des thermomètres à base de semi-conducteurs :	28
II.12. Les principaux bruits dans les microcalorimètres :	28
II.12.1. Bruit Johnson :	28
II.12.2. Le bruit en 1/f :	29
III. Conduction à basse température dans le silicium:	29
III.1. Conduction des électrons par effet tunnel :	29
III.2. Conduction par saut à portée variable (Variable Range Hopping) :	31
III.2.1. Le pseudogap de Coulomb :	32
III.2.2. Application de la théorie de la conduction par saut au silicium dopé :	34
III.3. Effets non ohmique dans la conduction par saut dans le Si dopé entre 0,05 K et 1 K	35
III.3.1. Modèles avec l'effet de champ:	35
III.3.2. Modèle de l'électron chaud (Hot Electron Model) :	37
IV. Simulation numérique de la conduction :	39
V. Technologie et choix de l'absorbeur :	41
V.1. Choix de l'absorbeur:	41
V.2. Traitement du tantale :	41
V.3. Application du traitement sur nos échantillons en tantale :	42
V.3.1. Passivation du tantale :	43
V.3.2. Mesures des paramètres du tantale :	43
V.4. Simulation de l'absorption de rayons X par le tantale :	44
V.4.1. La thermalisation de l'énergie dans le tantale:	45
V.4.2. Amélioration possible de la thermalisation dans le tantale :	46

Table des matières

VI. Présentation de la structure à réaliser	47
VII. Conclusion du chapitre 1 :	47
Références du chapitre 1:	48
CHAPITRE 2 : Réalisation technologique du microcalorimètre	50
I. Introduction et description des aspects microtechnologie :	51
I.1. Le dépôt en microélectronique :	51
I.2. La photolithographie en microélectronique:	51
I.3. Les procédés de gravure :	52
I.3.1. Procédé de gravure par plasma:	53
I.3.2. La gravure humide :	53
I.3.3. La gravure par faisceau d'ions :	54
I.3.4. Paramètres de la gravure :	55
II. Etapes technologiques au bâtiment 41 :	57
II.1. Réalisation technologique :	57
II.2. Etape 1 : Identification des plaquettes :	57
II.3. Etape 2 : Marquage des plaques :	57
II.4. Etape 3: Nettoyage RCA :	58
II.5. Etape 4: Gravure des marques d'alignements pour les steppers ASM100 et TITAN :	58
II.6. Etape 5: Oxydation thermique de pré implantation:	58
II.7. Etape 6 : Photolithographie des zones thermométriques (Masque THERMO) :	60
II.8. Etape 7 : Départ de l'implantation du phosphore et du bore:	61
II.9. Etape 8 : Retrait résine et désoxydation de la face avant du SOI:	63
II.10. Etape 9 : Dépôt de l'oxyde HTO par LPCVD:	64
II.11. Etape 10 : Photolithographie et implantation ionique en P des contacts N+ :	64
II.12. Etape 11 : Retrait résine et désoxydation:	65
II.13. Etape 12 : Dépôt du HTO:	65
II.14. Etape 13 : Diffusion de l'ensemble des dopants:	65
II.15. Etape 14: Photolithographie et implantation 2 des contacts N+:	66
II.16. Etape 15 : Retrait de la résine et activation des contacts N+ :	66
II.17. Etape 16 : La désoxydation et le nettoyage de la face avant :	67
II.18. Etape 17: Dépôt du TEOS:	67
II.19. Etape 18: Photolithographie des vias:	68
II.20. Etape 19 : Gravure des vias (tolérance alignement < 1 µm) :	68
II.21. Etape 20 : Dépôt du métal (Ti/TiN/AlCu) (40/60/650 nm) :	69
II.22. Etape 21 : Photolithographie des pistes électriques (Masque PISTEL):	70
II.22.1. Quelques images de la photolithographie des pistes électriques :	71
II.23. Etape 22 : Gravure du métal et le retrait de la résine en face avant :	71
II.23.1. Résultat de la gravure du métal AlCu/TiN/Ti :	72
II.23.2. Avant l'optimisation du procédé utilisé :	72
II.23.3. Après l'optimisation du procédé :	73
II.24. Etude des défaillances sur nos thermomètres en silicium implanté :	73
II.24.1. Présentation de l'empilement technologique :	74
II.24.2. Observation au MEB de l'empilement technologique :	75

Table des matières

II.24.3. Remarque :	77
II.24.4. Conclusion :	78
II.24.5. Bilan sur les lots M434P (12 plaques) et M720P (10 plaques) :	78
II.24.6. Différentes solutions envisagées :	78
II.24.7. Gravure humide du TEOS :	78
II.24.8. Gravure sèche des vias :	78
II.24.9. Conclusion de la partie étude des défaillances et recyclage des lots :	79
II.24.10. Quelques images MEB après le recyclage des plaques et réalisation des niveaux vias: ...	79
II.25. Etape 23: Photolithographie et gravure des motifs thermométriques :	80
II.26. Etape 24 : Retrait de la résine et dépôt du TEOS en face avant:	81
III. Etapes technologiques au BHT (Bâtiment des Hautes Technologies) :	81
III.27. Etape 25: Dépôt du TEOS de protection en face arrière :	81
III.28. Etape 26 : Dépôt de l'UBM tricouche (Ti/WN/Au) :	82
III.28.1. Le dépôt du WN :	82
III.29. Etape 27: Photolithographie et gravure en humide du tricouche :	82
III.29.1. La gravure de l'or (Au) :	83
III.29.2. Gravure de la couche d'accroche en titane (Ti):	83
III.29.3. Gravure du tungstène W :	83
III.29.4. Images au microscope optique après la gravure de l'empilement Ti/WN/Au:	84
III.30. Etape 28 : Ouverture des contacts (PADs) (Masque PAD) :	84
III.31. Etape 29: Retrait résine de la face avant :	85
III.32. Etape 30 : Ouverture du masque dur oxyde en face arrière :	85
III.32.1. Quelques images au MEB de la gravure en face arrière du masque dur SiO ₂ :	85
III.33. Etape 31 : Gravure profonde du Si en face arrière :	86
III.33.1. Les défauts de la gravure du silicium par le procédé Bosch:	87
III.33.2. Résultats de la gravure profonde du silicium en face arrière :	88
III.33.3. Gravure des cavités Si en face arrière du lot μ S0593P	89
III.34. Etape 32 : La gravure du SiO ₂ enterré (BOX) du SOI par la face arrière :	91
IV. Premiers prototypes électriques :	94
IV.1. Problématique de la découpe des plaques en 200 mm :	94
IV.2. Mesure de la flèche d'un champ :	96
IV.3. Etude au profilomètre des caractéristiques des thermomètres suspendus :	97
IV.4. Assemblage de la première matrice électrique de détection X :	99
V. Conclusion du chapitre 2 :	100
Références du chapitre 2:	101
CHAPITRE 3 : Technologies de packaging du microcalorimètre X	102
I. Introduction :	103
II. La technologie de Packaging des circuits microélectroniques :	104
II.1. Le packaging en Microélectronique :	104
II.2. L'assemblage des détecteurs matriciels par hybridation :	104

Table des matières

II.2.1. Le collage :	105
II.2.2. Le brasage :	105
II.3. Le choix du matériau de brasure :	106
II.4. Influence de l'oxyde d'indium sur la brasure :	106
II.5. L'assemblage Flip Chip :	107
II.5.1. Technologie UBM du LETI :	107
II.5.2. Rôle de la barrière de diffusion dans un UBM :	108
II.5.3. Le système Au-In :	108
II.5.4. Le rôle de l'UBM dans le système Au-In:	108
II.5.5. Formation de l'intermétallique AuIn ₂ :	109
III. Etat de l'art de l'hybridation collective:	110
III.1. Présentation du système à réaliser :	111
III.2. Etat de l'art du report de l'absorbeur sur le senseur :	112
III.3. Report collectif des pixels en tantale sur structures non libérées	112
III.3.1. Découpe du tantale :	112
III.3.2. Hybridation collective sur une maquette mécanique 8 x 8 pixels :	113
IV. Etude d'un nouvel UBM pour la technologie microcalorimètre X :	114
IV.1. Pourquoi un UBM supraconducteur :	114
IV.2. Adaptation des dimensions de la bille d'indium:	114
IV.3. Contribution en capacité calorifique des différents matériaux :	115
IV.4. Partie expérimentale :	116
IV.4.1. Tests de retrait du Nickel (Ni) coté tantale :	116
IV.4.2. Modification des épaisseurs du bicouche Ti/Au :	118
IV.4.3.1. Evaluation du bicouche Ti/Au à l'arrachement :	120
IV.4.3.2. Caractérisation par microscopie à force atomique:	120
IV.4.4. Etude d'un dépôt Ti/WN/Au pour un nouvel UBM coté senseur Si:	122
IV.5. La réalisation du nouvel UBM (Ti/WN/Au) sur structures libérées :	123
IV.6. La fiabilisation du processus d'hybridation :	124
IV.7. Mesure de la supraconductivité du nouvel UBM :	125
IV.8. Conclusion :	126
V. Hybridation collective sur matrices libérées et simulation:	127
V.1. Test de refonte de l'indium et mise en évidence de la formation d'intermétallique :	127
V.2. Report collectif de billes d'indium sur tantale :	128
V.3. Flow chart de l'hybridation collective :	131
V.4. Mesures au profilomètre de l'uniformité de l'hybridation :	131
V.5. L'hybridation collective sur des thermomètres suspendus :	132
V.6. Simulation thermomécanique des structures:	133
VI. Conclusion du chapitre 3 :	136
Références du chapitre 3:	137
CHAPITRE 4 : La thermométrie par le silicium implanté et diffusé.	139

Table des matières

I. Introduction :	140
II. Simulation technologique :	141
II.1. Implantation ionique et diffusion dans le silicium:	141
II.2. Modèles :	142
II.3. Etude de l'implantation et de la diffusion :	142
II.4. Théorie atomique du coefficient de diffusion :	143
II.5. Exemple de diffusion du bore et du phosphore dans le silicium :	144
II.6. Simulation de l'implantation et de la diffusion du bore et du phosphore :	145
II.6.1. La simulation de l'implantation dans nos thermomètres :	145
II.6.2. Les différents paramètres utilisés :	146
II.6.3. Résultats de la simulation Athéna :	146
II.6.4. Résultats des mesures SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry) :	147
II.6.5. Comparaison entre simulation et mesures:	148
II.6.6. Caractérisation de la plaque PO1 :	149
II.6.7. Résistance de contact :	150
III. Modèles thermiques utilisés pour la conception du microcalorimètre X :	153
III.1. Modèles de capacité calorifique :	153
III.1.1. Loi des capacités calorifiques des matériaux utilisés dans le microcalorimètre X.....	155
III.2. Modèles de résistance thermique :	156
III.2.1. Cas des isolants – modèle de casimir :	156
III.2.2. Cas des métaux :	157
III.2.3. Résistance thermique de Kapitza :	157
IV. Mesure des caractéristiques du lien thermique entre l'absorbeur et le thermomètre:	157
IV.1. Les prototypes mesurés :	158
IV.2. Principe de la mesure :	159
IV.3. Aspect théorique et mesure du R_{th} :	160
IV.4. Conclusion:	163
V. Partie expérimentale de la thermométrie Si :	164
V.1. Mesures thermométriques :	164
V.2. Mesures $R(T)$:	164
V.3. Détermination des paramètres caractéristiques de la loi exponentielle :	165
V.4. Détermination des paramètres T_0 et R_0 :	165
V.5. Mesure de $R(T)$ sur une matrice de 5 x 5 pixels (plaque PO9):	167
V.6. Mesure du $R(T)$ sur des structures libérées de la plaque gravée PO1 :	168
V.7. La sensibilité thermométrique :	169
V.8. Mesure de la sensibilité sur nos thermomètres :	169
V.9. Détermination de la loi de T_0 de nos thermomètres :	170
V.10. Apparition de phénomènes de champ à basse température :	171
V.10.1. Conclusion de l'analyse :	174
V.10.2. Explication :	174
VI. Mesures thermiques :	175

Table des matières

VI.1. Mesure du R_{th} des poutres en silicium :.....	175
VI.2. Mesure de la capacité calorifique du pixel libéré :.....	176
VI.3. Mesure de la capacité calorifique d'une structure sans les UBM:.....	177
VII. Conclusion du chapitre 4 et perspectives:	179
Références du chapitre 4:.....	180
Conclusions générales et perspectives:	181
Bibliographie de l'auteur :	182
ANNEXES :	184

Introduction générale :

A travers cette introduction générale, nous allons décrire le cadre dans lequel s'inscrivent les travaux présentés dans ce manuscrit. Ce sera donc l'occasion de donner une première approche de ce qu'est l'étude et la conception de microcalorimètres pour la détection X et la méthodologie que nous avons mise en place et utilisée au cours de cette thèse.

Les travaux de cette thèse sont centrés sur l'étude, le développement et la réalisation de microcalorimètres pour la détection X dans la gamme 100 eV- 10 keV.

Les bolomètres/microcalorimètres sont des détecteurs d'énergie, qui sont employés dans de nombreux domaines de la science, comme par exemple la calorimétrie, la détection de particules, l'astrophysique, l'analyse des matériaux, la détection infrarouge, etc....

Le fonctionnement des bolomètres/microcalorimètres repose sur les différentes formes que possède l'énergie à détecter, il s'agit ainsi de convertir en chaleur cette énergie reçue par l'absorbeur de manière à produire une élévation de la température mesurable par un thermomètre isolé par rapport à la source froide.

Dans le cas des bolomètres, on mesure un flux d'énergie, de puissance reçue, peu variable dans le temps et correspondant à un débit de photons absorbés. Il s'agit du principe utilisé pour la bolométrie Infrarouge et sub-millimétrique, où chaque photon transporte peu d'énergie et n'est pas détecté individuellement. Le LETI a acquis une grande expérience et une expertise internationalement reconnue dans ce domaine, qui nous a servi de base pour nos travaux.

Dans le cas des calorimètres/microcalorimètres, on mesure un dépôt ponctuel d'énergie, dû à l'absorption d'un photon de haute énergie, que l'on détecte individuellement. L'analyse de la courbe temporelle du signal permet de mesurer l'énergie de ce photon avec une haute résolution. Il s'agit du principe utilisé pour la calorimétrie dans le domaine des rayons X.

Quel que soit le domaine, infra-rouges ou rayons X, les performances de ce type de détecteur repose sur la précision du thermomètre utilisé.

Dans notre travail de thèse, nous avons étudié la conception de ces thermomètres afin d'atteindre de bonnes sensibilités à basse température (notons que pour atteindre ces sensibilités il est nécessaire de refroidir ces bolomètres/microcalorimètres). Le but principal est d'optimiser au maximum ces détecteurs pour obtenir une excellente résolution en énergie. Ce but peut être atteint de plusieurs façons : Par exemple en réduisant la température de fonctionnement ou en diminuant la taille du bolomètre, d'où l'appellation microbolomètre/microcalorimètre, de façon à réduire sa capacité calorifique. Dans notre cas nous avons choisi pour la réalisation du microcalorimètre pour la détection X, une technologie CMOS (Complementary Metal Oxide Semiconductor) sur substrat simple SOI (Silicon On Insulator) utilisant des étapes de dépôts, de photolithographies et de gravures sur silicium. En ce qui concerne l'assemblage des pixels absorbeurs de rayonnement X (le matériau que nous avons choisi est le tantale, Ta, mais il existe d'autres alternatives comme par exemple le HgTe, W₂N) aux thermomètres en Si, nous avons choisi d'adapter une technologie d'assemblage par bille d'Indium qui est une technologie éprouvée au Leti.

Notre travail s'est orienté dans deux directions. D'une part, nous avons simulé le procédé technologique d'implantation ionique et de diffusion du phosphore et du bore dans le silicium. Nous avons cherché à obtenir des profils uniformes dans la profondeur du SOI (afin d'éviter des fluctuations de résistance à basse température et aussi pour avoir un canal de conduction large). Il nous faut, pour ce faire, maîtriser la durée de diffusion totale de ces dopants afin d'éviter toute exodiffusion des dopants. Nous avons, ensuite, utilisé les résultats de cette simulation, notamment les conditions, la température et la durée de diffusion totale des dopants, pour finaliser la réalisation technologique de ces thermomètres.

Introduction générale

Nous avons extrait les paramètres de la conduction par saut VRH (Variable Range Hopping) dans le silicium implanté, à basse température, en nous appuyant sur un programme de simulation numérique écrit par M. Patrick Agnès en 1995 pour des températures de 0.3 K. Nous avons, dans le cadre de cette thèse, adapté ce programme de simulation à un fonctionnement entre 50 et 100 mK, en modifiant la loi de transition caractéristique Métal-Isolant de Mott ainsi que les gammes de compensation en bore prises en charge par le programme.

Le résultat de cette étude nous a orienté vers le choix du couple (dopage et compensation en bore) qu'il faudrait utiliser pour la conception finale d'un thermomètre basse impédance, typiquement de quelques $M\Omega$, entre 50 et 100 mK. Notons que nous avons, aussi, réalisé des simulations thermomécaniques à l'aide du logiciel ANSYS afin de mieux maîtriser la fiabilité mécanique du design de la microstructure thermométrique et comprendre les contraintes critiques sur la géométrie des poutres pour optimiser ce design lors de la réalisation technologique. D'autre part, nous avons optimisé, en nous appuyant sur les différentes simulations, notre microcalorimètre pour la détection X pour atteindre une très bonne sensibilité en température et une très bonne résolution en énergie à basse température. Ces optimisations (choix des matériaux, géométries), nous les avons introduites dans la réalisation technologique finale du premier prototype électrique de matrice 8×8 pixels microcalorimètres pour la détection X.

Nous avons, enfin, pris en considération le lien thermomécanique entre l'absorbeur et le thermomètre ainsi que l'isolation, par des poutres en silicium gravé, du pixel par rapport à la source froide.

La solution proposée dans cette thèse pour mener à bien cette optimisation, avant la réalisation technologique, est de combiner une méthodologie de conception prenant appui sur un prototype de simulation virtuel afin d'optimiser le microcalorimètre avant de le fabriquer effectivement, en se basant sur ce prototype.

Parmi les points durs identifiés au début du projet, le développement de la thermométrie basse impédance (quelques $M\Omega$) fonctionnant entre 50 et 100 mK, est un vrai « verrou technologique ». C'est la raison pour laquelle l'étude, le développement et la réalisation technologique du thermomètre en silicium dopé représente la plus grosse partie de ce travail de recherche. Les principaux paramètres du détecteur, qui conditionnent son fonctionnement à basse température, sont le temps de montée en température du détecteur après absorption d'un photon (défini par l'impédance thermique du lien entre l'absorbeur et le thermomètre) qui doit être environ de 100 μs , le temps de relaxation (temps de retour à l'équilibre thermique) qui est lié à la géométrie des poutres d'isolation en silicium vers la source froide et qui doit être compris entre 1 et 10 ms, la résistance électrique des thermomètres qui doit être égale à quelques $M\Omega$ avec une très bonne sensibilité. La mesure de ces paramètres et des autres caractéristiques des prototypes que nous avons fabriqués sera détaillée dans ce rapport de thèse.

Ce manuscrit de thèse comprend quatre chapitres. Le chapitre 1 débute par une présentation du contexte et des objectifs scientifiques de la future mission spatiale XEUS (X ray Evolving Universe Spectroscopy) maintenant devenue internationale sous le nom d'IXO pour « International X-ray Observatory ». Nous parlerons, ensuite, de l'état de l'art des bolomètres/microcalorimètres refroidis. Nous parlerons des différents modèles de conduction à basse température, de la simulation que nous avons faite afin de déterminer les paramètres caractérisant cette conduction à basse température, que nous utiliserons ensuite pour la réalisation. A la fin de ce chapitre, nous parlerons de notre choix du matériau absorbeur et de sa caractérisation.

Le chapitre 2 présente la réalisation technologique du microcalorimètre pour la détection X. Nous détaillons, dans ce même chapitre, le processus technologique, étape par étape, jusqu'au dispositif final, en passant par les différentes difficultés technologiques et leurs principales conséquences sur le fonctionnement, et les solutions que nous avons choisies afin de résoudre ces problèmes. A la fin de ce chapitre, nous discutons de la problématique et de la solution développée pour découper les plaques SOI, en 200 mm, en matrices après la libération des microstructures en face avant et en face arrière. Nous terminons ce chapitre par la mesure de la flèche sur ces matrices, après leur découpe, du fait des contraintes mécaniques.

Le chapitre 3 relate nos travaux sur l'optimisation et l'adaptation de la technologie de packaging, par bille d'indium, à nos dispositifs. Nous discuterons de l'état de l'art concernant l'hybridation par bille d'Indium, nous détaillerons les différents tests d'optimisation et d'adaptation du lien thermomécanique, constitué d'une bille d'Indium et d'UBM (Under Bump Metallurgy), afin de réduire sa capacité calorifique en minimisant son volume et en faisant le bon choix en terme de matériaux constituants. Nous avons réussi à faire une hybridation collective de pixels absorbeurs en tantale, de $500\mu\text{m} \times 500\mu\text{m} \times 25\mu\text{m}$, sur des structures thermométriques suspendues en Si, fabriquées suivant le processus décrit dans le chapitre 2. A la fin de ce chapitre nous présenterons quelques résultats de simulations ANSYS de la tenue mécanique de nos microstructures suspendues en présence de l'absorbeur en tantale.

Enfin, le chapitre 4 présente la globalité des différents points abordés dans les chapitres précédents et constitue la partie expérimentale concernant les thermomètres après leur fabrication. Nous résumons les différentes simulations technologiques ATHENA de l'implantation et de la diffusion ainsi que la simulation électrique ATLAS (que nous avons rajouté dans les annexes de ce manuscrit) du dispositif thermométrique avant sa réalisation technologique. Nous avons fait une série de mesures du lien thermomécanique, de la résistance des différents thermomètres réalisés (libérés et non libérés), de la résistance thermique des poutres en silicium et de la capacité calorifique des thermomètres. Cette étude a permis de valider les différentes lois théoriques de la résistance thermique ainsi que la résistance électrique à basse température.

CHAPITRE 1 : Présentation du contexte général et conception du microcalorimètre

I. Introduction :

Dans ce chapitre, nous allons présenter dans une première partie, les objectifs scientifiques des futures missions spatiales qui visent à étudier le rayonnement X émis par les sources astrophysiques, pour cela nous discutons de la nécessité de fabriquer des détecteurs capables de répondre à ces objectifs en terme de résolution et de sensibilité, ensuite nous aborderons les aspects théoriques concernant le fonctionnement des microcalorimètres pour la détection X tout en les comparant à l'état de l'art des différents développements dans le domaine. La deuxième partie de ce chapitre détaille la théorie de la conduction à très basse température dans le silicium implanté.

La troisième partie de ce même chapitre concerne la simulation numérique de la conduction par saut dans le silicium, afin de déterminer numériquement les différents paramètres nécessaires à la conception de nos microcalorimètres en vue de fonctionner entre 50 et 100 mK avec des impédances électriques de l'ordre de quelques $M\Omega$. La dernière partie du chapitre traite de l'absorbeur que nous avons utilisé dans le cadre de notre étude et les différents traitements réalisés sur le matériau afin d'améliorer l'absorption et la thermalisation de l'énergie du photon X incident.

II. Présentation des objectifs scientifiques et théorie du microcalorimètre:

L'agence spatiale européenne (ESA) a sélectionné en octobre 2007, dans le cadre de son programme à long terme « cosmic vision », pour la période 2015 - 2025, la mission d'astronomie en rayons X « XEUS ». Dans la foulée, l'ESA a réalisé une évaluation du coût de la mission, qui s'est avérée nettement supérieure au coût envisagé pour une « large mission » et impossible à assumer par l'ESA et la JAXA (Agence Spatiale Japonaise) seules. La décision a été prise en 2008 de faire appel à la NASA et de fondre XEUS avec la mission américaine Constellation X.

Les trois agences spatiales proposent maintenant la mission IXO, qui abandonne le concept de deux vaisseaux spatiaux indépendants et en positionnement dynamique au profit d'un seul vaisseau spatial où la distance focale, maintenant réduite à 20 - 25 m, sera obtenue grâce à un tube télescopique, qui ne sera déployé qu'après le lancement. Le lancement d'IXO est prévu à partir de 2020.

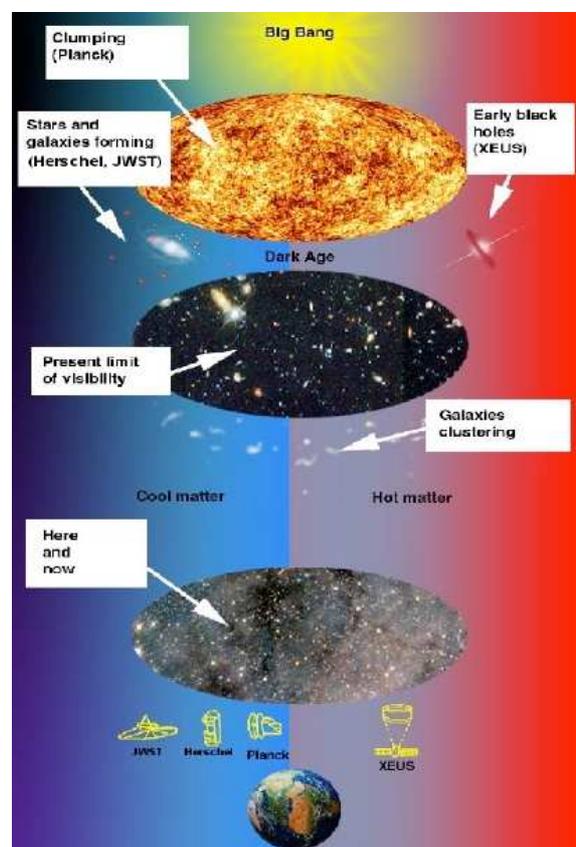


Figure 1: Objectifs scientifiques de la mission XEUS

L'astrophysique et la cosmologie ont bénéficié des avancées rapides de la technologie des dernières décennies. Car, grâce à la sensibilité des mesures des missions récentes, on a pu préciser l'histoire et la géométrie cosmologique de l'univers (figure 1). Entre l'étude dans le domaine infrarouge (IR) de l'univers froid (les étoiles) et l'étude dans le domaine des X de l'univers chaud (les trous noirs et gaz chaud), plusieurs missions sont actuellement en vol ou en cours d'étude. Notons pour exemple la mission Planck/Herschel qui sera lancée début 2009 dans le domaine infrarouge et submillimétrique sur laquelle est embarqué l'instrument PACS (Photodetector Array Camera and Spectrometer) auquel le LETI/DOPT a participé par la conception et la réalisation des matrices de détection.

Cet instrument va étudier la formation des structures de la matière froide dans la galaxie. Cette étude ne peut être menée que dans le domaine des longueurs d'onde IR et submillimétrique avec les principaux observatoires¹ tels Herschel, JWST et ALMA (figure 2-a).

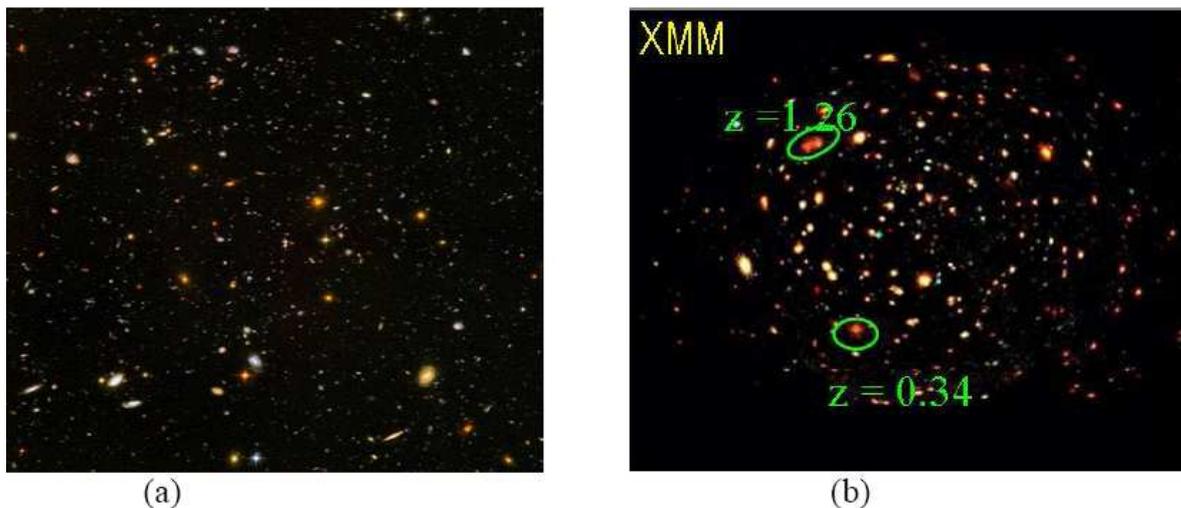


Figure 2: Images montrant l'étude de l'univers froid (a) et l'univers chaud (b).

En ce qui concerne les observatoires X, ils sont bien adaptés pour l'étude de l'univers chaud (à quelques millions de degrés); les trous noirs super-massifs, l'évolution des galaxies et des structures à grande échelle, enfin la matière sous conditions extrêmes. Dans ce cadre, on peut citer la mission XMM² avec des détecteurs CCD (Charge-Coupled Device, ou dispositif à transfert de charges) lancée en 1999, avec laquelle on a obtenu des images montrant l'univers lointain et chaud. Le décalage vers le rouge (z) de deux sources astrophysiques a pu être déterminé (voir la figure 2-b). La prochaine mission XEUS/IXO aura, à son foyer, des détecteurs microcalorimètres très performants en terme de résolution spectrale (gain en résolution spectrale par rapport aux CCD³). Les principaux objectifs scientifiques d'IXO sont :

- L'évolution des objets à grande échelle (à grand décalage spectral, grand z).
- Formation des premiers groupes et évolution jusqu'aux amas de galaxies.
- La nucléosynthèse (histoire de la synthèse des métaux).
- Lien entre les galaxies et les trous noirs super-massifs (naissance et croissance des trous noirs ; lien avec leur galaxie hôte).
- Matière aux conditions extrêmes (test de la relativité générale).

La résolution en énergie sur le photon X est importante car elle conditionne l'observation des raies X en émission, aussi bien que des spectres d'absorption. Ces raies d'émission sont en général étroites, et une excellente résolution spectrale, associée à une statistique suffisante (que permettra d'obtenir la grande surface effective des missions X proposées) permettra d'améliorer considérablement le rapport signal sur bruit pour détecter ces raies et extraire leurs paramètres, intensité, position, élargissement qui constitue l'information astrophysique proprement dite.

II.1. Etat de l'art et améliorations futures de la résolution en énergie :

Les détecteurs cryogéniques représentent un élément très important dans la détection et la spectroscopie du rayonnement X, ces détecteurs sont refroidis afin d'augmenter leur sensibilité [Ens08].

¹ Les observatoires et leurs objectifs sont cités dans XEUS COSMIC VISION PROPOSAL 6/29/2007.

² XMM: X-ray Multi-mirror Mission renommé Newton une fois le lancement réussi.

³ Le CCD aminci permet d'atteindre des résolutions en énergie de l'ordre de 120 eV@ 6 keV, car il est limité par le facteur fano (rapport entre le bruit et le courant moyen dans le matériau) [McC05], mais avec un grand nombre de pixels.

Pour le rayonnement X, cette augmentation de sensibilité se traduit par un seuil en énergie plus bas et surtout, une meilleure résolution spectrale. La figure 3 représente les dernières avancées en terme de résolution en énergie⁴. Les courbes décroissantes RGS (Reflexion Grating Spectrometer), LETGS (Low Energy Transmission Grating Spectrometer), MEG (Medium Energy Grating), HETGS (High Energy Transmission Grating Spectrometer), HEG (High Energy Grating), représentent la résolution des réseaux (grating en anglais). Ces instruments ont une excellente résolution en énergie mais à basse énergie, sur une toute petite bande d'énergie et gaspillent les photons (ils ont une efficacité de 15-20 % au maximum). Les trois courbes en couleur, représentent des instruments cryogéniques. XRS est l'instrument installé sur la mission Japonaise, AstroE-2/Suzaku. Les 2 eV de la courbe LTD représentent notre but ultime.

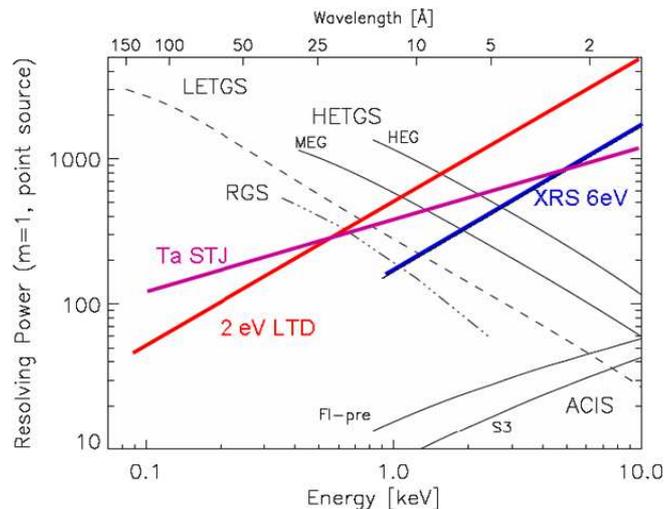


Figure 3: Résolution en énergie des missions en cours et les futurs détecteurs fonctionnant à basse température [Ver08]

Ce résumé de l'état de l'art des différents types de détecteurs utilisés et en cours de développement pour équiper les futurs satellites d'observation, permet de nous positionner par rapport aux autres laboratoires en matière de développement, sachant que le but ultime et la finalité de ces développements est la fabrication d'une large matrice 32 x 32 pixels aboutable de deux cotés atteignant une résolution en énergie de 2 eV@6 keV.

N.B : la signification des acronymes des principaux types de détecteurs est la suivante (STJ : Superconducting Tunnelling Junction, LTD : Low Temperature Detector, XRS : X Ray Spectrometer).

II.2. Rayonnement X:

Le rayonnement X, qui va être étudié par les futures missions, est engendré dans l'univers par des sources qui présentent une concentration de masse et d'énergie extrême, comme par exemple les trous noirs, les étoiles à neutrons et les amas de galaxies. Le rayonnement X est capable de percer la matière dense et le gaz et nous permet de dévoiler et d'étudier le secret des phénomènes enfouis et à haute énergie. Les observations des futurs télescopes X permettront de valider la loi de la relativité générale d'Einstein dans le cas de fort champ. L'émission des rayonnements X des galaxies lointaines peut révéler leurs origines et les mécanismes de leurs formations.

⁴ La résolution en énergie des détecteurs fonctionnant suivant le principe du microcalorimètre est donnée par $\Delta E_{FWHM} = \xi \cdot \sqrt{k_b T^2 C}$ (avec ξ : constante, k_b : constante de Boltzmann, T : la température de fonctionnement, C : la capacité calorifique totale du système).

Les détecteurs X de la prochaine génération de missions spatiales comme XEUS pour l'ESA et Constellation X pour la NASA⁵ (maintenant fondues dans la mission IXO) nécessitent une résolution en énergie (FWHM : largeur totale à mi hauteur) de quelques eV à 6 keV avec une matrice de pixels de grand format (autour de 1000 pixels).

Le GSFC (Goddard Space Flight Center)/NASA a commencé depuis la fin des années 80 à développer des microcalorimètres avec des thermomètres en silicium implanté. Il explore et a entrepris un développement sur un autre type de thermomètre TES (Transition Edge Sensor) à transition supraconductrice dans l'espoir d'atteindre de meilleures résolutions en énergie. Notons que les TES sont aussi utilisés pour la détection submillimétrique et infrarouge [Maz04].

II.3. Concept de la mission XEUS:

Cette mission spatiale qui prendra la relève des satellites actuellement en cours d'exploitation, comme XMM/Newton de l'ESA ou CHANDRA de la NASA, utilisera un miroir X à grande surface effective et distance focale et haute résolution angulaire et met l'accent sur la haute résolution spectrale en énergie. Il s'agit d'un ensemble de deux satellites (figure 4), l'un portant le miroir et l'autre le plan détecteur, satellisé au point de Lagrange L2 du système Soleil-Terre. Cette mission qui sera un observatoire international doit être à la fois versatile et apporter un gain en sensibilité d'environ deux ordres de grandeurs relativement aux expériences exploitées actuellement. Pour ce faire un projet de miroirs à base de sandwich de wafer de silicium rainuré devrait permettre d'obtenir une surface efficace dix fois supérieure aux miroirs du satellite XMM-Newton. Ceci implique l'utilisation dans la caméra en rayons X embarquée, de détecteurs spectro-imageurs de performances nettement améliorées en terme de taux de comptage, de bande passante en énergie et de résolution spectrale (il s'agit ici de gagner un facteur 50) par rapport aux CCDs utilisées sur les missions Newton ou Chandra. Pour ce faire on ne peut plus envisager d'utiliser les CCDs jusqu'ici employés. En effet, ceux-ci ont atteint, avec 120 eV à 6 keV, leur limite de résolution spectrale théorique.



Figure 4: Satellite de la mission XEUS de distance focale de 50 m

Dans ce contexte, des études sur cette nouvelle génération de détecteurs ont été entreprises.

⁵ National Aeronautics and Space Administration.

Il s'agit de la mise au point d'un détecteur matriciel (32 x 32 pixels) de spectro-imagerie dans le domaine des rayons X (0,1 - 20 keV) basé sur l'utilisation de microcalorimètres à thermomètres en silicium implanté et diffusé à haute température. Ce type de détecteurs représente la nouvelle génération nécessaire aux ambitieux projets scientifiques prévus pour les prochains satellites d'astronomie en rayons X.

II.4. Contexte de la R&D instrumentale pour la mission XEUS:

D'autres programmes de développement de matrices de grande dimension (1024 pixels) pour l'astronomie X à haute résolution spectrale sont, bien sûr, en cours, aussi bien en Europe (SRON⁶ aux Pays Bas) qu'aux Etats Unis. Ces deux principales équipes ont choisi des détecteurs basés sur des TES. Le principe est de maintenir le senseur, préparé à cet effet, au milieu de sa température de transition supraconductrice. Ainsi, l'absorption des photons X engendre une grande variation relative de la résistance du senseur du pixel touché. L'avantage apparent de ce choix technologique réside dans la très grande sensibilité par principe du senseur. Le "prix à payer" tient à la complexité de la lecture de ce type de senseurs d'impédance de l'ordre du milli-ohm, qu'il faudra ensuite savoir multiplexer pour obtenir une matrice de grand format. En nous référant aux principaux choix techniques de la réalisation d'une matrice de microcalorimètres en silicium implanté développée pour l'expérience XRS2 du satellite japonais ASTRO-E2 d'une part, et en capitalisant sur l'acquis du LETI/LIR dans la réalisation des matrices de bolomètres IR de l'expérience PACS d'Herschel d'autre part, nous avons choisi de partir sur une phase de R&D basée sur des senseurs MIS (Metal-Insulator Sensor) avec les technologies de microélectronique sur silicium.

Les différents verrous technologiques concernent :

- La mise en oeuvre du tantale (Ta) afin de constituer une matrice d'absorbeurs automatiquement hybridable sur la matrice de senseurs.
- L'obtention de senseurs à faible bruit en 1/f, et dans la bonne gamme d'impédance, homogène dans toute l'étendue de la matrice (ce point est particulièrement important pour l'homogénéité finale de la matrice).
- Parallèlement à ces développements, la sortie du signal, l'adaptation en impédance, l'amplification et le multiplexage sont autant de difficultés sérieuses à surmonter.

Tout ceci sans aborder les délicats problèmes de l'isolement thermique de la matrice avec son électronique proche afin de ne pas "polluer" le détecteur avec l'émission IR environnante. Au vu des différents calendriers de "Cosmic Vision", il semble extrêmement souhaitable d'obtenir une matrice de démonstration de 16 x 16 pixels multiplexés avant les années 2010. Notre développement s'appuie principalement sur 4 arguments pour espérer emporter la sélection internationale. En premier lieu, le succès en vol de la matrice XRS2, de petite dimension (36 pixels) réalisée par assemblage individuel des pixels absorbeurs en HgTe (tellure de mercure) [Kel07]. Cette matrice, XRS2, a pu être calibrée en vol avec des résultats remarquables. Malheureusement, la perte prématurée de l'hélium n'a pas permis de poursuivre avec des observations astrophysiques. Cependant XRS2 a validé les choix que nous avons effectués pour notre développement, qui sont similaires, mais permettront la réalisation de matrices de grande taille, et amélioreront la résolution spectrale. L'avantage des senseurs MIS par rapport aux senseurs TES vient de ce qu'ils ne sont pas "éblouis" par l'arrivée d'un dépôt d'énergie important. En effet dans cette situation, la sensibilité du senseur MIS baisse peu à peu, mais le pixel a toujours une réponse spectrale (ce qui n'est pas le cas une fois que le senseur TES a totalement transité, il est alors résistif, et une variation de sa température n'entraîne plus de variation de sa résistance. Il perd donc toute capacité de résolution spectrale).

⁶ SRON: Space Research Organization Netherlands.

De plus, il faut polariser le senseur de manière à l'échauffer jusqu'à sa température de fonctionnement et la maintenir. La puissance consommée est supérieure à celle qui est requise pour les MIS. Au bilan, le nombre de pixels envisageable en technologie TES est très inférieur à ce qu'on peut espérer en technologie MIS. En effet la puissance frigorifique à 50 - 100 mK sera très limitée.

D'autre part, le volume de l'électronique froide autour des TES (principalement dû aux filtres nécessaires au multiplexage fréquentiel) rend difficile d'envisager une matrice aboutable par deux cotés, ce qui sera possible avec des MIS. Notre programme prévoit dès à présent des études sur cette aboutabilité. D'autre part, la mise au point des TES et leur gamme de fonctionnement limitée (dû à l'éblouissement) impose dès la conception de connaître l'ensemble des paramètres de la caméra. La versatilité des MIS, une fois connue la gamme d'énergie et la taille du pixel souhaitées (ou une combinaison à l'intérieur d'une mosaïque), permettra d'adapter assez facilement la géométrie des détecteurs MIS.

II.5. Bolomètres/microcalorimètres : Histoire et récentes technologies :

Le bolomètre est un détecteur de rayonnement, ce dernier est transformé en chaleur qui sera traduite ensuite en un signal électrique en sortie. Les bolomètres/microcalorimètres ont une très large gamme de détection et peuvent s'étendre du rayonnement X jusqu'au rayonnement millimétrique [Hil01] [Pet00] [Cab02] (voir la figure 5).

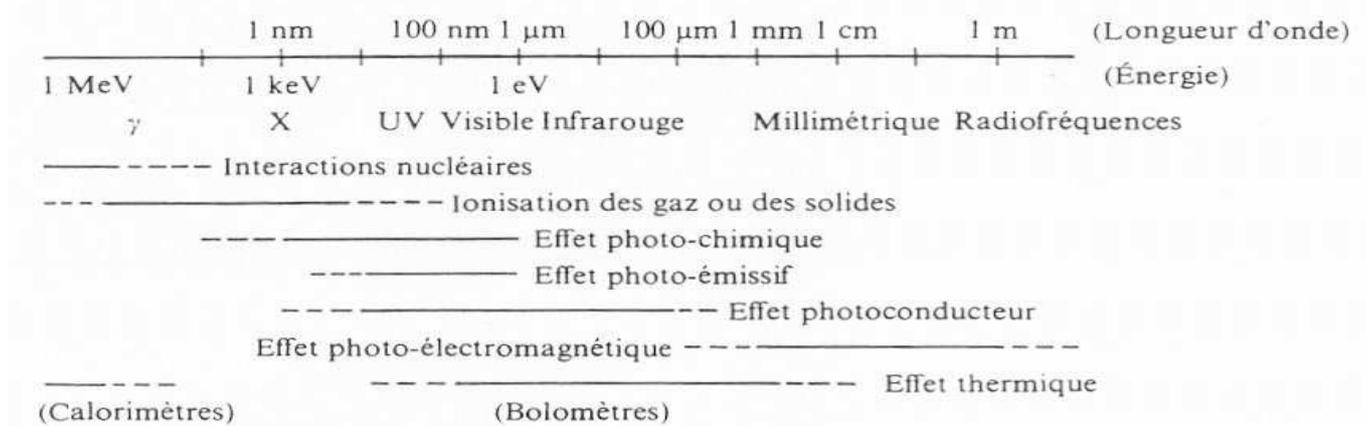


Figure 5: Représentation des différents types de détecteurs couvrant le spectre électromagnétique

Les microcalorimètres sont composés de trois parties principales (voir la figure 6):

- Absorbeur du rayonnement : c'est l'interaction des rayonnements incidents avec le matériau absorbeur qui doit être sélectionné par rapport à son pouvoir d'arrêt.
- Un thermomètre qui convertit l'élévation de température en signal électrique, ce thermomètre doit être couplé thermiquement à l'absorbeur et aussi, il doit être isolé thermiquement de la source froide.
- Un lien thermique : son rôle est le couplage entre l'absorbeur et le thermomètre, ce lien doit réaliser deux fonctions principales, la première est mécanique et réside en le maintien de l'absorbeur sur le thermomètre et la deuxième est le transfert de la chaleur issue des interactions rayonnements- absorbeur.

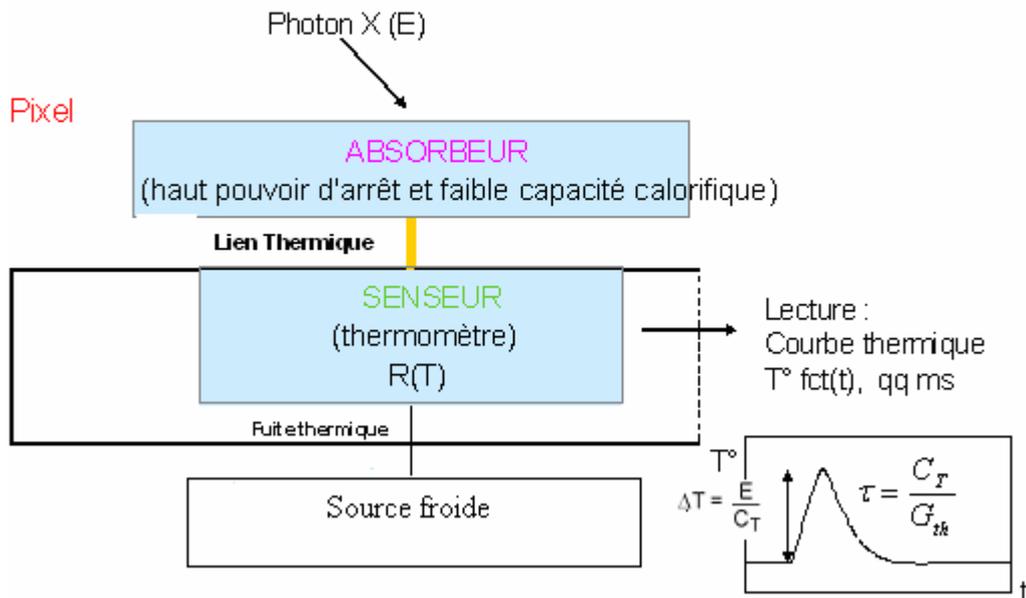


Figure 6: Principe d'un microcalorimètre pour la détection X.

Depuis plusieurs décennies de développement des détecteurs à basse température, de nombreuses améliorations ont été obtenues avec différentes techniques. La figure 7, nous montre l'évolution historique de la résolution spectrale en énergie $E/\Delta E$ pour différents types de détecteurs à basse température à 6 keV. On voit que la performance des détecteurs à basse température, en terme de résolution spectrale a dépassé celle des meilleurs détecteurs à ionisation classiques d'un facteur supérieur à dix. Notons au passage que les détecteurs, quelque soit leur technologie, MIS, TES, commencent à plafonner au même niveau, avec un pouvoir résolutif de l'ordre de 2000.

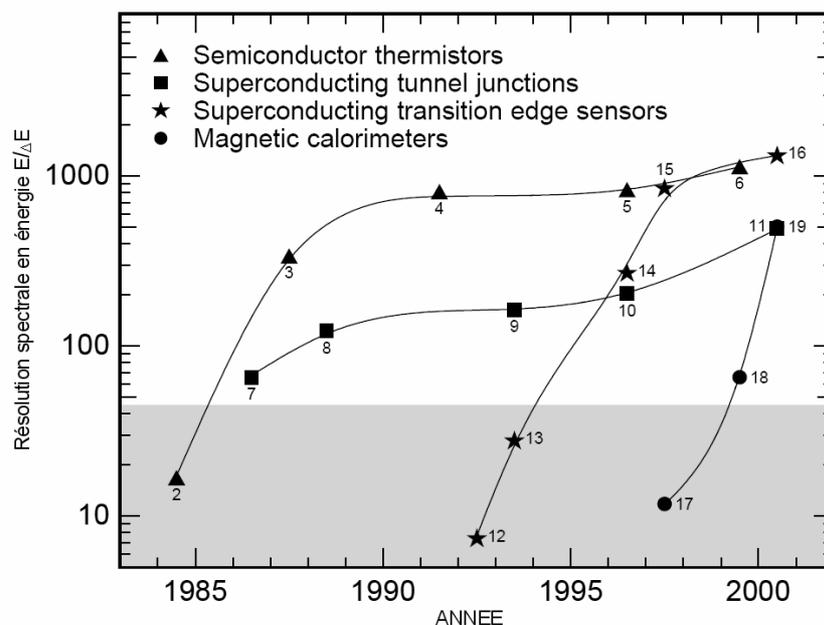


Figure 7: Etat de l'art des différents types de détecteurs cryogéniques [Ens01]

Le résumé de cette courbe montre l'historique de l'amélioration de la résolution spectrale en énergie des différents types de détecteurs fonctionnant à très basse température, à 6 keV. Chaque point donne la meilleure résolution obtenue avec le type de détecteur utilisé et la date de sa publication. La partie grise représente la gamme couverte par des détecteurs à ionisation classiques. Le chiffre à côté des points représente la référence bibliographique [Ens01].

La détection thermique des rayonnements, a une longue histoire. Elle est fondée sur la première loi de la thermodynamique. En 1880, Langley a développé un bolomètre résistif pour le rayonnement infrarouge issu du soleil [Lan81]. Quelques années plus tard en 1903, Curie et Laborde ont été les premiers à détecter des particules radioactives par l'intermédiaire de leur dépôt d'énergie [Cur03]. L'idée de détecteurs à basse température est née en 1935, lorsque Simon a suggéré que la sensibilité des détecteurs thermiques pourrait être considérablement améliorée s'ils fonctionnaient à des températures cryogéniques [Sim35].

En 1940, le premier bolomètre supraconducteur refroidi à l'hélium liquide pour l'infrarouge a été développé par Andrews [And46], la sensibilité de ce détecteur a dépassé tous les autres détecteurs IR (infrarouge) disponibles à cette époque-là, avec un NEP⁷ (Noise Equivalent Power) de l'ordre de 2×10^{-11} W/Hz^{1/2}. Quelques années plus tard, on concevait un calorimètre à base de supraconducteur pour détecter des particules alpha [And49]. En 1959 l'aventure des bolomètres continuait avec la réalisation d'un bolomètre avec des résistances en carbone par Boyle et Rogers [Boy59], dans ce cas le carbone servait à la fois comme absorbeur et comme thermomètre.

En 1984, Downey a développé un bolomètre monolithique sur silicium [Dow84], ce bolomètre est différent des anciens bolomètres composites, car il utilise les techniques de la micro fabrication sur silicium. Les différentes composantes de ce bolomètre ont été définies par des techniques de photolithographie. La consécration de ce type de bolomètre est le développement de microcalorimètres sur silicium SOI, en 100 mm de diamètre, par l'équipe du GSFC de la NASA dans le cadre de l'instrument XRS [Sta03].

II.6. L'instrument Astro-E2/XRS2:

L'instrument Astro-E2/XRS2 fabriqué par les américains et les japonais était destiné à étudier la formation de l'univers et des trous noirs. Cet instrument amélioré en terme de résolution en énergie par rapport à son prédécesseur Astro-E1, a été lancé en 2005. La résolution visée était de 6 eV@6 keV et sa résolution spectrale était 20 fois supérieure aux capteurs CCD.

⁷ La NEP est une mesure de la sensibilité du détecteur, c'est la puissance incidente sur le détecteur qui produit un signal égal au bruit (S/B=1) pour un temps d'intégration d'une demi seconde, ou une bande passante unité. Il est exprimé en W.Hz^{-1/2}.



Figure 8: Photographie du satellite Astro-E2 en 2003 (source JAXA/NASA)

Le satellite Astro E-2, emportait trois instruments (voir la figure 8), une matrice de 36 microcalorimètres pour la détection X (XRS2), quatre capteurs CCD pour la détection X (XIS : X ray Imaging Spectrometer), le troisième instrument est un détecteur scintillateur lu par une diode PIN (p-i-n jonction) en silicium (HXD : Hard X ray Detector). Les instruments HXD et XIS sont montés chacun sur un plan focal d'un télescope formé de cinq miroirs annulaires coaxiaux et confocaux, l'instrument XRS2 vise une détection X dans la gamme 0,3 - 10 keV. L'instrument HXD vise une bande passante qui s'étend jusqu'à 700 keV. Le poids total du satellite est approximativement de 1700 kg avec une longueur de 6,5 m. Après son lancement, le satellite orbitera à une altitude de 550 km avec une inclinaison de 31° près de l'orbite de la terre⁸.

Nous allons dans notre étude nous inspirer de l'instrument XRS2 car il repose sur une technologie silicium et plus précisément la technologie SOI. L'instrument XRS a été développé à la NASA et l'université de Wisconsin. Le détecteur consiste en 36 pixels avec des absorbeurs en HgTe collés sur des thermomètres en silicium fonctionnant à basse température (60 mK). Le refroidissement de ce détecteur est assuré classiquement par l'azote liquide, l'hélium liquide et un ADR (Adiabatic Demagnetization Refrigerator) pour descendre plus bas en température afin d'atteindre les 60 mK.

⁸ <http://www.astro.isas.jaxa.jp/astroe/>

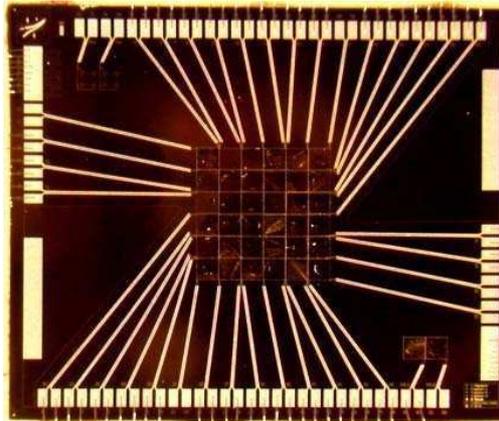


Figure 9: Matrice 6x6 pixels microcalorimètres (2D) de l'instrument XRS2

Les détecteurs matriciels à 2 dimensions (2D) sont bien adaptés en terme de résolution en énergie et de temps de réponse, pour les observations d'objets célestes. La matrice de microcalorimètres pour la détection X de l'instrument XRS2 est faite pour répondre à ces spécifications (figure 9).

Nom de l'instrument	Astro-E2/XRS
Bande passante en énergie	0.3-10 keV
La résolution en énergie (FWHM@6keV)	6 eV
Champ de vue	2.9' x 2.9'
Format de la matrice	6 x 6
Nombre de pixels	31 + 1 (pour la calibration)
Dimensions des pixels	624 μm x 624 μm
La durée de vie de la mission	2.5 – 3 ans

Table I-1: Caractéristiques de la mission Astro-E2/XRS

Les différentes caractéristiques de la mission Astro E2/XRS sont définies dans la table I-1 [Fur02].

II.7. Présentation de la structure du microcalorimètre objet de la présente étude :

Le microcalorimètre pour la détection X que nous allons réaliser est au pas de 500 μm x 500 μm sur SOI (l'épaisseur de la première couche silicium du SOI est égale à 1,5 μm), nous avons choisi le tantale comme matériau absorbeur. L'absorbeur est assemblé par un lien thermomécanique composé d'une bille d'indium et de deux UBM à un thermomètre en silicium de 1,5 μm d'épaisseur dopé en phosphore et compensé au bore, isolé par des poutres en silicium de la source froide dont la température est régulée à 50 - 100 mK (voir la figure 10).

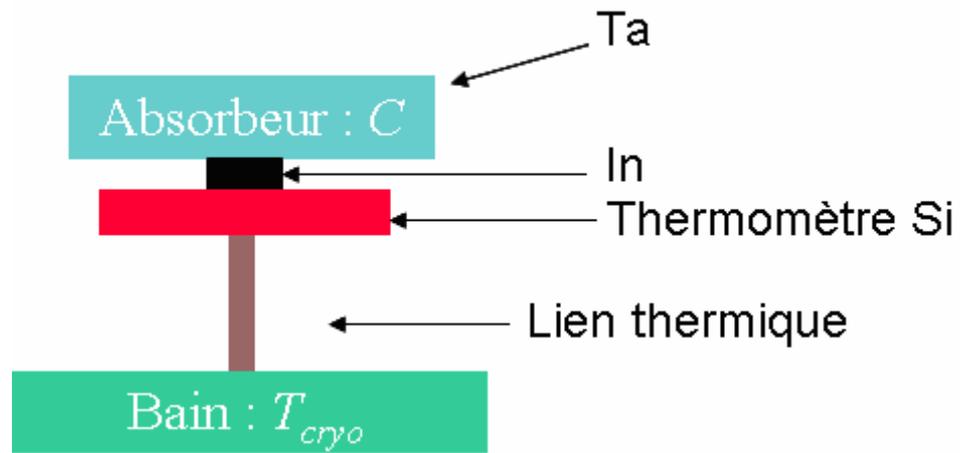


Figure 10: Schéma simplifié de notre microcalorimètre pour la détection X.

Les étapes technologiques décrivant la réalisation sont détaillées dans les chapitres 2 et 3 de ce mémoire de thèse.

II.8. Equation du bolomètre/microcalorimètre:

Nous avons adapté notre modèle de conception à partir d'un modèle simplifié (voir la figure 11)

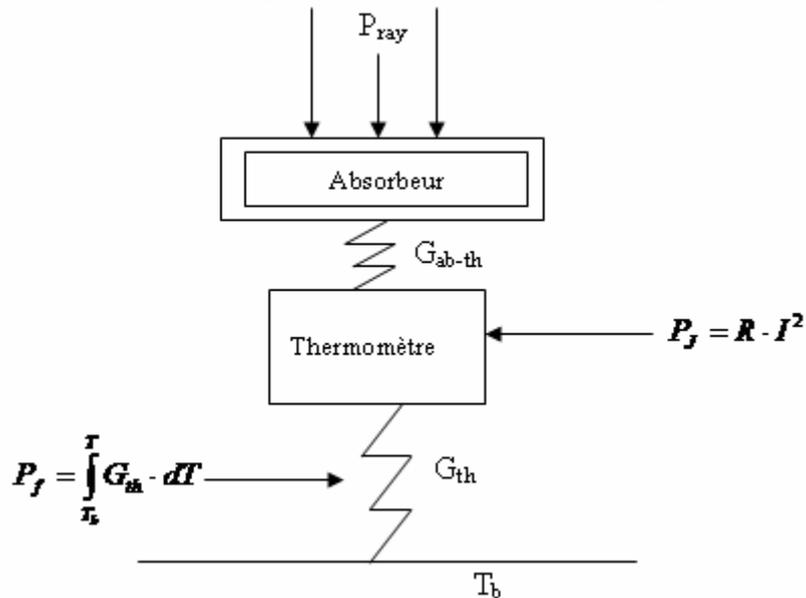


Figure 11: Modèle et bilan des puissances dans un bolomètre

Le bolomètre/microcalorimètre est régi par l'équation de la chaleur. On peut détailler le bilan des puissances dans le détecteur comme suit : Le rayonnement incident sous forme de photons a une puissance P_{ray} , la polarisation du thermomètre (élément électrique) induit une puissance joule nommée P_J , ces deux puissances (P_J , P_{ray}) font monter la température du détecteur à une température T .

La chaleur est stockée dans la capacité calorifique C puis elle passe dans l'élément d'isolement thermique de conductance G_{th} vers la source froide à la température T_b , l'équation est donnée par :

$$\frac{dE}{dt} = C \cdot \frac{dT}{dt} = P_{ray} + P_J - P_f \quad (\text{en Watt}) \quad (I-1)$$

Dans le cadre de ce modèle, l'évolution de la température du thermomètre sera décrite par un bilan énergétique élémentaire [Kil92].

C : la capacité calorifique totale absorbeur + thermomètre [J/K].

P_{ray} : puissance totale incidente [W].

$P_j = V.I = R(T).I^2$: la puissance électrique dissipée dans le thermomètre [W].

P_f : la puissance transmise entre le thermomètre et la source froide $P_f = \int_{T_b}^T G_{th}(T)dT$ [W].

Si on considère que la conductivité thermique G_{th} est constante entre les deux points de température (le détecteur d'une part et la source froide d'autre part), alors $P_f = G_{th}(T-T_b)$. On a $\Delta T = T-T_b$.

Pour le cas de l'absorption d'une particule (dans notre cas, d'un photon X), la puissance provoque une montée très rapide de la température du bolomètre (qui fonctionne, alors comme microcalorimètre), le temps de montée a une valeur finie, qui dépend d'une part du temps de conversion de la puissance absorbée en chaleur et d'autre part du temps mis par le détecteur pour revenir à l'équilibre et uniformiser sa température, ce temps sera d'autant plus court que la conduction thermique interne des matériaux du détecteur sera grande. Notons que le temps de montée est généralement très court devant le temps de relaxation du détecteur vers la source froide.

Cette absorption se traite formellement en étudiant la réponse du système à un pic de Dirac, on peut l'écrire comme suite : $P_{\text{ray}} = E \cdot \delta(t-t_0)$.

Où E est l'énergie effectivement convertie en chaleur dans l'absorbeur. Le temps t_0 fixe le moment de l'impact de la particule sur le détecteur. L'énergie E peut être inférieure à l'énergie incidente réelle E_0 , car la conversion d'énergie n'est pas toujours totale. La fonction $\delta(t)$ exprime le fait que le temps de thermalisation est quasi instantané à l'échelle des autres temps.

A l'équilibre, on a : $C \frac{dT}{dt} = 0$, alors on obtient : $R(T_0) \cdot I^2 = G_{th} \cdot (T_0 - T_b)$ (I-2)

Où T_0 est la température du bolomètre/microcalorimètre à l'équilibre.

$$\Delta T_0 = T_0 - T_b$$

$$\Delta T = T - T_0$$

L'équation (I-1) et l'équation (I-2) peuvent s'écrire alors:

$$\begin{aligned} G_{th} \cdot (T_0 - T_b) - R(T_0) \cdot I^2 &= 0 \\ C \cdot \frac{d(\Delta T)}{dt} + G_{th} \cdot (T - T_b) - R(T) \cdot I^2 &= E \cdot \delta(t - t_0) \end{aligned} \quad (I-3)$$

Si on soustrait les deux équations de la relation (I-3), nous obtenons :

$$C \cdot \frac{d(\Delta T)}{dt} + G_{th} \cdot (T - T_0) - (R(T) - R(T_0)) \cdot I^2 = E \cdot \delta(t - t_0) \quad (I-4)$$

On obtient ensuite :

$$C \cdot \frac{d(\Delta T)}{dt} + \left(G_{th} - \frac{dR}{dT} \cdot I^2 \right) \cdot \Delta T = E \cdot \delta(t - t_0) \quad (I-5)$$

La solution de cette équation (I-5), ΔT , s'exprime alors comme une décroissance exponentielle :

$$\Delta T = \frac{E}{C} \exp\left(-\frac{t}{\tau_{eff}}\right) \quad (I-6)$$

L'équation (I-6) donne l'amplitude de l'élévation de température ΔT qui est égale à $\Delta T_0 = E/C$. cette valeur est grande quand l'énergie absorbée est grande et que la capacité calorifique C du bolomètre est petite.

On obtient pour la constante thermique τ_{eff} l'expression suivante :

$$\tau_{eff} = \frac{C}{G_{th} - \frac{dR}{dT} \cdot I^2} \quad (I-7)$$

Ce paramètre exprime le temps de descente effectif du bolomètre/microcalorimètre. Il s'agit du temps nécessaire au détecteur pour retrouver sa température d'équilibre. L'équation (I-7) indique que ce temps dépend de la capacité calorifique totale du détecteur (C), de la conductance thermique vers la source froide (G_{th}) et de la variation de résistance du thermomètre due au changement de température (dR/dT). Dans le cas limite où cette variation est négligeable, on retrouve l'expression traditionnelle du temps de relaxation τ :

$$\tau_{eff} = \tau = \frac{C}{G_{th}} = R_{th} \cdot C \quad (I-8)$$

Dans le chapitre 4, nous présenterons la mesure de τ de l'équation (I-8) sur des prototypes que nous avons fabriqués.

II.9. Thermométrie à basse température

Les principaux types de thermomètres cités dans l'état de l'art des détecteurs cryogéniques pour la détection X sont les thermomètres à base de semi-conducteurs comme le silicium et les thermomètres à base de supraconducteurs TES à transition supraconductrice. Ces derniers sont des concurrents directs des thermomètres à base de silicium implanté. Notons que dans ce mémoire de thèse, nous allons travailler sur l'étude et la réalisation de thermomètres à base de silicium implanté diffusé.

Les thermomètres basés sur la transition métal-supraconducteur (TES) bénéficient de la variation rapide de la résistance d'un film à la transition supraconducteur-état normal. Elle peut être mise à profit pour atteindre des valeurs élevées du coefficient de température. Ces thermomètres peuvent être construits à partir d'un métal supraconducteur seul ou d'une superposition de deux métaux pour ajuster la température de transition (effet de proximité).

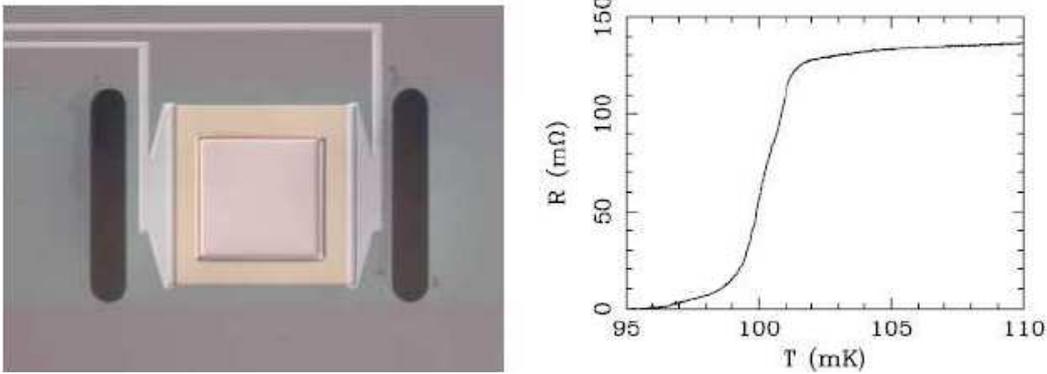


Figure 12: Un détecteur TES à base de Ti/Au (image à gauche) et sa température de transition (image à droite)

Ces bicouches permettent d'ajuster la température de transition du film entre 50 - 700 mK afin d'obtenir une sensibilité aux températures de fonctionnements de l'ordre de 100 à 1000 (figure 12) (la sensibilité du TES est donnée par TdR/RdT) [Tak08].

II.10. Autres types de thermomètres :

Nous allons citer brièvement les autres types de thermomètres⁹ utilisés pour la détection X. Nous pouvons citer par exemple : les NTD Ge (Neutron Transmuted doped Germanium), les KIDs (Kinetic Inductance), les thermomètres magnétiques,...

II.11. Sensibilité des thermomètres à base de semi-conducteurs :

La sensibilité des thermomètres à base de silicium est donnée par : $\alpha = -\frac{d \log R}{d \log T} = -\frac{T}{R} \frac{dR}{dT}$

La résolution en énergie est donnée par : $\Delta E = \xi \sqrt{Ck_b T^2}$ où ξ est une constante dépendant de la sensibilité du thermomètre, C est la capacité calorifique totale du microcalorimètre, k_b est la constante de Boltzmann, T est la température du détecteur. Les expressions de la sensibilité des thermomètres et de l'énergie de résolution sont citées dans la référence [Kil92].

L'état de l'art sur la résolution en énergie des microcalorimètres X à base de silicium implanté correspond à une résolution en énergie de 3,2 eV à 6 keV avec un absorbeur en HgTe de volume (410 x 410 x 8) μm^3 [Ens08].

II.12. Les principaux bruits dans les microcalorimètres :

II.12.1. Bruit Johnson :

Ce sont les fluctuations de tension aux bornes d'une résistance électrique R. Il est décrit par:

$$S_V(\omega) = 4 \cdot k_b T \cdot R \quad (\text{V}^2 / \text{Hz}) \quad (\text{I-9})$$

avec k_b : constante de boltzmann.

T : température de fonctionnement.

R : résistance électrique.

La tension de bruit e_b est alors égale à $e_b = \sqrt{4k_b TR} \quad (\text{V} / \sqrt{\text{Hz}})$ (I-10).

⁹ Ces différents thermomètres ont été présentés à la conférence LTD (Low Temperature Dtector) 12. Les différentes présentations sont sur le site : www.ltd12.org.

II.12.2. Le bruit en 1/f :

Il est très important dans les dispositifs intégrés (exemple une résistance intégrée sur silicium), il est croissant à basse fréquence et il est inversement proportionnel à la racine carré du volume. Dans notre cas la diffusion des dopants dans tout le volume du thermomètre après leurs implantations diminuera considérablement ce bruit en 1/f [Mcc05].

III. Conduction à basse température dans le silicium:

A très basse température, la résistance électrique des semi-conducteurs usuels intrinsèques devient trop élevée. Dans ces conditions et dans le cas de la réalisation de bolomètres à base de semi-conducteurs basse impédance, il est nécessaire de doper le silicium, qui joue le rôle de thermomètre proche de la transition Métal-Isolant. Ce modèle de transition a été introduit par Mott [Mot68] pour un système avec un réseau régulier d'atomes et par Anderson [And58] pour un système désordonné. Ces deux transitions sont désignées sous le même nom de « transition Métal-Isolant de Mott-Anderson » et ont des comportements physiques qui se ressemblent. Parmi les modèles de conduction qui nous intéressent dans le cas du silicium à basse température, nous avons la conduction des électrons par effet tunnel et la conduction par saut à portée variable.

III.1. Conduction des électrons par effet tunnel :

Du côté isolant de la transition de Mott-Anderson à température non nulle, on observe une valeur finie de la résistance électrique. Ce fait est dû au transfert des électrons localisés d'un site occupé vers un site vide par saut tunnel (figure 13).

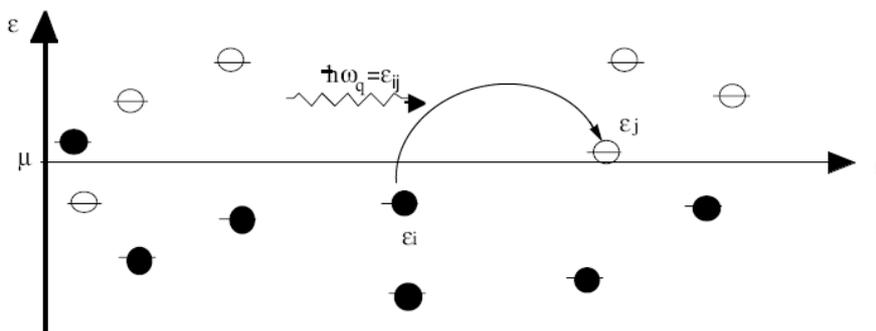


Figure 13: Conduction par saut tunnel entre sites localisés

Le saut est associé à l'absorption ou l'émission d'un phonon par l'électron et compense la différence d'énergie entre l'état initial et l'état final. La probabilité de cette transition est donnée par la relation suivante:

$$\gamma_{ij} = \gamma_{ij}^0 \exp\left(-\frac{2r_{ij}}{\xi}\right) \cdot N(\epsilon_{ij}) \quad (\text{I-11})$$

γ_{ij}^0 : dépend de l'interaction électron-phonon et varie en puissance de r_{ij} et de ϵ_{ij}

ξ : est la longueur de localisation des électrons.

r_{ij} : est la distance entre les sites.

$N(\varepsilon) = \frac{1}{\exp\left(\frac{\varepsilon}{k_b T}\right) - 1}$ est la distribution de Bose-Einstein des phonons.

ε_{ij} : la différence des énergies entre l'état initial i et l'état final j.

Le nombre total d'électrons transitant d'un site i vers un site j par unité de temps est égal à :

$$\Gamma_{ij} = \gamma_{ij}^0 \exp\left(-\frac{2 \cdot r_{ij}}{\xi}\right) \cdot N(\varepsilon_i) \cdot f_i (1 - f_j) \quad (\text{I-12})$$

$f_i = \frac{1}{\exp\left(\frac{\varepsilon_i - \mu}{k_b T}\right) + 1}$ est la distribution de Fermi-Dirac. Où μ est le potentiel chimique du site.

Pour le processus inverse j->i avec émission d'un phonon, nous avons :

$$\Gamma_{ji} = \gamma_{ji}^0 \exp\left(-\frac{2 \cdot r_{ij}}{\xi}\right) \cdot (N(\varepsilon_{ij}) + 1) \cdot f_j (1 - f_i) \quad (\text{I-13})$$

Le courant entre les sites i et j est déterminé par :

$$J_{ij} = -e \cdot (\Gamma_{ij} - \Gamma_{ji}) \quad (\text{I-14})$$

Ce courant est nul en l'absence de champ électrique dans ce cas : $\Gamma_{ij} = \Gamma_{ji} = \Gamma_{ij}^0$.

En présence d'un faible champ électrique E, le potentiel chimique μ et l'énergie ε de chaque site sont modifiés :

$$\begin{aligned} \mu_i &= \mu + \delta\mu_i \\ \varepsilon_i &= \varepsilon_i^0 + \delta\varepsilon_i \end{aligned} \quad (\text{I-15})$$

$$J_{ij} = \frac{e\Gamma_{ij}^0}{k_b T} [\delta\mu_j + \delta\varepsilon_j - (\delta\mu_i + \delta\varepsilon_i)] \Rightarrow J_{ij} = \frac{1}{R_{ij}} (U_i - U_j) \text{ avec } R_{ij} = \frac{k_b T}{e^2 \Gamma_{ij}^0}$$

$-e \cdot U_i = \delta\varepsilon_i + \delta\mu_i$ est la valeur locale du potentiel électrochimique.

$U_i - U_j$ est la différence de potentiel entre i et j.

A basse température, on a : $k_b T \ll |\varepsilon_i^0 - \varepsilon_j^0|, |\varepsilon_i^0 - \mu|, |\varepsilon_j^0 - \mu|$. Avec cette équation, le paramètre R_{ij} est séparable en deux termes. L'un de ces paramètres dépend exponentiellement de ξ_{ij} et R_{ij} et l'autre paramètre dépend de la puissance.

$$\begin{aligned}
 R_{ij} &= R_{ij}^0 \exp(\xi_{ij}) \\
 R_{ij}^0 &= \frac{k_b T}{e^2 \gamma_{ij}^0} \\
 \xi_{ij} &= \frac{2 \cdot r_{ij}}{a} + \frac{\varepsilon_{ij}}{k_b T} \\
 \varepsilon_{ij} &= \frac{1}{2} (|\varepsilon_i - \varepsilon_j| + |\varepsilon_i - \mu| + |\varepsilon_j - \mu|)
 \end{aligned} \tag{I-16}$$

Avec a : la distance inter atomique.

Pour calculer la résistance électrique d'un système, il est impératif de prendre en compte des résistances dont les valeurs forment un intervalle exponentiellement large. Pour cela les références [Amb71], [Pol72], [Shk71] ont développé une méthode de calcul basée sur la théorie de la percolation.

Dans la théorie de percolation, on sépare les résistances $R_{ij} = R_0 \exp(\xi_{ij})$ par ordre croissant et on active ensuite les résistances les plus faibles.

$$R_{ij} = \begin{cases} R_0 \exp(\xi_{ij}) & \xi_{ij} \leq \xi_0 \\ \infty & \xi_{ij} > \xi_0 \end{cases} \tag{I-17}$$

Avec ξ_c : la valeur critique de ξ_0 .

La résistance du système est donnée par $R_0 \exp(\xi_c)$, correspondant à la résistance la plus élevée prise en compte.

III.2. Conduction par saut à portée variable (Variable Range Hopping) :

A très basses températures les électrons effectuent des sauts tunnel entre sites de plus en plus éloignés mais proches en énergie dans le matériau, ce qui implique la minimisation de l'énergie associée à chaque saut en considérant une densité d'état non nulle au niveau de fermi. Dans cette configuration, Mott démontre que la résistance suit une loi moins divergente qu'une exponentielle simple. En considérant un système avec des états localisés au niveau de fermi, nous avons de l'équation (I-16) la relation suivante:

$$R_{ij} = R_{ij}^0 \exp\left(\frac{2r_{ij}}{\xi} + \frac{\varepsilon_{ij}}{k_b T}\right).$$

A basses températures seules les résistances R_{ij} de faible écart en énergie contribuent à la conduction. La distance moyenne d'un saut est égale à :

$$r_{ij} = \left(\frac{1}{g(\mu) \cdot \varepsilon_{ij}}\right)^{\frac{1}{3}} \tag{I-18}$$

Avec $g(\mu)$: la densité d'états au niveau de fermi.

En minimisant R_{ij} , on obtient la conductivité optimale, l'expression suivante sera minimisée par :

$$\frac{2r_{ij}}{\xi} + \frac{\varepsilon_{ij}}{k_b T} = \frac{1}{\xi \cdot (g(\mu) \cdot \varepsilon_{ij})^{\frac{1}{3}}} + \frac{\varepsilon_{ij}}{k_b T} \quad (\text{I-19})$$

L'énergie E_0 qui donne la conductivité optimale est donnée par:

$$E_0(T) = \frac{(k_b T)^{\frac{3}{4}}}{(g(\mu) \cdot \xi^3)^{\frac{1}{4}}} \quad (\text{I-20})$$

D'où l'expression suivante :

$$\rho(T) = \rho_0 \exp\left(\frac{T_0}{T}\right)^{\frac{1}{4}} \quad \text{avec} \quad T_0 = \frac{\beta}{k_b g(\mu) \xi^3}$$

ξ est la longueur de localisation des électrons.

β est une constante (à 3 dimensions $\beta \approx 20$) [Shk84].

Plus généralement, la densité d'états s'annule au niveau de Fermi:

$$g(\varepsilon) = g_0 \cdot (\varepsilon - \mu)^p \quad (\text{I-21})$$

La résistance calculée par la méthode de percolation se transforme en:

$$\rho(T) = \rho_0 \exp\left(\frac{T_0}{T}\right)^{\frac{1+p}{4+p}} \quad (\text{I-22})$$

$$T_0 = \frac{\beta'}{k_b (g_0 \cdot \xi^3)^{\frac{1}{1+p}}}$$

III.2.1. Le pseudogap de Coulomb :

Dans un système désordonné et en prenant en compte des phénomènes d'interaction de Coulomb, Efros et Shklovski [Efr75] ont montré qu'à très basse température, on a apparition d'un pseudogap très étroit de la densité d'état au niveau de fermi (annulation de la densité d'états au niveau de fermi). On a dans ce cas :

$$g(\varepsilon) = g_0 \cdot (\varepsilon - \mu)^2 \quad (\text{I-23})$$

De l'équation (I-21) et (I-22) on a :

$$\rho(T) = \rho_0 \exp\left(\frac{T_0}{T}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{I-24})$$

Avec $k_b T_0$: l'énergie de la force d'interaction de Coulomb.

Efros et Shklovskii [Efr75] considèrent l'hamiltonien suivant:

$$H = \sum_i \Psi_i n_i + \sum_{i \neq j} U_{ij} n_i n_j \quad (I-25)$$

Ψ_i : l'énergie de l'électron libre.

$U_{ij} = \frac{e^2}{\kappa \cdot r_{ij}}$ est l'énergie d'interaction entre électrons.

$\kappa = 4\pi\epsilon_0\epsilon_r$.

n_i est le nombre d'occupation du site i .

L'énergie d'un électron occupant le site i est donnée par: $\epsilon_i = \Psi_i + \sum_j U_{ij} n_j$.

A $T = 0$, l'occupation du site i est donnée par:

$$n_i = \begin{cases} 0 & \epsilon_i > \mu \\ 1 & \epsilon_i < \mu \end{cases} \quad (I-26)$$

Le bilan énergétique associé au saut d'un électron de i à j doit être positif, si le système se trouve dans son état fondamental.

$$\epsilon_j - \epsilon_i - \frac{e^2}{\kappa \cdot r_{ij}} > 0 \Rightarrow r_{ij} > \frac{e^2}{\kappa \cdot (\epsilon_j - \epsilon_i)} \quad (I-27)$$

Efros et Shklovskii montrent que la densité d'états s'annule pour $\epsilon = \mu$:

$$g(\epsilon) = \frac{\alpha \cdot \kappa^3}{e^6} \cdot (\epsilon - \mu)^2 \quad (I-28)$$

α : Coefficient numérique.

Efros et Shklovskii introduisent le pseudogap de corrélation :

$$\Delta_c = \frac{e^3 \sqrt{g_0}}{\kappa^{\frac{3}{2}}} \quad (I-29)$$

g_0 est la densité d'états non perturbée ($\epsilon > \Delta_c$).

On obtient :

$$g(\epsilon) = \begin{cases} \alpha g_0 \left(\frac{\epsilon}{\Delta_c} \right)^2 & \epsilon < \Delta_c \\ g_0 & \epsilon > \Delta_c \end{cases} \quad (I-30)$$

La figure 14 montre la formation d'un pseudo gap avec l'annulation de la densité d'états au niveau de fermi.

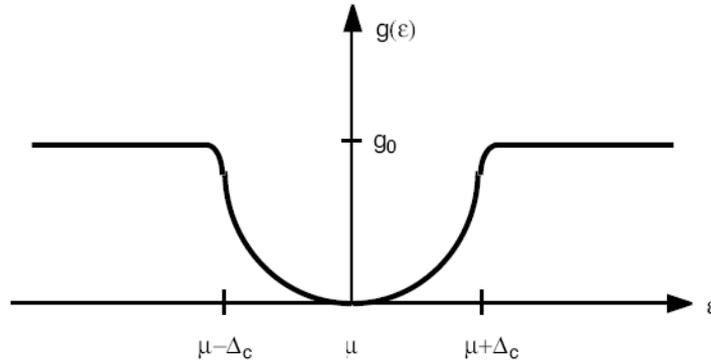


Figure 14: L'annulation de la densité d'états au niveau de fermi (pseudo gap).

A partir de cette configuration, on peut séparer les régimes de Mott et d'Efros-shklovskii avec la température T_{Δ} . Cette température est donnée par:

$$T_{\Delta} \approx \frac{e^4 \cdot \xi \cdot g_0}{\kappa^2} \quad (\text{I-31})$$

ξ : la longueur de localisation.

$$T > T_{\Delta} \quad \left\{ \begin{array}{l} \rho(T) = \rho_0 \exp\left(\frac{T_{Mott}}{T}\right)^{\frac{1}{4}} \\ T_{Mott} = \frac{\beta}{k_b g(\mu) \xi^3} \end{array} \right. \quad \text{Loi de Mott} \quad (\text{I-32})$$

$$T < T_{\Delta} \quad \left\{ \begin{array}{l} \rho(T) = \rho_0 \exp\left(\frac{T_{Efros}}{T}\right)^{\frac{1}{2}} \\ T_{Efros} = \frac{\beta \cdot e^2}{k_b \kappa \xi} \end{array} \right. \quad \text{Loi d'Efros et Shklovskii} \quad (\text{I-33})$$

III.2.2. Application de la théorie de la conduction par saut au silicium dopé :

Afin d'extraire le modèle théorique de la conduction à basse température dans nos futurs thermomètres, le modèle de la conduction par saut de Mott et d'Efros (vu précédemment) a été utilisé dans le cas d'un silicium dopé en phosphore.

La notion de la compensation en atomes accepteurs N_a dans le silicium est introduite pour la reproduction de la loi de la conduction à basse température et pour fixer l'exposant à $p = 1/2$ ou $1/4$. Cette compensation est donnée par le coefficient $K = N_a/N_d$ [Buz99].

La longueur de localisation ξ est donnée par : $\xi = \frac{\hbar^2 \kappa}{m e^2}$ (I-34)

m : la masse effective électronique dans le cas du silicium, vaut $m = 0.27 m_0$ [Con56].

De l'équation (I-34), on obtient la longueur de localisation d'une impureté proche de la bande de conduction ($\xi = 22 \text{ \AA}$) dans le silicium avec une constante diélectrique $\kappa = 1,27 \cdot 10^{-9} \text{ S.I}$ ($\epsilon_r = 11,4$).

Des mesures expérimentales de la longueur de localisation sur les deux types de silicium dopés (Si : P et Si: P, B)¹⁰ ont été résumées dans le tableau suivant (voir tableau.I-2).

$N_d(\text{en cm}^{-3})$	N_d/N_c	$\xi_{\text{Si : P}}(\text{en \AA})$	$\xi_{\text{Si : P, B}}(\text{en \AA})$
$1,8 \cdot 10^{18}$	0,53	23	58
$2,3 \cdot 10^{18}$	0,68	28	91
$2,7 \cdot 10^{18}$	0,79	31	135

Tableau I-2: Comparaison des longueurs de localisation [Buz99]

Avec N_d : la concentration des donneurs (phosphore).

N_c : la concentration critique de la transition métal-isolant.

La quatrième colonne du tableau concerne un silicium avec une compensation en bore. Cette compensation augmente la longueur de localisation.

La concentration critique de Mott de la transition métal-isolant dans le cas (Si : P) est égale à $N_c = 3,74 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ [Ros80]. Le comportement à l'approche de la transition métal-isolant est défini par la théorie d'échelle de la localisation [Abr79]. Ce comportement démontre un phénomène majeur : la divergence de la constante diélectrique (κ) et de la longueur de localisation (ξ):

$$\kappa \equiv |N_r|^{-\alpha}$$

$$\xi \equiv |N_r|^{-\eta}$$

$$\text{avec : } N_r = 1 - \frac{N_d}{N_c}$$

N_d est la concentration en atomes donneurs, N_c est la concentration critique de la transition métal-isolant.

Ce comportement a été observé expérimentalement par [Hes82] qui donne l'exposant $\alpha = 1,15$. Dans le cadre d'un silicium dopé en phosphore, la référence [Ros83] donne pour l'exposant η une valeur de 0,55.

III.3. Effets non ohmique dans la conduction par saut dans le Si dopé entre 0,05 K et 1 K

III.3.1. Modèles avec l'effet de champ:

III.3.1.a. Modèle exponentiel. :

L'étude théorique des effets non ohmiques dans la conduction par saut dans les semi-conducteurs dopés a fait l'objet de plusieurs publications [Hil71] [Shk76]. Ces modèles affirment que l'effet tunnel assisté par le champ domine le phénomène non ohmique dans la conduction par saut. Différentes prédictions analytiques pour définir cet effet ont été étudiées.

¹⁰ « Si : P » : correspond à un silicium dopé en phosphore.

« Si : P, B » : correspond à un silicium dopé en phosphore et compensé en bore.

Hill a étudié le déplacement des charges le long d'un canal en présence d'un champ électrique. Il a remarqué une dépendance entre la densité du courant j et le champ électrique [Hil71] :

$$j(T, E) \propto \sigma(T, 0)E \sinh\left(C \frac{eE\lambda}{kT}\right) \quad (I-35)$$

e : la charge de l'électron, E est le champ électrique, C est une constante de l'ordre de l'unité, λ est la longueur de saut, σ est la conductivité électrique et k est la constante de Boltzmann.

A fort champ électrique ($eE\lambda > kT$) le courant inverse peut être ignoré. Alors Hill a écrit la formule suivante :

$$j(T, E) \propto \sigma(T, 0)E \exp\left(C \frac{eE\lambda}{kT}\right) \quad (I-36)$$

Dans la dérivation de l'équation (I-35) et (I-36), seul le cas des effets ohmiques suivant la loi de Mott

$\rho = \rho_0 \exp\left(\frac{T_0}{T}\right)^{\frac{1}{4}}$ est considéré.

Les mêmes dépendances en terme de champ peuvent être obtenues si les effets ohmiques suivent le modèle du gap coulombien [Eq. (I-37)].

$$\rho = \rho_0 \exp\left(\frac{T_0}{T}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (I-37)$$

En utilisant la méthode de percolation, Pollak et Reiss ont abouti à l'équation (I-36) [Pol76].

Les données des publications (voir I-38) qui mentionnent les effets non ohmiques, ont été comparées à l'équation (I-36).

$$\rho(T, E) = \rho(T, 0) \exp\left(-C \frac{eE\lambda}{kT}\right) \quad (I-38)$$

$\rho(T, 0)$, la résistivité électrique à la limite d'un faible champ électrique.

La différence entre (I-36) et (I-38) est le facteur E . Pollack et Reiss ont généralisé le modèle dans le cas où la conduction est de type Efros [Pol76]. La convergence de ces résultats montre la même dépendance en champ.

Ces travaux conduisent à l'expression générale de λ [Ion87]:

$$\lambda = \frac{a}{2} \left(\frac{T_0}{T}\right)^p \dots \dots \dots (I-39)$$

p vaut $\frac{1}{2}$ si le régime ohmique est décrit par Efros ou $\frac{1}{4}$ si le régime est décrit par la loi de Mott. a est le rayon de localisation.

Les divergences concernant ce modèle sont liées à la valeur du paramètre C. Ce paramètre est soit une constante (0,17 selon [Pol76] et 0,8 selon [Hil71]), soit il est fonction de la température [Ion87].

$$C = 10^{-2} \left(\frac{T_0}{T} \right)^p \dots\dots (I-40)$$

Le modèle de Hill avec les paramètres C constant et $p = 1/2$ est validé dans le cadre de la thèse de C.Buzzi [Buz99]. Il trouve une valeur de $C \sim 1$. Pour la longueur de saut λ , il a déterminé une expression différente du modèle classique de Hill. Cette expression est donnée par : $\lambda = aT^2 + bT + c$, avec a, b, c : des constantes.

Récemment, le même modèle de Hill a été validé par les travaux de Galeazzi [Gal07]. Il a trouvé une valeur de $C \sim 1$ dans un Si : P, B avec $N_d = 5,2 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ et $K = 50 \%$.

III.3.1.b. Le Modèle sinus hyperbolique :

Ce modèle est issu des travaux de Hill [Hil71], sans condition particulière sur le champ. Son expression est la suivante :

$$R(T, E) = R(T, 0) \cdot \frac{C \frac{q\lambda E}{kT}}{\sinh(C \frac{q\lambda E}{kT})} \dots\dots (I-41)$$

$$\lambda \text{ suit la loi : } \lambda = \frac{a}{2} \left(\frac{T_0}{T} \right)^p$$

Le modèle sinus hyperbolique a été expérimentalement validé sur un Si : P, B dans une gamme de température supérieure à celle que nous utilisons (50 - 100 mK) : 1,3 et 4,2 K. Avec $N_d = 2,83 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ et $K = 10\%$, la référence [Buz99] a trouvé un paramètre $C = 1$.

III.3.2. Modèle de l'électron chaud (Hot Electron Model) :

L'effet électron chaud (hot électron) est présent à basse température dans les métaux [Rou85]. Le modèle standard assume que la puissance appliquée I^2R est déposée dans le système électronique (électrons). L'énergie récupérée par les électrons du champ électrique est transférée à la source froide (le doigt froid) uniquement via les interactions électron-phonon. A basse température, au niveau du couplage électron-phonon, l'énergie est rapidement distribuée dans les électrons avant son passage à la source froide. Ceci est caractérisé par une température des électrons (électronique) plus élevée que celle des phonons. On quantifie l'effet en introduisant une conductivité thermique G_{e-ph} entre les électrons et les phonons. Ce modèle a été élargi aux systèmes où la conduction s'effectue par sauts entre états localisés.

Le modèle de couplage électron-phonon est décrit à la figure 15:

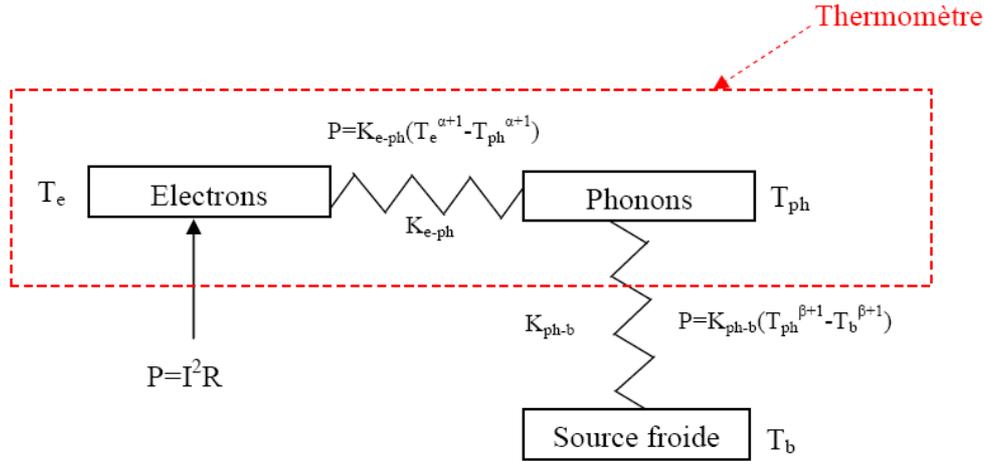


Figure 15: Caractéristiques du modèle électron-phonon dans un thermomètre en silicium implanté

La modélisation de la puissance dissipée dans le thermomètre est donnée par :

$$P = K_{e-ph} (T_e^{\alpha+1} - T_{ph}^{\alpha+1}) \quad (I-42)$$

Où P est la puissance dissipée dans le thermomètre.

K_{e-ph} et α sont des constantes caractéristiques du matériau thermométrique.

T_e est la température des électrons.

T_{ph} est la température des phonons.

La conductivité thermique G_{e-ph} est donnée par :

$$G_{e-ph} = \frac{dP}{dT_e} = K_{e-ph} (\alpha + 1) T_e^{\alpha} \quad (I-43)$$

Une récente étude sur des thermomètres de dimensions $100 \mu\text{m} \times 120 \mu\text{m} \times 1,4 \mu\text{m}$ en silicium dopé (Si : P, B) a exploité ce modèle de couplage électron-phonon pour un T_0 de 8,55 K et une valeur de G_{e-ph} mesurée à 100 mK de $1,43 \cdot 10^{-10} \text{ W/K}$. La valeur de l'exposant α est de 4,68 [Gal07]. Le résultat obtenu par cette même référence se base sur le modèle empirique du couplage électron-phonon donné par Zhang [Zha98]. Cette dernière référence estime que le modèle électron chaud est moins performant que le modèle exponentiel. Elle estime que le modèle exponentiel est mieux représentatif de la conduction à basse température dans le silicium dopé.

Nous nous sommes inspiré des résultats¹¹ des différents modèles afin de prédire analytiquement les différents paramètres concernant nos thermomètres Si : P, B.

¹¹ Notons que nous avons dans notre cas le même niveau de dopage avec la référence [Gal07], le seul paramètre qui diffère est le coefficient de compensation K, dans notre cas il est dans l'intervalle [10 - 25] %.

IV. Simulation numérique de la conduction :

L'objectif de l'étude qui va suivre est de déterminer les principaux paramètres qui vont définir la résistance électrique de nos thermomètres à basse température. L'objectif de notre cahier des charges est d'obtenir une impédance électrique entre 1 et 10 M Ω ¹² dans la gamme (50 - 100) mK, avec une très bonne sensibilité ($S = d(\ln R)/d(\ln T)$). En se basant sur les différentes théories citées précédemment et les différentes mesures expérimentales réalisées sur le silicium implanté en phosphore et compensé en bore (Si : P, B), nous avons utilisé la loi donnée par Efros-shklovskii [Efr75] :

$$\rho(T) = \rho_0 \exp\left(\frac{T_0}{T}\right)^{\frac{1}{2}}.$$

Cette loi a été validée expérimentalement dans un Si : P, B à 300 mK avec des résistances de l'ordre de centaines de G Ω par la référence [Buz99].

Afin de déterminer le paramètre T_0 qui dépend du dopage et de la compensation dans la loi d'Efros, nous avons utilisé un programme¹³ de simulation numérique de la conduction par saut dans le silicium à basse température. Ce programme a été écrit par Mr. Patrick Agnès en 1995, il a été ensuite utilisé par C. Buzzi [Buz99] dans le cadre de sa thèse sur des thermomètres en silicium refroidis à 300 mK pour le submillimétrique.

Notons que nous avons adapté et utilisé ce programme qui était valable à 300 mK, pour nos thermomètres fonctionnant à des températures entre 50 - 100 mK. Cette adaptation est faite par rapport à

la gamme de température et au seuil de conduction qui est défini par $\left(\frac{T_0}{T}\right)^{\frac{1}{2}}$ dans ce programme. Nous avons choisi une compensation $K = N_a/N_d$ (N_d : nombre d'atomes donneurs et N_a : nombre d'atomes accepteurs) entre 5 et 60 % et un N_d entre $1.10^{18} \text{ cm}^{-3}$ et $5.10^{18} \text{ cm}^{-3}$ afin de réaliser des thermomètres basses impédances (typiquement quelques M Ω) aux températures de fonctionnement.

Cette simulation donne le niveau de fermi moyen dans le Si : P, B (programme EFROS). Le résultat obtenu est ensuite utilisé par un autre programme (CLUSTER), pour déterminer les chemins de conduction à 50 - 100 mK par la méthode de percolation [Buz99]. La figure 16 montre le programme EFROS qui détermine le niveau de fermi moyen ainsi que la répartition des dopants dans le système (Si : P, B).

¹² Nous visons un temps de montée raisonnable en considérant les capacités de ligne vers le circuit de lecture, car pour $C=100\text{pF}$, $R=10 \text{ M}\Omega@50 \text{ mK}$, nous avons $f = \frac{1}{2\pi RC} = 160 \text{ Hz}$. En minimisant cette capacité de ligne, nous augmentons la bande passante et obtiendrons un temps de montée plus court.

¹³ La simulation numérique de la conduction à basse température est expliquée en détails dans la référence [Buz99].

```

Iteration : 4 / 20
sites dopants identifiés donneurs et accepteurs.....
N = 1000 KN = 240
CALCUL INITIAL.....
MINIMISATION DE L ENERGIE TOTALE FAITE.....
NCAS de permutation= 142
OPTIMISATION DE H FAITE.....
ENERGIE TOTALE FINALE: -105.478865256157
Emin= -0.117797233164310 Emax= 0.246267959475517 Moyen=
3.384652081117565E-003 Niv fermi= 1.274930825456977E-002
Histogramme d energie calcule.....

Iteration : 5 / 20
sites dopants identifiés donneurs et accepteurs.....
N = 1000 KN = 240
CALCUL INITIAL.....
MINIMISATION DE L ENERGIE TOTALE FAITE.....
NCAS de permutation= 203
OPTIMISATION DE H FAITE.....
ENERGIE TOTALE FINALE: -107.169216463180
Emin= -0.111561462283134 Emax= 0.120155937969685 Moyen=
3.366249556520415E-003 Niv fermi= 1.183537207543850E-002
Histogramme d energie calcule.....
    
```

Figure 16: Un exemple de simulation numérique du niveau de fermi moyen dans un Si : P, B avec $N_d = 3,37 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ et $K = 24\%$

Plusieurs combinaisons de simulations du couple (N_d, K) ont été faites et le résultat le plus intéressant que nous avons obtenu est avec $N_d = 3,50 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ et $K = 15\%$. Un seul chemin de conduction a été trouvé pour cette configuration à 50 mK (qui constitue pour nous un dopage nominal) avec un seuil $\left(\frac{T_0}{T}\right)^{\frac{1}{2}}$ de 11. La concentration critique de transition métal-isolant (N_c) que nous avons trouvé est de $4,02 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ (voir annexe I.1).

Le résultat de la simulation du paramètre T_0 de la loi d'Efros est présenté à la figure 17

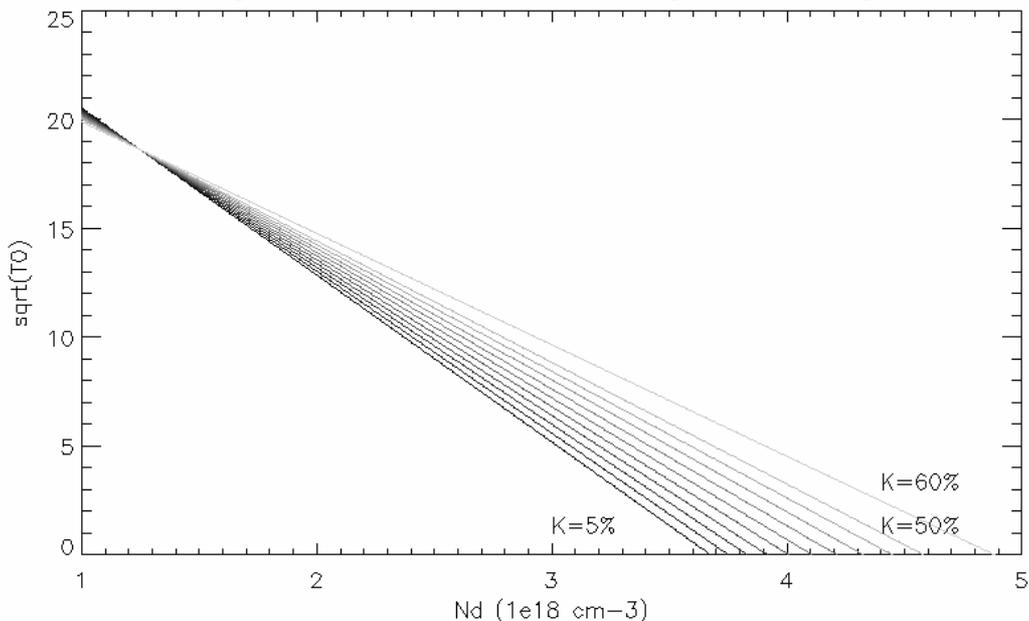


Figure 17: Simulation numérique du coefficient T_0 de la loi Efros-Shklovskii

De cette courbe, nous pouvons constater qu'il y a une très forte dépendance entre le paramètre T_0 et le couple (N_d, K) . Afin d'obtenir des impédances électriques de l'ordre de quelques $M\Omega$ à 50 - 100 mK avec une très bonne sensibilité, il est nécessaire d'avoir un T_0 variant dans l'intervalle 3 à 10 Kelvin.

Cette simulation numérique est très importante pour le choix du couple (N_d , K) lors de l'implantation ionique des plaques SOI qui définit les zones thermométriques. Et aussi pour ne pas gaspiller un nombre important de plaques SOI vu leurs prix. Pour la réalisation technologique, nous avons pris la décision d'envoyer deux lots technologiques M434P et M720P composés respectivement de 13 et 10 plaques SOI en 200 mm, splittés¹⁴ différemment en doses. Le dopage en phosphore (N_d) sur ces plaques varie dans l'intervalle $(2,53 - 3,53) \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$. Le coefficient de compensation K varie entre 10 et 30 %.

V. Technologie et choix de l'absorbeur :

V.1. Choix de l'absorbeur:

Pour avoir de bonnes performances, un microcalorimètre X, doit avoir un absorbeur qui a une faible capacité calorifique et un bon pouvoir d'arrêt. Il faut également une bonne thermalisation de l'énergie déposée. Cet absorbeur ne doit pas être de type semi-conducteur à grand gap, car dans ce dernier cas, la présence d'un tel gap générerait considérablement le processus de thermalisation. En effet, chaque charge piégée (dans une dislocation,...) soustrait une énergie (correspondant à celle du gap) à l'énergie déposée par le photon et thermalisée. Les fluctuations sur le nombre de charges piégées dégradent la résolution spectrale. Dans le cas du NTD Ge (Germanium dopé par transmutation neutronique) et du silicium implanté, quand ils sont directement utilisés comme absorbeur, les pulses qui résultent de l'absorption des X dans ces semi-conducteurs sont réduits par ce phénomène de piégeage et la résolution spectrale correspondante est mauvaise [Kil92]. Le matériau retenu comme absorbeur pour l'instrument XRS de la NASA/GSFC est le HgTe, ce matériau, semiconducteur à faible gap, est couramment utilisé en détection X (numéro atomique Z élevé), malgré les difficultés technologiques de réalisation.

Notons que dans le cas de l'instrument XRS, l'absorbeur utilisé est un HgTe de $624 \mu\text{m} \times 624 \mu\text{m} \times 8 \mu\text{m}$ [Kel07]. De récents travaux sur le HgTe ont montré qu'on pourrait diminuer d'un facteur 4 sa capacité calorifique totale et améliorer la résolution en énergie du détecteur (en faisant un recuit total de ce matériau en atmosphère de mercure pour diminuer le nombre de lacunes Hg dans le cristal ; ces lacunes introduisent un terme linéaire en T dans la capacité calorifique de ce matériau) par rapport à celui qui a été utilisé sur l'instrument XRS-2 [Kel08]. Dans notre cas nous utiliserons un absorbeur en tantale (Ta), que nous allons décrire dans les paragraphes qui vont suivre.

V.2. Traitement du tantale :

Afin d'avoir une meilleure absorption des rayons X dans un matériau donné, ce dernier doit avoir plusieurs propriétés ; notamment un rapport pouvoir d'arrêt sur capacité calorifique élevé. Ce matériau doit aussi avoir un haut Z (numéro atomique) pour permettre d'absorber les rayons X de haute énergie (jusqu'à 30 keV), sans augmentation importante de la masse calorifique. Ces critères imposent de choisir soit des semi-conducteurs à faible gap (des composés ou des éléments semi-conducteurs à haut Z moyen) soit des supraconducteurs (éléments ou alliages à haute température de transition, T_c). D'où l'intérêt du tantale qui a un T_c élevé de 4.47 Kelvin et un haut Z ($Z=73$)¹⁵, ce qui le qualifie comme un très bon candidat absorbeur [pig05]. On peut considérer les autres métaux s'ils sont supraconducteurs, sinon leur capacité calorifique d'origine électronique les disqualifie.

¹⁴ Plusieurs dopages différents.

¹⁵ www.webelements.com.

Le tantale doit présenter le moins de défauts possible pour garantir une basse capacité calorifique et la meilleure conductivité calorifique à basse température. Il subit un recuit autour de 2000 °C à cet effet, qui a aussi l'avantage de dégazer l'hydrogène pour lequel le tantale a beaucoup d'affinités. Il reçoit un dépôt en surface d'Aluminium et/ou de passivation (SiO_2). Ce dépôt sert de barrière à l'hydrogène et permet d'abaisser le gap du tantale en surface. Ce prétraitement est réalisé au laboratoire du CSNSM¹⁶ d'Orsay. Enfin, le tantale est un matériau relativement dense, assez dur, tout en étant très ductile (il peut être mis en forme par laminage). Il a une température de Debye raisonnable et est chimiquement assez inerte. Son oxyde est stable.

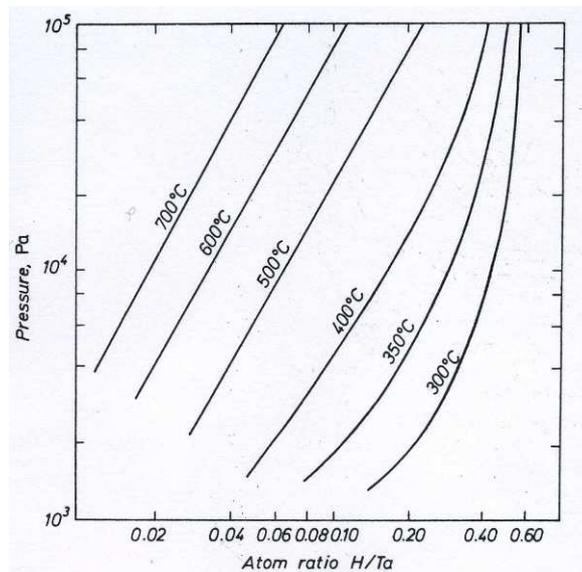


Figure 18: Le système Tantale-Hydrogène [Mal62]

Sur la figure 18, on voit qu'à pression égale, plus on augmente la température du recuit, plus le rapport H/Ta diminue, ceci peut être expliqué par le dégazage des atomes d'hydrogène du tantale. La capacité calorifique du tantale diminue avec la quantité d'hydrogène.

Dans notre cas, nous avons réalisé un recuit à (2200°C). Après ce recuit, pour éviter toute nouvelle absorption d'hydrogène, un dépôt métallique (suivi d'une passivation SiO_2) est réalisé sur les deux faces de la feuille de tantale (Ta). Le dépôt métallique peut être réalisé avec de l'Or, de l'Aluminium, voire du Nickel sur quelques couches atomiques, qui ont un faible taux de perméabilité à l'hydrogène et qui jouent, surtout, le rôle d'éponge à quasi particules.

V.3. Application du traitement sur nos échantillons en tantale :

Les feuilles de tantale de 25 μm d'épaisseur (purifiées à 99,9997 %) ont été fournies par la société Alpha Aesar¹⁷.

¹⁶ Centre de Spectrométrie Nucléaire et de Spectrométrie de Masse.

¹⁷ www.alfa-chemcat.com

V.3.1. Passivation du tantale :

La passivation du tantale (Ta) est faite pour assurer dans un premier temps une protection contre les gaz pour lesquels le tantale a beaucoup d'affinité comme par exemple l'hydrogène. Le traitement thermique est réalisé au CSNSM par le Dr. L. Dumoulin (voir la figure 19).



Figure 19: Dispositif de traitement du tantale au CSNSM

Les métaux qui pourront jouer ce rôle de barrière (en association avec la passivation SiO_2) sont caractérisés par leur faible perméabilité à l' H_2 . Ce même dépôt peut aussi servir dans un deuxième temps comme une éponge à quasi-particules. Les métaux résistifs ou à température critique de transition supraconductrice plus basse que celle du tantale vont présenter un puit de potentiel pour les quasi particules créées par le dépôt d'un photon X dans le tantale. Et comme la couche déposée est mince la densité élevée des quasi particules dans ce piège accélérera la dynamique de recombinaison (thermalisation) et donc elle réduit le temps de réponse du microcalorimètre. Cette propriété de piégeage est conditionnée par la qualité de l'interface entre la couche de métal déposée et le tantale. Notons que cette fine couche de métal déposée ne doit en aucun cas augmenter significativement la capacité calorifique du système.

V.3.2. Mesures des paramètres du tantale :

Les échantillons de tantale traités au CSNSM, ont été soumis à une mesure du RRR (Rapport de la Résistance Résiduelle), du rapport résistif (entre la température ambiante et une température immédiatement au dessus de la T_c). Les mesures sur nos feuilles ont été faites à Palerme (Italie) avec une éprouvette qui contient un motif chaîne. La comparaison entre une feuille de tantale traitée par traitement thermique et dépôt au CSNSM et non traitée est présentée à la figure 20 :

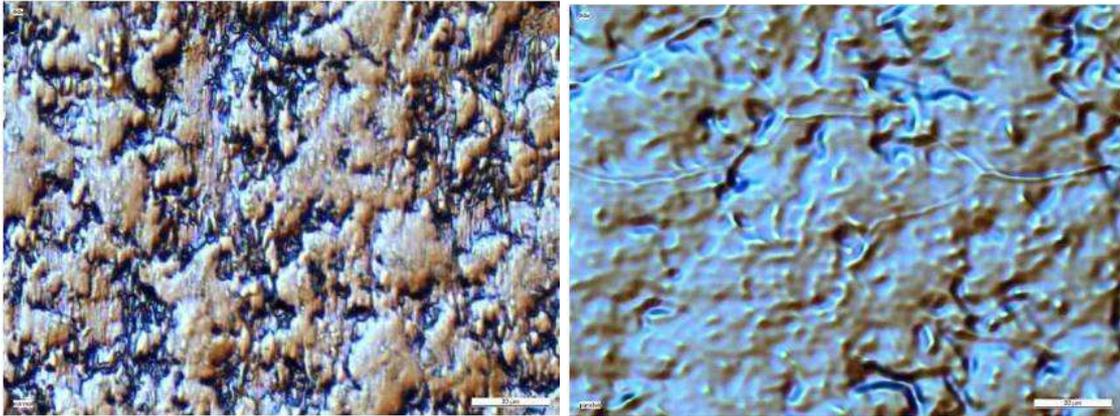


Figure 20: Feuille de tantale avant (figure à gauche) et après (figure à droite) le traitement

La topologie initiale de la surface du tantale avant traitement est de 440 nm et le RRR initial est autour de 16. Après le traitement qui consiste en un recuit et un polissage chimique suivi d'une passivation SiO_2 de quelques centaines de nm, la topologie de la surface de la même feuille de tantale est de 230 nm et le RRR est de 40.

V.4. Simulation de l'absorption de rayons X par le tantale :

Grâce au programme de calcul de l'interaction du rayonnement X avec le tantale (Ta), du laboratoire «CXRO»¹⁸, on a pu calculer le spectre d'absorption X du tantale. La figure 21 montre le taux de transmission du Ta dans la plage (100 eV-30 keV). Cette étude montre que 25 μm d'épaisseur de tantale devrait convenir pour stopper le rayonnement X dans notre gamme d'énergie. Le processus d'absorption des rayons X dans le tantale à l'état supraconducteur est cité dans l'annexe I.2.

NB: notons que l'absorption des rayonnements X dans le tantale ne dépend pas de la température.

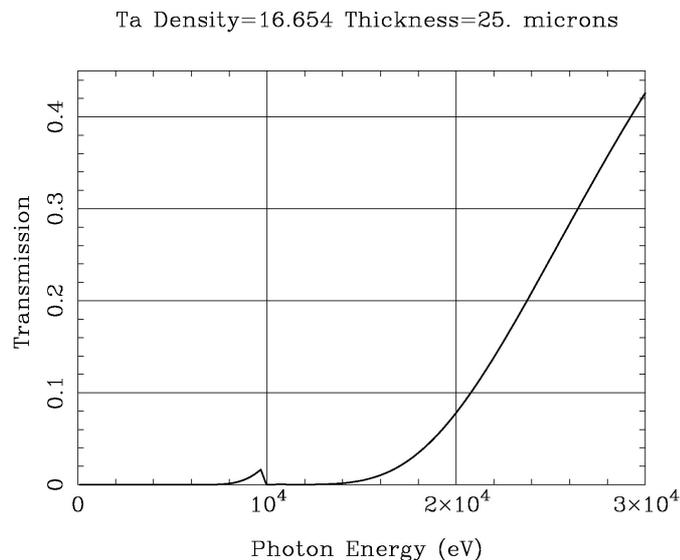


Figure 21: Taux de transmission en fonction de l'énergie incidente pour une feuille de tantale d'épaisseur égale à 25 μm

¹⁸ www-cxro.lbl.gov.

L'intensité transmise I d'un rayonnement X incident d'intensité I_0 pour un échantillon d'un élément d'épaisseur x est donnée par :

$$I = I_0 e^{-\mu x} = I_0 e^{-\frac{\mu}{\rho} \rho x}$$

Où μ est le coefficient d'absorption linéaire de l'élément considéré (cm^{-1}) qui dépend de l'énergie incidente, ρ sa densité (g.cm^{-3}), et $\frac{\mu}{\rho}$ correspond au coefficient d'absorption massique ($\text{cm}^2.\text{g}^{-1}$).

Le taux de transmission T en fonction de l'énergie incidente est donné par la formule :

$$T = 1 - A = \frac{I}{I_0}$$

où A est le taux d'absorption, ou coefficient d'efficacité quantique. Le résultat du calcul pour une feuille de tantale d'épaisseur égale à $25 \mu\text{m}$ est représenté sur la figure 21. Jusqu'à 15keV , l'absorption est quasi-totale, c'est donc l'épaisseur retenue pour notre application.

V.4.1. La thermalisation de l'énergie dans le tantale:

Dans un métal supraconducteur pur, la thermalisation totale de l'énergie déposée est lente et incomplète, ce problème est dû à la durée de recombinaison des quasi-particules et le piégeage des phonons dans le volume de l'absorbeur.

Le CEA a fourni des échantillons de tantale pur à Palerme pour le test de l'absorption et de la thermalisation des X à basse température. Dans un premier temps l'équipe de Palerme a fait des simulations numériques tout en utilisant des données théoriques comme par exemple le temps de recombinaison des quasi-particules dans le supraconducteur. Des tests expérimentaux, ont été réalisés dans un deuxième temps afin de les comparer à la simulation.

La figure 22 montre la simulation de la thermalisation dans une micro feuille de tantale de $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m} \times 25 \mu\text{m}$ pur.

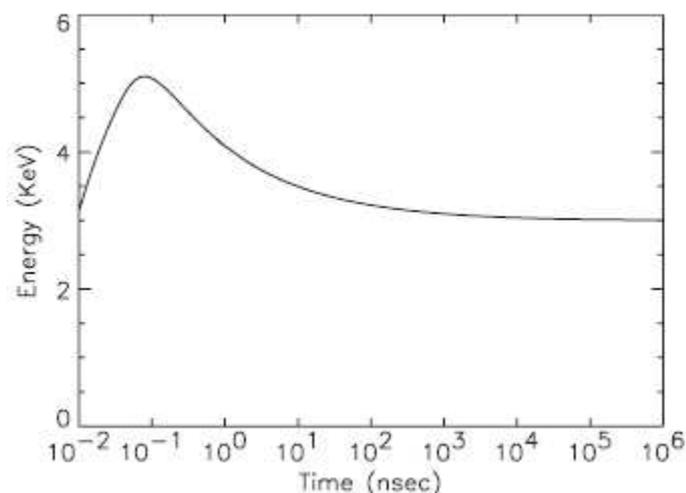


Figure 22: Simulation de l'absorption de l'énergie par les quasi-particules en fonction du temps dans un tantale pur de $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m} \times 25 \mu\text{m}$ après l'absorption de 6keV [Per08].

La simulation numérique en utilisant les paramètres théoriques ou mesurés (RRR) pour le tantale, a été réalisée pour déterminer le temps de recombinaison des quasi-particules. Elle a démontré une durée de vie des quasi-particules importante après le dépôt de 6 keV. Cependant, l'expérience montre que le temps de vie effectif peut être notablement plus court, comme dans le cas de l'étain.

Les résultats expérimentaux sur une feuille de tantale pur, de mesures effectuées à Palerme, ont démontré un temps de thermalisation de 900 μ s. C'est trop lent, si on le compare au temps de montée entre l'absorbeur et le thermomètre que nous visons et qui est de 100 μ s. En fait, et très rapidement après le dépôt d'énergie initial, environ 30% de l'énergie reste piégée sous forme de quasiparticules. Le taux de recombinaison est rapide, mais le phonon créé à l'occasion de cette recombinaison est, bien sûr, à la bonne énergie pour casser une paire de Cooper en 2 quasiparticules. Ce cercle vicieux se poursuit jusqu'à l'échappement du phonon ou sa dégradation en énergie.

V.4.2. Amélioration possible de la thermalisation dans le tantale :

Une moyenne de 30 % de l'énergie déposée sur un supraconducteur pur est piégée par les quasi-particules, afin de thermaliser le maximum d'énergie et d'accélérer cette thermalisation dans notre absorbeur en tantale de dimensions 500 μ m x 500 μ m x 25 μ m et de réduire la durée de vie des quasi-particules dans ce volume, nous rajoutons sur la face arrière (qui sera hybridée sur le thermomètre) un dépôt d'une fine couche métallique qui joue le rôle d'éponge à quasi-particules. Pour cela on peut déposer un métal résistif tel que l'Au, ou un métal à faible T_c comme pour l'Al (voir la figure 23), ou une faible quantité de métal ferromagnétique comme le Ni (pour ne pas augmenter la capacité calorifique du système) ; dans ce dernier cas, une fine couche de tantale contiguë transite et joue le rôle d'éponge à quasiparticules. Ce traitement spécifique permettrait de diminuer le temps de recombinaison effectif des quasi-particules de 900 μ s à moins de 90 μ s.

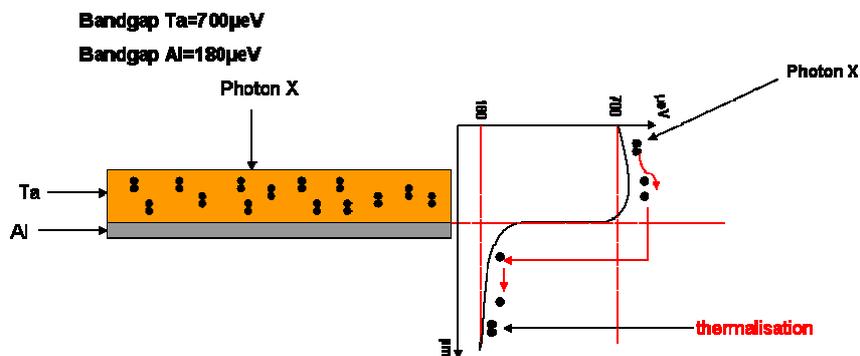


Figure 23: Passivation du tantale avec une fine couche d'Aluminium

Notons que nous avons étudié comme alternative au tantale dans le cadre d'un brevet que nous avons déposé, un nouvel absorbeur de rayonnement X dans la gamme 100 eV-6 keV. L'absorbeur étudié est le nitrure de tungstène (W_2N). Le mode de réalisation est cité dans la référence [Ali08].

Notons que les techniques d'assemblages collectifs de ces pixels absorbeurs en tantale sont présentées dans le chapitre 3 de ce rapport de thèse.

VI. Présentation de la structure à réaliser :

A partir du schéma simplifié présenté dans le paragraphe II.7, et en se basant sur les différentes fonctions de chaque partie, nous avons opté pour la réalisation de la structure présentée dans la figure 24. Cette structure est composée d'un absorbeur en tantale pour la détection du rayonnement X dans la gamme 100 eV -10 keV. La thermalisation de l'énergie déposée se fait dans cet absorbeur en tantale, la chaleur passe ensuite à travers un lien thermomécanique formé par des billes d'indium. Ces billes d'indium relient l'absorbeur en tantale au thermomètre en silicium dopé (senseur) et isolé de la source froide. Ce thermomètre traduit l'élévation de température due au passage de la chaleur de l'absorbeur vers le thermomètre en une résistance électrique variant en fonction de la température. La réalisation technologique de ce microsystème est présentée dans le chapitre 2 et 3 de ce manuscrit.

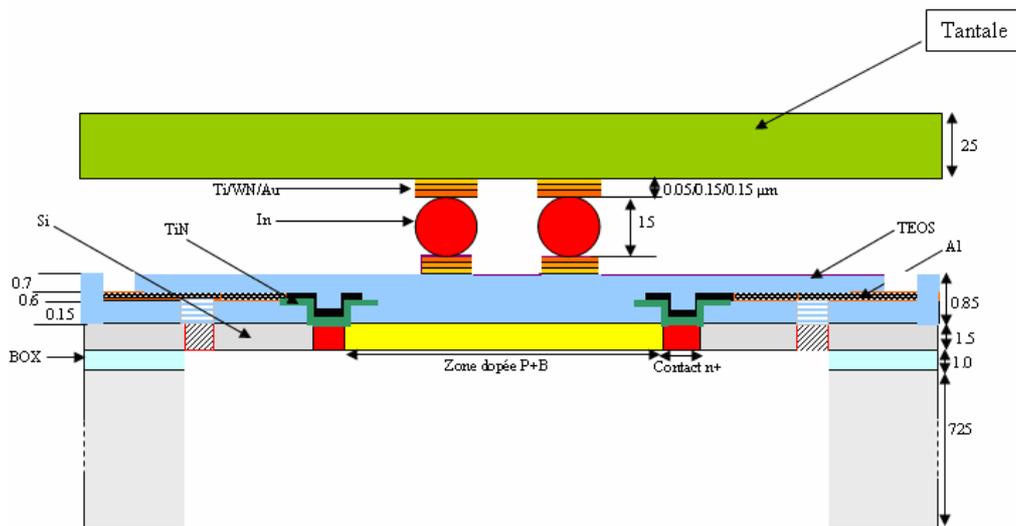


Figure. 24 : Présentation de la structure à réaliser

VII. Conclusion du chapitre 1 :

Nous avons vu dans ce chapitre la présentation générale de la mission spatiale IXO dans le cadre du programme cosmic vision 2015 - 2025 de l'ESA. Nous avons aussi abordé les aspects théoriques du microcalorimètre, ensuite nous avons détaillé les différentes théories de la conduction à basse température dans les systèmes tout en l'adaptant à nos thermomètres en silicium implantés et diffusés. Ce qui nous a permis d'éclaircir certaines problématiques concernant les modèles utilisés et leurs concordances avec notre cahier des charges qui vise la conception de thermomètres en technologie CMOS (Complementary Metal Oxide Semiconductor). Ces thermomètres sont dits basses impédances typiquement de quelques M Ω à 50 - 100 mK avec une bonne sensibilité. Pour ce faire nous avons utilisé et adapté un programme de simulation numérique, qui nous a beaucoup aidé à avoir une idée des gammes de dopages qu'il faudrait viser lors de la réalisation technologique (détaillée dans le chapitre 2). Cette réalisation comporte une centaine d'étapes technologiques réalisées sur des SOI en format 200 mm.

L'autre partie de ce premier chapitre a traité l'état de l'art de ce qui est utilisé comme absorbeurs de rayonnements X pour les applications astrophysiques. Nous avons présenté notre absorbeur traité dans le but d'améliorer la détection et la thermalisation de l'énergie absorbée du rayonnement X à basse température. Le but de cette première étude était également d'améliorer la résolution en énergie globale du détecteur.

Références du chapitre 1:

- [Abr79] E. A. Abrahams, et al, Phys. Rev. Lett., 42 (1979), p. 673.
- [Amb71] V. Ambegaokar, Halperin B.I., Langer J.S., Phys. Rev. B 4, p.2612 (1971).
- [Ali08] A. Aliane brevet N°: Fr-DD10645 (en cours de publication), 2008.
- [And46] D. H. Andrews, R. M. Milton, and W. DeSorbo, J. Opt. Soc. Amer. 36, 518 (1946).
- [And49] D. Andrews, R. Fowler, M. Williams, Phys. Rev. 76, 154 (1949).
- [And58] Anderson P. W., Phys. Rev. 124, p.41 (1958).
- [Buz99] C. Buzzi, these de doctorat de l'UJF, 1999.
- [Cab02] B. Cabrera et al. TES spectrophotometers for near IR/Optical/UV. American Institute of Physics Conference Series, pages 565-570, 2002.
- [Cam02] P. Camus, « principes des bolomètres », 5ième école thématique du 2 au 8 juin 2002.
- [Con56] E. M. Conwell, Physical review, 103(1)(1956), P.51.
- [Cur03] P. Curie, A. Laborde, Compt. Rend. 136, 673 (1903).
- [Dow84] P. M. Downey et al, "monolithic silicon bolometers". Applied Optics, 23(6):910-914, 1984.
- [Efr75] A.L. Efros., Shklovskii B.I., J. Phys. C. 8, p.L49 (1975).
- [Ens08] C. Enss et al, J. Low Temp Phys, 151 :5-24, 2008.
- [Ens01] C. Enss et al "Calorimetric Detection of X-Rays" Journal of Low Temperature Physics, Vol. 124, Nos. 1/ 2, 2001.
- [Fur02] T. Furusho et al, Mem. S. A. It Vol. 00, 1, 2002.
- [Gal07] M. Galeazzi et al, Physical review B 76, 155207, (2007).
- [Hao03] L. Hao, J.C. Macfarlane, P. Josephs-Franks, J.C. Gallop, IEEE Trans. Appl. Superconductivity 1, 622 (2003).
- [Hes82] H. F. Hess, et al, Phys Rev., B25(1982), p4288.
- [Hil01] G. C. Hilton et al. Microfabricated transition edge x ray detectors, IEEE T. Appl. Supercon., 11(1):739-742, 2001.
- [Hil71] R. M. Hill, Philos. Mag. 24, 1307 (1971).
- [Ion87] A.N. Ionov et al JETP Lett., 45(5)(1987), p.310.
- [Kel08] R.L Kelley et al, J.Low temperature physics(2008) 151:375-380, 2008.
- [Kel07] R. L. Kelley, Astron. Soc. Japan 59, S77-S112, January 25, 2007.
- [Kil92] C. S. Kilbourne, - PhD thesis, Stanford University, 1992.
- [Lan81] S.P. Langley, in Proceedings of the American Academy of Arts and Sciences XVI (1881).
- [Mal62] M.W. Mallett, B.G. Koehl, J. Electrochem. Soc. 109 (1962) 611, 1962.
- [Maz04] Benjamin A. Mazin, PhD thesis, California Institute of Technology, 2004.
- [McC05], D. McCammon, rapport dans « cryogenic particule detectors », 2005.
- [Mit07] K. MITSUDA et al, Publ. Astron. Soc. Japan 59, S1-S7, January 25, 2007.
- [Mot68] N. F. Mott, J. Non-Crystal. Solids 1, p.1 (1968).
- [Per08] E. Perinati et al, Review of Scientific Instruments, Volume 79, Issue 5, pp. 053905-053905-4 (2008).
- [Pet00] B. J Peterson. Infrared imaging video bolometer. Rev. Sci. Instr., 71(10):3696-3701, 2000.
- [Pig05] C. Pigot rapport CNES-CEA sur l'avancement du projet bolomètre X, 2005.
- [Pol76] M. Pollak et Reiss, J.phys.C : solid state Phys.,9(1976), P2339.
- [Pol72] M. Pollak, J. Non-Crystal. Solids 11, p.1 (1972).
- [Rou85] M. L. Roukes, M. R. Freeman, R. S. Germain, R. C. Richardson, and M. B. Ketchen, Phys. Rev. Lett. 55, 422 (1985).
- [Ros83] T. F. Rosenbaum, et al Phys.Rev. B,27(1983),p.7509.
- [Ros80] T. F. Rosenbaum et al, Phys.Rev. Lett. 45(21)(1980), p.1723.

- [Shk84] B. I. Shklovskii, Efros A.L., *Electronic Properties of Doped Semiconductors*, (éd: Springer-Verlag, Berlin) (1984).
- [Shk76] B. I. Shklovskii, *Fiz. Tekh. Poluprovodn.* 10, 1440 (1976) [*Sov. Phys. Semicond.* 10, 855 (1976)].
- [Shk71] B.I.Shklovskii, Efros A.L., *Sov. Phys. JETP* 33, p.468 (1971).
- [Sim35] F. Simon, *Nature* 135, 763 (1935).
- [Sta03] C.K. Stahle, et al., *Proc. SPIE* 4851(2003) 1394.
- [Tak08] Y. Takei et al, DOI 10.1007/s10909-007-9621-5, *JLTP* 2008.
- [Ver08] P. Verhoeve, *J Low Temp Phys* (2008).
- [Zha98] J. Zhang et al, *Physical review B*, Volume 57, Number 8, 1998.

CHAPITRE 2 : Réalisation technologique du microcalorimètre

I. Introduction et description des aspects microtechnologie :

Dans ce chapitre, nous allons détailler les différentes étapes technologiques, les différents traitements et équipements mis en œuvre pour la réalisation du microcalorimètre sur des substrats simple SOI en 200 mm de diamètre. Notons que dans ce même chapitre nous allons détailler le procédé de gravure sèche, car c'est l'une des étapes les plus critique de l'empilement technologique et nous allons passer très brièvement sur les aspects concernant le dépôt et la photolithographie en microélectronique. La figure 1 montre la structure d'un pixel micro bolomètre au pas de 500 μm en silicium sur le quel nous devons hybrider une micro feuille en Ta (tantale) afin d'obtenir le microcalorimètre à la fin du processus.

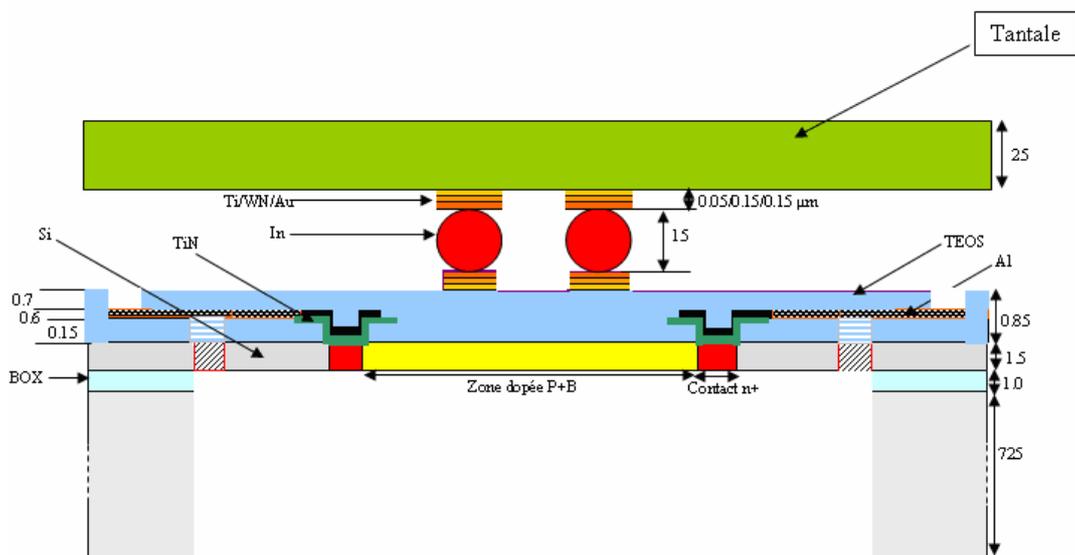


Figure 1: Structure d'un pixel microcalorimètre (500 μm x 500 μm)

I.1. Le dépôt en microélectronique :

Le dépôt de matériaux en microélectronique est une étape très importante et qui entre dans le processus technologique complet. Une gamme très large de matériaux allant de l'isolant au métal peuvent être déposés en couche mince par différentes techniques : pulvérisation, évaporation, dépôt par voie chimique, électrolyse. Dans ce chapitre technologique nous ne rentrerons pas dans les détails des procédés de dépôt de couches minces mais nous allons utiliser ces procédés pour construire notre microcalorimètre pour la détection X.

I.2. La photolithographie en microélectronique:

La photolithographie est une technique qui permet de reproduire un motif prédéterminé sur la surface de la tranche de silicium. Cette photolithographie est assurée par le dépôt d'une résine photosensible (typiquement 1 à 2 μm), c'est-à-dire d'un polymère organique sensible aux UV (Ultra Violet).

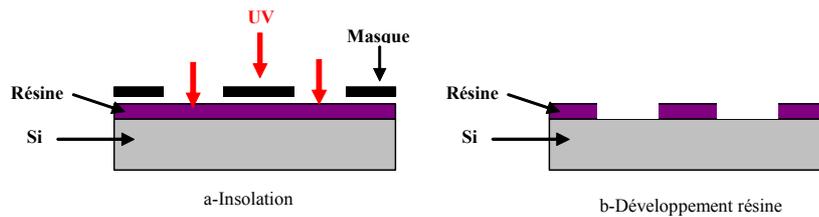


Figure 2: Processus technologique de la photolithographie

Un réticule (ou masque), généralement constitué par une plaque de verre recouverte d'une couche métallique dans laquelle a été réalisé le motif, est mis en regard de la résine déposée sur la surface de la tranche de silicium (figure 2-a). Dans notre cas, la résine est insolée par un rayonnement UV. Le métal déposé sur le réticule est opaque à ce rayonnement et à l'inverse le verre est transparent. De ce fait le rayonnement UV traverse le verre et modifie localement la résine exposée. La plaque de silicium est ensuite montée en température (autour de 200 °C) pour permettre la modification de la résine dans les zones insolées. Elle est ensuite plongée dans une solution révélatrice qui dissout la résine insolée si cette résine est positive (figure 2-b) ou la zone non insolée si on a utilisé une résine négative. Après avoir gravé sur une profondeur désirée, on retire le masque par gravure humide et/ou en phase vapeur (étape dite de stripping¹⁹). A noter que l'on peut également réaliser sur matériau à graver un masque dit dur, c'est-à-dire un masque en matériau différent réalisé de la manière précédente par photolithographie. Par exemple, étant donné la sélectivité différente de gravure entre silicium et SiO₂, pour graver le silicium on dépose une couche de SiO₂, puis on réalise la photolithographie et gravure de l'oxyde, enfin on retire la résine et cet oxyde constitue le masque de gravure du silicium.

1.3. Les procédés de gravure :

La gravure d'un matériau est le procédé qui permet d'enlever de la matière sur l'ensemble ou une partie d'une plaque. On utilise un agent réactif (liquide ou gazeux) qui va interagir avec la matière à graver dans des zones définies sur la plaque par le masque de résine (ou de matériau différent) (figure 3). Il est important que le matériau du masque réagisse moins vite avec l'agent de gravure que le matériau à graver, c'est à dire qu'il faut une bonne sélectivité entre le masque et le matériau à graver.



Figure 3: Principe de la gravure localisée d'un matériau

Il y a plusieurs types de gravure : la gravure par plasma dite « sèche », la gravure par voie « humide », la gravure par faisceaux d'ions.

¹⁹ Le retrait de la résine photosensible se fait en utilisant un décapage CARO (sulfuro oxygéné), ce décapage est réalisé avec une solution d'acide sulfurique à 80 – 100 °C avec ajout d'eau oxygénée juste avant utilisation. Cette solution contient entre trois et cinq volumes d'acide sulfurique pour un volume d'eau oxygénée. Il s'agit de deux oxydants puissants. Leur mélange est exothermique et la température du bain peut atteindre entre 150 et 180 °C. Cet accroissement soudain de température assiste le processus de nettoyage. Les plaquettes sont maintenues dans le bain entre 10 et 15 minutes puis rincées à l'eau DI et séchées.

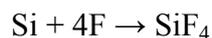
I.3.1. Procédé de gravure par plasma:

La gravure sèche est en réalité une technique utilisant un plasma dans laquelle interviennent à la fois les effets de bombardement par des ions et la réaction chimique. On la dénomme R.I.E. (Reactive Ion Etching en anglais). La plaque est posée sur un porte-substrat horizontal ; les gaz injectés sont destinés à graver la couche de surface. On utilise un générateur radiofréquence qui va permettre d'engendrer dans le réacteur les espèces réactives.

I.3.1.1. Exemple de gravure du silicium par plasma :

La gravure plasma du silicium peut être faite en utilisant deux procédés principaux. Le premier est le procédé Bosch qui s'effectue à température ambiante avec alternance des étapes de gravure et de passivation. L'autre procédé est le procédé cryogénique. Dans ce dernier, la gravure et la passivation s'effectuent durant la même étape et à basse température (≈ -100 °C.).

Dans les deux procédés, la gravure du silicium s'effectue avec du SF₆ (hexafluorure de soufre). Le plasma SF₆ forme des radicaux fluorés qui réagissent avec le silicium pour créer des espèces volatiles SiF₄. La réaction du fluor avec le silicium est la suivante :



C'est une réaction exothermique avec une enthalpie de formation $H^\circ = -1570 \text{ kJ.mol}^{-1}$ à 25 °C [Mel06].

I.3.1.2. Le procédé de gravure Bosch :

Le procédé Bosch permet la gravure de structures à fort rapport d'aspect et de grande ouverture (jusqu'à plusieurs centaines de microns). Ce procédé de gravure est effectué à température ambiante et utilise une alternance de plasma de gravure (SF₆) et de plasma de passivation (C₄F₈, C₂F₆, CF₄ ou CHF₃). Le rôle assuré par le plasma SF₆ est de graver le silicium de manière isotrope. Après exposition au plasma SF₆, le plasma de passivation dépose sur les flans du motif à graver une couche épaisse de protection. Au fond du motif cette couche est très mince et est un polymère de type C_xF_y. Cette fine couche de passivation, qui a été formée au fond du motif, est ensuite détruite systématiquement par l'étape de gravure à l'aide du bombardement ionique, le silicium non protégé par cette couche est alors gravé dans cette même étape par les radicaux fluorés provenant du plasma SF₆. En augmentant le nombre d'alternances des étapes de gravure et de passivation, une gravure profonde anisotrope peut alors être obtenue avec un fort rapport d'aspect.

I.3.2. La gravure humide :

La gravure humide (gravure chimique) était la méthode la plus traditionnelle utilisée pour graver les matériaux au tout début de la microélectronique. Cette gravure a ses avantages : elle est très sélective, elle peut avoir un faible coût, et une cinétique souvent rapide. Mais elle présente beaucoup d'inconvénients comme par exemple : la résolution est limitée parce que cette gravure est généralement isotrope, la quantité de produit gravant est importante, la manipulation peut être délicate (acides et bases à forte concentration). Ajoutons à tout cela les problèmes de capillarité qui engendrent des problèmes d'adhésion du masque de résine (gravure par pénétration capillaire à l'interface masque et film). La gravure humide ne permet pas d'obtenir des profils anisotropes et profonds avec une vitesse de gravure élevée.

C'est la mise en place de réacteurs de gravure par voie sèche, c'est-à-dire par plasma, qui a permis de réunir les conditions pour l'obtention de profils désirés dans la miniaturisation des micro- processeurs (loi de Moore [Moo65]).

Le principe de cette gravure humide repose sur une réaction chimique en phase liquide entre la solution de gravure et le silicium, dont la cinétique est commandée par l'orientation cristallographique des surfaces en contact [Tab92] [Bea78]. La vitesse de gravure, qui est exprimée le plus souvent en $\mu\text{m.mn}^{-1}$, dépend de l'orientation cristallographique de la surface à graver avec la solution. Par exemple, un silicium avec une orientation (111) se grave beaucoup moins vite qu'un silicium avec une orientation (100). L'intérêt principal de cette gravure est la facilité de la fabrication des microstructures MEMS²⁰ [Jun03]. Le tableau II-1 montre quelques exemples de matériaux et leurs agents de gravure.

Matériau à graver	Agents de gravure	Commentaires
SiO ₂	HF (49% dans l'eau) NH ₄ F:HF (6:1)	-Sélectif par rapport à la gravure du Si.
Si ₃ N ₄	HF (49%) H ₃ PO ₄ :H ₂ O	-La vitesse de gravure dépend fortement de la densité du film. -Sélectif par rapport à SiO ₂ .
Al	H ₃ PO ₄ :H ₂ O:HNO ₃ :CH ₃ COOH (16:2:1:1)	-Sélectif par rapport à Si, SiO ₂ et la résine
Si poly cristallin	HNO ₃ :H ₂ O:HF (50:20:1) (+CH ₃ COOH)	-La vitesse de gravure dépend de la composition des agents de gravure.
Si monocristallin	HNO ₃ :H ₂ O: HF (50:20:1) (+CH ₃ COOH) KOH:H ₂ O:IPA (isopropanol)	-La vitesse de gravure dépend de la composition des agents de gravure -Sélectivité cristallographique : $V_{g<100>} = 100 \times V_{g<111>}$
Ti	NH ₄ OH:H ₂ O ₂ :H ₂ O (1:1:5)	Sélectif par rapport au TiSi ₂
TiN	NH ₄ OH:H ₂ O ₂ :H ₂ O (1:1:5)	Sélectif par rapport au TiSi ₂
TiSi ₂	NHF ₄ F : HF (6:1)	
Résine	H ₂ SO ₄ :H ₂ O ₂ (125°C)	Pour les wafers sans métal

Tableau II-1: Exemples de gravures humides pour divers matériaux

N.B : Pour les étapes de gravure humide qui interviendront dans notre processus de fabrication, nous définissons le degré d'attaque chimique selon l'ouvrage traitant de la gravure chimique par Pierre RENARD [Ren02]. Ce degré d'attaque est mentionné comme suit :



Pas d'attaque

Attaque faible

Attaque moyenne

Attaque forte

Attaque inconnue

1.3.3. La gravure par faisceau d'ions :

Elle repose sur la pulvérisation du matériau qu'on veut graver, par faisceau d'ions positifs fortement accélérés. L'énergie cinétique des ions est de l'ordre de 100 - 1000 eV. La gravure par faisceau d'ions permet d'obtenir une parfaite anisotropie par rapport à la gravure humide. Les principales techniques utilisées sont :

-IBE (Ion Beam Etching) : un faisceau d'ions (généralement de l'argon) grave le matériau par collision physique (sputtering) .

-RIBE (Reactive Ion Beam Etching) : un faisceau d'ions réactifs créés au niveau du canon d'ions est utilisé pour graver le matériau.

²⁰ MEMS: Micro Electro Mechanical Systems.

-CAIBE (Chemically Assisted Ion Beam Etching) : le gaz réactif est amené au-dessus du matériau qui est soumis au faisceau d'ions. L'interaction entre le faisceau d'ions et le gaz réactif crée des espèces réactives avec le matériau. On obtient ainsi une gravure chimique (formation de produits volatils) et une gravure physique. Dans toutes ces techniques, le matériau a l'avantage d'être séparé du plasma. Cependant l'importante énergie amenée par les ions se transforme en effet Joule d'où la nécessité d'un refroidissement important du porte substrat.

I.3.4. Paramètres de la gravure :

I.3.4.1. La vitesse de gravure :

Une des caractéristiques principales de la gravure est la vitesse de gravure qui est définie par la formule suivante : $V_{gravure} = \frac{\text{profondeur}_{\text{motif}}}{\text{temps}_{\text{gravure}}}$. La vitesse de gravure verticale moyenne $V_{gravure}$ est le rapport de la profondeur du motif gravé sur la durée de la gravure.

La vitesse de gravure instantanée n'est pas constante durant la gravure d'un motif. La vitesse de gravure diminue en fonction de la profondeur gravée : Ce phénomène est principalement due à la diminution de l'énergie des ions en fond de motifs et à la présence de polymères qui se forment au cours de la gravure.

I.3.4.2. La sélectivité :

Il est important de connaître les vitesses de gravure de tous le matériaux en présence pendant le procédé. En particulier il faut connaître celle du matériau à graver, celle du masque (résine ou masque dur) et celle de la sous-couche situé sous le matériau à graver. On définit ainsi la sélectivité du matériau/masque ou matériau/sous couche d'après le rapport suivant :

$$\text{Sélectivité} = \frac{V_{gravure}}{V_{\text{masque}} \text{ ou } V_{\text{sous-couche}}}$$

$V_{gravure}$: Vitesse de gravure verticale dans le matériau à graver

V_{masque} : Vitesse de gravure du masque résine ou masque dur

$V_{\text{sous-couche}}$: Vitesse de gravure de la sous couche d'arrêt.

On peut voir que plus la sélectivité est grande, plus la vitesse de gravure du matériau à graver est élevée par rapport à celle du masque résine (ou de la sous couche).

Une sélectivité « matériau / résine » élevée permettra de réduire l'épaisseur du masque résine (ou du masque dur). Par ailleurs, une sélectivité « matériau/sous-couche d'arrêt » élevée conduira à une faible consommation de la sous couche d'arrêt.

I.3.4.3. Le degré d'anisotropie :

On peut distinguer les attaques chimiques des attaques par plasma par le degré d'anisotropie A qui est défini par la formule suivante :

$$A = 1 - \frac{V_{\text{latérale}}}{V_{\text{gravure}}}$$

$V_{\text{latérale}}$: Vitesse de gravure latérale dans le matériau.

V_{gravure} : Vitesse de gravure verticale dans le matériau.

Dans le cas général des attaques chimiques on a $A = 0$, ce qui veut dire que $V_{latérale} = V_{gravure}$ (figure 4-a). Si la gravure latérale est nulle ($V_{latérale} = 0$), le degré d'anisotropie A sera alors égal à 1. Nous avons dans ce cas une tranchée anisotrope (figure 4-b). La gravure par plasma permet de contrôler ce degré d'anisotropie.

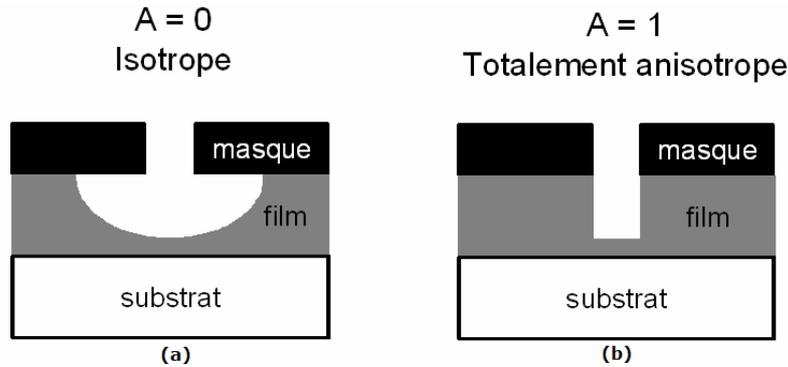


Figure 4: Comparaison entre la gravure isotrope et la gravure anisotrope.

On peut avoir un degré d'anisotropie A égal à 1 si on diminue la vitesse de gravure latérale.

I.3.4.4. La pente des flancs de gravure:

Si on choisi de faire une gravure anisotrope (ce qui sera notre choix pour la gravure profonde en face arrière du bulk Si), on peut caractériser le profil de gravure par le calcul de la pente de ses flancs. L'épaisseur du bulk Si du SOI est de $725 \mu\text{m}$ d'épaisseur et comme au fond du bulk on doit libérer les poutres en silicium qui sont à $5\mu\text{m}$ du bord du mur en Si, on est obligé de choisir un profil négatif. C'est vrai que l'idéal est d'avoir $A = 1$ et la pente du profil est à $\theta = 90^\circ$ (figure 5).

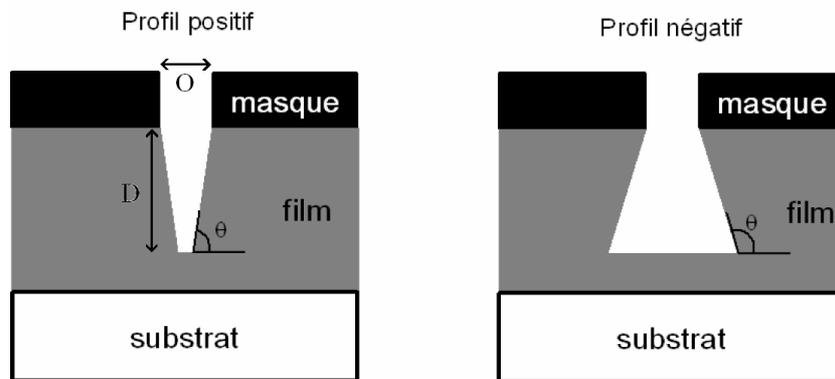


Figure 5: La définition du profil positif et du profil négatif.

A partir de là, on peut aussi définir le facteur d'aspect FA qui est le rapport entre la profondeur D gravée du motif sur l'ouverture O du motif.

$$FA = \frac{D}{O}$$

On peut noter aussi que le facteur d'aspect augmente avec la profondeur.

II. Etapes technologiques au bâtiment 41 :

Le Leti possède une plate forme silicium 200 & 300 mm front end (Bât.41).

II.1. Réalisation technologique :

La réalisation technologique du bolomètre en silicium est faite sur un substrat en 200 mm de type SOI fourni par l'entreprise SOITEC²¹. L'ensemble des étapes technologiques en « front end » et en « back end » a été réalisé respectivement au bâtiment 41 et au Bâtiment BHT (Bâtiment des Hautes Technologies) du LETI au CEA Grenoble. Dans ce qui suit nous allons détailler les étapes de fabrication de ce microsystème. Nous avons choisi pour la réalisation technologique du microcalorimètre, d'utiliser un simple SOI réalisé avec la technologie smart cut²² au lieu d'un double SOI, les explications en détail de ce choix technologique sont en annexe II.1.

II.2. Etape 1 : Identification des plaquettes :



Figure 6: Identification des plaques SOI

Nous avons décidé d'envoyer deux lots technologiques avec approximativement les mêmes paramètres successivement, pour éviter tout problème (cassures de plaques, perte de plaques...). Pour le passage au bâtiment 41 de ces deux lots, leurs appellations sont les suivantes : Le premier lot que nous considérons comme un lot d'étude, composé de 13 plaques avec des dopages différents, est le lot M434P. Le deuxième lot composé de 10 plaques avec 5 dopages différents est le lot M720P. La première étape est de s'assurer que toutes les plaques sont en bon état (voir la figure 6), en particulier on observe la qualité de la surface avant qui doit être traitée en technologie (absence de rayures, défauts locaux, etc...).

II.3. Etape 2 : Marquage des plaques :

On marque sur les plaques un numéro de lot et un numéro de plaque. Cette gravure est faite au laser sur la face avant (épaisseur du silicium égale à 1,5 µm) sur l'équipement « WAFERLASE1 » se trouvant au bâtiment 41. Le laser crée des points et non des lignes continues afin de ne pas fragiliser le substrat en créant une amorce de clivage. Cette étape sera suivie par un nettoyage RCA défini dans le paragraphe qui suit.

²¹ Société qui fabrique des plaques SOI, utilisant le procédé smart cut (www.soitec.com).

²² Technologie à base de collage par adhésion moléculaire.

II.4. Etape 3: Nettoyage RCA :

Le nettoyage RCA²³ est un procédé très utilisé, généralement avant chaque traitement thermique et est composé de deux étapes avec un rinçage à l'eau DI (dé-ionisée) entre les étapes. La première utilise un mélange d'une partie d'eau oxygénée, d'une partie d'ammoniac (NH₄OH) et de cinq parties d'eau DI. Le mélange est chauffé à 80 °C.

Les plaques sont trempées dans la solution pendant 10 à 15 min, puis immédiatement immergées dans la seconde solution. La seconde solution est un mélange d'une partie d'eau oxygénée, d'une partie d'acide chlorhydrique et de six parties d'eau DI. Cette solution est généralement chauffée à 80 °C et les plaques sont laissées entre 10 et 15 min dans cette solution, puis rincées et séchées.

II.5. Etape 4: Gravure des marques d'alignements pour les steppers ASM100 et TITAN :

Des marques spécifiques sont gravées dans le silicium pour permettre l'alignement des niveaux de lithographie ultérieurs, en face avant et en face arrière. La lithographie des marques est faite en utilisant un réticule spécifique sur l'équipement ASM300.

Les marques sont ensuite gravées dans le silicium dans un équipement de gravure plasma P5000. Ces étapes seront ensuite suivies par le retrait de la résine (stripping) par voie humide.

N.B : Les équipements ASM300 et TITAN sont dédiés à la lithographie, un réticule titan est un champ de 22 mm x 22 mm de taille. Ce champ sera photorépété sur toute la plaque pour former le masque de lithographie.

II.6. Etape 5: Oxydation thermique de pré implantation:

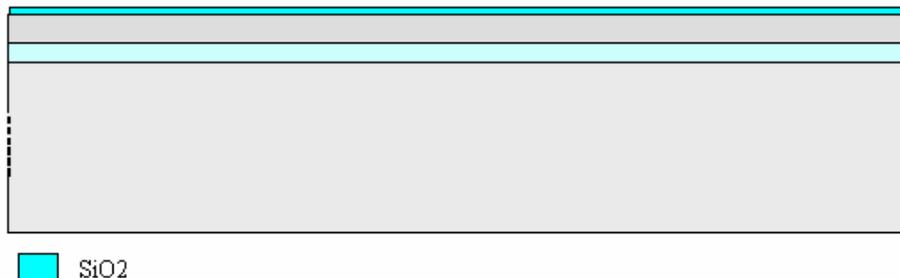


Figure 7: Oxydation de pré-implantation

La première étape importante avant l'implantation ionique est la croissance thermique de 25 nm de SiO₂ sur la première couche de silicium du simple SOI qui fait 1.5 µm d'épaisseur (voir la figure 7). Le rôle de cette couche est de protéger la face avant du SOI d'éventuelles contaminations et d'écranter les ions lourds issus de l'implanteur ionique. Cette étape est réalisée sur l'équipement TEL ALPHA1. Les mesures de l'épaisseur du SiO₂ sur la plaque ont donné les valeurs suivantes : Le minimum est de 247 Å, le maximum est de 250 Å et la moyenne du dépôt est de 249 Å. La durée de l'oxydation sèche est de 40 min et 30 secondes dans le four. Comme indiqué sur la courbe du modèle qui va suivre (figure 8), pour des temps d'oxydation relativement faibles, la variation d'épaisseur en fonction du temps d'oxydation est pratiquement linéaire. Par ailleurs, pour des oxydations de faible épaisseur, on doit tenir compte de la présence de l'oxyde natif ce qui correspond à une ordonnée à l'origine non nulle.

²³ <http://cmi.epfl.ch/thinfilms/RCA.htm>

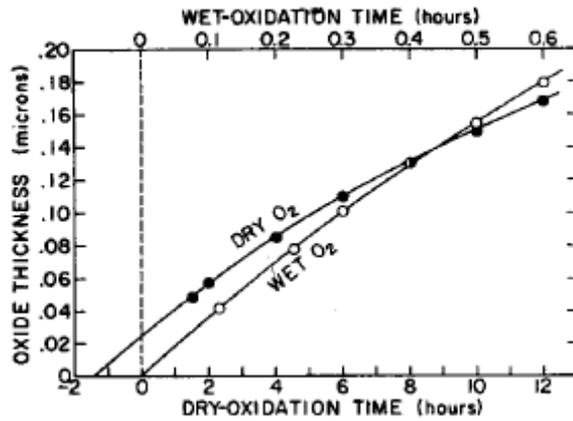


Figure 8: Comparaison à 920 °C de la formation d'un oxyde initial dans le cas d'une oxydation humide (95 °C H₂O) et sèche d'après B.E. Deal and A.S. Grove [Dea65].

La croissance de cette fine couche de SiO₂ implique une consommation dans la première couche de silicium qui fait 1,5 μm du simple SOI

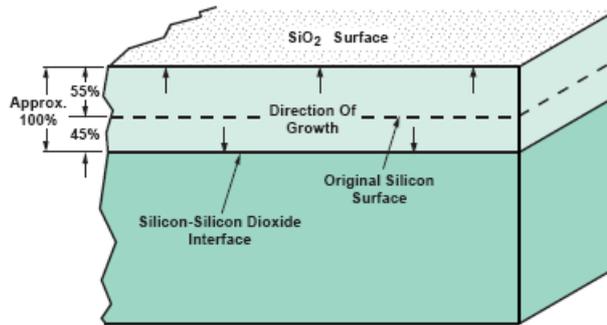


Figure 9: Croissance d'un oxyde thermique SiO₂ sur du silicium [Adv98]

A température ambiante et au contact de l'oxygène de l'air, le silicium réagit et forme une très fine couche de SiO₂ typiquement une dizaine de couches atomiques, 2 à 3 nm. Cette couche formée limite ensuite la poursuite de la réaction (figure 9). Cet oxyde est un diélectrique très stable et isolant.

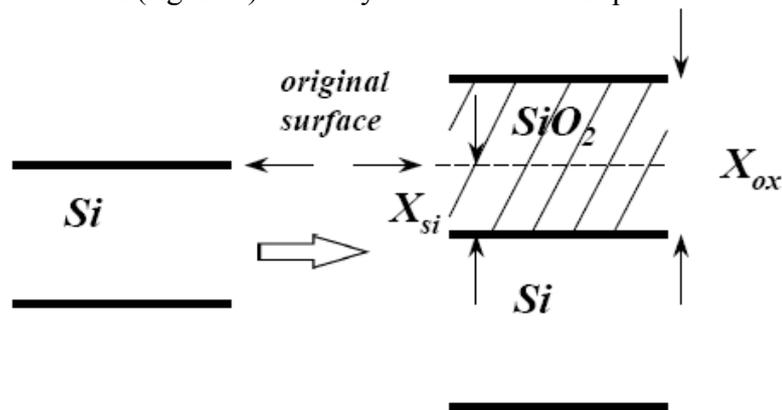


Figure 10: Consommation du silicium lors de l'oxydation thermique

L'épaisseur du silicium consommé (voir la figure 10) est calculée à partir de la formule suivante :

$$X_{Si} = X_{Ox} \times \frac{N_{Ox}}{N_{Si}}$$

X_{Si} : Epaisseur du silicium consommé.

X_{Ox} : Epaisseur du SiO_2 formé.

N_{Ox} : Densité moléculaire du SiO_2 .

N_{Si} : Densité atomique du silicium.

$$X_{Si} = X_{Ox} \times \frac{2.3 \times 10^{22} \text{ molécules / cm}^3}{5 \times 10^{22} \text{ atomes / cm}^3} = 0.46 \times X_{Ox}$$

II.7. Etape 6 : Photolithographie des zones thermométriques (Masque THERMO) :

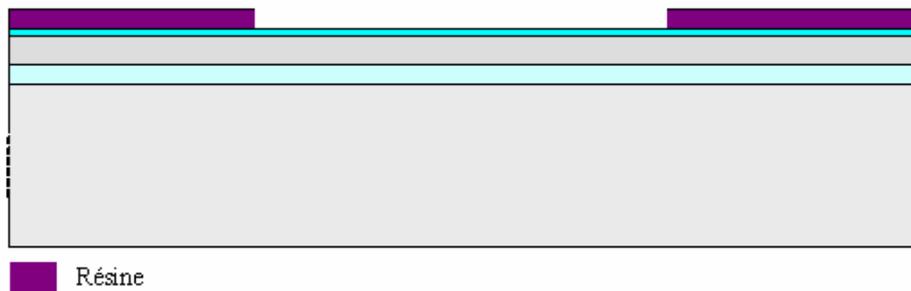


Figure 11: Photolithographie de la zone thermométrique

Nous avons défini les zones à implanter en phosphore et en bore par l'insolation de la résine (résine positive) (voir la figure 11). Deux paramètres doivent être bien contrôlés dans cette opération : L'alignement des motifs et l'épaisseur de résine nécessaire pour protéger les zones non implantées sur la plaque, des fortes doses injectées. Pour ceci, nous avons fait des simulations de l'implantation ionique du phosphore et du bore à travers la résine pour en extraire l'épaisseur minimum de résine à utiliser pour arrêter les faisceaux d'ions lors de l'implantation. Le but étant d'éviter de court-circuiter nos futurs thermomètres implantés. L'outil que nous avons utilisé pour cette simulation est CRISTALTRIM²⁴. Nous avons pris comme exemple le phosphore implanté à 500 keV avec une dose de $5.3 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ à travers un oxyde thermique de 25 nm.

24 (Crystal-transport and range of ions in matter), c'est un programme de simulation technologique.

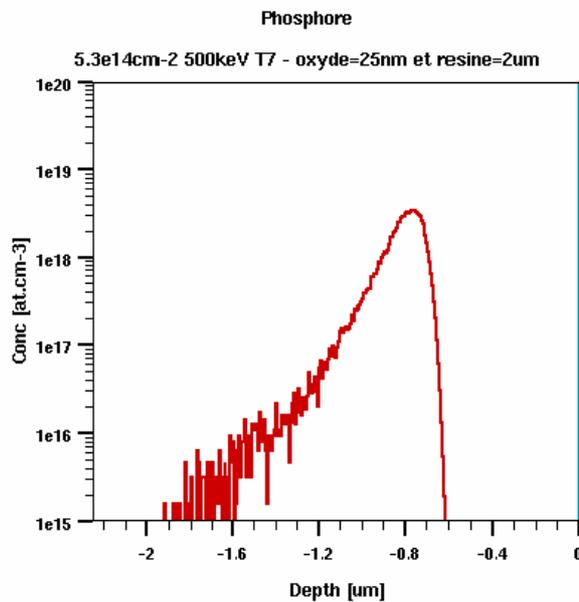


Figure 12: Simulation du passage des ions phosphore dans la résine (ép. 2 μm)

Nous voyons sur la figure 12 que pour une épaisseur de résine de 2 μm la totalité de la dose implantée est arrêtée. Pour prendre une marge de sécurité par rapport à cette simulation, nous avons choisi pour notre procédé technologique au bâtiment 41 une résine de 2,15 μm d'épaisseur. L'étape de photolithographie est réalisée sur un équipement de type stepper 1X TITAN.

II.8. Etape 7 : Départ de l'implantation du phosphore et du bore:

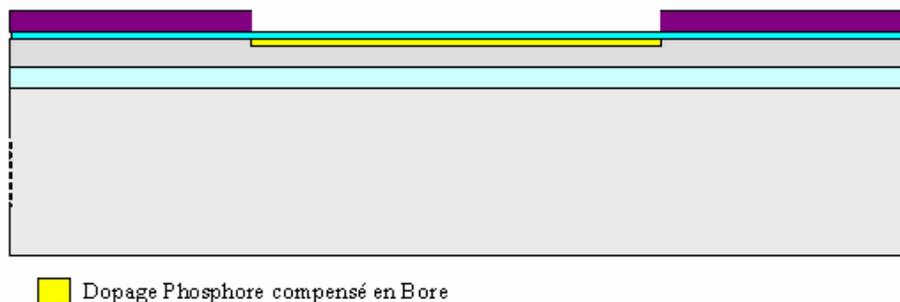


Figure 13 : Implantation du phosphore et du bore

L'implantation ionique consiste à introduire des atomes ionisés avec suffisamment d'énergie pour pénétrer dans l'épaisseur de la plaque. Cette pénétration ne s'effectue que dans les régions de surface. Cette opération est essentiellement utilisée pour doper le semiconducteur durant la fabrication des dispositifs par exemple la création par l'implantation ionique d'un canal de conduction. Les atomes dopants sont en général : B, P, As, In, etc. Dans notre cas, nous avons choisi le P et le B (voir la figure 13).

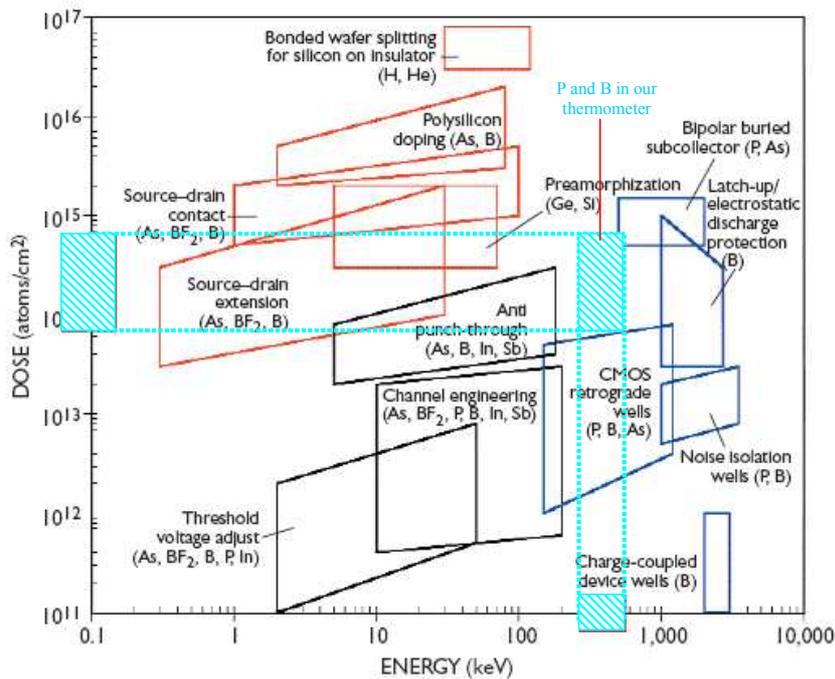


Figure 14: Différentes doses et énergies utilisées dans les différentes technologies microélectroniques [Rub03]

On voit sur le graphe de la figure 14 de la référence [Rub03], la position des différentes technologies microélectroniques et de notre implantation ionique dans les thermomètres en silicium. La définition de la dose implantée en phosphore et en bore et de l'énergie de l'implantation selon nos besoins pour la réalisation de ces thermomètres nous impose de considérer la profondeur du pic d'implantation. Car c'est cette position qui va décider du profil des dopants lors de la diffusion.

Les énergies des atomes ionisés peuvent être choisies dans la gamme 3 keV à 500 keV. En fonction de la nature du matériau implanté, de la nature de l'ion accéléré et de l'énergie d'accélération, la profondeur moyenne de pénétration peut aller de 100 Å à 1 µm. En effet, un calcul approximatif montre qu'une centaine d'électronvolts est perdue par couche atomique (environ 2,5 Å). L'implantation ionique des thermomètres en phosphore et bore se fait sur l'équipement NV8200.

Les doses utilisées pour les deux lots M434P et M720P sont mentionnées dans le tableau ci-dessous (tableau II-2) :

Lot M434P			Lot M720P		
N plaque	Energie (KeV)	Energie(KeV)	N plaque	Energie (KeV)	Energie(KeV)
	500KeV	300KeV		500KeV	300KeV
	dose P(cm-2)	dose B (cm-2)		dose P(cm-2)	dose B (cm-2)
1	5,30E+14	6,30E+13	1	5,30E+14	6,30E+13
2	5,00E+14	6,30E+13	2	5,30E+14	6,30E+13
3	4,70E+14	6,30E+13	3	4,70E+14	6,30E+13
4	4,50E+14	6,30E+13	4	4,70E+14	6,30E+13
5	4,20E+14	6,30E+13	5	4,20E+14	6,30E+13
6	4,00E+14	6,30E+13	6	4,20E+14	6,30E+13
7	3,80E+14	6,30E+13	7	5,00E+14	1,10E+14
8	5,00E+14	1,00E+14	8	5,00E+14	1,10E+14
9	5,00E+14	1,10E+14	9	5,00E+14	1,20E+14
10	5,00E+14	1,20E+14	10	5,00E+14	1,20E+14
11	5,00E+14	1,30E+14			
12	5,00E+14	1,40E+14			
13	5,00E+14	1,90E+14			

Tableau II-2: table des différentes doses et énergies utilisées dans notre étude

Nous avons choisi de commencer par implanter le bore avant l'implantation du phosphore, car le bore est plus léger et diffuse plus facilement que le phosphore et ne devrait pas gêner après l'implantation du phosphore. Il faut aussi noter que ce procédé d'implantation ionique demande un refroidissement à -15 °C pour éviter l'échauffement de la plaque. Nous détaillerons les profils d'implantation du phosphore et du bore dans le chapitre 4. Les limites de l'implanteur du Leti sont présentées dans l'annexe II.3.

II.9. Etape 8 : Retrait résine et désoxydation de la face avant du SOI:



Figure 15: Retrait de la résine et la désoxydation de la face avant du Si

Cette étape consiste à retirer de la résine (stripping) et l'oxyde thermique de 25 nm afin de faire le recuit des dopants dans le thermomètre (figure 15). Nous avons choisi de retirer l'oxyde thermique SiO₂ sur la face avant car il a été contaminé lors de l'implantation ionique. Cet oxyde sera remplacé par un oxyde HTO (High Temperature Oxide).

II.10. Etape 9 : Dépôt de l'oxyde HTO par LPCVD:

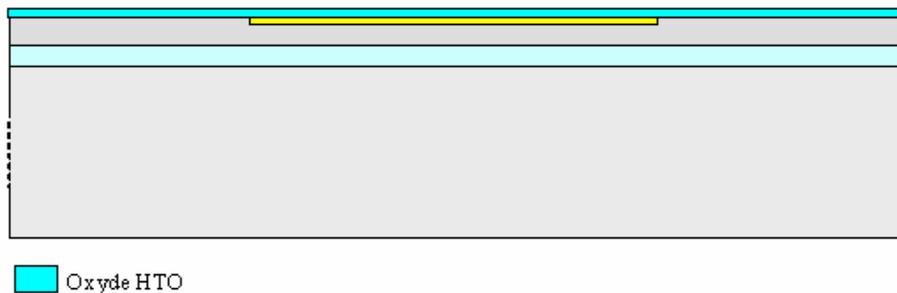


Figure 16 : Dépôt du HTO

Le dépôt d'oxyde est effectué en utilisant un procédé chimique à haute température : Low Pressure Vapor Deposition (LPCVD) à 800 °C (voir la figure 16), à partir d'une réaction entre SiH₄ et N₂O[Sav01]. Cet oxyde permet de protéger la face avant du SOI et de stopper l'exodiffusion des dopants lors du recuit. Le dépôt de 25 nm de HTO se fait dans l'équipement VT400A, la durée de ce dépôt est de 9 min et 16 secondes. La vérification de l'épaisseur déposée sur les plaques a donné les valeurs suivantes : le minimum est de 25,5 nm, le maximum de 27,1 nm et la moyenne déposée est de 26 nm. La mesure a été faite par ellipsométrie.

II.11. Etape 10 : Photolithographie et implantation ionique en P des contacts N+ :

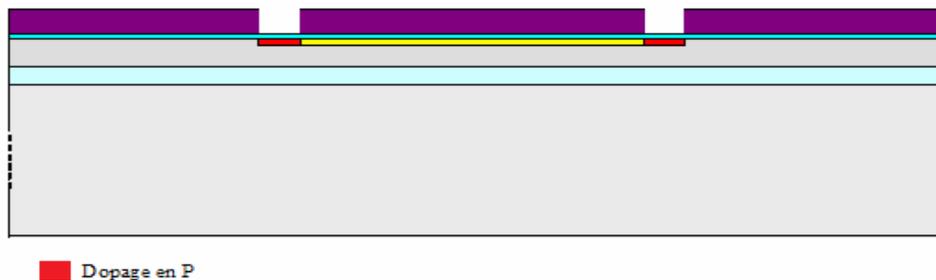


Figure 17: Première implantation du contact N+

La photolithographie du niveau de masque contact N⁺ est faite avec une résine de 2,15 μm sur l'équipement TITAN (voir la figure 17). L'implantation ionique du contact N⁺ sur les thermomètres se fait en deux temps. La première implantation de ce contact se fait avant le recuit des thermomètres et la deuxième implantation se fera après le recuit des thermomètres, suivie d'une activation thermique. Nous avons fait une double implantation du contact parceque, après le recuit des thermomètres, la concentration du phosphore au niveau de ce même contact est seulement de l'ordre de 4x10¹⁹ cm⁻³. Or, afin d'avoir un bon contact ohmique à très basse température, il faut atteindre une concentration de phosphore de 10²⁰ cm⁻³ pour rester métallique aux températures de fonctionnement. Cette première implantation est faite à 180 keV avec une dose de 3x10¹⁵ cm⁻². Le temps nécessaire à cette implantation est de 26 min et 16 secondes.

II.12. Etape 11 : Retrait résine et désoxydation:

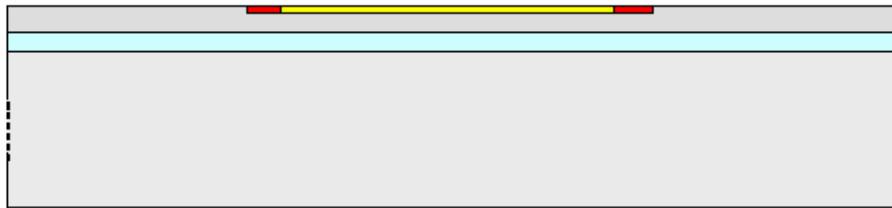


Figure 18: Désoxydation de la surface du Si

Ensuite, nous avons retiré la résine et l'oxyde HTO pour éviter tout problème de contamination après l'implantation des contacts (voir la figure 18). Le retrait du HTO se fait par voie humide (HF dilué) sur l'équipement SMS, la vitesse d'attaque est estimée à $71,6 \text{ \AA}/\text{min}$ et le temps nécessaire pour la désoxydation est de 1 min et 32 secondes. Cette étape est suivie par un nettoyage de la face avant et le dépôt d'un nouvel oxyde HTO.

II.13. Etape 12 : Dépôt du HTO:



Figure 19 : Dépôt du HTO

L'oxydation HTO se fait sur l'équipement TEL ALPHA1, l'épaisseur visée est de 25 nm (figure 19). Le temps nécessaire pour le dépôt est de 40 min. La vérification de l'épaisseur de HTO déposée a donné les valeurs suivantes : Le minimum est de 244 \AA , le maximum est de 246 \AA et la moyenne est de 244 \AA .

II.14. Etape 13 : Diffusion de l'ensemble des dopants:

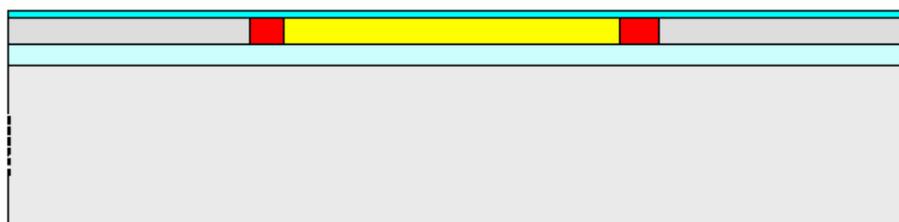


Figure 20 : Diffusion des dopants

Le recuit des plaques a été simulé sur ATHENA-SILVACO, cette simulation sera discutée dans le chapitre thermométrie silicium.

Le recuit est fait sous Azote (N_2) pour éviter une oxydation de la face avant du SOI qui implique une consommation dans cette couche compte tenu de la durée du recuit (figure 20). Notre choix a été réalisé en fonction de nos simulations de la diffusion du P et du B dans la première couche de Si ($1,5 \mu m$). Les plaques ont été recuites sous azote à $1100 \text{ }^\circ C$ pendant 8 h et 30 minutes. Ce recuit a été fait dans un four VT300.

II.15. Etape 14: Photolithographie et implantation 2 des contacts N+:



Figure 21 : Deuxième implantation du contact N+

Le but de cette étape (voir la figure 21) est de faire une deuxième implantation du contact N+ sur nos thermomètres, afin d'avoir une concentration à la surface air/Si de $1 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ qui nous permettra d'avoir un bon contact ohmique avec le TiN (nitrure de titane) de l'électrode supérieure. Cette deuxième implantation a été faite dans la première couche du Si ($1,5 \mu m$) à 120 keV avec une dose en phosphore de $4 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$. Cette étape est faite sur l'implanteur NV8200. Les conditions de l'implantation en phosphore du contact N+ sont résumées dans la table qui suit (tableau II-3).

Energie (keV)	Dose ($\times 10^{15} \text{ ions cm}^{-2}$)	dopant
180	3.0	P
120	4.0	P

Tableau II-3: table des doses et énergies utilisées pour les reprises de contacts sur nos thermomètres.

II.16. Etape 15 : Retrait de la résine et activation des contacts N+ :



Figure 22 : Recuit d'activation des contacts N+

Après la deuxième et dernière implantation en phosphore du contact N+, nous avons retiré la résine et gardé l'oxyde HTO pour éviter une éventuelle exo-diffusion du phosphore (figure 22). L'activation thermique de cette implantation a été faite sous azote (N_2) pour les mêmes raisons évoquées précédemment. Les conditions sont les suivantes : recuit à $950 \text{ }^\circ C$ pendant 2 h et 40 minutes. Cette étape a été effectuée sur l'équipement VT300.

II.17. Etape 16 : La désoxydation et le nettoyage de la face avant :

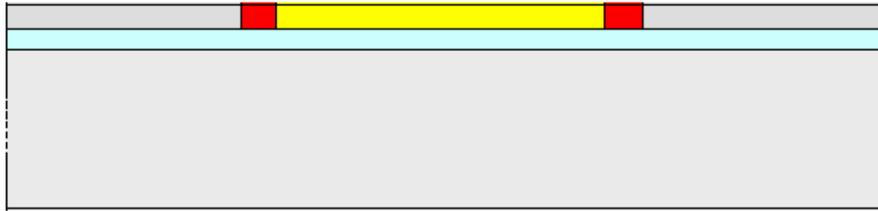


Figure 23: Désoxydation et nettoyage de la face avant

Cette étape (voir la figure 23) consiste en la désoxydation totale de la face avant, c'est-à-dire le retrait de l'oxyde HTO de 25 nm. La vitesse d'attaque de cet oxyde est estimée à 71 Å/min, le temps nécessaire à cette désoxydation est de 3 min et 50 secondes. Ces étapes ont été faites par voie humide sur l'équipement SMS.

II.18. Etape 17: Dépôt du TEOS:

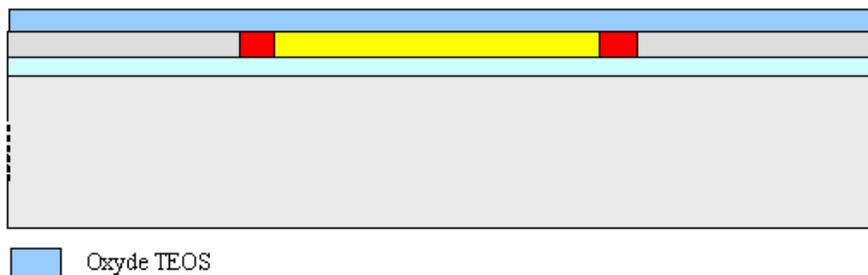


Figure 24 : Dépôt du TEOS sur la face avant

Il est nécessaire de protéger et isoler électriquement nos thermomètres en silicium implanté des électrodes métalliques (figure 24). Pour cela, on dépose une couche d'un matériau isolant, l'oxyde de silicium. Ce dépôt est réalisé par PECVD (Plasma Enhanced Vapour Déposition) à partir de TEOS (Tétra Ethyl Ortho Silicate) et O₂. L'épaisseur de la couche d'oxyde est de 250 nm d'épaisseur. Cette étape est faite sur l'équipement P5000B. La mesure de la couche d'oxyde déposée sur une plaque a donné un maximum à 255,8 nm, un minimum à 245,4 nm pour une moyenne de 250,1 nm.

II.19. Etape 18: Photolithographie des vias:



Figure 25: Photolithographie du niveau via

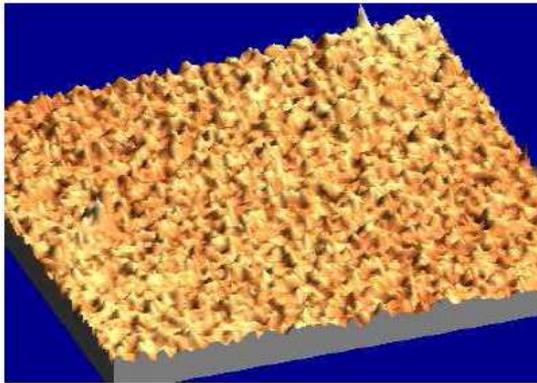
La photolithographie permet l'ouverture de la résine au niveau des vias sur l'oxyde. Cette étape est faite sur le stepper TITAN (voir la figure 25).

II.20. Etape 19 : Gravure des vias (tolérance alignement <math>< 1 \mu\text{m}</math>) :

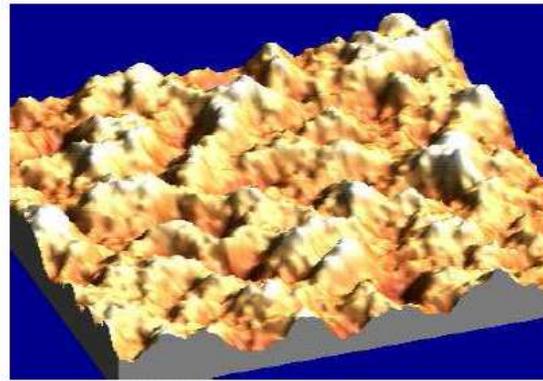


Figure 26 : Gravure du TEOS au niveau des vias

La taille des vias est relativement large ($5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$). Nous avons choisi de faire la gravure de l'oxyde des vias en humide pour nous arrêter sélectivement sur le silicium dopé N⁺ (voir la figure 26). L'utilisation de la gravure sèche n'était pas conseillée pour deux raisons. D'une part la sélectivité entre l'oxyde et le silicium est relativement faible donc il y a un risque de surgravure du silicium en fond de vias. D'autre part, la vitesse de gravure dans le silicium varie fortement en fonction du dopage. On risque donc d'avoir une très forte inhomogénéité de gravure dans le fond des vias entre le silicium fortement et faiblement dopé. Les images AFM (Atomique Force Microscope) ci-dessous (voir la figure 27) permettent de comparer la rugosité de surface d'un silicium dopé gravé par voie chimique et par plasma.



Échantillon 01 gravure humide
(2 μ m x 2 μ m)



Échantillon 02 gravure sèche (2 μ m x
2 μ m)

Figure 27: Images AFM montrant la comparaison entre la gravure humide et sèche dans le silicium.

Notons que les vias sont alignés directement sur les contacts dégénérés et la précision de l'alignement par rapport au niveau de masque est inférieure à +/- 0,5 μ m. Cette gravure a été faite avec un BOE 7 :1 (Buffered Oxide Etch). La vitesse d'attaque a été estimée à 170 nm/min. Logiquement 1 min et 30 secondes devraient suffir pour graver les 250 nm. Dans notre cas pour être sûr de graver la totalité de l'oxyde TEOS, nous avons gravé pendant 1 min et 55 secondes et nous avons rajouté 15 secondes pour assurer 30% de surgravure. Le résultat est étonnant, la gravure chimique des vias n'a pas débouché sur le Si fortement dopé. L'explication et la solution seront détaillées dans le paragraphe II.24 un peu plus loin dans ce chapitre. Cette étape est faite sur l'équipement P20.

II.21. Etape 20 : Dépôt du métal (Ti/TiN/AlCu) (40/60/650 nm) :



Figure 28 : Dépôt des pistes électriques

Avant le dépôt des électrodes métalliques (figure 28), il est nécessaire de faire une désoxydation du fond des vias pour enlever l'oxyde natif. Cette désoxydation doit être enchaînée immédiatement avec le dépôt métal. Elle est faite par voie humide en utilisant une solution type BOE (Buffer Oxide Etch). Le dépôt de métal est constitué par un tri- couche titane, nitrure de titane (TiN), aluminium dopé cuivre (AlCu). La présence du cuivre dans l'Al est nécessaire pour diminuer la formation de défauts (hillocks) lors des recuits ultérieurs. Ces dépôts sont obtenus par procédé de pulvérisation cathodique (en anglais PVD : Physical vapor deposition). Le Ti (titane) qui sera directement en contact avec le silicium fortement dopé du contact N⁺ a une épaisseur de 40 nm. Le Nitrure de titane (TiN) qui joue le rôle d'une barrière de diffusion entre l'AlCu et le reste du dispositif a une épaisseur de 60 nm.

L'ensemble de ce dépôt Ti/TiN est recuit sous azote à 720 °C afin d'optimiser la résistance de contact entre le Ti et la zone de silicium dégénérée (diffusion du silicium dans le Ti, formation d'un siliciure $TiSi_2$ très conducteur). A noter que la température du recuit n'a pas d'influence sur la diffusion des dopants formant le thermomètre. La Résistance carrée moyenne ($R_{carré}$) de ce dépôt (Ti/TiN) est de 6,57 $\Omega/carré$ pour le lot M720P et de 8,66 $\Omega/carré$ pour le lot M434P. Après ce recuit, nous avons fait un dépôt de 650 nm d' AlCu avec 0,5% de Cu. Le $R_{carré}$ ²⁵ moyen est de 44,9 m $\Omega/carré$ pour le lot M720P et de 44,12 m $\Omega/carré$ pour le lot M434P. L'épaisseur moyenne déposée que nous avons mesurée est de 626,5 nm pour le lot M720P et de 650.6 nm pour le lot M434P. Le dépôt AlCu/TiN/Ti est réalisé sur l'équipement END 5500A.

L'épaisseur de l'AlCu que nous avons décidé de déposer est un standard au Leti. Le cuivre est rajouté à l'Aluminium pour améliorer les propriétés électriques et thermiques du dépôt.

II.22. Etape 21 : Photolithographie des pistes électriques (Masque PISTEL):

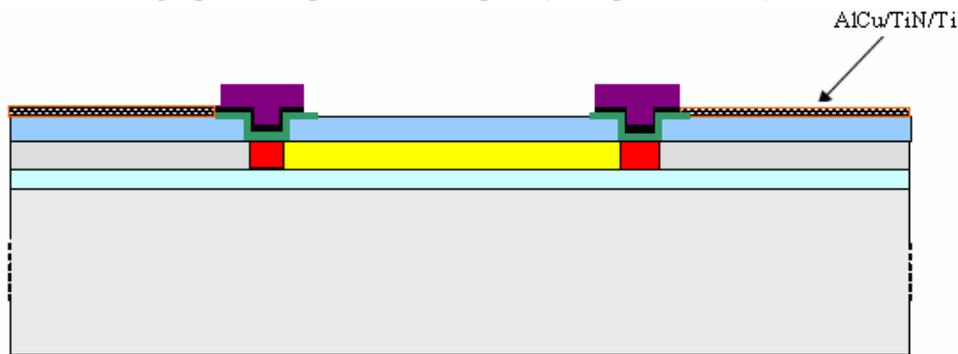


Figure 29: Photolithographie des pistes électriques

Cette étape (voir la figure 29) de photolithographie a été faite sur l'équipement UT TITAN du bâtiment 41. La résine est de type JSR 420 avec 2 μm d'épaisseur. C'est une résine standard au BHT que nous avons utilisée.

²⁵ La mesure 4 pointes a été faite après le dépôt du métal.

II.22.1. Quelques images de la photolithographie des pistes électriques :

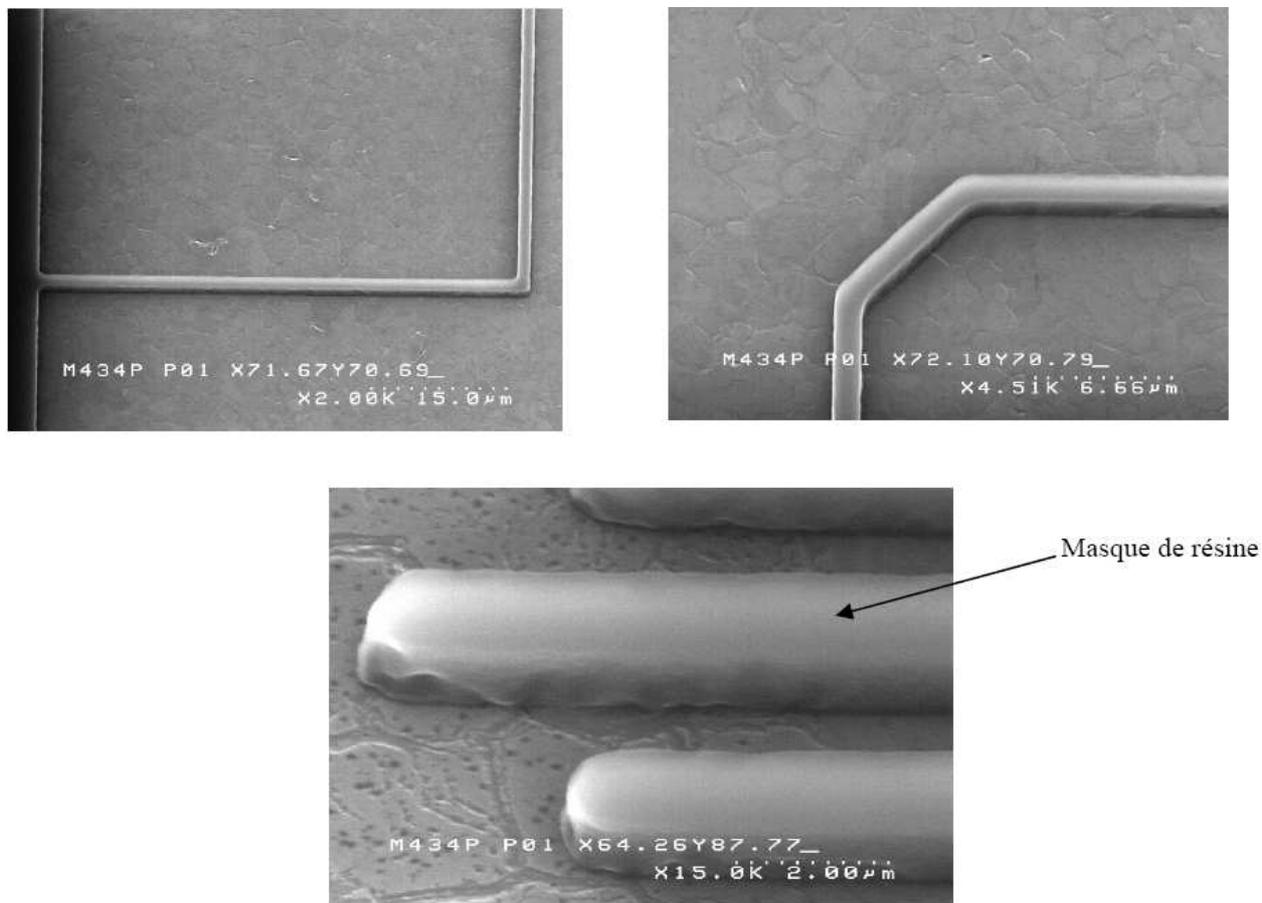


Figure 30: Images montrant la photolithographie des pistes électriques de 1,3 μm de largeur

Nous avons observé au MEB (Microscope à Balayage Electronique) les pistes électriques après l'insolation de la résine (figure 30), la photolithographie est nette et bien précise il n'y a pas eu de problèmes à ce niveau là. Le choix de la largeur des pistes électriques (Ti/TiN/AlCu) dans notre cas a été fait afin de diminuer le poids calorifique de la métallisation à basse température, nous avons choisi une largeur de 1,3 μm.

II.23. Etape 22 : Gravure du métal et le retrait de la résine en face avant :



Figure 31: Gravure des pistes électrique

L'ensemble des trois dépôts AlCu/TiN/Ti est gravé par plasma RIE dans l'équipement LAM9600A. Les gaz de gravure sont : $\text{Cl}_2/\text{BCl}_3/\text{Ar}$. La résine est ensuite retirée (figure 31).

II.23.1. Résultat de la gravure du métal AlCu/TiN/Ti :

Le retrait de la résine après la gravure des pistes électriques a révélé des anomalies, comme par exemple une attaque sous la résine, amenant à des coupures au niveau des pistes électriques.

II.23.2. Avant l'optimisation du procédé utilisé :

Après la gravure et le retrait de la résine, nous avons fait une observation au MEB des connexions électriques. Le résultat obtenu est tout à fait contraire à nos attentes, les pistes électriques sont coupées, la gravure de l'AlCu est très mauvaise voir la figure 32.

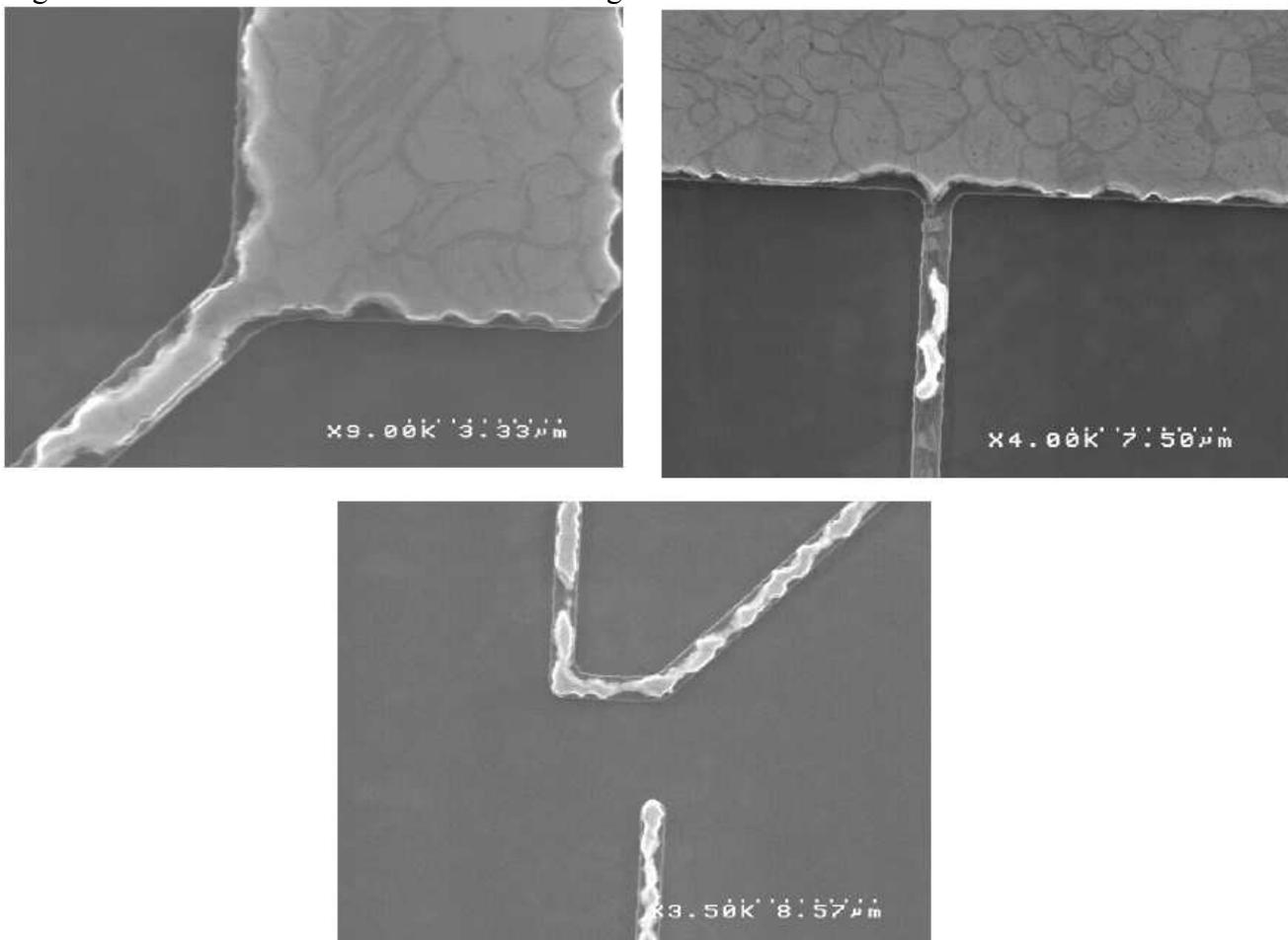


Figure 32: images MEB de la gravure des pistes électriques AlCu/TiN/Ti

Le procédé de gravure utilisé (9011)²⁶ ne contenait pas de détection de fin d'attaque (DFA) ; Par ailleurs, la résine n'a pas subi de durcissement avant la gravure et a été attaquée par le plasma. Ce qui a pu provoquer ces problèmes de gravure.

²⁶ Procédé 9011 : procédé standard de gravure plasma de l'AlCu, ce procédé est sans durcissement de résine.

II.23.3. Après l'optimisation du procédé :

Après optimisation du procédé de gravure (durcissement de la résine et mise en place d'une DFA), le résultat obtenu est très satisfaisant et répond tout à fait à nos attentes (voir la figure 33).

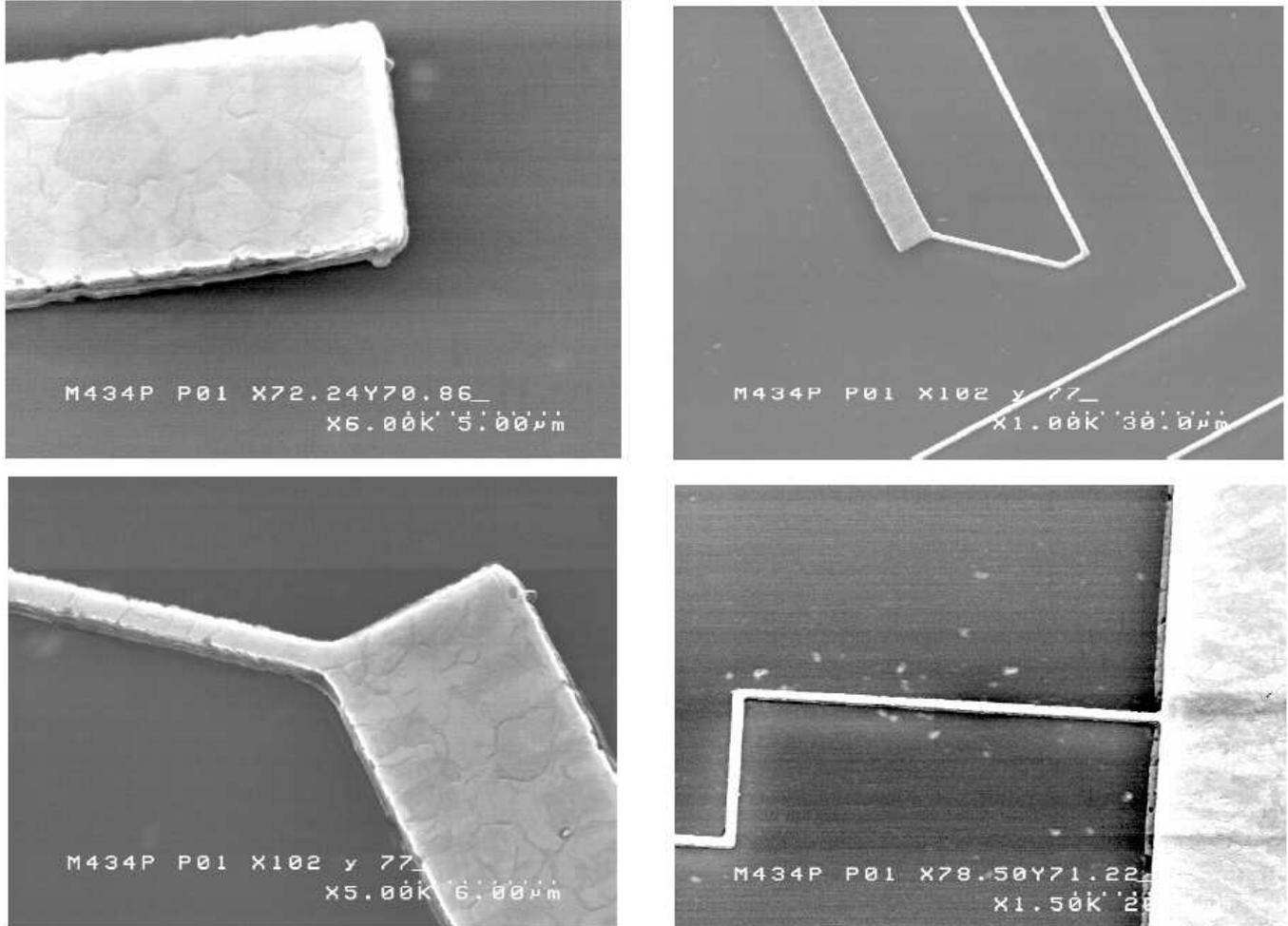


Figure 33: Images MEB du résultat de la gravure sèche des connexions électriques

Avant de poursuivre les étapes technologiques, nous avons voulu vérifier la continuité électrique des pistes et de la reprise de contact. Les contacts se sont révélés défectueux.

L'étude qui va suivre vise à analyser la cause des défaillances de nos contacts thermométriques et à proposer des solutions pour pallier aux difficultés technologiques.

II.24. Etude des défaillances sur nos thermomètres en silicium implanté :

Les premières caractérisations électriques des thermomètres en silicium de la plaque PO13 du lot M434P, ont montré une défaillance au niveau de la reprise des contacts. Dans l'étude qui va suivre, nous nous sommes intéressés à étudier et résoudre ce problème. Une inspection visuelle au microscope optique d'une coupe après polissage, nous a permis de confirmer le défaut et de remonter à un problème de contrôle de la gravure chimique de l'oxyde TEOS au fond des vias.

II.24.1. Présentation de l'empilement technologique :

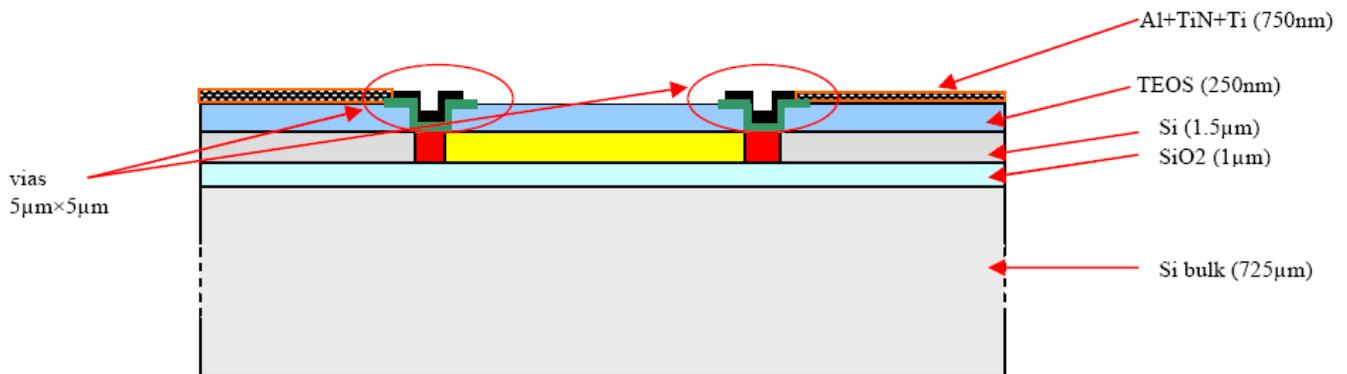


Figure 34: Processus technologique complet d'un thermomètre Si

La figure 34 montre l'empilement technologique d'un thermomètre dopé phosphore, compensé bore, sur SOI.

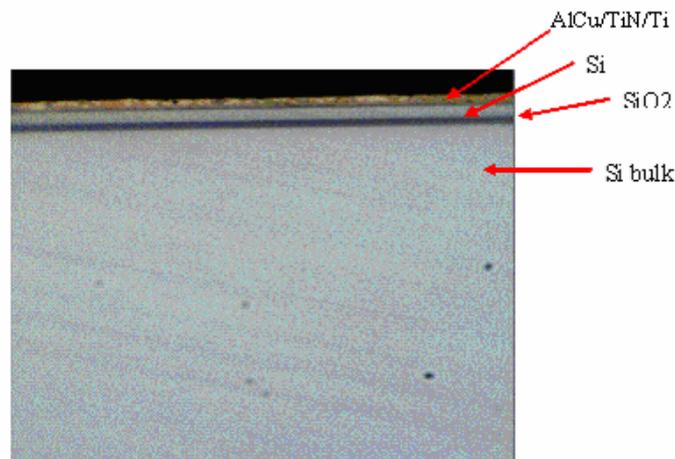


Figure 35: Coupe au microscope d'un SOI+métallisation

Après la découpe et le polissage d'un échantillon pris sur la plaque PO13 du lot technologique M434P (lot bolomètre pour la détection X), nous avons essayé de visualiser au microscope optique l'ensemble des vias gravés dans un oxyde TEOS de 250 nm. Le grossissement utilisé était de $\times 100$ (voir la figure 35). Nous arrivons à voir le bulk Si de 725 µm, l'oxyde SiO₂ enterré de 1 µm, le silicium de 1,5 µm, une fine couche continue presque invisible au microscope optique (passivation TEOS de quelques centaines de nm) et enfin par-dessus l'ensemble (AlCu/TiN/Ti) de 750 nm. Le via est invisible au microscope, nous avons expliqué ça par sa non gravure.

II.24.2. Observation au MEB de l'empilement technologique :

Pour mieux étudier cet empilement au niveau du via, nous avons fait une préparation de surface FIB (Focused Ion Beam) sur la partie observée au microscope optique.

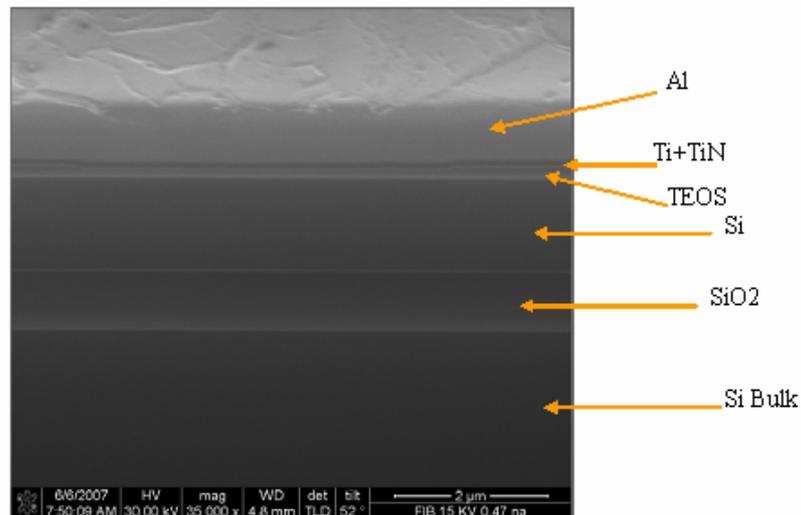


Figure 36: empilement technologique au-dessus d'une zone thermomètre silicium après préparation FIB

La figure 36 correspond à une coupe dans un wafer traité pour la technologie bolomètre pour la détection X, l'empilement technologique est le suivant :

- Une couche d'Alu de 650 nm.
- Une couche (Ti+TiN) de 100 nm.
- Une couche de TEOS de 250 nm.

L'ensemble de ces couches est déposé sur un SOI: 1,5 µm/1 µm/725 µm.

- Le $R_{\text{carré}}$ de l'Al est égale à 44,12 mΩ/carré

Pour rechercher ces vias de 5 µm, nous avons, à l'aide d'un FIB creusé une bande de piste électrique existante sur nos thermomètres (voir la figure 37), de 7 µm de largeur sur 300 µm de longueur.

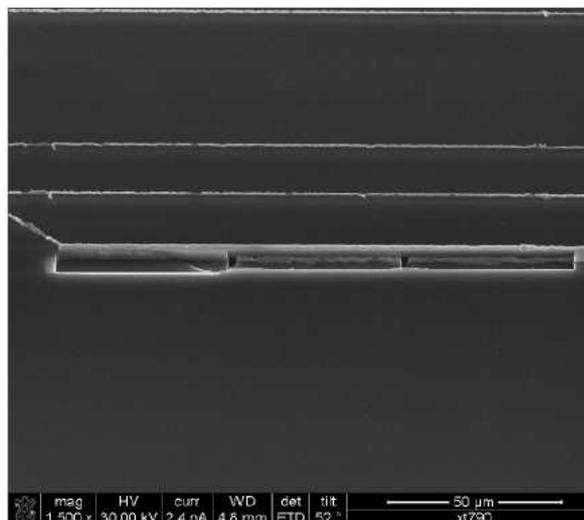


Figure 37 : image MEB montrant la bande creusée

Le premier via est situé à 68 μm du bord de la bande (voir la figure 38).

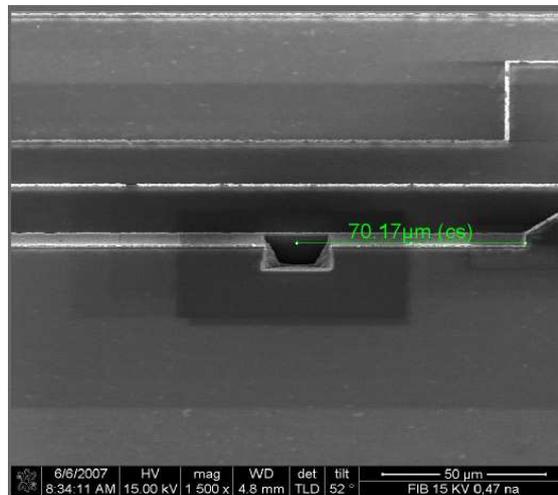


Figure 38: image MEB montrant la position du premier via

Le via a la forme d'un carré de 5 μm de coté.

Si on agrandit encore plus sur ce via on obtient l'image suivante (voir la figure 39).

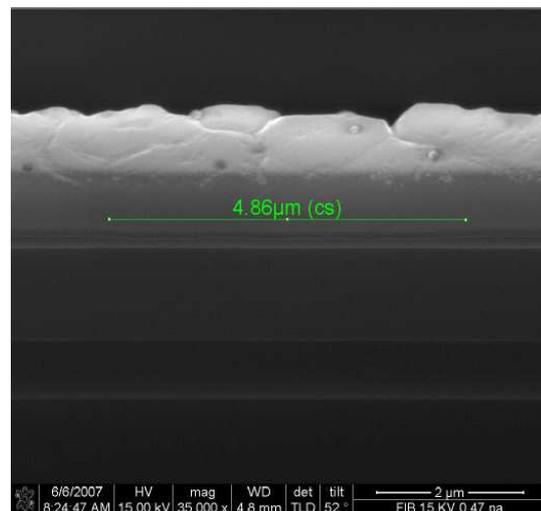
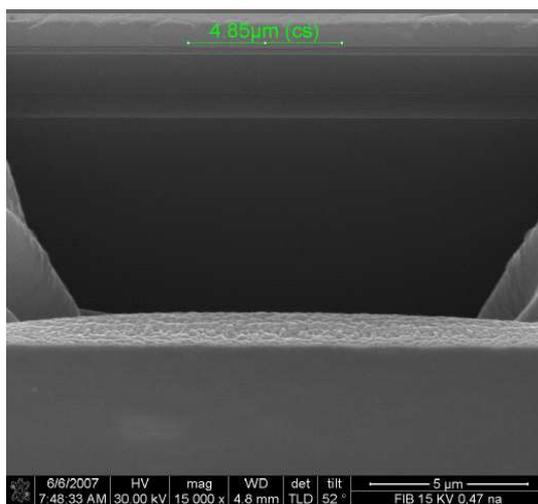


Figure 39: via de 5 μm de reprise du contact sur le thermomètre

On voit que la largeur du via fait à peu près 4,85 μm , on remarque aussi que les 250 nm d'oxyde TEOS n'ont pas été gravés à l'intérieur de ce via, donc il reste de l'oxyde au fond du via. La figure 40 confirme la présence du résidu.

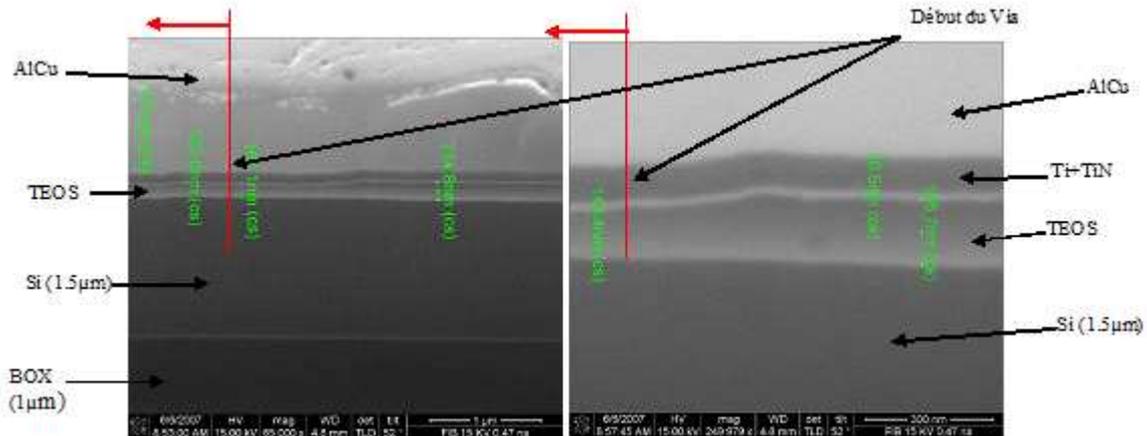


Figure 40: Vue au MEB d'un fond de deux vias différents

II.24.3. Remarque :

La comparaison au MEB de deux vias différents montre qu'il existe une couche d'oxyde TEOS très importante au fond de ces deux vias, après la gravure chimique. Par contre, après contrôle, cet oxyde TEOS était quasiment inexistant dans des structures tests de dimension $150\ \mu\text{m} \times 150\ \mu\text{m}$ se trouvant sur la même plaque. Les vias gravés font $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$.

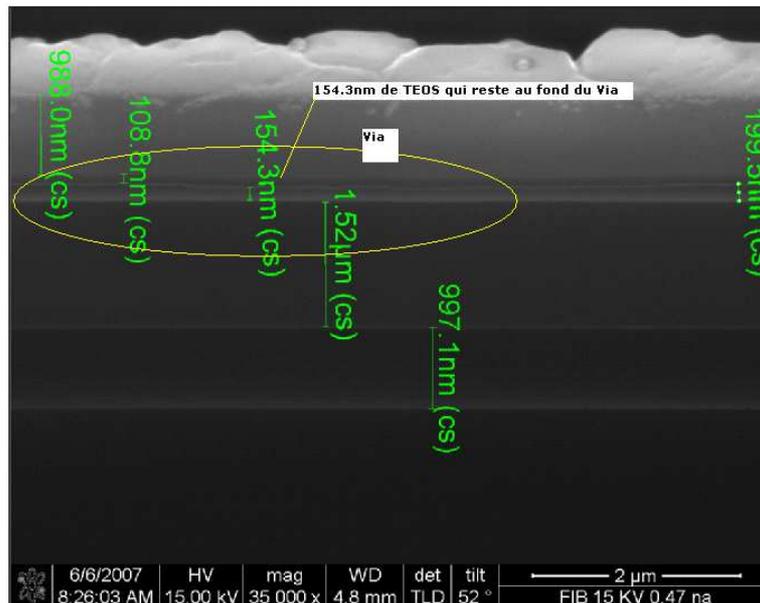


Figure 41: Présence d'oxyde au fond du via

La figure 41 montre la présence d'un oxyde TEOS de 154,3 nm au fond de ce via, ce qui explique l'absence d'un contact électrique sur nos thermomètres silicium. La résistance obtenue lors du test de ces plaques est de l'ordre du Tera Ω . Pour compléter ces mesures, nous avons fait monter la tension pour pouvoir percer cet oxyde qui se trouve au fond du via. En faisant varier la tension de polarisation dans l'intervalle [0 - 110 volts], nous n'avons eu un changement qu'à partir de 109 volts. Cette tension correspond au claquage de l'oxyde TEOS qui se trouvait au fond du via.

Chapitre 2 : Réalisation technologique du microcalorimètre

En conclusion, nous avons constaté que pour percer 150 nm d'oxyde TEOS, il faut une tension de 109 volts. Cette conclusion confirme la présence de cet oxyde TEOS au fond des vias.

II.24.4. Conclusion :

La gravure chimique pendant 110 secondes des 250 nm de TEOS à hauteur de 170 nm/min dans les vias de $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$ était insuffisante car il restait environ 150 nm, au lieu de quelques Å. Cette même gravure a éliminé la totalité des 250 nm d'oxyde TEOS dans des boîtes de mesures (structures tests) de $150\ \mu\text{m} \times 150\ \mu\text{m}$ sur la même plaque. Nous pouvons donc en conclure que le procédé de gravure doit être adapté au facteur de forme du motif à graver. Nous n'avons pas la même vitesse de gravure dans des vias de $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$ et dans les structures tests, de grandes dimensions ($150\ \mu\text{m} \times 150\ \mu\text{m}$). Dans notre cas, une gravure chimique de 100 nm d'oxyde TEOS dans une boîte de mesure de $150\ \mu\text{m} \times 150\ \mu\text{m}$ équivaut à une gravure de 50 nm d'oxyde TEOS au fond d'un via de $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$. Notons que depuis le temps que l'on grave des vias (gros $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$) dans le TEOS au LETI, on aurait pu prévoir ce problème.

II.24.5. Bilan sur les lots M434P (12 plaques) et M720P (10 plaques) :

En ce qui concerne le lot M434P, nous avons au départ 13 plaques avec 13 splits d'implantation différents. Lors d'une inspection au MEB sur la plaque P13, cette plaque s'est cassée. Nous avons sorti cette plaque du processus et c'est en testant cette plaque que nous avons –un peu fortuitement- identifié le problème électrique et poursuivi l'analyse présentée précédemment. Il nous reste donc 12 plaques dans le lot M434P en attente de recyclage à l'étape 22 du processus technologique. Pour le lot M720P qui contient 10 plaques doubles (5 splits d'implantation), on a procédé au test électrique de motifs thermomètres Si sur la plaque PO9 de ce lot. Le même problème électrique et le même problème de gravure ont été trouvés sur ce lot.

II.24.6. Différentes solutions envisagées :

Pour pouvoir recycler normalement les deux lots technologiques M434P et le M720P, nous proposons de remplacer la gravure humide par une gravure sèche tout en utilisant une DFA (Détection de Fin d'Attaque).

II.24.7. Gravure humide du TEOS :

Après avoir analysé les défaillances liées à la gravure chimique du TEOS dans les vias sur la plaque P13 du lot M434P, nous proposons d'ajuster le temps de gravure pour pouvoir rattraper l'influence du facteur de forme sur la vitesse de gravure dans les vias de $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$ par rapport aux structures tests de $150\ \mu\text{m} \times 150\ \mu\text{m}$.

II.24.8. Gravure sèche des vias :

Si le recyclage de ces deux lots M434P et M720P ne permet pas d'avoir des contacts électriques sur nos thermomètres Si, on sera obligé de retirer l'oxyde TEOS et les 3 niveaux de métaux déposés, puis refaire un nouveau dépôt TEOS de 250 nm et le graver en sec (gravure plasma) pour pouvoir déboucher sur le silicium au fond des vias. Pour cela, nous avons envoyé deux plaques Test, une de chaque lot pour subir à nouveau un dépôt TEOS et une gravure Plasma. Une autre solution, est de réduire l'épaisseur du TEOS déposé de 250 nm à 150 nm pour pouvoir plus facilement le graver dans les vias.

II.24.9. Conclusion de la partie étude des défaillances et recyclage des lots :

Les lots M434P et M720P du lot bolomètre X ont été recyclés, pour pouvoir corriger la gravure chimique des vias. Ce recyclage a pris de 2 à 3 mois de délais. La solution retenue a été de retirer le métal déposé AlCu/TiN/Ti ainsi que les 250 nm d'oxyde TEOS et refaire à nouveau le dépôt de l'oxyde TEOS mais cette fois-ci avec une épaisseur de 150 nm.

Puis, ensuite nous avons utilisé une gravure plasma pour les vias dans cet oxyde et réalisé le dépôt et la gravure des connections électrique en AlCu/TiN/Ti. En optimisant les paramètres de la gravure (figure 42), nous avons pu recycler les plaques tout en évitant les problèmes que nous avons précédemment rencontrés.

II.24.10. Quelques images MEB après le recyclage des plaques et réalisation des niveaux vias:

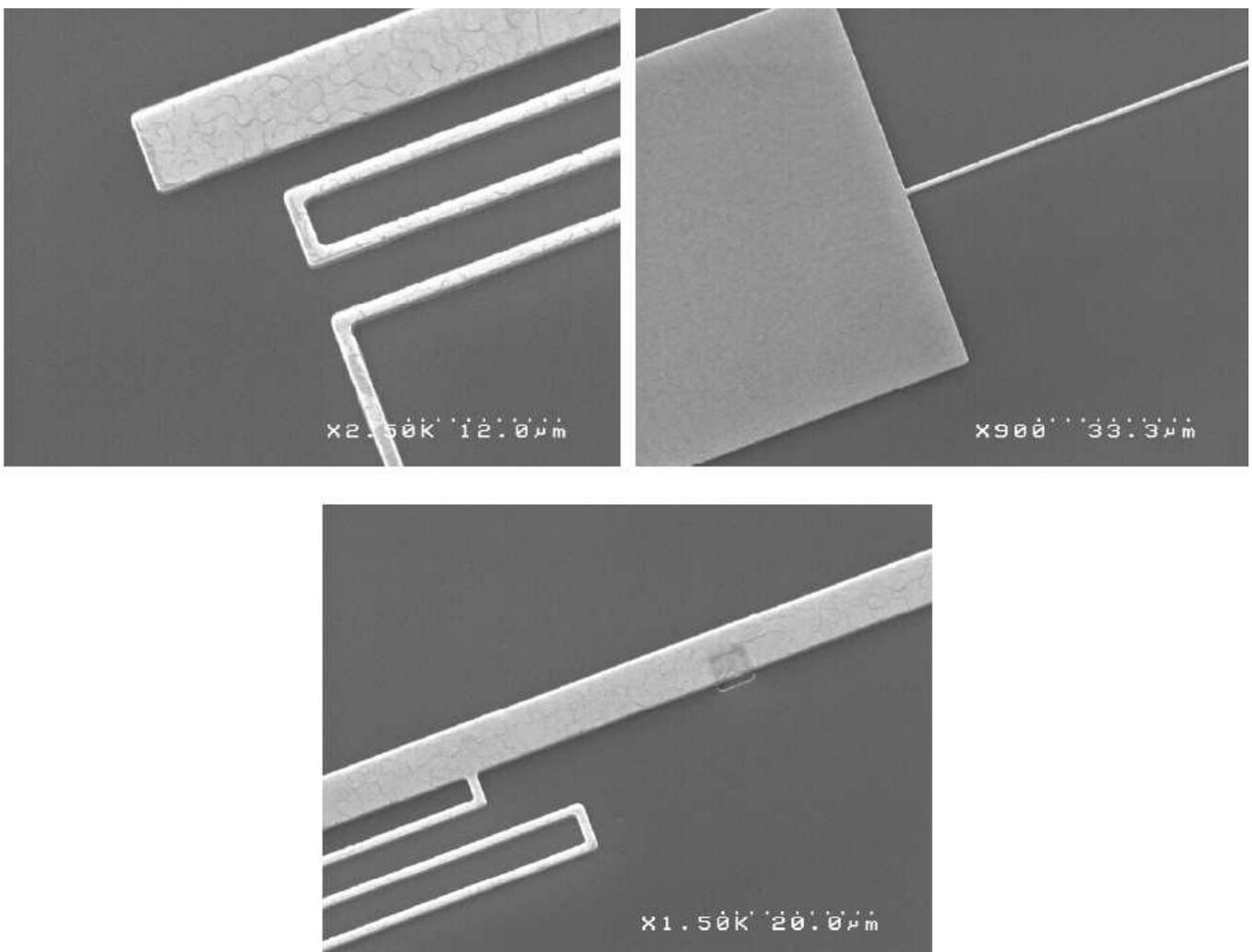


Figure 42: Images MEB du résultat de la gravure des connexions électriques

La gravure sèche des 150 nm de l'oxyde TEOS est faite sur réacteur RIE TEL en utilisant un plasma fluoré. Le procédé de gravure sèche des pistes électriques en AlCu/TiN/Ti est le même que celui utilisé précédemment.

II.25. Etape 23: Photolithographie et gravure des motifs thermométriques :

Toutes les variantes de poutres sont définies en annexe II.2



Figure 43: Gravure des structures thermométriques

Les étapes suivantes vont permettre de réaliser les thermomètres (figure 43). La première étape est une étape de photolithographie qui définit la forme des thermomètres, la structure et la géométrie des poutres. La gravure des 150 nm de l'oxyde TEOS a été faite par plasma sur l'équipement TEL UNITY1. Elle est suivie par la gravure de la première couche de silicium du SOI qui fait 1,5 μm d'épaisseur. Des images au microscope optique des poutres en silicium sont présentées à la figure 44. Notons que les régions gravées ne sont pas dopées. Un silicium dopé se grave plus vite qu'un silicium non dopé.

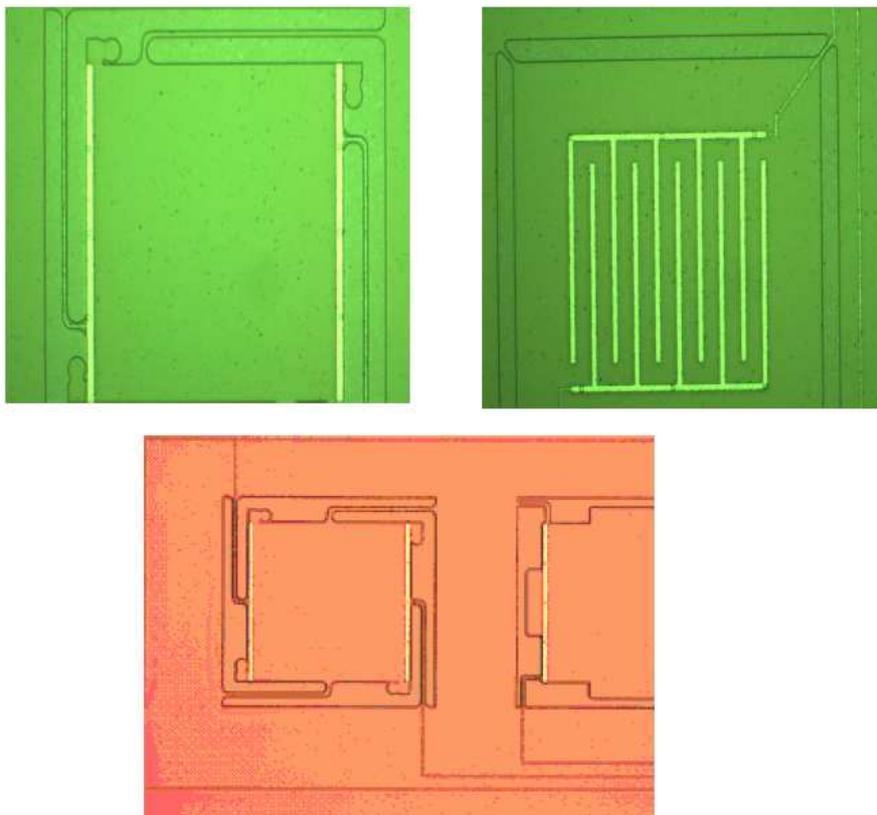


Figure. 44: Images au microscope optique des premières gravures des poutres en silicium.

La gravure sèche du silicium a été arrêtée sur l'oxyde BOX (Burried Oxide) enterré du SOI qui fait 1 μm d'épaisseur.

II.26. Etape 24 : Retrait de la résine et dépôt du TEOS en face avant:

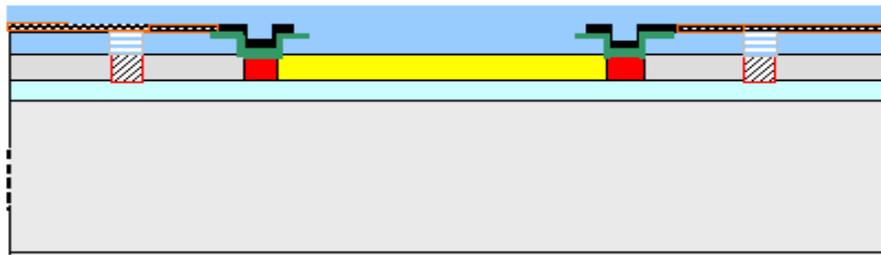


Figure 45 : Dépôt du TEOS sur la face avant du SOI

Pour isoler et éviter d'éventuels courts circuits entre les connexions électriques, nous avons réalisé un dépôt d'oxyde TEOS de 700 nm (figure 45). Cet oxyde est utile, aussi, pour protéger les électrodes lors du traitement de la plaque en face arrière. Ce dépôt est réalisé en PECVD sur l'équipement P 5000 B et sur la face avant du SOI. En fait, les électrodes sont déjà isolées par gravure. Il s'agit d'une passivation de AlCu pour la compensation de l'effet bilame Métal (Ti/TiN/AlCu)/Si des poutres lorsqu'elles seront libérées après la gravure du silicium en face arrière.

Remarque : Cette étape technologique constitue la fin du processus en « front end » qui se passe au Bâtiment 41. Le lot M434P a été arrêté à cette étape. Ce lot va être considéré comme un lot de secours au cas où nous aurions des problèmes sur le lot M720P qui va continuer à être traité au BHT en filière back-end. Désormais, le lot M720P change de nom à son passage au BHT, et s'appelle μ S0593P.

III. Etapes technologiques au BHT (Bâtiment des Hautes Technologies) :

La deuxième partie de la technologie des bolomètres pour la détection X est réalisée en « back-end » au BHT.

III.27. Etape 25: Dépôt du TEOS de protection en face arrière :



Figure 46 : Dépôt du TEOS sur la face arrière du SOI

Nous avons déposé 3 μ m d'oxyde TEOS sur la face arrière du substrat (figure 46). Cet oxyde de silicium TEOS est destiné à constituer un masque dur²⁷ pour la gravure profonde du silicium des 725 μ m en face arrière. Notons que nous allons déposer ensuite une résine épaisse (12 μ m) pour graver la totalité des 725 μ m de silicium bulk.

²⁷ On utilise un masque dur parce que la résine de masquage en face arrière n'est pas suffisamment épaisse pour graver les 725 μ m.

La vitesse de gravure du silicium est entre 100 à 200 fois plus élevée que celle de l'oxyde (évaluation faite sur pleine plaque et non sur plaque avec topographie). Un dépôt de 3 μm d'oxyde devrait donc suffir pour faire office de masque.

III.28. Etape 26 : Dépôt de l'UBM tricouche (Ti/WN/Au) :

Le choix dans notre cas de l'UBM a été fait par rapport au fonctionnement à basse température de nos détecteurs, qui nécessitent un UBM à faible capacité calorifique, ce qui peut être obtenu par l'utilisation de supraconducteurs avec une $T_c^{28} \gg T_{\text{fonctionnement}}$.

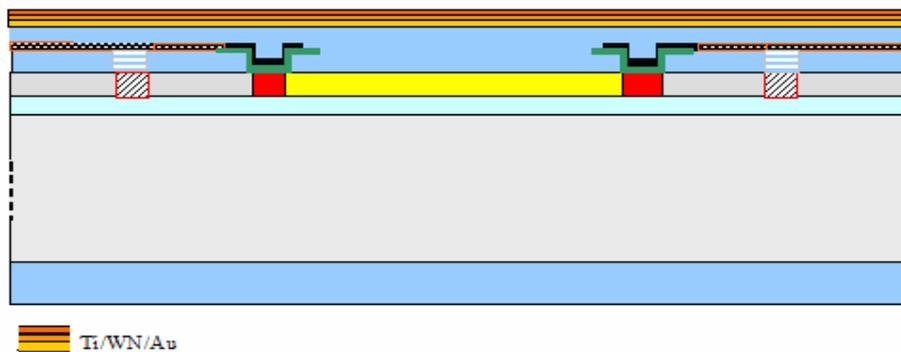


Figure 47: Dépôt du tricouche Ti/WN/Au

Nous avons choisi d'étudier deux prototypes d'UBM, d'épaisseur différente. C'est l'épaisseur de la couche barrière (WN : Nitrure de tungstène) qui change à chaque fois (figure 47). Les épaisseurs de dépôt choisies sont les suivantes Ti/WN/Au : 50 nm/50 nm/150 nm et 50 nm/150 nm/150 nm. En ce qui concerne les plaques concernées par ces deux types de dépôts, nous avons choisi de déposer 50 nm de WN sur les plaques 1, 3, 5, 7 et 150 nm sur les plaques 2, 4, 6, 8, 10.

N.B : la plaque 9 n'existe pas car elle a été extraite du processus au bâtiment 41 pour tester les thermomètres.

III.28.1. Le dépôt du WN :

Le dépôt est fait par pulvérisation réactive, c'est-à-dire que l'on bombarde une cible de W avec un mélange d'argon et d'azote N_2 . La stœchiométrie du WN est $\text{W}_{0.65}\text{N}_{0.35}$. Cette stœchiométrie a été optimisée pour que le WN constitue une bonne barrière de diffusion vis à vis de la diffusion de l'or (diffusion à 20 °C/ 3h).

III.29. Etape 27: Photolithographie et gravure en humide du tricouche :

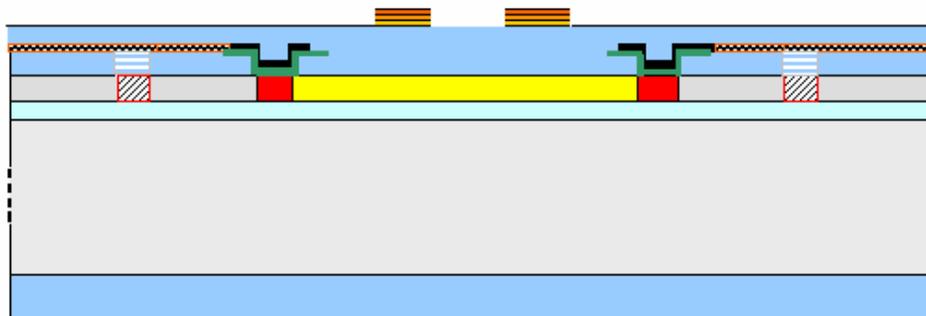


Figure 48 : Gravure du tricouche Ti/WN/Au

²⁸ C'est la température de transition d'un supraconducteur, elle correspond à la chute de sa résistance électrique

La gravure des trois couches métalliques est réalisée en humide et, dans ce paragraphe (figure 48), nous allons discuter des solutions chimiques utilisées pour la gravure de l'UBM, selon le manuel technique de Mr Pierre RENARD [Ren02].

III.29.1. La gravure de l'or (Au) :

La technique utilisée est la suivante

Technique générale LETI Pierre RENARD.1986 [Ren02].

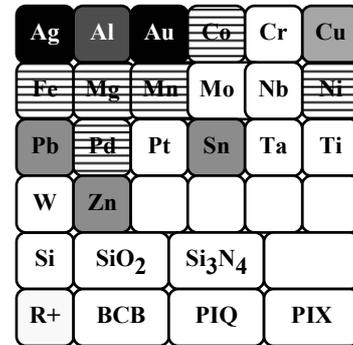
H₂O (DI)..... 250 ml.

KI.....40 g.

I₂10 g.

Vitesse de gravure : (2000 Å/min. à température ambiante).

Pour améliorer la mouillabilité, la gravure doit s'effectuer de préférence après un développement de résine sans séchage, ou après un léger plasma d'oxygène.



III.29.2. Gravure de la couche d'accroche en titane (Ti):

Pierre RENARD.1991 et Philippe VASSEUR 1999 [Ren02].

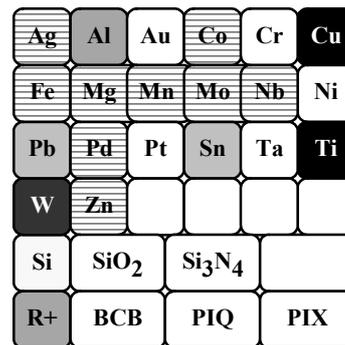
Nouveau standard

NH₄OH à 20% à 30% 1 volume. 1 volume

H₂O (DI) 1 volume. 2 volumes

H₂O₂ à 30% 1 volume. 2 volumes

Vitesse de gravure : (500 Å/min).à température ambiante



III.29.3. Gravure du tungstène W :

Technique LETI Philippe VASSEUR 2002 [Ren02].

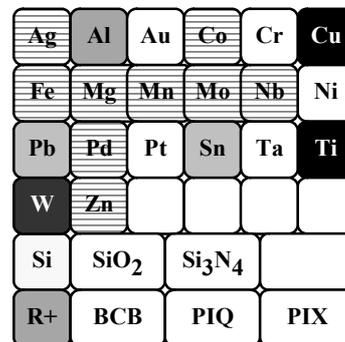
standard

NH₄OH à 20% à 30% 1 volume

H₂O (DI) 2 volumes

H₂O₂ à 30% 2 volumes

Vitesse de gravure : (500 Å/min).à température ambiante



III.29.4. Images au microscope optique après la gravure de l'empilement Ti/WN/Au:

La figure 49 montre le résultat de la gravure humide de l'UBM sur la face avant. Nous voyons que l'alignement des plots par rapport à la structure thermométrique est bien précis, il n'y a pas eu de problèmes lors de cette gravure ni lors du nettoyage de la résine. Notons que l'or est toujours surgravé en humide. Dans notre cas les plots d'or gravés ont un diamètre de 40 μm , la surgravure est de 1 μm .

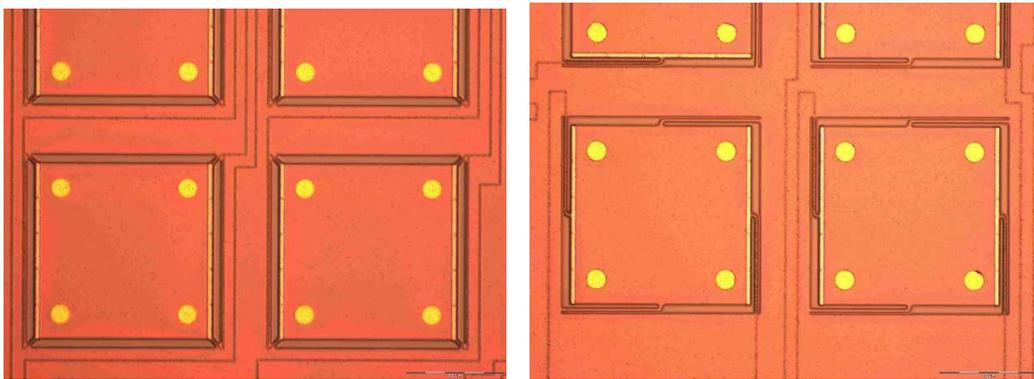


Figure 49: Images du résultat de la gravure humide en face avant de l'UBM

III.30. Etape 28 : Ouverture des contacts (PADs) (Masque PAD) :



Figure 50: Ouverture des PADs de reprises des contacts

Cette étape consiste en une photolithographie du niveau PAD suivie d'une gravure sèche de l'oxyde TEOS de 700 nm d'épaisseur, avec arrêt sur les pistes métalliques en AlCu (figure 50).

III.31. Etape 29: Retrait résine de la face avant :



Figure 51: Retrait de la résine sur la face avant

Le retrait de la résine se fait en humide, après l'ouverture des PADs (figure 51).

III.32. Etape 30 : Ouverture du masque dur oxyde en face arrière :

Cette étape consiste en l'insolation de la résine épaisse²⁹ de 12 μm et de la gravure sèche de l'oxyde en face arrière qui constitue le masque dur pour la gravure du silicium (figure 52). Cet oxyde est gravé sur l'équipement Nextral du BHT. La résine de gravure en face arrière est de 12 μm afin de graver les 725 μm , nous pouvions déposer un oxyde plus épais mais notre crainte était qu'une flèche se forme sur la plaque SOI, ce que nous voulions éviter.

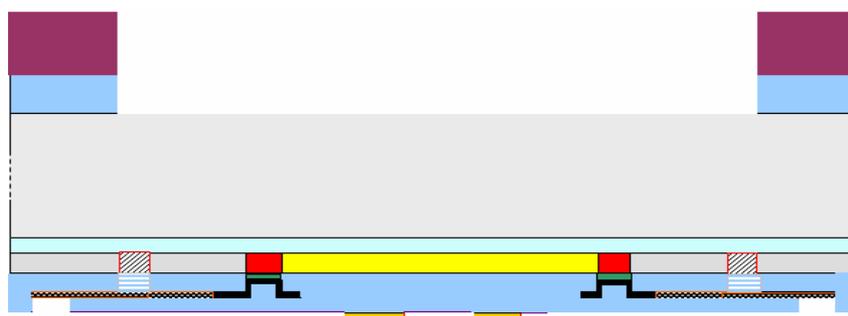


Figure 52 : Gravure du masque dur en TEOS sur la face arrière

Pour protéger la face avant des plaques en 200 mm lors de cette étape, les plaques sont posées sur un porte substrat détourné afin de ne pas écraser les plots d'or en face avant.

III.32.1. Quelques images au MEB de la gravure en face arrière du masque dur SiO_2 :

Nous avons fait un essai de gravure de l'oxyde (masque dur) en face arrière sur des plaques témoins avant le passage du lot électrique. L'oxyde TEOS low stress (non recuit) déposé en face arrière fait à peu près 10 μm ³⁰.

²⁹ Cette résine est traitée (recuite à haute température) pour résister au plasma de gravure.

³⁰ Dans un premier test, l'oxyde TEOS en face arrière qui forme le masque dur avait une épaisseur de 10 μm . Nous avons retenu comme épaisseur sur nos lots électriques 3 μm après plusieurs tests de gravure DRIE du silicium.

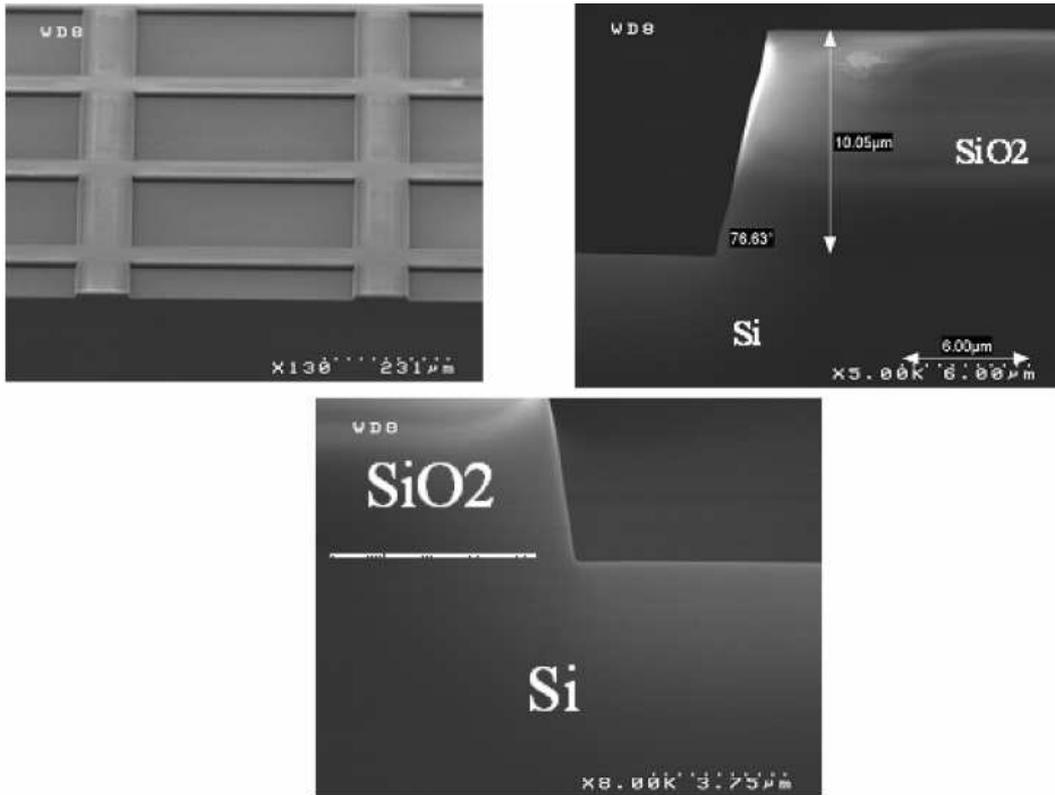


Figure 53: Résultat du test de la gravure de l'oxyde en face arrière

Nous pouvons voir, sur les images (figure 53) des résultats du test de la gravure de l'oxyde en face arrière, que le profil de gravure obtenu est un profil positif. L'angle est égal à $\theta = 76.63^\circ$. Le but de notre étude est de déterminer les bons paramètres pour avoir un profil de gravure droit ($\theta = 90^\circ$) ou négatif ($\theta > 90^\circ$).

III.33. Etape 31 : Gravure profonde du Si en face arrière :

Nous avons utilisé un procédé BOSCH à base de SF_6 et C_4F_8 pour la gravure profonde du silicium bulk de $725 \mu\text{m}$ en face arrière. Nous avons choisi ce procédé de gravure (Bosch) car, c'est un procédé standard au BHT et parceque la gravure humide, dans notre cas n'est pas intéressante à cause de la dépendance du plan cristallin. La durée moyenne de cette gravure est de 2h 30 min (figure 54). L'équipement utilisé pour faire cette gravure est l'Alcatel AD100.

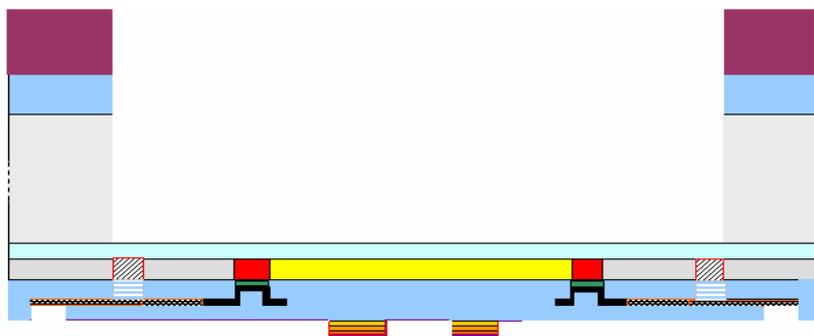


Figure 54 : Gravure profonde du silicium bulk de $725 \mu\text{m}$ d'épaisseur

Le test de la gravure profonde du silicium en face arrière sur des substrats témoins en silicium massif a révélé la présence, au fond des motifs, de micro-structures coniques qui ont ralenti la suite du processus de gravure par plasma.

De ce fait, nous nous sommes intéressés à ce genre de défauts qui peuvent être fatals pour la libération correcte de nos microcalorimètres. Dans ce qui suit nous présentons un type de défaut souvent observé après gravure profonde du silicium au BHT avec le procédé Bosch. Nous proposons par ailleurs, des solutions afin d'éviter ce genre de problèmes.

III.33.1. Les défauts de la gravure du silicium par le procédé Bosch:

Nous avons observé la présence de MSC (micro-structures coniques) « black silicon » au fond des motifs après gravure profonde. La formation de ces micro structures qu'on appelle aussi « black silicon » a ralenti considérablement la vitesse de gravure profonde de nos motifs. Sachant que ce phénomène « black silicon » a été observé par la référence [Mel06] en utilisant un procédé cryogénique pour la gravure profonde du silicium (voir la figure 55).

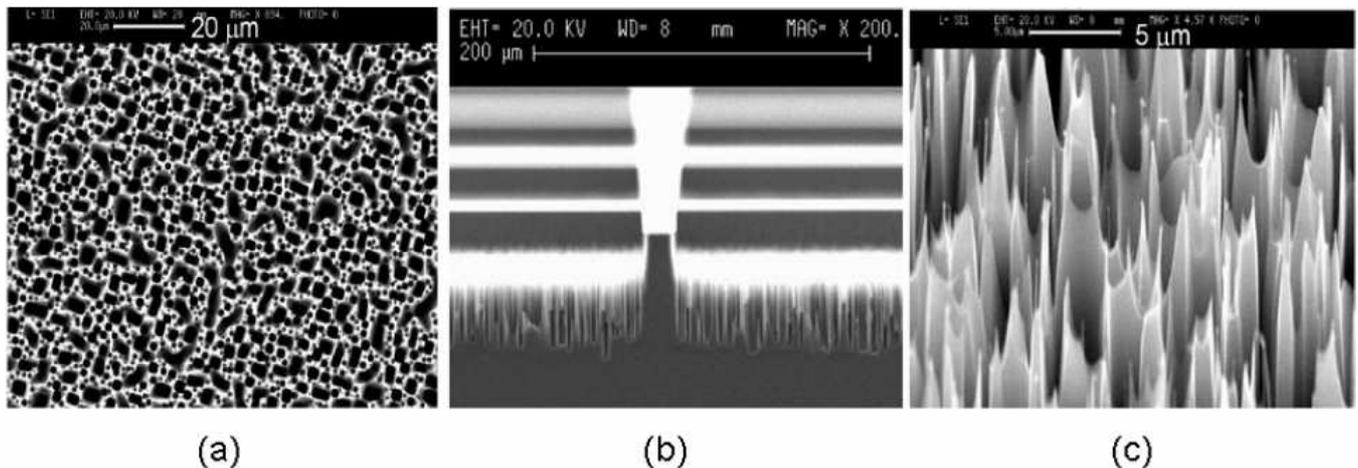


Figure 55: Images MEB des microstructures colonnaires : (a) vue du dessus, (b) vue de profil, (c) vue de trois quarts [Mel06].

N.B : Nous avons observé sur les deux plaques témoins en silicium massif (donc non SOI) après la gravure profonde, la présence de black silicon (MSC), sur le bord des plaques. Ce black silicon a effectivement ralenti la gravure profonde du silicium.

Nous avons essayé, dans un premier temps, de trouver une explication à ce problème et de trouver, par la suite, une solution. Nous avons avant tout, pris en considération les conclusions de l'étude des paramètres influençant l'apparition des MSC (black silicon) à partir du procédé de cryogravure du silicium qui, selon la référence [Mel06], dépendent de la température, du rapport de O_2/SF_6 et de la tension d'auto polarisation. Les expériences ont montré que la direction des MSC dépend de la direction des ions lors de la gravure. Il a été montré, d'autre part, que les dimensions caractéristiques (hauteur et aire) des MSC augmentent avec la puissance, et avec la pression. Les dimensions des MSC augmentent avec la durée du procédé.

L'orientation cristalline du silicium utilisé est très importante dans la formation des MSC. Le silicium Si<100> permet plus facilement la croissance des MSC que le silicium <111> parce que, la gravure du plan Si<111>, est plus lente que dans le plan Si<100> à basse température. Ceci limite la vitesse de gravure verticale qui est directement responsable de la formation des MSC. Nous avons aussi relié ce phénomène, tout en tenant compte des résultats très intéressants de la référence [Mel06] dans notre étude sur la gravure de nos structures bolométriques en face arrière, au taux d'ouverture sur les masques en face arrière. Le taux d'ouverture sur la plaque par rapport aux champs insolés, lors de la photolithographie TITAN, doit être limité pour pouvoir graver les 725 µm de silicium. Voici le calcul du taux d'ouverture sur nos plaques en 200 mm : La surface d'un champ titan est de 22 x 22 mm², donc sa surface est de S = 470,89 mm². Le nombre d'ouvertures sur la face arrière (500 µm x 500 µm) par champ titan est égal à 294 ouvertures ce qui donne une surface de 73,5 mm². Nous avons donc un taux d'ouverture par champ titan égal à 15,60 %. Le nombre de champ titan total sur une plaque en 200 mm est égal à 79 champs sans compter les 6 champs (croix d'alignements). Le taux d'ouverture total sur une plaque en 200 mm est égal à 18,49 %. La gravure du bulk 725 µm sera possible en dessous d'un taux de 20 à 30 % d'ouverture totale sur une plaque par sécurité. Le choix que nous avons pris pour notre lot était d'insoler 1 champ sur 2. Et de concentrer ces ouvertures plus vers le centre de la plaque pour faciliter cette gravure.

III.33.2. Résultats de la gravure profonde du silicium en face arrière :

Les premiers résultats montrent la réussite de la gravure profonde sur 630 µm de Si massif (bulk)

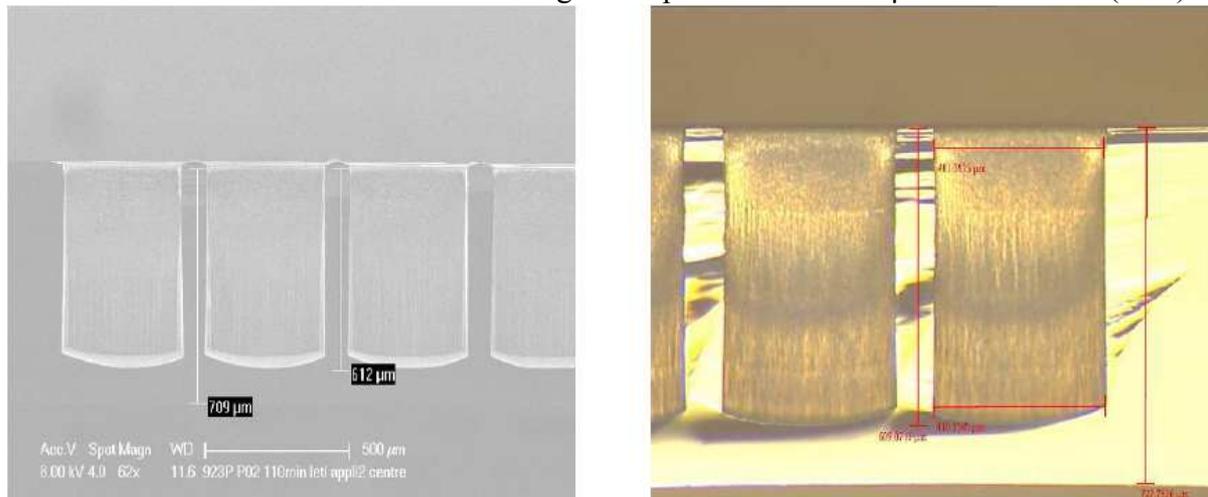


Figure 56: Premières images MEB de la gravure des cavités en face arrière

Le profil de cette gravure est négatif et c'était notre but. Par contre nous avons remarqué aussi que au fond des motifs (figure 56), nous obtenons une flèche vers l'intérieur (un défaut qui n'était pas mentionné dans l'étude bibliographique que nous avons menée précédemment).

L'un des paramètres importants qui définit le profil lors de la gravure profonde du silicium est l'angle de gravure et nous l'avons calculé à partir de la figure 56. Nous avons la profondeur gravée qui est égale à 609 µm, l'ouverture du masque au départ de la gravure est de 401 µm, l'ouverture finale en bas de la gravure à 609 µm de profondeur est égale à 410 µm. Donc l'angle de gravure dans notre cas est égal à

$$\theta = 180^\circ - \text{Arctg}\left(\frac{609\mu\text{m}}{4.5\mu\text{m}}\right) = 90.41^\circ.$$

Un autre phénomène a été observé sur la résine de masquage en face arrière (voir la figure 57)

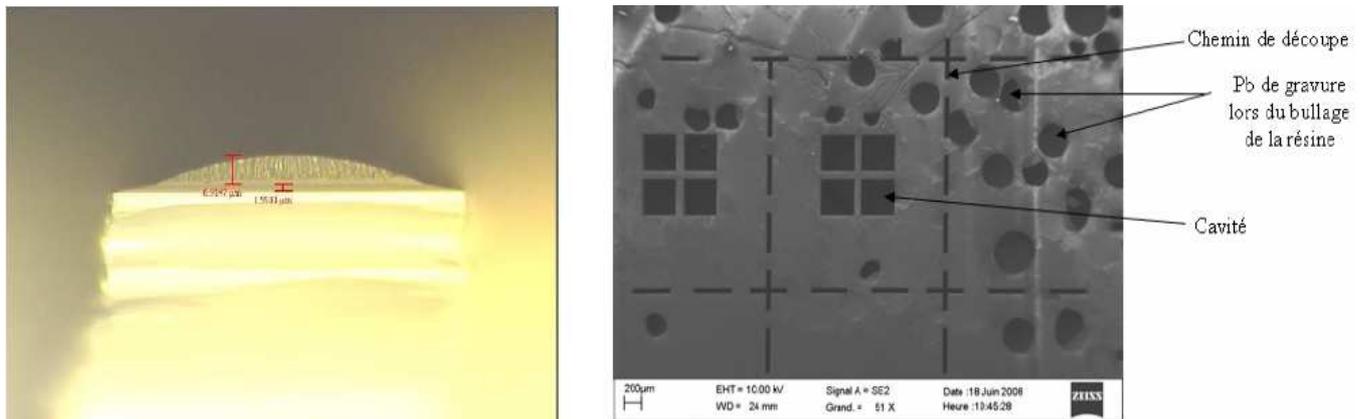


Figure 57: Images MEB de la résine et du masque dur après la gravure

Ce phénomène est dû à un fluage de la résine. Notons que les conditions que nous avons prises pour préparer cette résine avant la gravure sont les suivantes : Nous avons recuit à 150 °C pendant 30 min, au lieu du standard utilisé de 80 °C pendant 15 min. L'utilisation d'un recuit plus long est nécessaire pour durcir les 12 µm de résine de masquage en face arrière.

III.33.3. Gravure des cavités Si en face arrière du lot µS0593P:

La gravure profonde du silicium bulk (725 µm) en face arrière a été réalisée sur deux plaques témoins simple SOI du lot électrique µS0593P. Le passage de la première plaque a donné un résultat très encourageant. La gravure a débouché sur l'oxyde enterré BOX qui fait 1µm d'épaisseur, cet oxyde constitue la couche d'arrêt à la gravure profonde DRIE du Si. Cette couche a été préservée car la sélectivité par rapport à l'oxyde était très importante dans notre cas.

En reprenant les mêmes conditions de gravure que pour l'étape présentée précédemment, nous avons bien un profil de gravure négatif (notre objectif de départ) et nous avons aussi réussi à déboucher sur l'oxyde enterré (voir la figure 58).

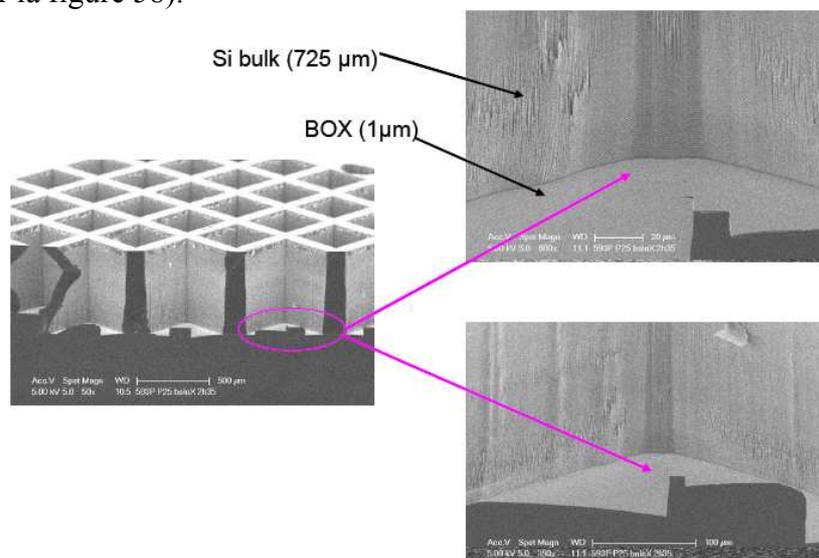


Figure 58: Gravure profonde du Si en face arrière

Nous remarquons cependant la présence de résidus carbonés (figure 59), présent en dessous du masque dur en oxyde.

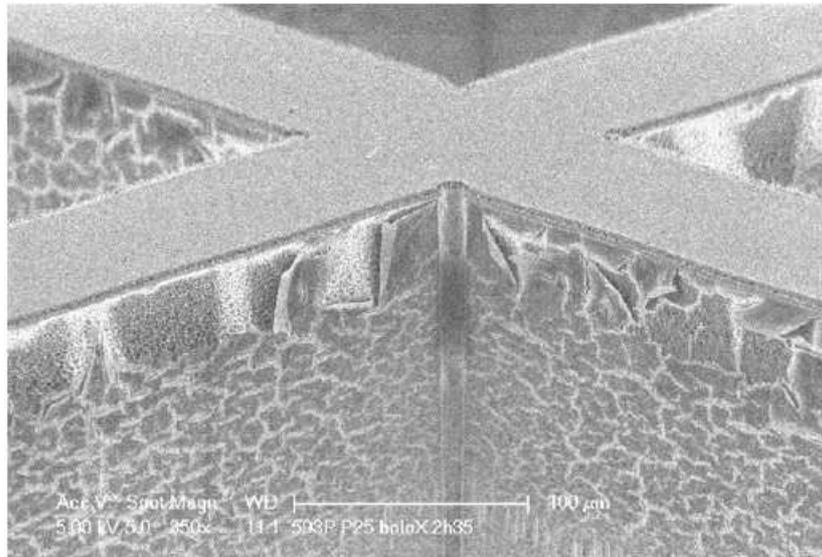


Figure 59: Résidus carbonés observés sur les flancs lors de la gravure profonde du silicium

Ces résidus de polymère sont la conséquence de la passivation C_4F_8 des parois des cavités en silicium lors de la gravure profonde du silicium avec le procédé Bosch. Notons que ce problème n'est pas critique et ne va en aucun cas influencer le fonctionnement de nos microcalorimètres. Notons aussi que le problème de bullage de la résine était aussi présent lors de cette gravure. La prochaine étape consistera à travailler sur l'élimination de ces résidus carbonique en utilisant un plasma O_2 . En conclusion, nous pouvons dire que la gravure profonde du silicium en face arrière est acquise et que la prochaine étape sera d'envoyer une toute première plaque électrique afin de tester le fonctionnement des bolomètres. Après la gravure profonde du silicium en face arrière sur $725 \mu m$, nous nous sommes arrêtés sur la couche d'oxyde enterré BOX, nous avons fait des photographies au microscope optique des structures bolométriques :

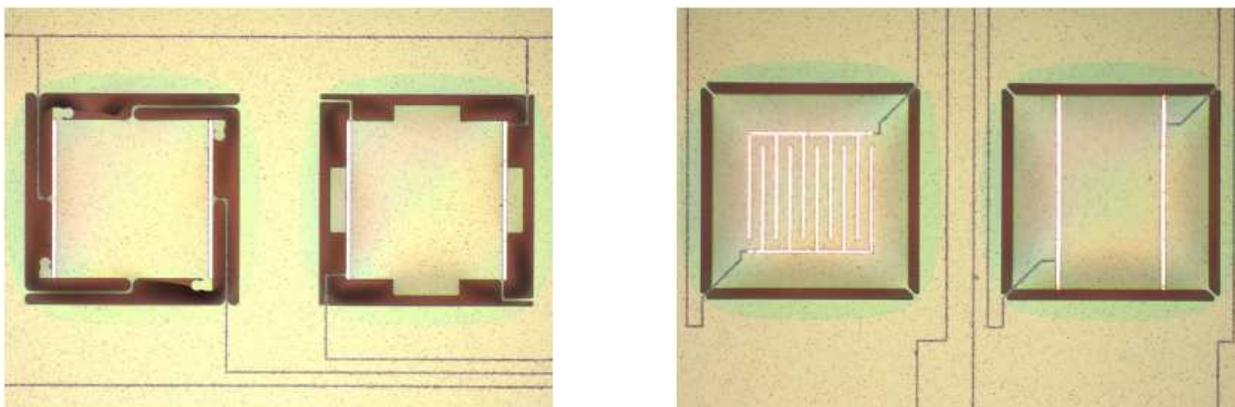


Figure 60: Images au microscope optique de structures thermométriques de la face avant

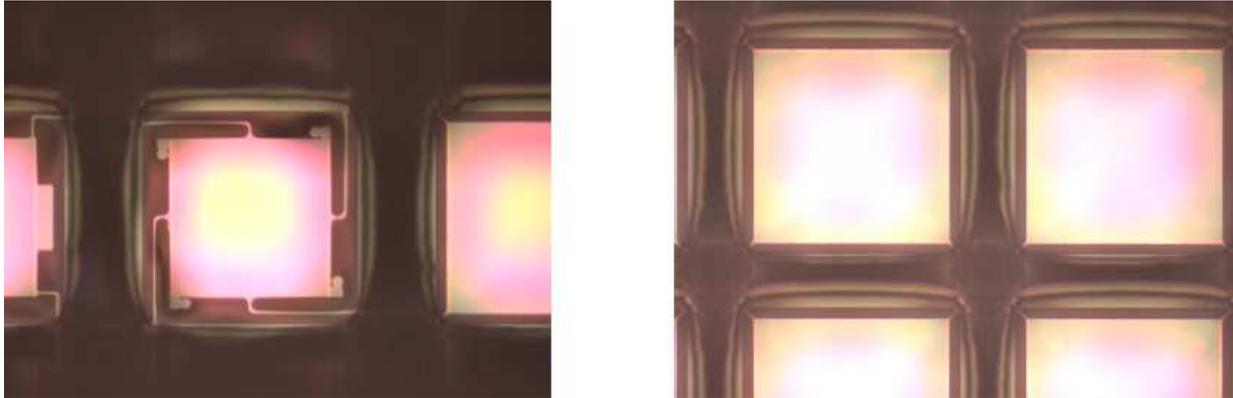


Figure 61: Images au microscope optique de structures thermométriques en face arrière

A première vue, en constatant les figures 60 et 61, nous observons un arrondissement du motif qui est carré en face arrière, cette surgravure, n'est pas gênante, car les poutres de suspension des thermomètres, ont été correctement libérées. La gravure du silicium sur 725 μm de profondeur a été bien faite.

Lors de la gravure de l'oxyde enterré BOX du SOI en face arrière, un phénomène de déformation des structures apparaît. Comme les thermomètres à libérer³¹ n'ont que 1.5 μm d'épaisseur, ce phénomène est très visible dans le cas de poutres longues.

Sur la figure 64 du paragraphe III.34, on observe l'effet bilame sur les poutres longues, dû certainement à la présence d'un oxyde TEOS trop épais sur la face avant. Nous avons résolu ce problème sur la plaque PO4 du même lot $\mu\text{s}0593\text{P}$, par la réduction d'épaisseur de cet oxyde (gravure plasma pendant une dizaine de minutes) sur la face avant de la plaque. Nous avons, d'autre part, alterné la gravure de l'oxyde enterré BOX en face arrière et le TEOS en face avant afin de réduire progressivement les contraintes appliquées sur les 1,5 μm de silicium du SOI.

III.34. Etape 32 : La gravure du SiO_2 enterré (BOX) du SOI par la face arrière :

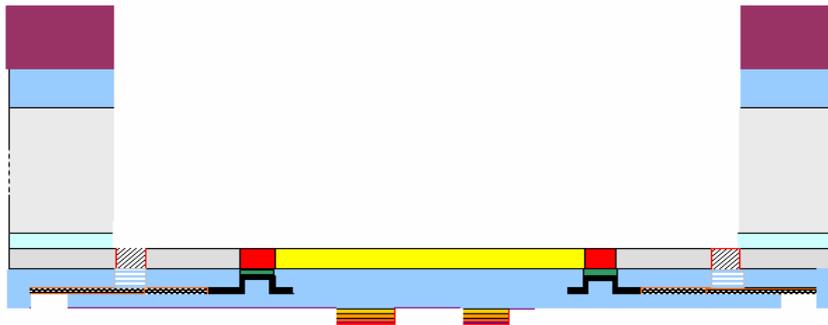


Figure 62: Gravure du BOX

La gravure de l'oxyde enterré en face arrière, de 1 μm d'épaisseur, a été faite sur l'équipement Nextral au BHT en CHF_3+O_2 (figure 62). Le retrait de cet oxyde permet de libérer les structures thermométriques en silicium de 1,5 μm d'épaisseur. Cette étape est suivie par le retrait de la résine épaisse de 12 μm sur la face arrière. La résine est consommée pendant la gravure silicium.

³¹ Lors de la gravure du BOX par la face arrière, nous n'étions pas sélectif par rapport au silicium. En conséquence, sur la première plaque PO1, nous avons consommé la moitié des 1.5 μm du SOI. Ce problème a été résolu sur la plaque PO4 du même lot $\mu\text{s}0593\text{P}$.

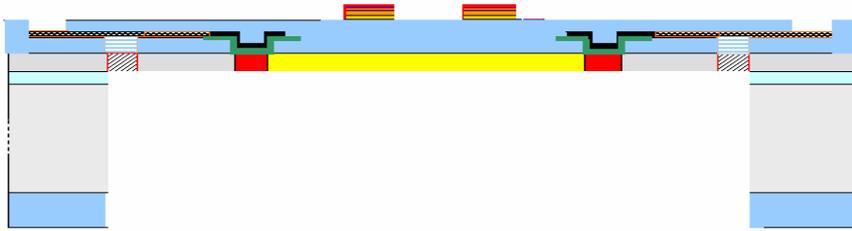


Figure 63 : Retrait de la résine de la face arrière

Ce retrait de la résine constitue la dernière étape technologique de notre processus de fabrication du microcalorimètre X (figure 63). La plaque est prête à être utilisée. Après la gravure profonde DRIE des 725 μm de Si, nous n'avons pas visualisé de problèmes sur les thermomètres. Alors que, après la gravure de l'oxyde enterré du SOI au niveau des poutres, nous avons eu sur quelques motifs bien précis des effets de déformations structurelles de nos thermomètres. Il s'agit des structures qui contiennent de longues poutres en silicium (voir la figure 64).

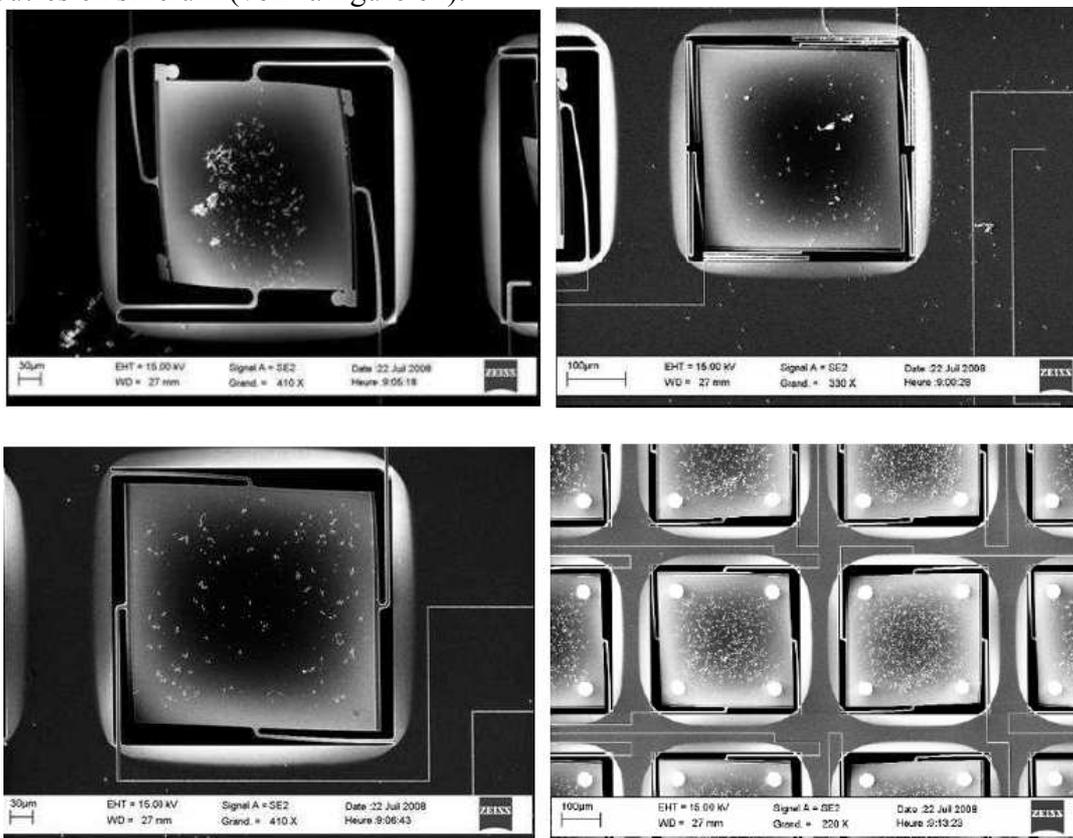


Figure 64: Images MEB montrant des structures thermométriques avec de longues poutres

La première explication, de ce phénomène de déformation des structures qui nous est venue à l'esprit est la suivante : Comme avant la gravure de l'oxyde enterré du SOI qui faisait 1 μm d'épaisseur, nous n'avons pas de problèmes et vu que nous avons en tout 0,94 μm de passivation constitué par un oxyde TEOS sur la face avant, le retrait de l'oxyde enterré du SOI par la face arrière et la consommation de la moitié des 1,5 μm de silicium SOI lors de la gravure du BOX, ont déséquilibré ces structures thermométriques en silicium. Les longues poutres n'ont pas supporté les forces de contraintes exercées par le niveau métal et oxyde TEOS sur les 750 nm de silicium restant après la gravure du BOX en face arrière et formant le thermomètre suspendu.

L'autre explication du phénomène de déformation observé sur la planche thermométrique met en jeu la différence de CTE (Coefficient d'Expansion Thermique) entre l'oxyde de passivation en face avant et le silicium des thermomètres. Rappelons que ces problèmes ont été résolus sur la plaque PO4 du même lot électrique en améliorant la sélectivité de la gravure du BOX en face arrière par rapport au silicium, et en réduisant l'épaisseur de l'oxyde TEOS sur la face avant du SOI (voir annexe II.4).

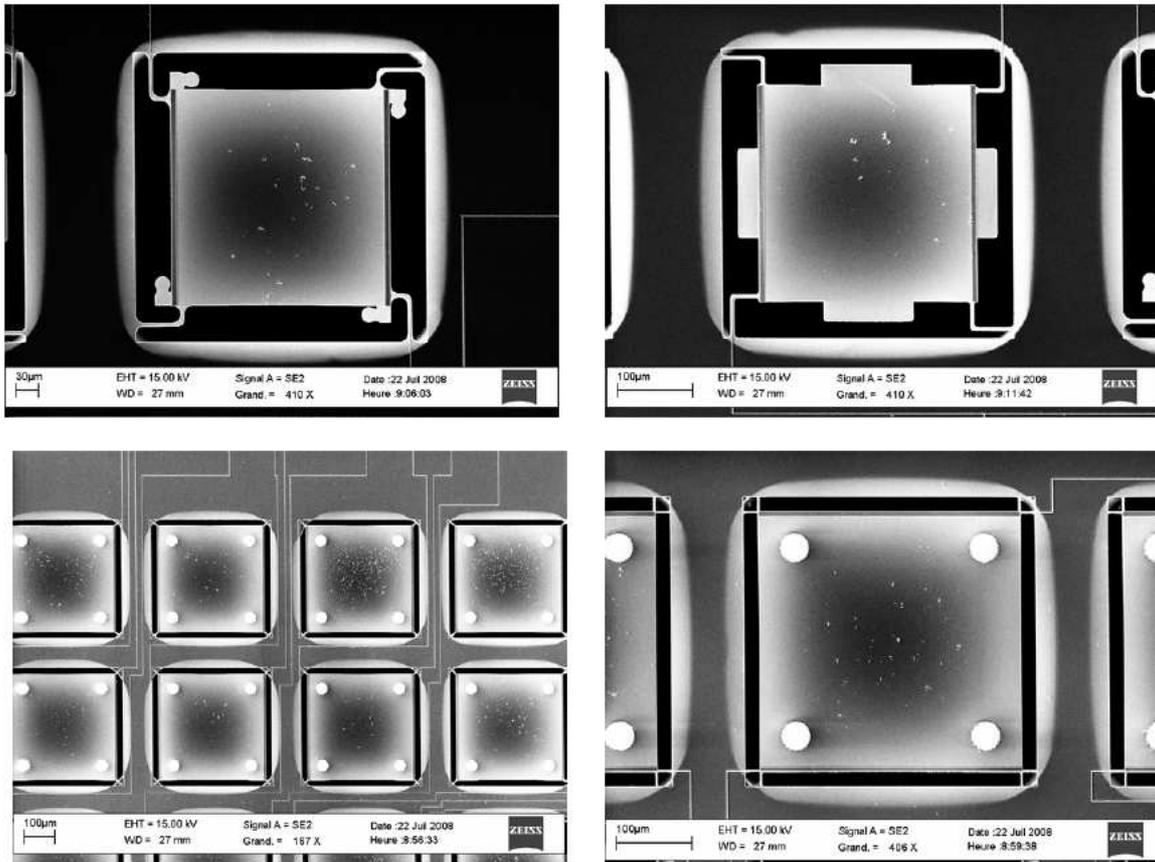


Figure 65: Images MEB de structures thermométriques avec des poutres courtes

La figure 65 montre des structures thermométriques avec des poutres courtes. Nous voyons que ces structures n'ont pas subi de déformations car la solidité des poutres a assuré la tenue mécanique des thermomètres.

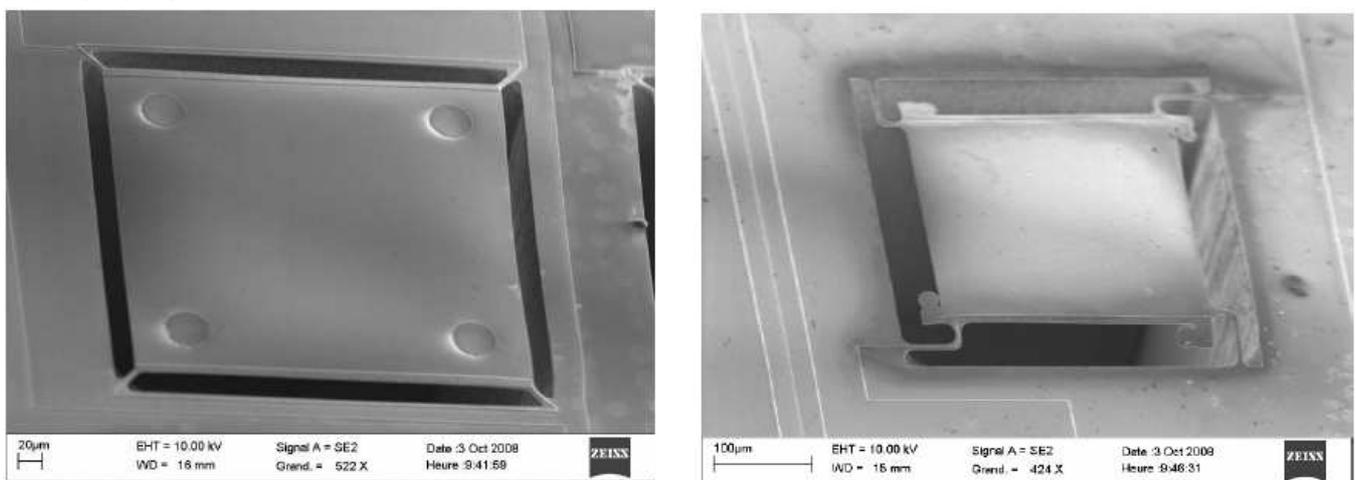


Figure 66: Vue de dessus de deux pixels microcalorimétriques gravés en face avant/face arrière sur PO1

En faisant une observation plus approfondie au niveau de la gravure en face avant et de la gravure en face arrière sur deux pixels différents sur le champ (figure 66), on voit que l'alignement sur la plaque PO1 est presque parfait, contrairement aux autres plaques (PO2, PO3), et que les flancs de gravure sont droits. On constate aussi que les pixels thermométriques présentent une flèche que nous mesurerons par la suite.

IV. Premiers prototypes électriques :

IV.1. Problématique de la découpe des plaques en 200 mm :

Le premier problème rencontré a été posé par l'angle du plan de clivage par rapport aux positions des champs à découper sur la plaque. Le deuxième problème a été la fragilité des microstructures fabriquées, car les thermomètres en silicium qui ont une épaisseur de $1,5\ \mu\text{m}$ et sont suspendus par de fines poutres en silicium³². Nous avons choisi de découper ces champs à la scie (voir explication à la suite dans le même paragraphe). D'autres projets de R&D, comme par exemple le projet Astro-Sol, ont utilisé sur leur jeu de masque ATOL, des ponts de clivage autour des matrices 16×16 pixels. Sur les plaques Astro-Sol, le plan de clivage est parallèle aux champs.

Le but de cette étude a été de mettre au point une technique de découpe à la scie mécanique de la plaque en 200 mm sans endommager les structures microcalorimétriques citées précédemment. En effet, la découpe standard à la scie, de plaque silicium, nécessite un jet d'eau pour refroidir et éliminer les poussières de silicium, dont la pression est telle que les structures microcalorimétriques seraient arrachées. La plaque en 200 mm est représentée sur la figure 67.

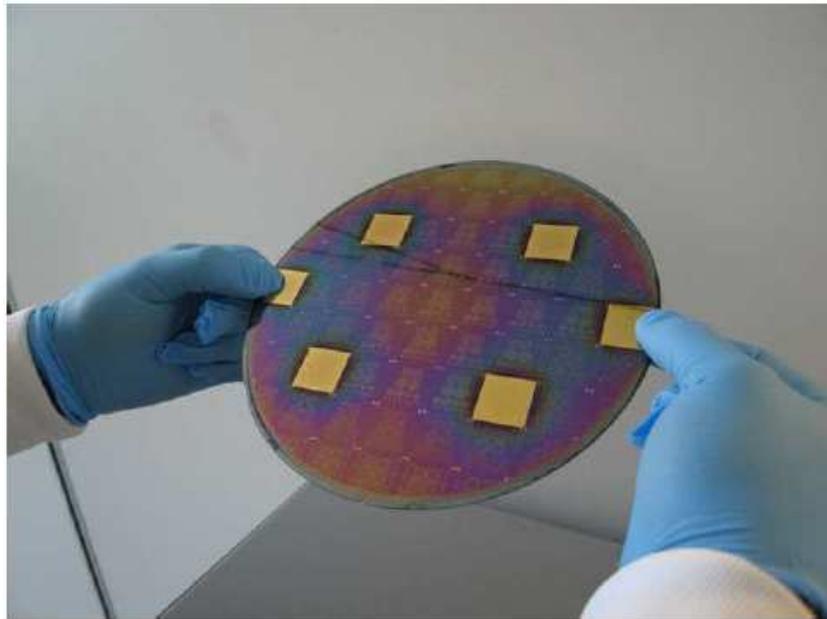


Figure 67: Plaque PO1 du lot μS0593P gravée en face avant et en face arrière

La plaque PO1 est issue d'un lot électrique μs0593P qui comporte 9 plaques. Le but est de la découper en champs de $22\ \text{mm} \times 22\ \text{mm}$ (figure 68) et puis de séparer les matrices.

³² Les dimensions des poutres en silicium définies par nos masques sont suivantes: (épaisseur = $1,5\ \mu\text{m}$, longueur = $10\ \mu\text{m}$ à $380\ \mu\text{m}$, largeur = $2,5\ \mu\text{m}$ à $10\ \mu\text{m}$).

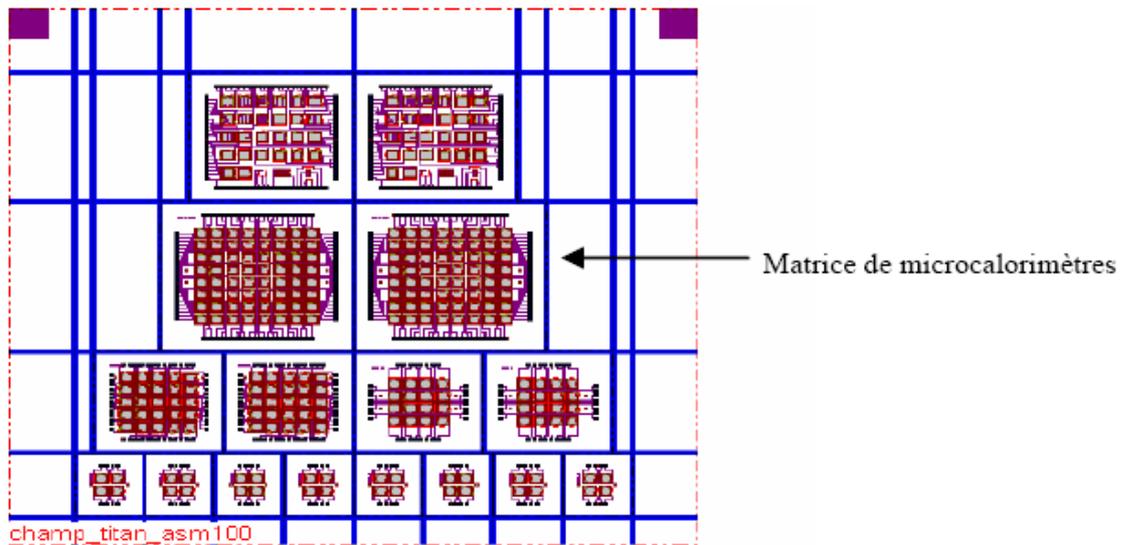


Figure 68: Composition d'un champ titan 22 mm x 22 mm
(en bleu les c'est les zones de découpe)

La première technique de découpe envisagée, a été de cliver les champs et puis de cliver par la suite les matrices à l'intérieur de ces champs. Le problème est que sur les substrats fournis par la société SOITEC, nous n'avons pas le choix concernant les plans de clivages, suivant leurs indications, le plan de clivage est à 45° par rapport au Notch³³. Ce problème aurait pu être résolu par le bon choix du substrat, mais à condition de pré-découper les structures par une gravure DRIE en même temps que la gravure profonde du silicium, pour faciliter le clivage des structures après leur gravure.

Comme nos champs titan, de 22 mm x 22 mm, sont orientés nord-sud, le clivage des puces sur cette même plaque en 200 mm est dans ce cas impossible. Reste à développer d'autres solutions pour découper en puces la plaque PO1. Pour cela nous avons étudié une autre solution, cette fois-ci en utilisant des équipements que nous avons au laboratoire LPA du département d'optronique.

L'idée est de fabriquer une contre plaque identique à la vraie plaque en 200mm, mais en plastique, avec les mêmes dimensions (figure 69) ; c'est-à-dire que la taille des champs sur cette contre-plaque est la même que sur la vraie plaque PO1.

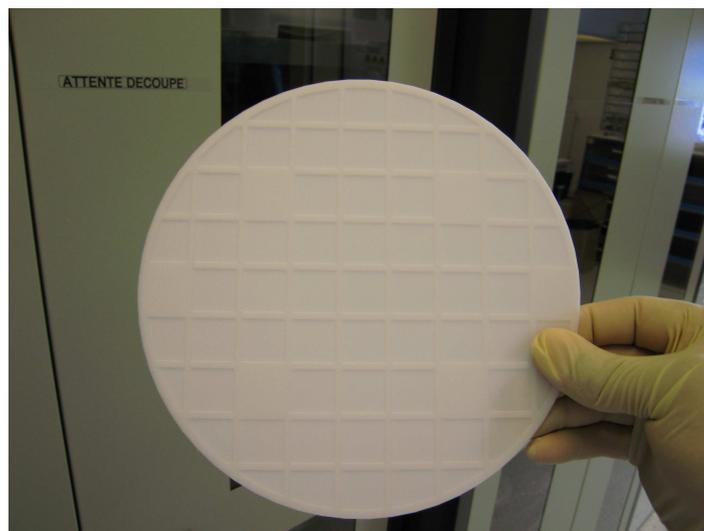


Figure 69: photo de la contre plaque en plastique

³³ Repère sur une plaque en 200mm

L'équipement d'impression en 3D principalement utilisé pour assurer le développement et la fabrication de cette contre plaque est nommé : Dimension BST 768³⁴.

Après la découpe, nous pouvons constater que aucun champ n'a subi de casse en face arrière, grâce à la protection avec le sticky (film de protection en plastique).

La figure 70, montre la plaque PO1 du lot μ S0593P collée sur une contre-plaque en plastique. Lors de la découpe en champs (22 mm x 22 mm) à la scie, la pression de l'eau qui sert à cette découpe a été atténuée, ce qui a permis la protection des structures.

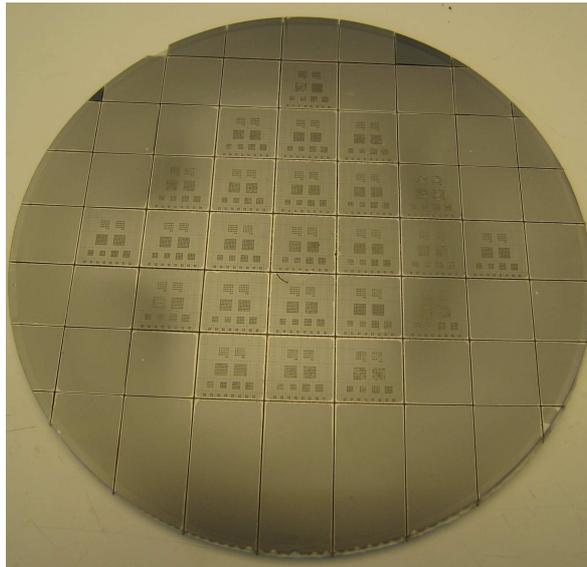


Figure 70: Découpe finale de la plaque en 200mm

IV.2. Mesure de la flèche d'un champ :

Les champs après la fin du processus technologique complet, ont été découpés, sur la plaque, avec succès. Nous avons pu mesurer, au niveau d'un champ, les déformations, afin d'étudier l'influence de la gravure en face arrière et en face avant et des différents dépôts sur la face avant de nos thermomètres.

La mesure a été faite sur l'équipement interféromètre ZYGO, la longueur d'onde du laser, qui émet dans le rouge et qui sert à la mesure, est de 632,8 nm. La valeur de la flèche mesurée est de 3,51 μ m, le maximum de la flèche est observé dans le centre du champ (voir la figure 71).

³⁴ <http://www.dimensionprinting.com>

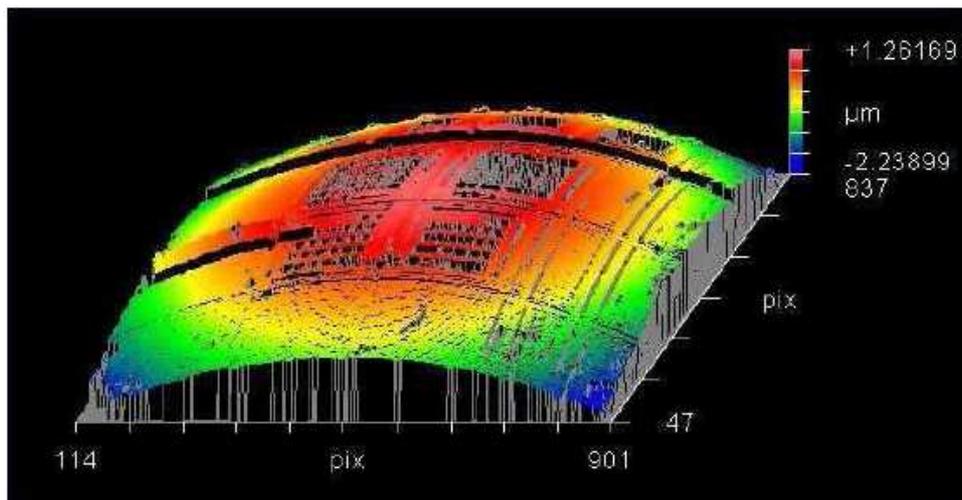


Figure 71: Mesure de la flèche sur un champ (22 mm x 22 mm) gravé en face avant et en face arrière

Après avoir découpé les champs titan de 22 mm x 22 mm à la scie, nous avons, aussi, découpé les matrices présentes sur ce champ à la scie (voir la figure 72), mais en adaptant une série de techniques afin de minimiser au maximum la pression du jet d'eau associé à la scie, pour pas casser les microstructures présentes dans ces matrices.

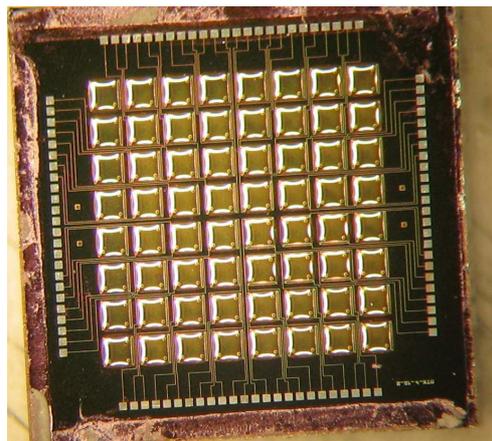


Figure 72: Image au microscope d'une matrice 8 x 8 pixels découpée avec succès.

IV.3. Etude au profilomètre des caractéristiques des thermomètres suspendus :

La préparation des échantillons est très délicate car la fragilité des thermomètres suspendus de 1,5 µm d'épaisseur impose un traitement spécial. La découpe en matrices a été réalisée avec succès après plusieurs tests de validation.

Afin de mieux contrôler l'hybridation des feuilles de tantale sur cette matrice 8 x 8 pixels, nous avons réalisé, au profilomètre optique, une cartographie de sa surface afin de déterminer la flèche de chaque pixel par rapport au murs en Si non gravé. La figure 73 montre la flèche de chaque pixel sur la matrice 8 x 8 pixels.

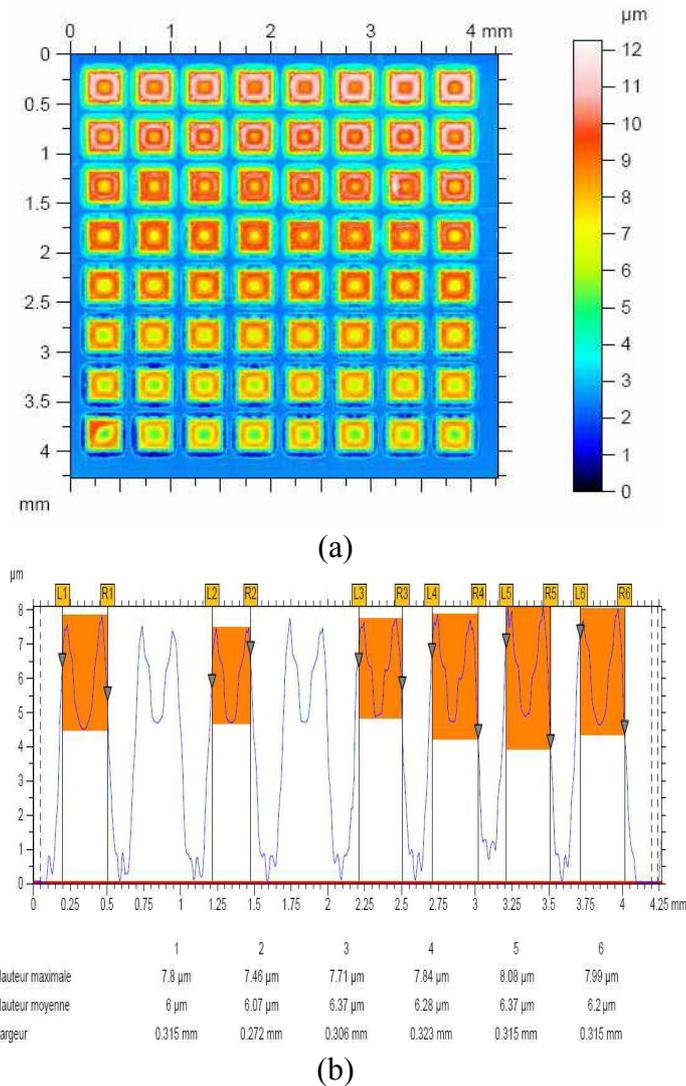


Figure 73: Image en 2D de la matrice 8 x 8 pixels (a) avec la hauteur des pixels (b)

Cette mesure a confirmé nos simulations thermomécaniques avec le code ANSYS³⁵(cf. chapitre 3), concernant la déformation de nos structures thermométriques suspendues. Notons qu'on mesure une déformation moyenne de 6 μm .

Afin de mieux voir cette moyenne de déformation sur la matrice 8 x 8 pixels, nous avons reconstitué une image 3D de nos structures suspendues grâce au profilomètre (figure 74).

³⁵ Logiciel de simulation multiphysique (www.ansys.com).

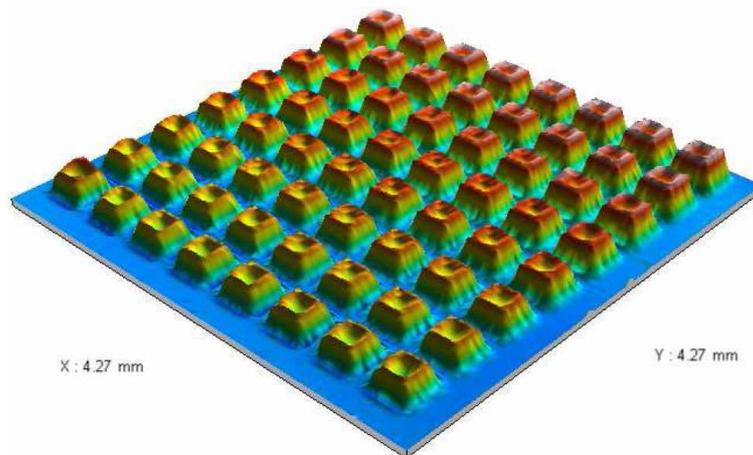


Figure 74: Image cartographique, au profilomètre COTEC³⁶, de la matrice 8 x 8 pixels

Cette déformation a été éliminée sur la plaque PO4 du lot μ S0593P par la réduction de l'oxyde sur la face avant des thermomètres ainsi que par la gravure alternée de l'oxyde enterré (BOX) par la face arrière et de l'oxyde TEOS par la face avant.

IV.4. Assemblage de la première matrice électrique de détection X :

L'assemblage de la matrice de senseurs en silicium avec la matrice d'absorbeurs en tantale a été réalisé en utilisant une hybridation par bille d'indium. Chaque pixel en tantale de $500\ \mu\text{m} \times 500\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$, contient quatre billes d'indium. L'opération d'assemblage a été faite sur l'équipement FC150 de chez SET³⁷.

La figure 75, montre le premier essai d'une hybridation collective par billes d'indium sur la matrice 8 x 8 pixel-senseurs suspendus.

Cet essai valide, dans un premier temps, nos choix technologiques concernant le dimensionnement des pixels. Nous avons détaillé le processus technologique de réalisation des pixels tantale, leur hybridation et le retrait de la poignée dans le chapitre packaging des microcalorimètres X (chapitre 3).

³⁶ www.cotec.fr.

³⁷ SET-SUSS MicroTec, <http://www.suss.com/index.php>.

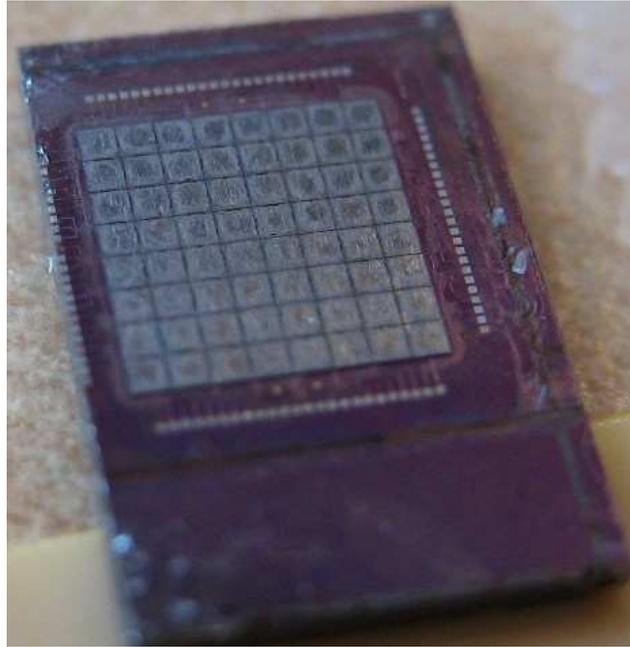


Figure 75 : Premier essai d'hybridation collective de pixels en tantale sur la matrice 8 x 8 pixel-senseurs suspendus.

V. Conclusion du chapitre 2 :

Dans ce chapitre, nous avons détaillé les points durs qui ont été résolus pendant ce développement. Ils sont nombreux comme:

- Le passage au simple SOI au lieu du double SOI, en standard 200 mm de diamètre avec un bulk de 725 μm d'épaisseur.
- La gravure satisfaisante des vias.
- La gravure en face arrière du SOI (sur 725 μm).
- La découpe des plaques, avec la contreplaque en plastique.
- La solution du problème posé par la flèche.

Les actions qui vont suivre après cette réalisation, sont les caractérisations de ces détecteurs et l'étude de leur sensibilité à très basses températures entre 50 et 100 mK afin d'extraire les modèles électriques et thermiques pour une optimisation future.

Références du chapitre 2:

- [Adv98] Advanced Semiconductor Fabrication Handbook 1998.
- [Bea78] K. E. Bean, "Anisotropic etching of silicon", IEEE Trans. Electron Devices, vol. ed-25, pp. 1185-1192, 1978.
- [Dea65] B.E. Deal and A.S. Grove, "General relationship for the thermal oxidation of silicon", J. Appl. Physics, vol. 36, 1965.
- [Jun03] Z. Juneidi, « Outils CAO pour microsystèmes », thèse INPG, 2003.
- [Mel06] Mellhaoui. X. Thèse de doctorat, université d'Orléans, France, 2006.
- [Moo65] Moore, G. E., Electronics 38, 1965.
- [Ren02] Pierre RENARD « Les Gravures chimique « LETI/DTS/STMS/LAC », "version 2002".
- [Rub03] Leonard Rubin and John Poate in American Institute of Physics JUNE/JULY 2003.
- [Sav01] O. Savry, thèse de doctorat de l'INPG, 2001.
- [Tab92] O. Tabata, R. A. Sahi, H. Funabashi, K. Shimaoka, S. Sugiyama, « Anisotropic etching of silicon in TMAH solutions », Sensors and actuators A (34), pp. 51-57, 1992.

CHAPITRE 3 : Technologies de packaging du microcalorimètre X

I. Introduction :

Nous avons choisi d'assembler l'absorbeur en tantale (Ta) au thermomètre en silicium (Si) en utilisant le packaging basé sur les techniques d'hybridation par billes d'indium qui sont couramment utilisées au département optronique au CEA-Leti. L'utilisation du Flip-chip pour assembler des matrices haute densité et faible pas, est l'une des principales thématiques du laboratoire LPA (Laboratoire de Packaging et d'Assemblage). La technologie d'assemblage des composants qu'est le flip-chip permet de confiner les connexions sous l'élément à assembler pour atteindre une forte densité d'intégration d'interconnexions. Dans le cas d'un assemblage hétérogène, nous avons l'apparition de contraintes thermomécaniques dépendantes de la température. Dans notre cas, ces contraintes ne sont pas et ne seront pas dominantes et ne sont pas problématiques car la taille du pixel n'est que de 500 μm et la distance entre deux plots est de 220 μm environ. L'objectif de ce chapitre est de discuter de la problématique de l'hybridation indium adaptée au fonctionnement de notre microcalorimètre, à savoir l'utilisation d'un UBM de faible capacité calorifique, donc, l'obligation dans notre cas de n'utiliser que des métaux supraconducteurs pour former cet UBM. C'est pour cela que nous allons dans ce chapitre étudier et détailler tous les tests que nous avons faits pour améliorer et adapter l'UBM à notre application. Dans ce chapitre nous allons décrire l'étude, le développement et la réalisation d'un report collectif de pixels absorbeurs en tantale (Ta) de 500 μm x 500 μm x 25 μm hybridés par billes d'indium à des thermomètres en silicium de 1.5 μm d'épaisseur. Dans ce même chapitre nous allons détailler l'optimisation technologique du lien thermomécanique que constitue la bille d'indium et son UBM afin d'atteindre de bonnes performances en fonctionnement du détecteur à 50-100 mK. Cette étude est accompagnée par une simulation du comportement thermomécanique de nos structures microcalorimètres sous le poids de l'absorbeur en tantale après l'hybridation par bille d'indium.

II. La technologie de Packaging des circuits microélectroniques :

II.1. Le packaging en Microélectronique :

Le packaging permet à un ensemble de composants d'être connectés et de communiquer électriquement ou optiquement entre eux et avec l'extérieur. La qualité de ses interconnexions définit les performances de ce système. Le rôle du packaging est d'assurer un lien électrique ou thermique ou de combiner les deux fonctions sans négliger bien sûr la tenue mécanique du système après son assemblage.

II.2. L'assemblage des détecteurs matriciels par hybridation :

L'une des techniques les plus employées pour l'assemblage flip chip des détecteurs en microélectronique, est le brasage. Cette technique repose sur des billes métalliques disposées en réseau sur un substrat. En montant au dessus de la température de fusion de ces billes (par exemple 156 °C pour l'indium), on assure leur contact avec les plots métalliques de la puce qui est en face. C'est le mouillage des ces billes sur la surface des plots et la formation d'intermétallique au niveau de la surface de mouillabilité qui va assurer le contact. Le principe d'hybridation par billes est indiqué dans la figure 1.

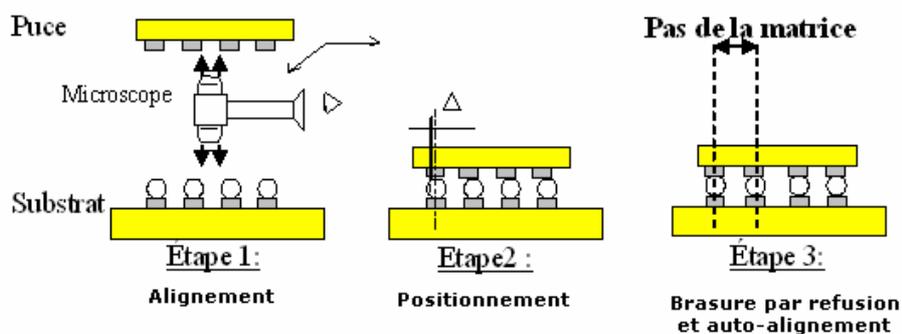


Figure 1: Etapes simplifiées de l'hybridation par billes d'indium

La position d'une des deux parties, senseur ou matrice, est fixée et repérée à l'aide d'un microscope. On vient ensuite aligner la seconde partie, toujours grâce au microscope. Après alignement, il reste à mettre en contact les deux composantes et à chauffer à une température légèrement supérieure à celle de l'indium. On applique également une pression dans le cas de la thermo compression. Notons que l'auto alignement, assuré par les forces de capillarité induites dans l'indium liquide, permet d'ajuster à quelques microns près, la position des senseurs à hybrider. L'alignement entre les deux puces à hybrider est extrêmement délicat à faire, car la précision requise est de quelques microns, ce qui requiert l'utilisation d'un équipement spécialement conçu à cet effet. La machine détecte le contact entre les deux circuits sans appliquer de surpression sur le circuit senseur, le matériau à hybrider étant dans notre cas le tantale.

L'équipement qui a été utilisé pour faire l'assemblage final de nos pixels absorbeurs en tantale avec les matrices senseurs (thermomètres) en silicium est l'équipement FC150 de la société SussMicrotech³⁸.

³⁸ <http://www.suss.com/index.php>

Parmi les principales technologies d'assemblage des circuits, nous avons le collage et le brasage.

II.2.1. Le collage :

Le collage est l'une des techniques les plus utilisées dans le packaging. Les colles utilisées sont en général des colles époxy chargées d'argent (Ag) pour rendre la colle conductrice si besoin ; nous n'allons pas utiliser cette technique dans le cadre de notre étude car le volume de la colle est difficile à contrôler et ses caractéristiques thermiques à très basse température ne sont pas satisfaisantes (voir annexe III.1).

II.2.2. Le brasage :

Le brasage est un procédé d'assemblage qui a pour but d'établir une jonction entre deux éléments. Pour établir une jonction, il existe principalement deux possibilités : lorsque la température de fusion du métal d'apport est supérieure à la température de fusion des métaux de base, une opération de soudage (*welding*) est réalisée. Cependant, en assemblage électronique, les métaux standards utilisés sont le Cuivre, le Nickel ou l'Or, par exemple, avec des températures de fusion supérieures à 1000 °C. Il n'est pas envisageable d'utiliser de telles températures lors de l'assemblage électronique car elles entraîneraient la dégradation des circuits électroniques. Ainsi, la technique de brasage nécessite des métaux dont la température de fusion est inférieure à la température de fusion des métaux de base (c'est-à-dire de ceux que l'on ne fait pas fondre). Il y a alors diffusion du métal liquide dans le métal de base solide (cf explication dans la suite du chapitre). Cette technique de brasage permet de réaliser une jonction durable entre deux éléments grâce à la formation d'un intermétallique.



Figure 2: Technologie Flip Chip IBM [Dav06]

L'empilement technologique illustré par la figure 2 est le suivant : les plots d'aluminium ou de cuivre du substrat sont recouverts d'une couche de passivation généralement en oxyde de silicium pour les protéger et éviter les courts-circuits.

La passivation est ouverte au-dessus des plots, recouverts d'une ou plusieurs couches métalliques pour reprendre le contact et faciliter le mouillage et l'accrochage de la bille. Il existe plusieurs procédés de billage :

- La sérigraphie et la dispense (obtention de diamètres de bille de 300 μm et plus).
- Le transfert de billes discrètes (obtention de diamètres de bille de 100 μm et plus).
- Le dépôt localisé de l'alliage par des technologies microélectroniques suivi d'une mise en forme (obtention de diamètres de bille de 10 à 200 μm).
- Dépôt par électrolyse (on peut descendre jusqu'à 15 μm en diamètre).

Les puces préparées sont ensuite montées retournées (face active vers le bas) et fixées directement sur les pistes de connexion du support. L'assemblage se fait par refonte collective des billes ou « brasage ».

II.3. Le choix du matériau de brasure :

Une grande variété de matériaux de brasure est employée pour faire des joints hermétiques. La brasure utilisant l'indium, choisie par [Swa03], permet une basse température de mise en œuvre. L'In, en tant que brasure, est un métal pur. De part son bas point de fusion (157 °C), les contraintes thermomécaniques du différentiel de coefficient de dilatation sont réduites lors du refroidissement. L'indium a un bas module d'élasticité ayant pour résultat un joint conforme de brasure. La faible limite élastique de l'indium peut avoir comme conséquence la déformation plastique du joint de soudure. Pour des applications sans conditions rigoureuses d'alignement, la plasticité de l'indium peut efficacement atténuer des efforts d'influence externe comme les chocs thermiques et mécaniques. L'indium se passive avec une fine couche d'oxyde de l'ordre de 40 Å à la température ambiante. L'oxyde d'indium est aisément éliminé avec de l'acide. Les intermétalliques formés entre l'indium et l'or sont relativement mous, par rapport aux intermétalliques fragiles formés entre l'étain et l'or. L'or est le métal idéal pour l'usage dans la brasure indium car ce dernier mouille bien sur l'or. De plus l'or est inoxydable et protège d'autres métaux sous jacents contre l'oxydation.

II.4. Influence de l'oxyde d'indium sur la brasure :

Il a été constaté que lors de la refonte de l'indium pour former les billes dans l'air, il y a formation d'un oxyde natif sur la surface de l'indium, l'épaisseur d'oxyde d'indium augmente avec la température (voir la figure 3).

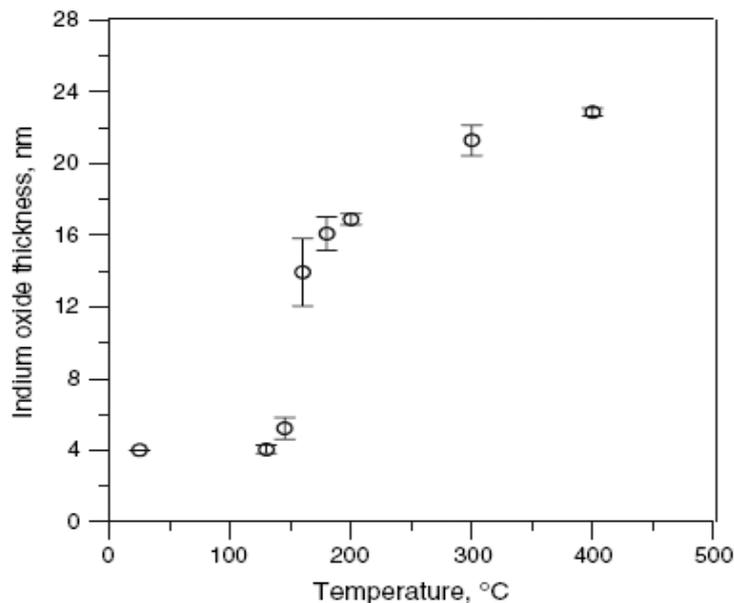


Figure 3: Oxydation de l'indium en fonction de la température de recuit [Kim08]

L'énergie thermique appliquée pour la refonte des billes d'indium engendre une déformation thermique différentielle de l'indium de $33 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ et de la fine couche d'oxyde d'indium ($8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) à cause de la différence de CTE (Coefficient d'Expansion Thermique).

Quand l'indium est refondu il applique une pression sur son oxyde et au moment du refroidissement, l'oxyde d'indium ne suivra pas l'indium toujours à cause du différentiel de CTE et des cassures apparaissent au niveau de cet oxyde. Cet oxyde d'indium peut influencer à très basse température la conduction thermique du lien thermomécanique entre l'absorbeur et le thermomètre. Cette influence peut aller jusqu'à une conduction préférentielle de la chaleur par cet oxyde plutôt que par la bille d'indium. Il est donc nécessaire pour nous d'éliminer cette oxydation surfacique de la bille d'indium.

II.5. L'assemblage Flip Chip :

Le flip chip englobe toutes les technologies de report dans lesquelles la puce, qui possède tous ses contacts sur une seule face, est retournée pour être assemblée au substrat d'accueil. Malgré la multitude des approches, il est possible de les classer en trois grandes familles : la brasure de micro-billes, la thermo-compression et le collage.

II.5.1. Technologie UBM du LETI :

L'UBM utilisé pour l'assemblage *flip chip* par billes d'indium est traditionnellement constitué de trois couches métalliques (figure 4), déposées par pulvérisation cathodique et/ou évaporation.

- Une couche d'or sur laquelle l'indium va mouiller pour former l'intermétallique $AuIn_2$.
- Une couche barrière de diffusion en nickel pour empêcher l'or et l'indium de diffuser dans le composant et altérer ses performances.
- Une couche d'adhérence en titane, qui forme des liaisons fortes avec la plupart des métaux, oxydes et nitrures.

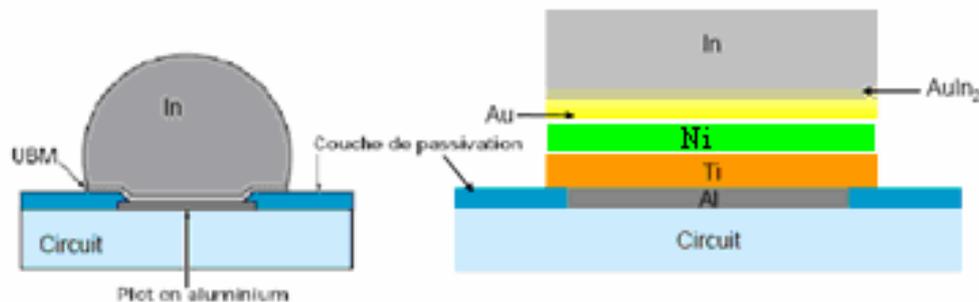


Figure 4 Schéma d'une bille d'indium déposée sur un circuit de lecture (à gauche) et Détails de l'empilement utilisé pour l'UBM (à droite)

Ce système d'hybridation par bille d'indium permet l'assemblage de divers circuits tout en assurant une continuité électrique et une tenue mécanique. Parmi les détecteurs utilisant l'hybridation par bille d'indium développés au DOPT, les détecteurs infrarouges se composent d'une couche de détection en HgCdTe hybridée par un réseau de billes d'indium, au circuit de lecture CMOS, (voir la figure 5). Les détails de la réalisation d'un réseau d'interconnexions par billes d'indium sont présentés dans l'annexe III.2.

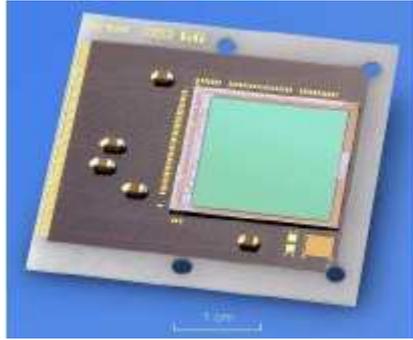


Figure 5: Image d'un détecteur Infra rouge de 1000x1000 pixels hybridé par bille d'indium

II.5.2. Rôle de la barrière de diffusion dans un UBM :

La barrière de diffusion est généralement utilisée dans l'UBM pour ralentir ou stopper la diffusion de l'or et/ou de l'indium dans les couches inférieures. Le nickel est une barrière de diffusion «sacrificielle», c'est-à-dire qu'elle est consommée par une réaction chimique. La durée de vie du contact dépend donc de son épaisseur.

II.5.3. Le système Au-In :

La formation d'intermétallique entre l'Au et l'In assure l'adhérence entre la bille d'indium et l'UBM disposé sur le tantale (Ta) et sur le thermomètre Si. Le diagramme de phase de ce système est représenté dans l'annexe III.3

II.5.4. Le rôle de l'UBM dans le système Au-In:

L'UBM doit être compatible avec la brasure. Si la formation de l'intermétallique entre le matériau de brasure et l'UBM pendant et après la fusion s'avère fragile cela risque de nuire à la tenue des joints de brasage. L'or (Au) adhère aisément à une couche granuleuse de métal, tel que le nickel (Ni), le chrome (Cr), le platine (Pt), l'alliage titane tungstène (TiW), ou le nitrure de tungstène (WN) . L'indium a une affinité forte pour l'or et consommera typiquement tout l'or pendant le processus de fusion (voir la figure 6).

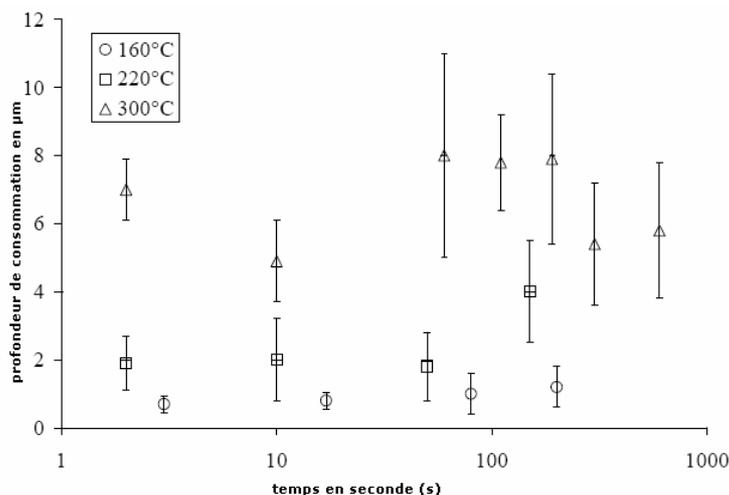


Figure 6: La dissolution de l'Or dans l'indium [Man92]

Par conséquent, le métal sous l'or sert comme couche d'adhérence au substrat et de couche de mouillage pour la brasure d'indium et aussi comme barrière à sa diffusion dans les métaux en dessous de l'UBM. Le Cr et le TiW sont évalués comme difficiles à braser [Man92]. Un autre souci important est la compatibilité des métaux l'un avec l'autre.

L'indium mouille sur l'or et le platine et entre finalement en contact direct avec l'UBM. Il est compatible avec le Cr, le TiW et le WN. Un métal additionnel, tel que le nickel, nitrure de tungstène ou le platine, peut être placé entre la couche d'adhérence tel que le Cr, ou le Ti et l'or pour améliorer la mouillabilité de l'intermétallique formé par l'indium et l'or et l'UBM. L'épaisseur de la couche d'or et le rapport de l'or à l'indium sont deux paramètres importants dans la conception du joint de brasure.

La couche d'or doit empêcher la diffusion de l'oxygène vers les couches sous-jacentes de l'UBM avant hybridation. Cependant, si la couche d'or est trop épaisse, les joints trop riches en or peuvent former des intermétalliques fragiles. Donc contrôler l'épaisseur de l'intermétallique (en jouant sur l'épaisseur d'or déposée), c'est contrôler la brasure et sa tenue mécanique. Harsh et al ont constaté que la quantité d'or dans un intermétallique doit être en dessous de 3% en poids (indium et UBM) pour que la brasure soit stable [Har01]. La quantité d'or dissoute dans l'indium peut être contrôlée par le design et le contrôle du processus technologique.

On peut aussi, se référer aux différentes publications, et noter que la diffusion de l'indium dans l'or s'effectue via les joints de grains de la phase $AuIn_2$ avec un coefficient de diffusion de $6,05 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ et avec une énergie d'activation de 0,97 eV [Lee99]. Au cours des tests similaires qui ont été réalisés au laboratoire, l'expérience montre que si le temps de chauffage est suffisamment long, une grande partie de l'or migre dans l'indium et des clusters d' $AuIn_2$ se forment dans la bille d'indium [Dav06]. Une autre source [Sho99] a étudié le système ternaire Au-In-Sn en comprimant des galettes de In-Sn sur des plaques d'or. Et a observé la diffusion de l'or dans l'indium.

II.5.5. Formation de l'intermétallique $AuIn_2$:

L'évolution de l'intermétallique $AuIn_2$ dans une bille d'In reposant sur un UBM standard suit une loi de type Arrhenius dont les coefficients ont été déterminés expérimentalement (figure 7).

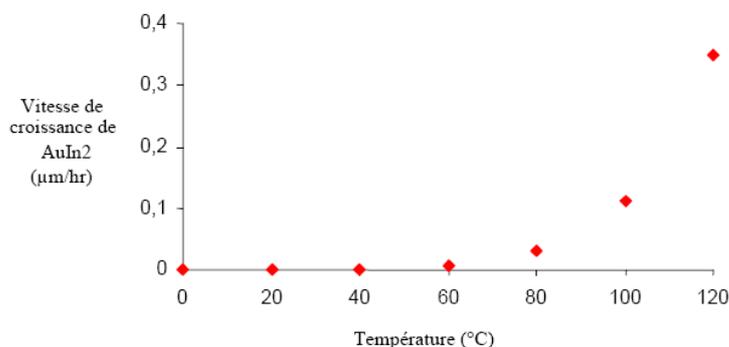


Figure 7: Evolution de la vitesse de croissance de l'intermétallique $AuIn_2$ avec la température [Dav06].

Cet intermétallique, sous forme de grains d' AuIn_2 , se forme à l'interface Au-In et constitue le joint de soudure (brasage) (voir la figure 8).

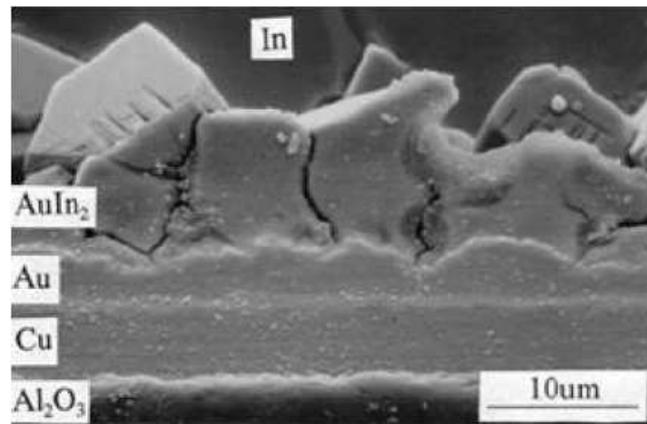


Figure 8: Image MEB de la formation de grains d' AuIn_2 entre l'Au et l'In [Liu00]

La formation de l'intermétallique (III-1), suit la loi suivante :

$$h^2 = A e^{-\frac{E_a}{R.T}} t \quad (\text{III-1})$$

Avec h l'épaisseur de l'intermétallique, A une constante, E_a l'énergie d'activation thermique, R la constante universelle des gaz, T la température et t le temps. Le coefficient de la diffusion (III-2) est donné par la formule suivante :

$$D = A e^{-\frac{E_a}{R.T}} \quad (\text{III-2})$$

Dans notre cas (Au-In) et à $T = 180 \text{ }^\circ\text{C}$ avec $E_a = 39,42.10^3 \text{ J.mole}^{-1}$, le coefficient de diffusion $D_{\text{In/AuIn}_2}$ est égal à $7,09.10^{-11} \text{ cm}^2.\text{s}^{-1}$.

Cette étude est nécessaire pour montrer que former un alliage dans le système Au-In tout en contrôlant son épaisseur est, en effet, difficile. Cependant l'indium est très utilisé dans l'industrie des semiconducteurs pour sa faible température de fusion ($157 \text{ }^\circ\text{C}$) à la fois compatible et tolérée par les semiconducteurs [Chi93].

L'adhérence à l'interface (Au-In) est au moins aussi grande que la force à l'intérieur de la bille d'indium [Moo59]. L'utilisation de l'indium est appropriée quand la déformation plastique de la couche de liaison est exigée pour absorber l'effort induit. La déformation du joint de soudure d'indium a été étudiée dans la publication [Dar90].

III. Etat de l'art de l'hybridation collective:

Dans le cadre du DRT³⁹ de F. De Moro [Dem08], en parallèle avec mes travaux de thèse, nous avons étudié en détail la problématique engendrée par la recherche d'une technique de découpe sans bourrelets et par l'hybridation collective des pixels absorbeurs en tantale sur nos matrices senseurs en silicium.

Dans ce paragraphe, nous allons faire un récapitulatif des derniers avancements technologiques sur le sujet par C. Socquet [Soc06] et F. De Moro [Dem08].

³⁹ DRT : Diplôme de Recherche Technologique.

III.1. Présentation du système à réaliser :

Afin de réaliser l'assemblage de nos pixels absorbeurs en tantale avec les matrices de senseurs silicium, nous avons utilisé la technologie flip chip présente au Leti. Cette technologie a été améliorée et optimisée pour nos applications à très basse température (cf. explication dans ce même chapitre).

Le système à réaliser dans notre cas est composé de trois parties essentielles, une fine couche métallique de 25 μm d'épaisseur qui constitue l'absorbeur des rayons X, une partie qui joue le rôle de lien mécanique et thermique et qui est composé d'UBM et d'une bille d'indium, la troisième et dernière partie étant le thermomètre suspendu en silicium SOI de 1,5 μm d'épaisseur (voir la figure 9).

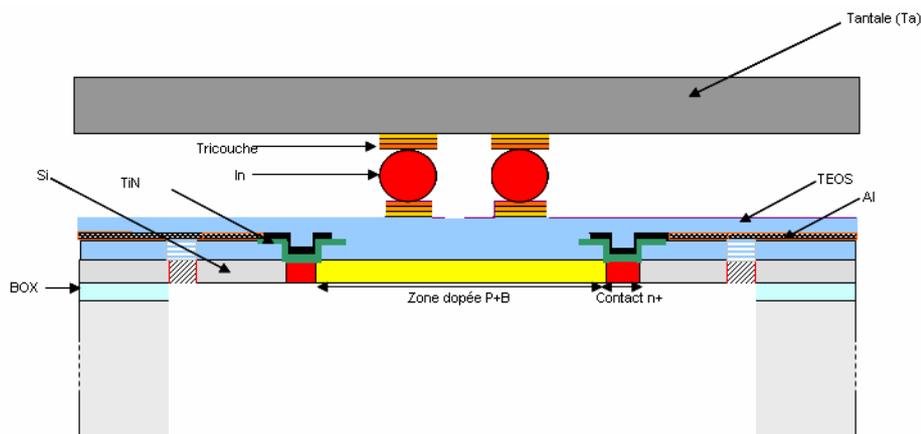


Figure 9: structure d'un microcalorimètre pour la détection X

Cette même structure (pixel microcalorimètre) est dupliquée dans une matrice de plusieurs microcalorimètres au pas de 500 μm . Nous avons dans la figure 10 représenté en 3D une matrice 2x2 pixels avec des absorbeurs en tantale suspendus au-dessus des thermomètres en silicium par 4 billes d'indium.

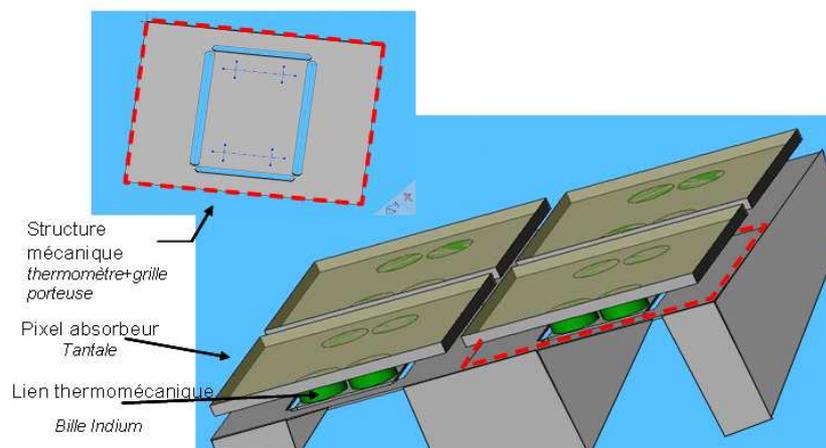


Figure 10: Vue 3D du système à réaliser

III.2. Etat de l'art du report de l'absorbeur sur le senseur :

L'assemblage des pixels absorbeurs en tantale sur la matrice senseurs (thermomètres en Si) est l'une des étapes les plus critiques du packaging, car le senseur (thermomètre Si), d'une épaisseur de 1,5 μm (épaisseur des poutres en silicium) est très fragile. Plusieurs études concernant l'assemblage de l'absorbeur et des thermomètres en silicium ont été réalisées dans le cadre du développement de matrices de microcalorimètre X au GSFC/NASA. La matrice qui a été développée contenait 6 x 6 pixels en HgTe assemblés à la main « *pick and place* » [Kel07]. Le GSFC poursuit une voie de collage collectif des pixels, des développements récents ont eu lieu dans ce sens avec des absorbeurs en silicium (6 x 6 pixels d'épaisseur égale à 10 μm et au pas de 600 μm) pour simuler le HgTe [Mos08].

III.3. Report collectif des pixels en tantale sur structures non libérées

III.3.1. Découpe du tantale :

La découpe en pixels (500 μm x 500 μm) d'une microfeuille de tantale (25 μm d'épaisseur) est une étape très sensible car l'objectif fixé pour la matrice de détecteur microcalorimètre X exige un facteur de remplissage⁴⁰ élevé et un alignement très précis des pixels sur la matrice de détection. Dans ce cadre, nous avons testé trois techniques de découpe, la première est la découpe à la scie, la deuxième est la gravure chimique et la troisième est la découpe au laser femto seconde.

La découpe à la scie et la découpe en utilisant la gravure chimique du tantale ont été exploitées par C. Socquet [Soc06] dans le cadre de son DRT. Dans son étude C. Socquet a écarté la gravure chimique car le trait de découpe gravé est énorme par rapport aux spécifications du détecteur. Concernant la découpe à la scie, cette même référence constate la formation de bourrelets (copeaux) lors de la découpe. Ces bourrelets risquent de court-circuiter thermiquement les pixels entre eux, la largeur du trait de découpe minimum étant de 22 μm .

Le meilleur facteur de remplissage obtenu sur une matrice mécanique de 32 x 32 pixels par la découpe à la scie après l'optimisation des paramètres est de 91 %. L'annexe III.4 montre une hybridation collective de pixels découpés à la scie sur des prototypes mécaniques de structures suspendues réalisés sur substrat SOI de 5 μm .

La troisième technique de découpe est la découpe au laser femto seconde réalisée par la société Alphanov⁴¹. La largeur du trait de découpe optimum atteinte pour nos détecteurs est de 10 μm avec un facteur de remplissage qui dépasse 95%. La découpe au laser femto seconde a été optimisée afin d'éviter la formation de bourrelets et la réduction des projections de matière en dessous de la microfeuille à découper (poignée en silicium ou en verre). Pour cela des stries ont été réalisés dans le silicium et les feuilles de tantale alignées et collées par-dessus (voir la figure 11) de manière à faire la découpe au Laser au même niveau que ces stries afin de minimiser les projections de la matière [Dem08].

⁴⁰ L'objectif de l'étude est de minimiser l'espacement entre pixels absorbeurs sur une matrice, afin d'augmenter son facteur de remplissage.

⁴¹ www.alphanov.com.

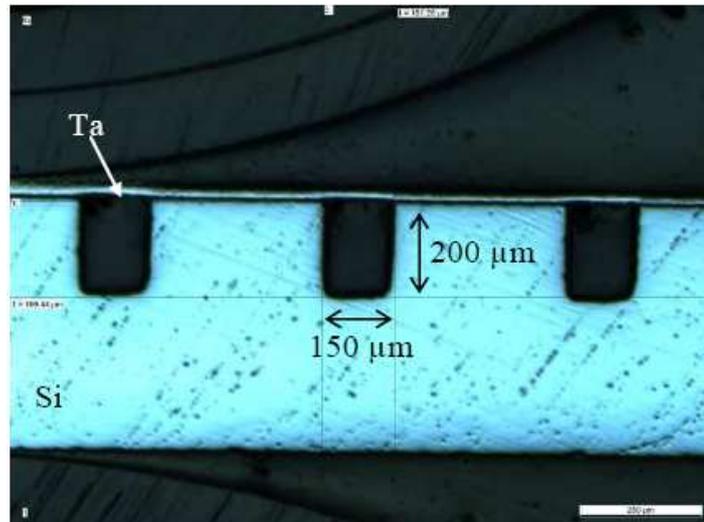


Figure 11: collage du tantale sur une poignée en silicium strié

Les résultats sont très encourageants et les projections de matière lors de la découpe au laser sont quasi inexistantes. Cependant, nous avons observé une interaction du laser avec le polymère utilisé pour le collage du Ta sur la poignée en Si. Ces résidus ont pu être totalement éliminés au moyen d'un plasma O₂.

III.3.2. Hybridation collective sur une maquette mécanique 8 x 8 pixels :

En combinant la découpe au laser femto seconde, le transfert des billes d'indium sur ces pixels découpés de tantale et l'hybridation indium, nous avons pu assembler un premier prototype mécanique⁴² d'une matrice 8 x 8 pixels (voir la figure 12).

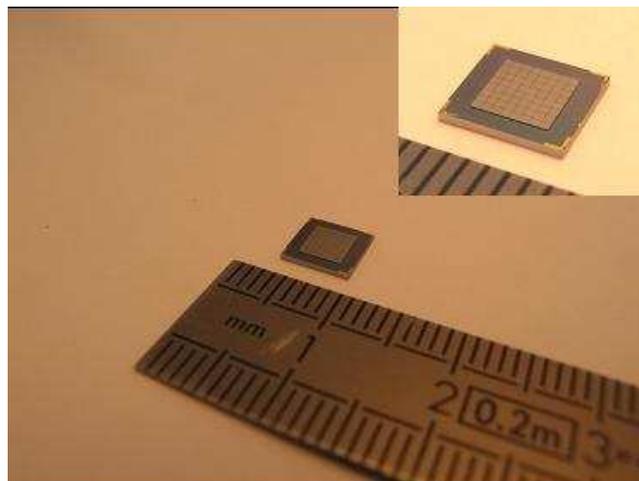


Figure 12: Hybridation collective d'une matrice mécanique 8 x 8 pixels en tantale

Cette hybridation collective de pixels en tantale a été faite sur des prototypes mécaniques sur silicium massif, les détails de cette réalisation sont décrits dans la référence [Dem08].

⁴² Notons que le prototype mécanique ne contient pas de structures libérées.

En conclusion à cette partie concernant les résultats obtenus dans l'état de l'art, on a pu démontrer grâce aux travaux de [Soc06] et [Dem08] la faisabilité d'un rapport collectif de pixels absorbeurs en tantale sur une maquette mécanique. Dans les paragraphes qui vont suivre, nous allons exposer les différents tests que nous avons faits, afin d'adapter l'hybridation collective par billes d'In à nos microcalorimètres et leur fonctionnement à basse température.

IV. Etude d'un nouvel UBM pour la technologie microcalorimètre X :

IV.1. Pourquoi un UBM supraconducteur :

L'UBM standard est composé d'un tri couche comprenant du titane (Ti) avec une épaisseur de 200 nm, le nickel (Ni) avec 250 nm qui joue le rôle de barrière à la diffusion, de l'or (Au) avec 200 nm pour faire mouiller l'indium et protéger le Ni de l'oxydation (voir la figure 13).

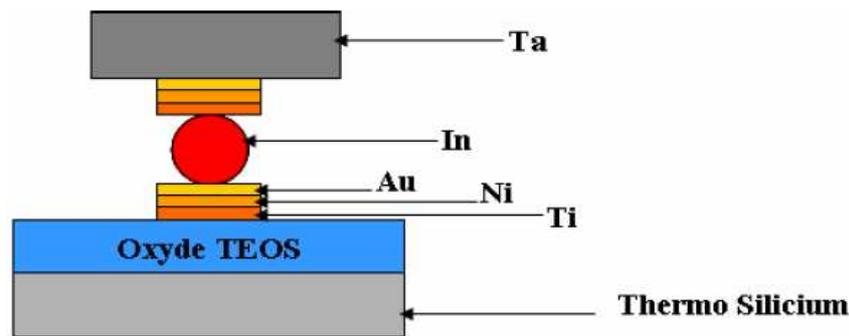


Figure 13: présentation d'une hybridation par bille d'indium

La résolution en énergie du détecteur est directement liée à la nature des matériaux à utiliser, la formule (III-3) qui régit cette résolution a la forme ci-dessous :

$$\Delta E = \xi \sqrt{K_b \times C \times T^2} \quad \text{(III-3)}$$

Avec :

ξ : Constante qui dépend de la sensibilité du thermomètre.

K_b : Constante de boltzmann.

C : Capacité calorifique du système.

T : Température de fonctionnement du détecteur.

De la formule (III-3), nous comprenons que pour avoir une très bonne résolution en énergie, il est nécessaire de travailler à basse température, et de diminuer la capacité calorifique du système. La première condition, le fonctionnement à basse température, est réalisée, car notre détecteur fonctionne entre 50-100mK. La seconde condition impose l'utilisation dans notre système de matériaux à faible capacité calorifique (par exemple, des isolants, des supraconducteurs).

Dans notre détecteur, l'élément sensible à optimiser en terme de capacité calorifique est l'UBM du lien thermomécanique comme explicité ci-après.

IV.2. Adaptation des dimensions de la bille d'indium:

Le modèle physique de la bille consiste en un UBM circulaire avec un rayon R_{pad} et le volume de l'indium déposé pour former cette bille est V_s . Ce modèle suppose que le volume avant et après refonte ne change pas.

La référence [Pfe97], pour le calcul de la hauteur des billes tronquées, a pris en compte l'aspect sphérique lors de la formation de la bille sur l'UBM (considération des tensions de surfaces). En utilisant le modèle donné par cette même référence, pour un UBM cylindrique de 40 µm de diamètre (utilisé sur nos matrices 8 x 8 pixels), nous avons une hauteur de bille d'indium, après hybridation de 21 µm. Ces paramètres (diamètre de l'UBM et hauteur de la bille) nous permettent d'ajuster les dimensions de nos billes d'indium afin d'optimiser la conductivité thermique G_{th} de ces billes à basse température (voir explication et résultats dans le chapitre 4).

IV.3. Contribution en capacité calorifique des différents matériaux :

Dans la courbe qui suit (figure 14), nous représentons le poids calorifique des différents matériaux qui composent notre détecteur microcalorimètre pour la détection X.

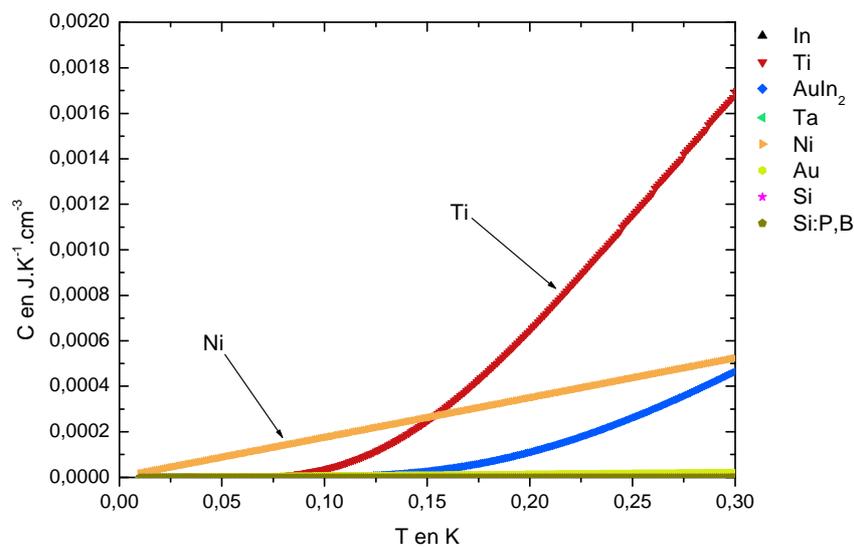


Figure 14: Contribution, dans la capacité calorifique du système, des différents matériaux

Nous constatons la domination du Nickel (Ni), et du composé $AuIn_2$ en terme de capacité calorifique dans l'intervalle des températures de fonctionnement (50 - 100 mK) de notre microcalorimètre. Notons que ces deux matériaux composent le lien thermomécanique (indium+UBM). Le Ni est une barrière de diffusion à l'indium. Le composé $AuIn_2$ résulte de l'amalgame entre l'indium et la couche d'Or (Au) de l'UBM. Afin d'optimiser ce microcalorimètre, nous avons fait une étude détaillée de ce lien thermomécanique dans ce chapitre.

Le tableau III-1, nous résume la contribution des différentes capacités calorifique dans un microcalorimètre X. Les expressions analytiques donnant la capacité calorifique et leurs températures de transition (cas des supraconducteurs) ont été formulées à partir de la référence [Hand03].

Matériau	Capacité calorifique en $J.K^{-1}.cm^{-3}$	T_c en K
tantale (Ta)	$C_{Ta}=12,9.10^{-6} T^3$	4.47
Si : P, B ($N_d=6.10^{18} cm^{-3}$, $N_a=3.10^{18} cm^{-3}$)	$C_{Si}=1,20.10^{-5} T + 6,10^{-7} T^3$	Non supraconducteur
Indium (In)	$C_{In}=8.10^{-6} T^3$	3.4
Tungstène (W)	$C_W=2.4 10^{-5} T^3$	0.0154
Or (Au)	$C_{Au}=6,8.10^{-5} T + 4,5.10^{-3} T^3$	Non supraconducteur
Nickel (Ni)	$C_{Ni}= 1,744.10^{-3} T + 6,59.10^{-6} T^3$	Non supraconducteur

Tableau III-1: Différents matériaux avec leurs capacités calorifiques

IV.4. Partie expérimentale :

Le nouvel UBM que nous allons étudier dans la suite de ce chapitre, va nous permettre d’atteindre de très bonnes performances à très basse température, notamment en terme de temps de réponse entre l’absorbeur et le thermomètre (cf. chapitre 4).

La technologie de réalisation d’UBM sur les microfeuilles de tantale n’est pas autorisée sur la plate forme en 200 mm du LETI à cause de la contamination potentielle des équipements. Notons que le dépôt d’indium se fait aussi en 100 mm dans les salles blanches du DOPT, alors que la technologie de notre senseur en silicium est réalisée sur tranche en 200 mm.

Pour s’adapter à cette incompatibilité de format et de technologie, nous avons développé une nouvelle technique qui consiste à réaliser un bicouche Ti/Au coté tantale, et un tricouche Ti/WN/Au coté thermomètre silicium. Le dépôt d’UBM coté tantale est un bicouche Ti/Au (épaisseurs Ti : 50 nm, Au : 150 nm), et coté thermomètre silicium c’est un tricouche (Ti/WN/Au) (épaisseurs Ti : 50 nm, WN : 50 nm ou 150 nm, Au : 150 nm).

IV.4.1. Tests de retrait du Nickel (Ni) coté tantale :

Les tests que nous avons réalisés, consistaient à retirer la couche barrière (Ni) de l’UBM standard et à ajuster les épaisseurs du bicouche Ti/Au. Dans un premier temps, les épaisseurs du Ti/Au déposées sont Ti : 300 nm, Au : 150 nm et Ti : 150 nm, Au : 300 nm.

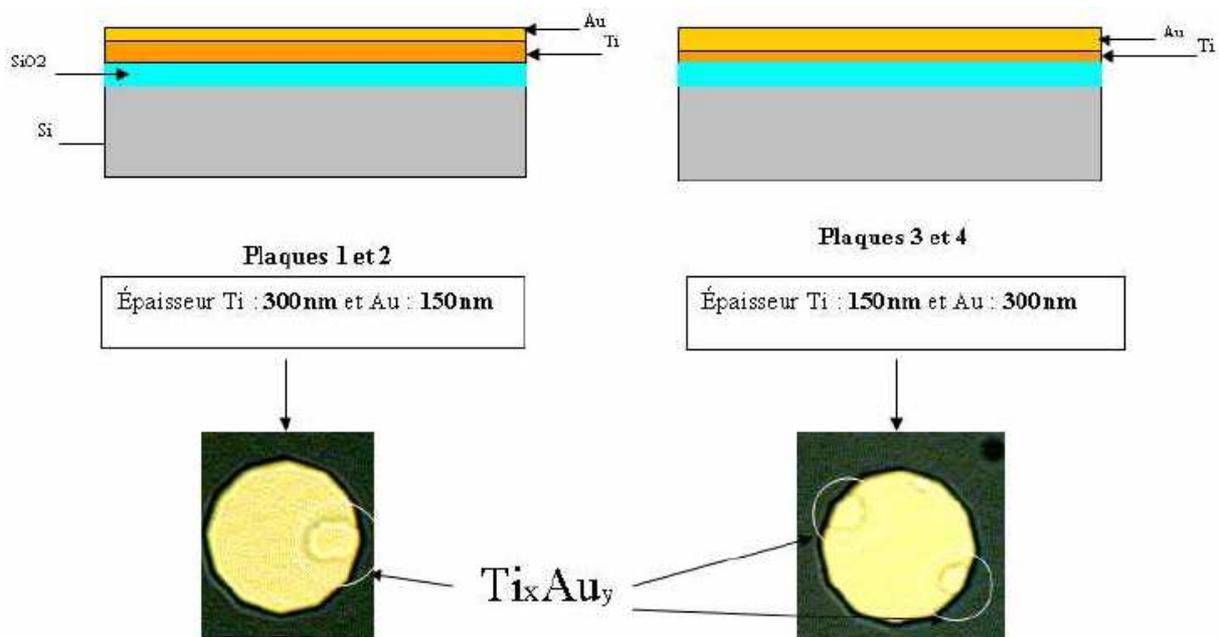


Figure15: Premiers tests de retrait de la couche barrière en Ni

L’observation des plots, après la gravure et le stripping de la résine, a révélé des tâches sur la surface de l’Or (Au) (voir la figure 15). Nous avons expliqué ce phénomène dans un premier temps par l’interdiffusion entre le Ti et l’Au et la création d’un intermétallique. Notons que nous avons présenté la surgravure de ce bicouche en annexe III.5.

IV.4.1.1. Le phénomène d'inter diffusion entre le Ti et l'Au :

En observant les plots Ti/Au au microscope optique, nous avons constaté l'apparition de zones claires sur la surface 5 jours après la gravure en humide de ces plots (voir la figure 16).

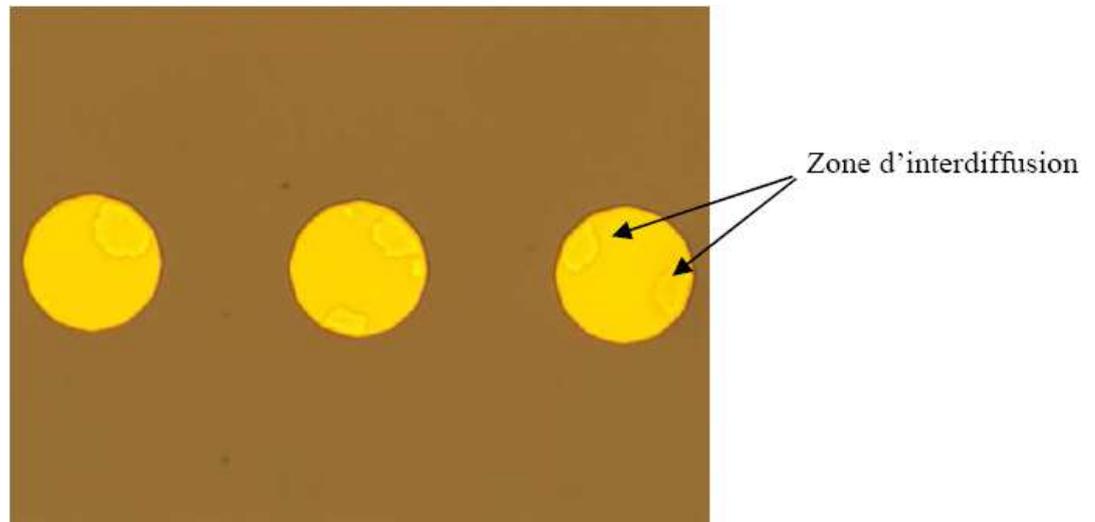


Figure 16: Image au microscope d'un Ti/Au après stockage à température ambiante pendant 5 jours

Afin de connaître la vraie nature de ces zones sur nos plots qui font $30\ \mu\text{m}$ de diamètre⁴³, nous nous sommes posé la question suivante : si ces zones sont dues à une contamination lors du dépôt du Ti et de l'Au, alors elles ne doivent pas évoluer dans le temps et en fonction de la température. Sinon c'est probablement une interdiffusion. Notons que ces zones sont plus visibles sur des plots Ti/Au avec l'épaisseur suivante Ti : 300 nm, Au : 150 nm que sur des plots Ti/Au avec Ti : 150 nm et Au : 300 nm. L'étude a été faite au profilomètre sur un plot Ti/Au de $30\ \mu\text{m}$ de diamètre avec 300 nm de titane (Ti) et 150 nm d'or (Au) qui ne présentait pas d'anomalie sur sa surface au microscope optique.

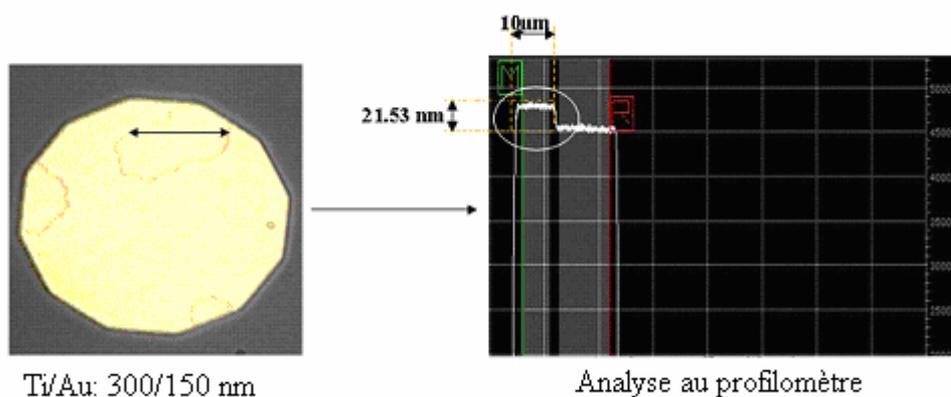
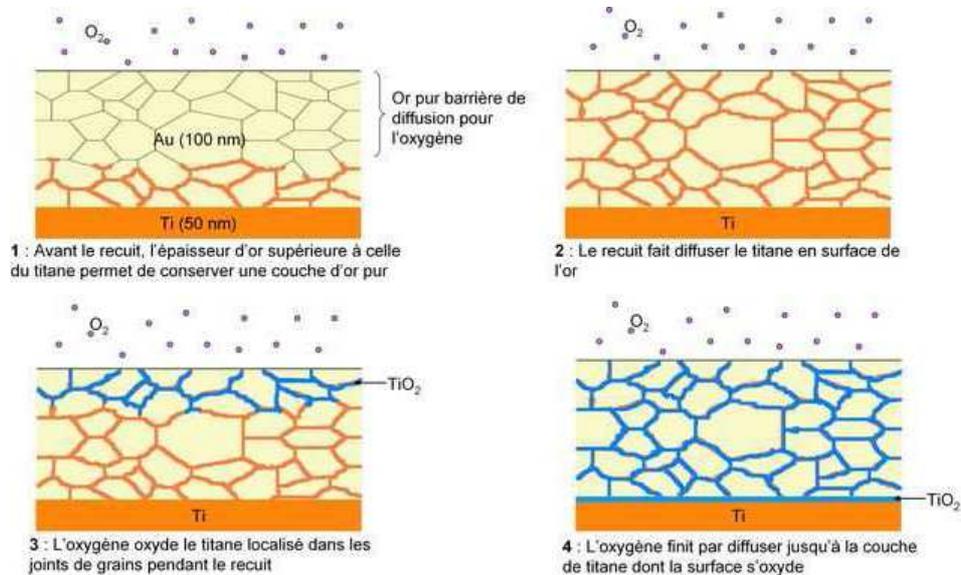


Figure 17: Mesure de la topologie de surface d'un plot Ti/Au

⁴³ Le diamètre des plots utilisé ici, est de $30\ \mu\text{m}$, ceci est destiné au test de l'hybridation.

L'apparition de taches sur le plot de la figure 17, a permis d'approfondir notre étude en faisant un recuit à 190 °C pendant 11h des plots Ti/Au (300/150) nm, pour comprendre les mécanismes qui interviennent dans ce phénomène, afin d'adapter et de fiabiliser nos liens thermomécanique.

IV.4.1.2. Explication du phénomène :



Le défaut d'adhérence de l'indium sur la surface de l'Au du bicouche Ti/Au, a été expliqué par le phénomène de diffusion du titane (figure 18) via les joints de grain de l'Or (1). Cette diffusion est, bien sûr, accélérée par un recuit. Elle se poursuit jusqu'à la surface de l'Au (2) et est suivie d'une formation d'un oxyde de Ti dans les joints de grains jusqu'à l'interface Ti/Au. Ce phénomène est expliqué en détail dans les références [Dem08] [Mas93]. Cette deuxième référence a montré que l'interdiffusion entre le Ti et l'Au a même été mise en évidence au-dessus de 175 °C sous vide. Les énergies d'activations de l'Au dans le Ti et du Ti dans l'Au sont approximativement 0,45 et 0,41 eV respectivement. La diffusion du Ti dans l'Au dépend naturellement de la température, de la qualité du vide et de l'épaisseur de l'Au.

L'étude [Lan06] a permis de montrer qu'il y a une diffusion de titane à travers l'or. Elle a également démontré que le platine était une barrière de diffusion plus efficace que le nickel, mais que l'empilement plus simple SiO₂/Ti/Au permettait à la fois de s'affranchir de la barrière de diffusion tout en obtenant une bonne adhérence et une bonne tenue mécanique si l'épaisseur d'Au est suffisante.

En conclusion, nous pouvons dire que l'interdiffusion entre le Ti et l'Au évolue en fonction du temps et en fonction de la température. Afin de bloquer cette évolution, il est nécessaire de déposer entre le Ti et l'Au une fine couche barrière d'un métal supraconducteur, dans notre cas le WN, ou d'augmenter l'épaisseur d'Au du bicouche Ti/Au pour ralentir ce phénomène d'interdiffusion comme démontré par la suite.

IV.4.2. Modification des épaisseurs du bicouche Ti/Au :

Dans un premier temps le dépôt du titane et de l'or est réalisé par pulvérisation dans le même bâti, sans casser le vide (figure 19-a). Dans un deuxième temps, nous avons fait un dépôt Ti suivi d'une oxydation à l'air libre et tout de suite après nous avons enchaîné par un dépôt d'Au (figure 19-b).

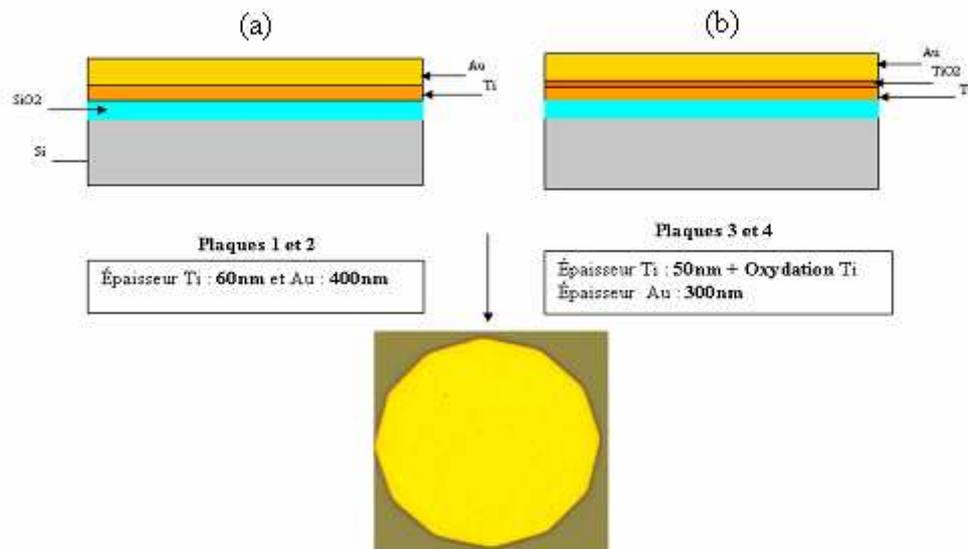


Figure 19: Test de dépôt d'un bi couche Ti/Au

L'observation au microscope optique de la surface des plots des plaques P1 et P2 avec 60 nm de Ti et 400 nm d'Au en épaisseur, sous oxydation n'a pas montré de défauts (non apparition d'interdiffusion).

Sur les plaques P3 et P4 avec une épaisseur de 50 nm de Ti et 300 nm d'Au avec une oxydation du Ti (sortie de la plaque entre les deux dépôts, sous l'air libre pendant 4 min), nous n'avons rien observé sur la surface des plots. Par contre la couche d'Au s'est décollée du titane certainement à cause de la formation d'oxyde de titane (TiO_2) du fait que la plaque a été exposée à l'air libre entre les dépôts de Ti et d'Au.

Nous avons résumé les différents dépôts que nous avons réalisé afin d'étudier le bicouche applicable sur le tantale. Notons que le diamètre des plots est de 30 μm .

Nature du dépôt	Epaisseurs déposées (en nm)	Conditions	Observations
Ti/Au	150/300	Dépôt standard ⁴⁴	Zones d'interdiffusions
Ti/Au	300/150	Dépôt standard	Zones d'interdiffusions
Ti/Au	60/400	Dépôt standard	Pas d'interdiffusion
Ti/Au	15/90	Dépôt standard	Pas d'interdiffusion
Ti/Au	50/300	Oxydation du titane	Non adhérence de l'Au

Tableau III-2: montrant les différents tests réalisés sur le Ti/Au

A partir des observations des différents tests mentionnés dans le tableau ci-dessus (tableau III-2), nous avons une estimation des épaisseurs limites qu'il faut investiguer⁴⁵ pour la composition de l'UBM qui sera déposé sur le tantale.

⁴⁴ Dépôt sous vide du Ti et de l'Au dans le même bâti sans interruption.

⁴⁵ Pour le titane avec une T_c de 390 mK, il faudrait travailler à 40 mK, pour ne pas avoir de problème. A 80 mK, compte tenu de la petite quantité de titane, nous n'avons pas de problème.

IV.4.3.1. Evaluation du bicouche Ti/Au à l'arrachement :

Des tests à l'arrachement ont été fait par F. De Moro [Dem08] pour évaluer un bicouche Ti/Au avec 50 nm de titane et 100 nm d'or (Au), les résultats sont reportés dans le tableau III-3. Notons qu'une rupture cohésive correspond à une rupture dans la bille d'indium, la rupture adhésive correspond à une cassure au niveau des interfaces.

Type de recuit	Type de rupture
Sans	Cohésive
130°C pendant 12 h après hybridation	Cohésive
130°C pendant 30 h après hybridation	Cohésive
3 refontes à 200°C pendant 30 s	Adhésive sur certains plots
130°C pendant 12 h avant hybridation	Adhésive sur certains plots

Tableau III-3: Test à l'arrachement pour l'empilement Ti/Au (50/100 nm)

En résumé, les différents tests que nous avons réalisés nous ont permis de définir et de fixer l'épaisseur du bicouche Ti/Au que nous allons déposer coté tantale pour réaliser l'hybridation. Cette épaisseur doit permettre d'arrêter les interdiffusions entre couches d'UBM et d'avoir une température de transition (T_c) de cet UBM la plus élevée possible. Un rapport en épaisseur Au/Ti de 3 est donc suffisant; nous avons choisi pour le titane 50 nm et pour l'Or 150 nm. L'explication détaillée du choix de ces épaisseurs est donnée dans le chapitre 4.

IV.4.3.2. Caractérisation par microscopie à force atomique:

Nous avons étudié la topologie de la surface de l'Or d'un dépôt bicouche Ti/Au, afin de comprendre la formation et la distribution des grains d' $AuIn_2$ formés après l'hybridation indium.

La caractérisation par le microscope à force atomique (AFM), permet de visualiser la topologie de la surface d'un échantillon. Le principe d'un AFM repose sur des interactions entre la surface de l'échantillon et une pointe montée sur un micro-levier. Cette pointe balaie la surface à étudier et l'on agit sur sa hauteur au dessus de l'échantillon selon un paramètre de rétroaction. Un système d'acquisition sur un ordinateur enregistre cette hauteur et reconstitue une image de la surface. Dans notre cas, afin de préparer et d'étudier un nouvel UBM composé d'un bicouche Ti/Au, nous avons fait des caractérisations de la surface de l'Or par le moyen d'un AFM.

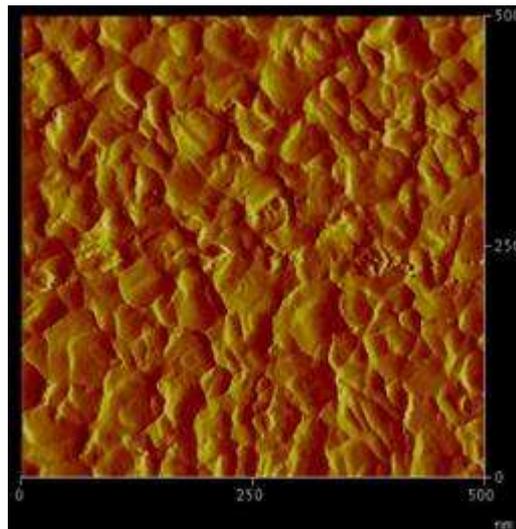


Figure 20: Image AFM de la topologie d'un dépôt Ti/Au

La figure 20 représente une image AFM topologique de la surface de l'Au déposé sur du Ti avec respectivement les épaisseurs suivantes Ti : 15 nm / Au : 90 nm. Nous constatons que la surface du dépôt Au/Ti, n'est pas plane et présente de nombreuses rugosités, celles-ci pourraient contrôler la forme des grains d'AuIn₂, lors de l'hybridation.

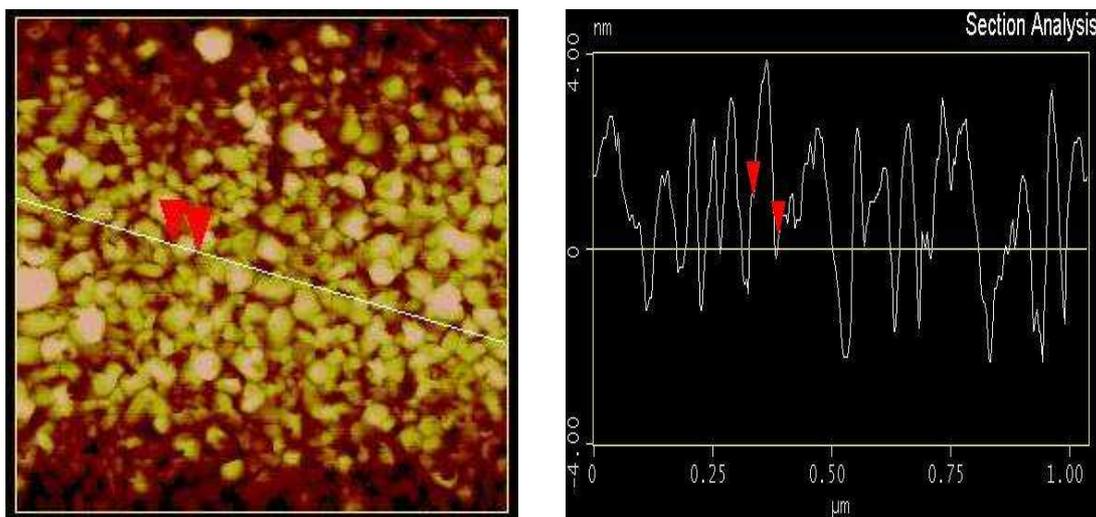


Figure 21: Mesure dimensionnelle des rugosités de surface de l'Au déposé sur du Ti

La topologie de la surface de l'Au déposé sur du Ti présente des rugosités de l'ordre de 4 nm et le diamètre moyen de ces rugosités est de 81,83 nm (figure 21).

Notons que des essais au laboratoire ont été réalisés, afin de tester l'adhérence entre le titane (Ti) et l'indium (In). Le dépôt de l'In a été fait par électrolyse sur un fond continu en Ti. Le résultat de cette étude a révélé un problème d'adhérence entre le Ti et l'In. La référence [Cra07] montre l'apparition d'agglomérats d'indium sur le titane mais pas d'adhérence entre les deux matériaux.

IV.4.4. Etude d'un dépôt Ti/WN/Au pour un nouvel UBM coté senseur Si:

Nous avons mené une étude d'hybridation avec un nouvel UBM composé de Ti/WN/Au.

Le but étant de démontrer l'adhérence de ce tricouche avant et après l'hybridation par bille d'indium (In). L'amélioration de la résolution en énergie dans le bolomètre X passe par la minimisation de sa capacité calorifique (des matériaux utilisés) aux températures de fonctionnement (50 - 100 mK). Pour cela l'utilisation de métaux supraconducteurs à haut T_c (T_c : température de transition supraconductrice) dans l'UBM est nécessaire. La technologie standard au DOPT/LIR de l'UBM est composée de Ti/Ni/Au avec des épaisseurs standard optimisées de 200/250/200 nm.

Le Nickel et l'or ne sont pas des métaux supraconducteurs. Le cas de l'or (Au) est spécifique et sa présence dans l'UBM est importante car l'indium (In) mouille sur l'Au pour former à l'interface un intermétallique $AuIn_2$ transitant à 207,72 mK. Notons que l'In est supraconducteur transitant à 3,39 K. Par contre le Ni pose problème, au niveau calorifique à très basse température, parce qu'il ne transite pas. Pour essayer de remplacer le Ni, nous avons réalisé plusieurs tests. Dans un premier temps nous l'avons supprimé pour obtenir un bi-couche Ti/Au avec en option un Ti/TiO₂/Au, les résultats sont intéressants en terme d'adhérence de l'Au sur le titane et de la bille d'indium sur l'Au.

Nous avons utilisé le bicouche Ti/Au sur nos absorbeurs en tantale car la technologie sur tantale est faite en 100 mm et nous n'avons pas beaucoup de choix pour les matériaux qui correspondent à nos spécifications. Par contre, coté senseur en silicium, nous avons trouvé comme solution d'utiliser une autre combinaison de métaux pour reformer un nouvel UBM, mais avec cette fois ci, des métaux supraconducteurs. Les métaux que nous avons utilisés sont le TiN qui transite à 2,2 K (test en cours), mais nous n'avons pas continué les tests car nous avons des problèmes d'adhérence sur l'or (Au). Le deuxième métal utilisé est un alliage, le WN, qui transite à 4,5 K les premiers tests sont très encourageants et démontrent que le WN est une vraie solution au problème (voir la figure 22). Nous avons écarté l'utilisation du W car sa température de transition est très basse (15,25 mK), en dessous de la température du fonctionnement du bolomètre (50 - 100 mK).

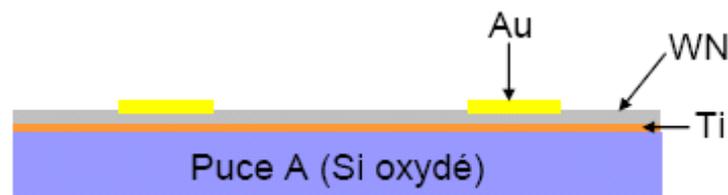


Figure 22 : Empilement technologique Ti/WN/Au

Le dépôt est fait par pulvérisation réactive, c'est-à-dire que l'on bombarde une cible de W avec un mélange d'argon et d'azote N₂. La stœchiométrie du WN est W_{0.65}N_{0.35} (la formule W₂N est donc plus proche de la réalité). Cette stœchiométrie a été optimisée pour que le WN soit une bonne barrière à l'Au (diffusion à 20 °C/ 3h)⁴⁶.

IV.4.4.1. Test à l'arrachement :

Nous avons vérifié l'adhérence de l'or (Au) sur le WN au moyen d'un scotch adhésif. Un autre test a été réalisé en même temps en parallèle sur un tricouche « standard » mais comprenant une épaisseur réduite de Ni de 50 nm. Une bonne adhérence après hybridation par bille d'In est caractérisée à l'arrachement par une cassure au niveau de la bille d'In.

⁴⁶ Note interne Y.Gobil-2007.

Voici les épaisseurs utilisées pour l'hybridation :

Ti/WN/Au = 50/50/100 nm.

Ti/Ni/Au = 200/50/200 nm.

L'ensemble des puces a été hybridé sur un Ti/Ni/Au standard de 200/250/200 nm d'épaisseur.

Le recuit a été réalisé à 120 °C pendant 12h sous atmosphère ambiante et sous 990 mBar.

Le diamètre des billes d'In fait à peu près 30 µm.

La comparaison a été faite entre des puces recuites et non recuites :

-Pour le Ti/WN/Au, avec recuit nous avons 0,65 g/bille de 30 µm, sans recuit nous avons 1,17 g/bille de 30 µm.

-Pour le Ti/Ni/Au, avec recuit nous avons 0,39 g/bille de 30 µm, nous n'avons pas de valeur sans recuit.

Notons que ces résultats concernant le Ti/WN/Au sont très encourageants et démontrent le caractère cohésif de la rupture dans la bille.

IV.4.4.2. Autres tests et autres géométries :

Nous avons réalisé des tests de cyclages thermiques dans l'Azote liquide ($T = 77$ K) d'une matrice 8 x 8 pixels avec 4 plots/thermomètre contenant un UBM composé de Ti/WN/Au hybridé sur un UBM standard Ti/Ni/Au. La moyenne des cycles de trempages est de 20 cycles à une fréquence de 1 Hz. Le test à l'arrachement donne 100 g/Mat, ce qui fait 0,39 g/bille de 30 µm. Ce test nous a permis de confirmer la tenue mécanique de notre hybridation suite à un cyclage thermique à 77 K.

IV.5. La réalisation du nouvel UBM (Ti/WN/Au) sur structures libérées :

Le dépôt et la gravure du Ti/WN/Au avec les épaisseurs (Ti : 50 nm/WN :(50 - 150 nm)/Au : 150 nm) sont réalisés au BHT du Leti. Le dépôt et la gravure sont fait avant la libération des structures par la face arrière (cf. chapitre 2).

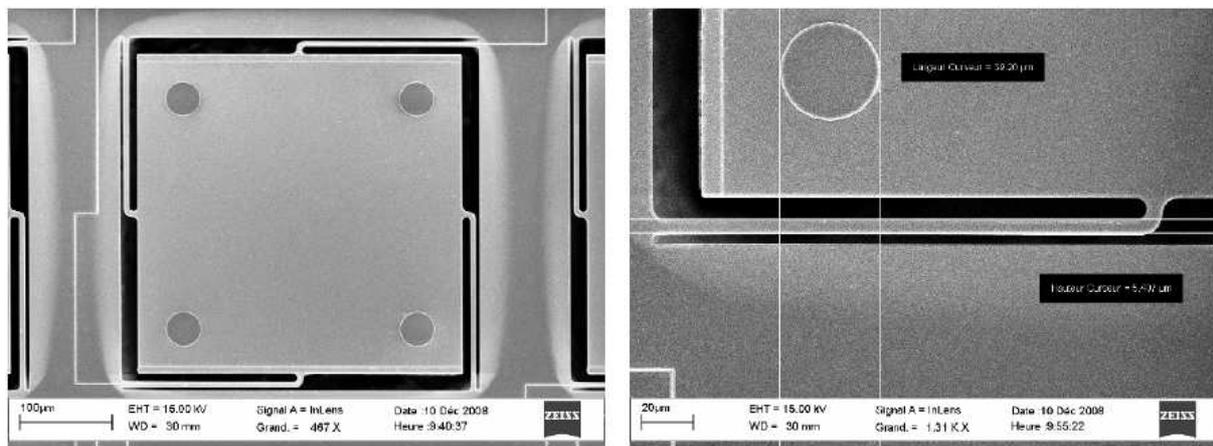


Figure 23: Image MEB du nouvel UBM sur structures libérées

La figure 23, montre des plots Ti/WN/Au de 40 µm de diamètre sur des structures suspendues de 1,5 µm d'épaisseur. Ces structures sont maintenues par quatre poutres en silicium de dimensions L x W x e (200 µm x 5 µm x 1,5 µm), les détails de cette réalisation sont présentés dans le chapitre 2. Après avoir réussi le dépôt du nouvel UBM, notre challenge a été de réaliser une hybridation collective par billes d'In sur ces structures libérées.

IV.6. La fiabilisation du processus d'hybridation :

A partir des résultats expérimentaux que nous avons obtenus concernant le cyclage thermique des hybridations indium avec le nouvel UBM Ti/WN/Au, nous avons voulu connaître (prédire) la fiabilité de nos connections dans le temps par rapport au nombre de descentes à froid (nombre de cycles).

Cette étude, dans notre cas, a été réalisée entre la température ambiante et la température de l'azote liquide (77 K). Pour comparer les résultats obtenus avec la simulation ANSYS. La fatigue induite par les cycles provient des contraintes introduites par les retraits différentiels du Ta et du Si.

$$\Delta L = L_0 \Delta T (CTE_{Ta} - CTE_{Si}) \quad (III-4)$$

$$L = L_0 + \Delta L \quad (III-5)$$

$$N = \frac{1}{2} \left[\frac{0.65h}{L(CTE_{Ta} - CTE_{Si})\Delta T} \right]^2 \quad (III-6) \text{ [Jia04]}$$

N : Le nombre de cycle avant d'atteindre la limite de fatigue.

L_0 : Distance du centre du pixel jusqu'à l'UBM (constante) dans notre cas $L_0 = 110 \mu\text{m}$.

ΔT : Différence de température en K.

CTE_{Ta}^{47} : Coefficient de l'expansion thermique du tantale exprimé en 1/K.

CTE_{Si}^{48} : Coefficient de l'expansion thermique du Si exprimé en 1/K.

h: Hauteur de la bille d'indium⁴⁹.

En utilisant les équations (III-4), (III-5), (III-6), la valeur N pour $h = 19 \mu\text{m}$ est de 9242,50 cycles, au-delà desquels la bille entre dans le domaine de fatigue. Et, théoriquement, pour la même valeur de h mais entre la température ambiante et 50 mK (température de fonctionnement du détecteur), la valeur de N chute à 5105,6 cycles. Nous voyons bien l'influence sur la fatigue des écarts de températures. Nous avons simulé les contraintes équivalentes entre 300 K et 77 K dans une bille d'indium de $15 \mu\text{m}$ de hauteur (figure 24) avec ANSYS. Cette étude est faite afin de détecter les endroits critiques qui subissent la fatigue lors du cyclage thermique.

⁴⁷ $CTE_{Ta} = 6,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (<http://www.periodictable.com/Elements/073/data.html>).

⁴⁸ $CTE_{Si} = 2,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (<http://www.periodictable.com/Elements/014/data.html>).

⁴⁹ Dans le précédent test (paragraphe IV.4.3) les UBM utilisés ont $30 \mu\text{m}$ de diamètre, pour cette géométrie le h est estimée à $15 - 19 \mu\text{m}$.

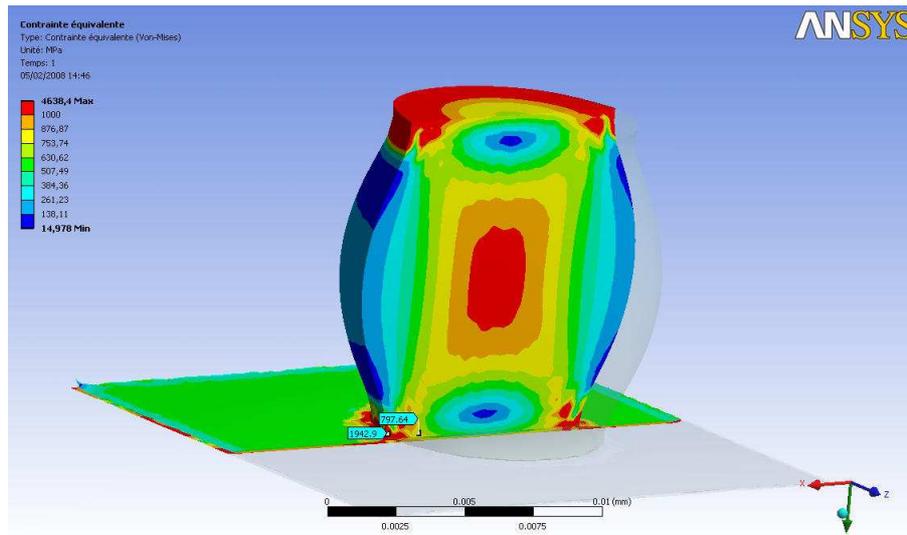


Figure 24: Simulation des contraintes équivalentes entre 300K et 77K dans une bille d'indium

Les endroits qui subissent le maximum de contraintes sont le centre de la bille et l'interface In/UBM à la périphérie de l'UBM environ 4,63 GPa. Nous sommes en régime linéaire élastique de l'indium car cette valeur est bien en dessous de la valeur du module de Young de l'indium, voir l'explication dans la suite (paragraphe V.6). En conclusion et afin de fiabiliser ces interconnexions par billes d'indium, il faut augmenter la hauteur des billes. Notons que dans notre cas le pas d'hybridation est de $260 \mu\text{m}$. Une autre façon de faire, serait de mettre les plots d'hybridation à l'extrémité de poutres de silicium courtes, coté silicium (thermomètre). Comme l'a fait XRS2. L'élasticité des poutres diminue les contraintes sur les billes et leur conductivité thermique est grande par rapport à l'hybridation et ne modifierait pas la conductivité globale du lien absorbeur-senseur.

IV.7. Mesure de la supraconductivité du nouvel UBM :

Afin de s'assurer que notre nouvel UBM (Ti/WN/Au) est supraconducteur aux températures de fonctionnement (50 - 100 mK), une campagne de mesure de sa température de transition a été faite au Service d'astrophysique du CEA à Saclay sur des échantillons de test que nous avons fabriqué au bâtiment BHT du CEA/LETI. Les épaisseurs des trois dépôts métalliques composant l'UBM sont : Ti : 50 nm /WN : 50 nm/ Au : 100 nm. La résistance électrique à l'état normal R_n de l'échantillon est de $0,76 \Omega$. La mesure de la température de transition de cet échantillon correspond au changement brutal de sa résistance électrique en fonction de la température.

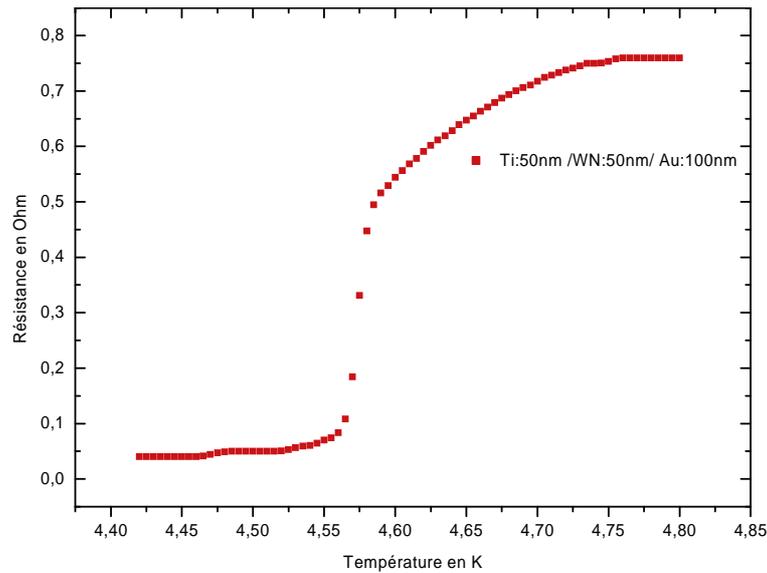


Figure 25: Mesure de la température de transition de l'UBM (Ti/WN/Au)

La plage de température inspectée est entre 4 K et 5 K, cette plage nous a permis de détecter un point d'inflexion qui correspond la température de transition, dans notre cas elle est égale à $T_c = 4.57$ K (voir la figure 25) ce qui correspond à une résistance R à la transition de $0,33 \Omega$. Ce résultat est très intéressant dans notre application car l'ajout du WN pourra forcer les deux autres couches qui forment l'UBM à transiter plus haut (n'oublions pas que la totalité de l'or, sera consommée par l'indium pour former un intermétallique supraconducteur). Notons que Buzzi a mesuré pour le WN, avec la même stœchiométrie que la notre, une T_c de 4,1 K [Buz99].

IV.8. Conclusion :

L'utilisation d'un UBM composé d'un tricouche Ti/WN/Au est possible pour assurer des hybridations par billes d'In de bonne qualité. Notons aussi que le Ti/WN/Au aura une température de transition T_c élevée par rapport a celle du Ti/Ni/Au. Le contrôle de l'épaisseur de l'intermétallique $AuIn_2$ est très important car cet alliage est très fragile et cassant. Il faudra trouver la bonne valeur de l'épaisseur d'or (Au) à déposer⁵⁰. Cette étude nous a conduit à définir les matériaux supraconducteurs à utiliser comme barrière de diffusion dans l'UBM, et, aussi, de définir les épaisseurs qui seront utilisées pour la fabrication des microcalorimètres en silicium des lots en cours de process. Ces épaisseurs sont 50 nm pour le Ti, 150 nm pour l'Au et deux épaisseurs pour le WN, 50 nm déposée sur les plaques 2, 4, 6, 8, 10. Et 150 nm déposée sur les plaques 1, 3, 5, 7 du lot μ s0593P (au BHT) anciennement M720P au bâtiment 41. Cette étude nous a permis aussi de tester la très bonne adhérence du titane sur l'oxyde SiO_2 . La transition autour de 4,57 K de notre nouvel UBM, est un résultat très intéressant pour le fonctionnement de notre détecteur dans l'intervalle (50 - 100 mK), car sa capacité calorifique est très faible dans cet intervalle.

⁵⁰ Afin d'avoir une faible capacité calorifique à basse température (voir l'explication dans le chapitre 4).

V. Hybridation collective sur matrices libérées et simulation:

V.1. Test de refonte de l'indium et mise en évidence de la formation d'intermétallique :

Dans notre étude, l'UBM sous la galette d'indium est composé soit d'un tricouche Ti/Ni/Au, soit d'un bicouche Ti/Au. L'épaisseur du tricouche est la suivante : Ti : 200 nm, Ni : 250 nm ; Au : 200 nm. L'étude expérimentale que nous avons faite a consisté en un dépôt et une refonte de billes d'indium sur un substrat massif. Ensuite nous avons réalisé une observation au MEB afin de caractériser l'intérieur des billes et leurs interfaces avec les couches de l'UBM. La figure 26 montre les tests de dépôt d'indium et de sa refonte à 185 °C pour former des billes d'indium.

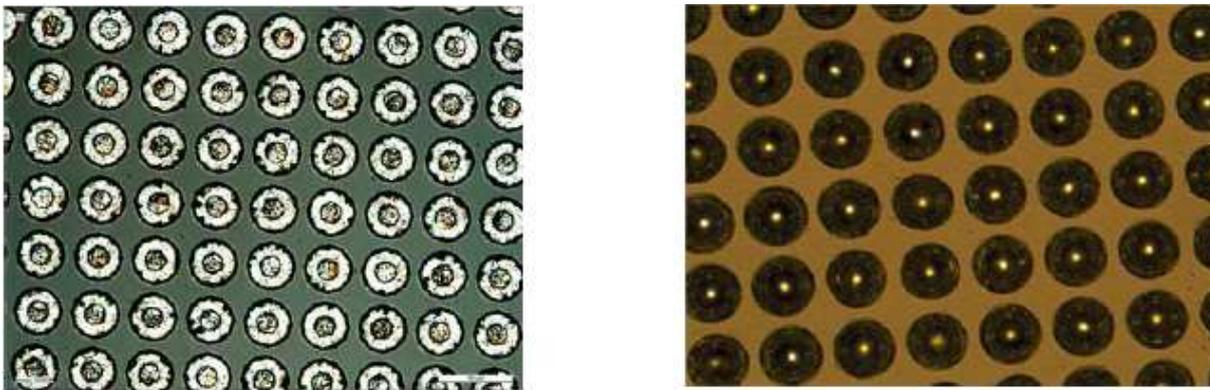


Figure 26: Images au microscope optique montrant des galettes d'indium de 40 μm de diamètre avant refonte (image à gauche) et après leur refonte (image à droite)

L'échantillon que nous avons utilisé contenait 97 x 98 billes d'indium. La bille d'indium a une hauteur de 19 μm et repose sur un UBM de forme circulaire de 30 μm de diamètre (voir la figure 27).

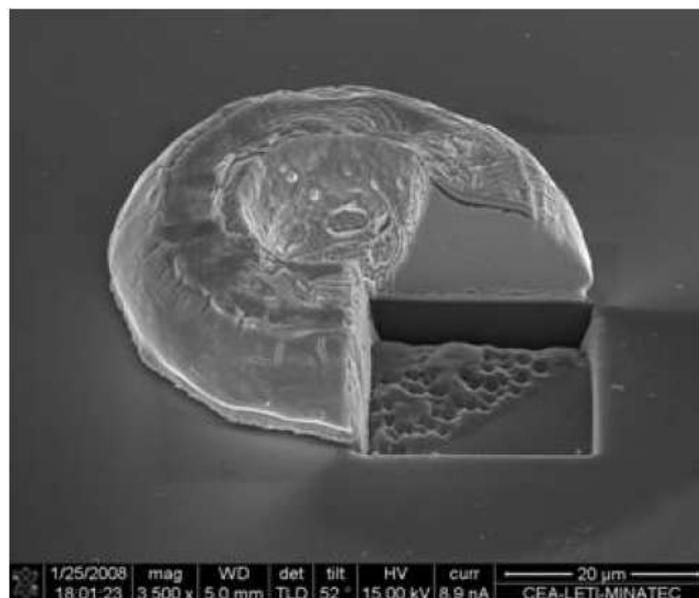


Figure 27: Image MEB d'une section d'une bille d'indium après ablation en FIB (Focused Ion Beam).

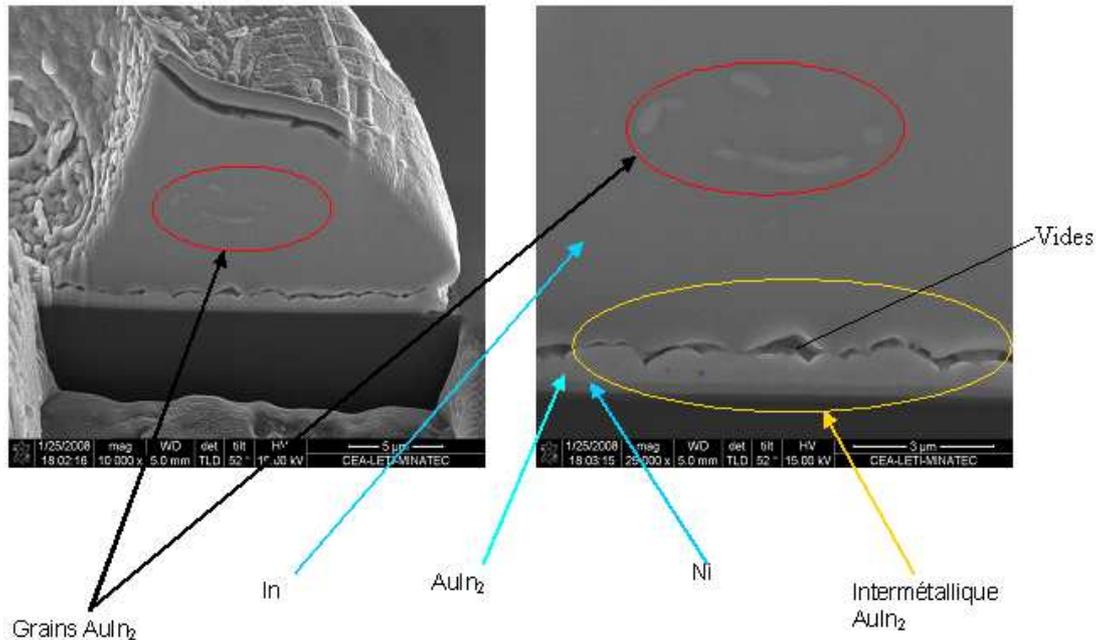


Figure 28: Image au MEB d'une section de bille d'indium sur un UBM tricouche après refonte et descente à froid

Pour ce qui concerne le bicouche Ti/Au, nous avons les épaisseurs suivantes Ti : 50 nm, Au : 150 nm. Après la refonte, nous avons fait une observation au MEB sur une section d'une bille d'indium (voir la figure 28). A première vue, nous constatons la consommation totale de la couche d'or (qui faisait 200 nm) par l'indium. Nous observons aussi des agglomérats d' $AuIn_2$ dominants à l'interface entre l'indium et l'or et quelques uns qui ont migrés à l'intérieur de la bille d'indium. Concernant la présence des vides entre l'intermétallique et l'indium, de nombreuses études au laboratoire sont actuellement en cours pour expliquer ce phénomène. Premièrement, il n'est pas encore clair si ces vides sont réels, ou sont liés à un artefact et créés pendant l'ablation FIB. Pour notre part, nous pensons que ces vides correspondent à un arrachement de grains à l'interface entre la couche d' $AuIn_2$ et d'In car ils ont une forme géométrique bien marquée, typique de grains d' $AuIn_2$.

V.2. Report collectif de billes d'indium sur tantale :

Nous avons développé au sein du laboratoire, deux nouvelles techniques de transfert de billes d'indium sur les microfeuilles de tantale de 25 μm d'épaisseur. Ces deux techniques sont utilisées pour transférer des billes d'indium collectivement sur des microfeuilles. La raison de ce développement résulte de la difficulté rencontrée (problème de planéité sur la poignée silicium de la microfeuille de tantale de 25 μm d'épaisseur) lors du dépôt d'indium par lift off⁵¹ et la formation des billes sur les microfeuilles de Ta. La première technique repose sur l'arrachement des billes en jouant sur le rapport des surfaces des UBMs; cette technique est décrite en détail dans la référence [Dem08] et nous n'allons pas l'exposer dans ce chapitre.

⁵¹ Le procédé Lift Off consiste en un dépôt d'indium dans des ouvertures d'une résine épaisse et au retrait de cette résine ensuite pour laisser palce aux galettes d'Indium.

L'autre technique de transfert de billes que nous avons développée se base sur la non adhérence de l'indium sur l'UBM, cette technique, combinée à l'étude d'un nouvel absorbeur de rayonnement X, a fait l'objet d'un brevet (A. Aliane) [Ali-brevet08]. Le flow chart de cette technique de transfert est décrit dans la figure 29.

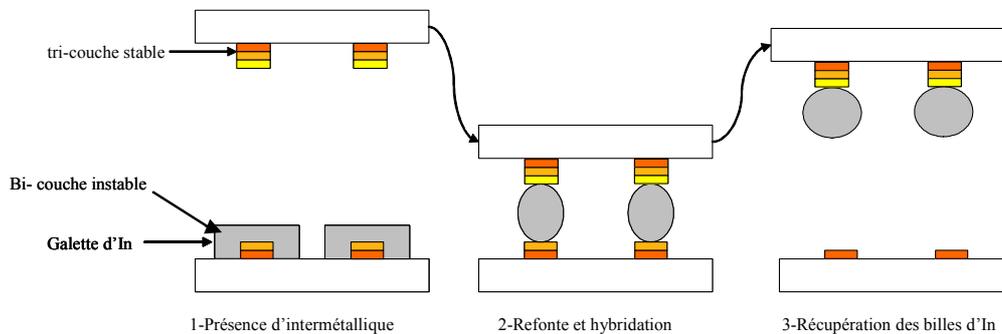


Figure 29: Transfert de billes d'In utilisant un bicouche Ti/Au instable

Les galettes d'indium sont déposées sur un UBM bicouche instable : On fait diffuser le titane dans l'or tout en laissant une fine quantité d'or nécessaire pour la remise en forme des billes. Nous faisons ensuite une refonte à 185 °C pour former les billes. Il ne reste plus qu'à venir s'aligner dessus, avec cette fois-ci, un UBM tri couche stable (standard). Après refonte, les billes d'indium adhèrent à l'UBM standard et sont facilement séparées de l'UBM instable. Après l'étape de transfert des billes sur les absorbeurs en Ta, nous pouvons réaliser l'hybridation collective sur nos structures thermométriques. Cette étape est décrite en détails dans notre article [Ali08].

Parmi les avantages de cette technique nous pouvons citer :

- L'utilisation du même masque pour la gravure des plots sur les deux puces à assembler.
- L'utilisation de cette technique de transfert est vaste et concerne l'assemblage flip chip (utilisé au Leti).
- La possibilité de transférer des billes d'In d'un wafer en 100 mm vers un autre wafer plus grand (Wafer level).
- Le volume des billes d'In est conservé.

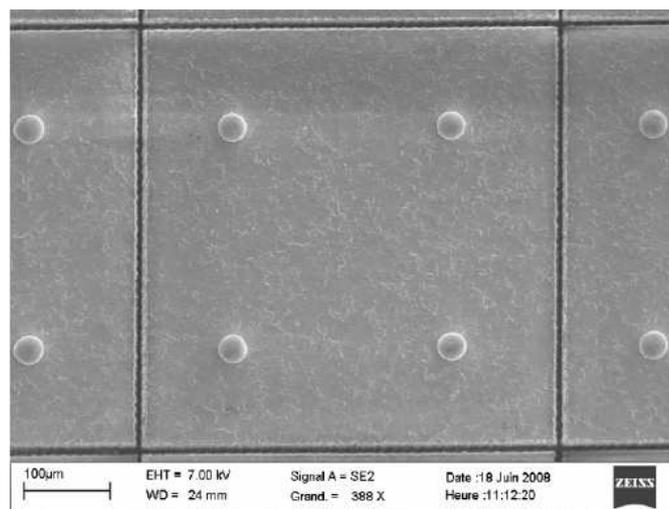


Figure 30: Image MEB d'un pixel en tantale découpé au laser femto-seconde et après transfert de billes d'indium

La figure 30 montre une image réalisée au MEB d'un pixel en tantale qui fait 500 µm x 500 µm sur une épaisseur de 25 µm après transfert des billes d'In.

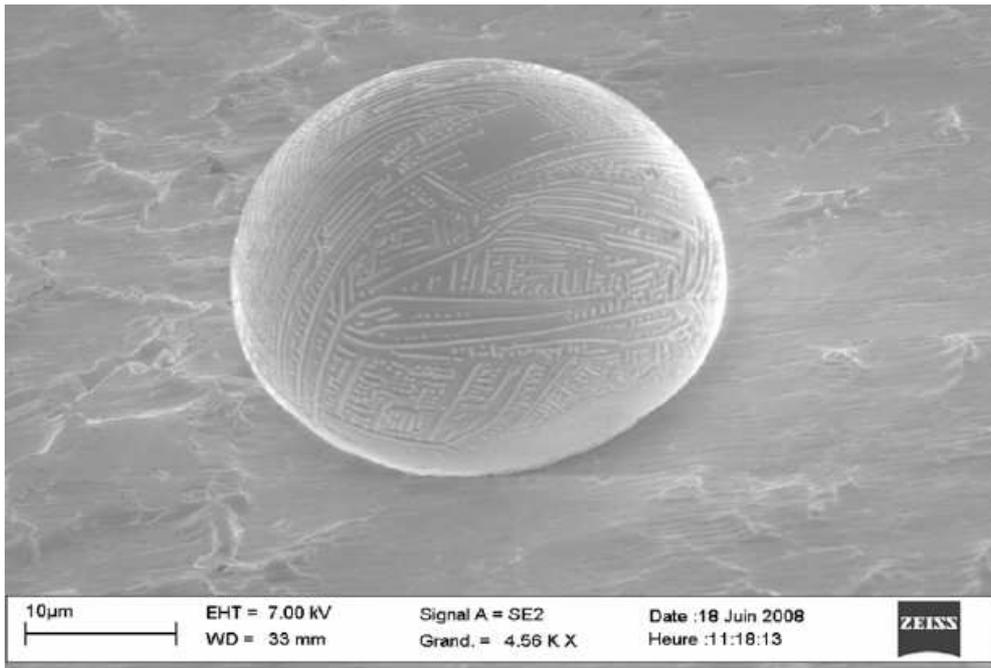


Figure 31: Image MEB d'une bille d'indium transférée sur une micro feuille de tantale

La figure 31 est une vue agrandie de la figure 30. La hauteur de la bille est de 19 μm sur un UBM cylindrique de diamètre égal à 27 μm .

Nous avons réalisé, sur cette même bille transférée, une analyse X, afin de nous assurer de l'inexistence de résidus d'Au ou de Ti issus des plots bicouches instable avant le transfert. La présence d'Au dans la bille, après sont transfert, risquerait, d'alourdir le poids calorifique du lien thermomécanique.

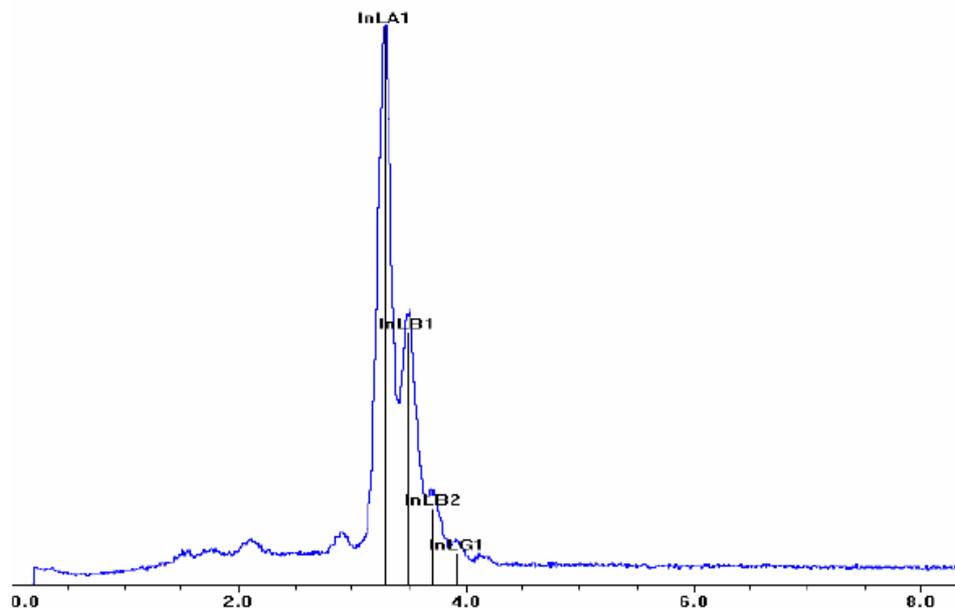


Figure 32: Analyse X de la surface d'une bille d'indium après refonte

La figure 32, montre le spectre d'une analyse X des éléments présents sur la surface d'une bille d'indium après le transfert. Cette analyse ne montre la présence de l'indium.

V.3. Flow chart de l'hybridation collective :

Le diamètre des plots d'hybridation (UBM) fabriqués sur tantale est de 27 μm , et celui des plots fabriqués sur les thermomètres est supérieur (40 μm), pour rattraper des éventuels défauts de planéité par traction [Mar06]. Chaque pixel possède 4 plots d'hybridation.

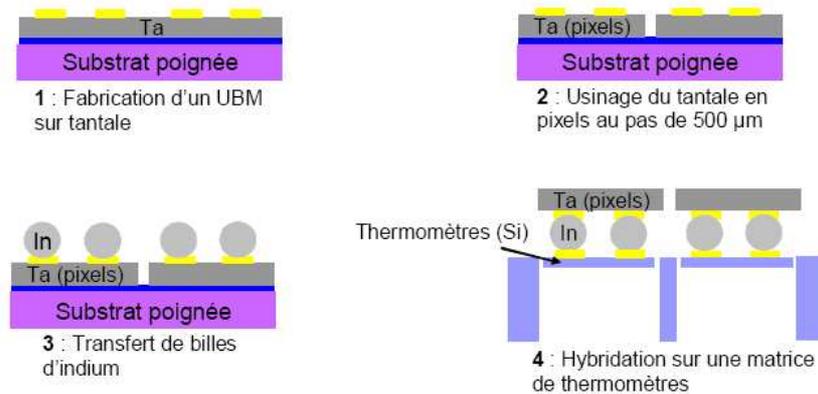


Figure 33: Flow chart simplifié présentant les 4 étapes critiques de report collectif absorbeurs sur senseurs

L'hybridation collective est décrite dans la figure 33. La première étape (1) est le collage des microfiches de tantale sur une poignée en silicium par l'utilisation d'un polymère. Ensuite on dépose et on grave l'UBM. La deuxième étape (2) consiste en la découpe au Laser des pixels. La troisième (3) étape est le transfert des billes sur les pixels découpés. La dernière étape (4) consiste en l'hybridation et la libération des pixels en tantale dans l'acétone qui va dissoudre le polymère permettant de séparer le Ta du substrat poignée.

V.4. Mesures au profilomètre de l'uniformité de l'hybridation :

Une cartographie des pixels en tantale après hybridation a été faite à l'aide d'un profilomètre optique COTEC.

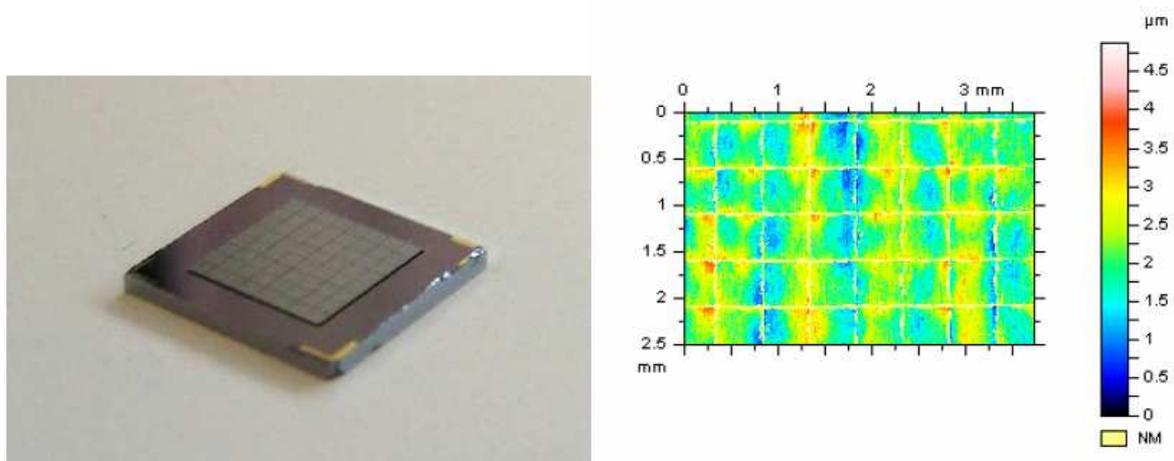


Figure 34: Mesure 2D au profilomètre de l'uniformité des pixels en tantale

La mesure au profilomètre en 2D (figure 34), nous a permis d'évaluer l'uniformité en hauteur des pixels en tantale après hybridation. La hauteur moyenne est de $2,5 \mu\text{m}$ sur une matrice 8×8 pixels, sachant que le pixel en tantale a les dimensions suivantes ($L \times W \times e$) : $500 \mu\text{m} \times 500 \mu\text{m} \times 25 \mu\text{m}$. Le profil des pixels est uniforme. La hauteur moyenne des pixels en tantale par rapport au substrat après hybridation est de $50 \mu\text{m}$.

V.5. L'hybridation collective sur des thermomètres suspendus :

La difficulté de cette hybridation collective dans le cas des microcalorimètres X que j'ai réalisé sur SOI en 200 mm , est le risque de casser les poutres en silicium de $1,5 \mu\text{m}$ qui maintiennent le pixel thermométrique, lors du dépôt des absorbeurs (voir la figure 35).

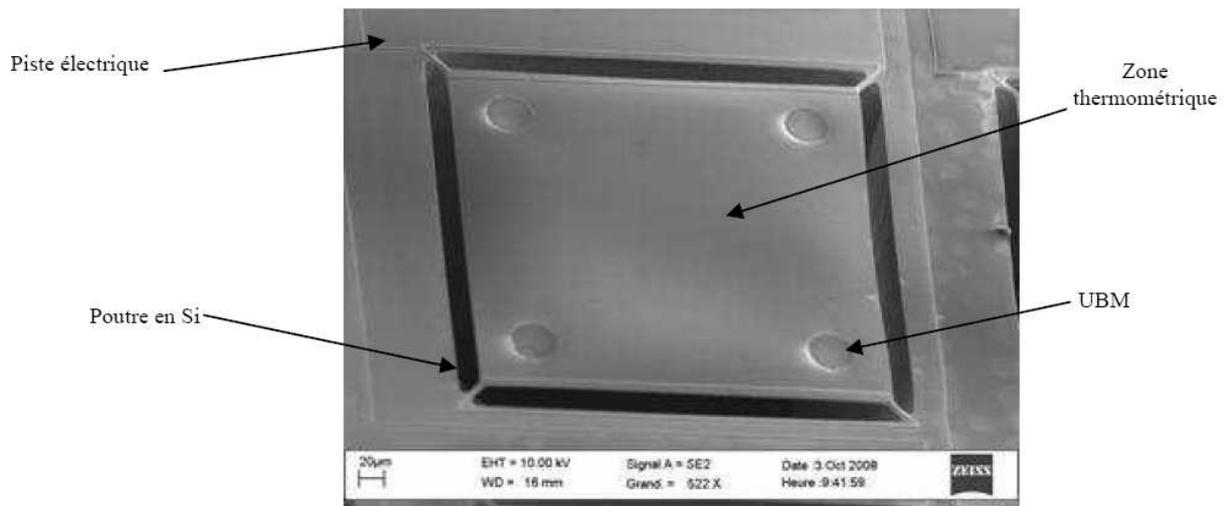


Figure35: Structure suspendue d'un pixel microcalorimètre X

La variante de pixel microcalorimètre X représentée dans la figure 35 a les dimensions suivantes : La zone thermométrique fait $360 \mu\text{m} \times 360 \mu\text{m} \times 1,5 \mu\text{m}$; le diamètre des plots d'UBM est de $40 \mu\text{m}$. Les poutres ont les dimensions suivantes : $L \times w \times e$ ($23 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m} \times 1,5 \mu\text{m}$). Les détails de réalisation sont décrits dans le chapitre 2.

Après plusieurs tests, nous avons pu hybrider collectivement 64 pixels en tantale sur ces structures suspendues. Afin de ne pas casser ces microstructures, à cause du poids du bras de la machine d'hybridation lors du dépôt des pixels en tantale, nous avons développé une nouvelle technique qui consiste en l'enrobage de ces microstructures, afin de les rendre plus rigides, avant l'hybridation, dans un polymère qui se dissout à l'acétone. Après le dépôt du polymère, nous réalisons l'hybridation, sachant que ce polymère va se solidifier durant la refonte de l'indium. Ensuite, nous trempions l'ensemble dans l'acétone pendant 24h, afin de dissoudre ce polymère et libérer la matrice. Notons que nous avons des résidus de polymères qui restent. Nous avons réfléchi à une autre technique qui consisterait à mettre des cales autour de la matrice pour que le bras de l'équipement d'hybridation vienne s'appuyer dessus et non plus sur les pixels. Cette dernière technique est préférable car elle permettrait de réaliser une hybridation propre.

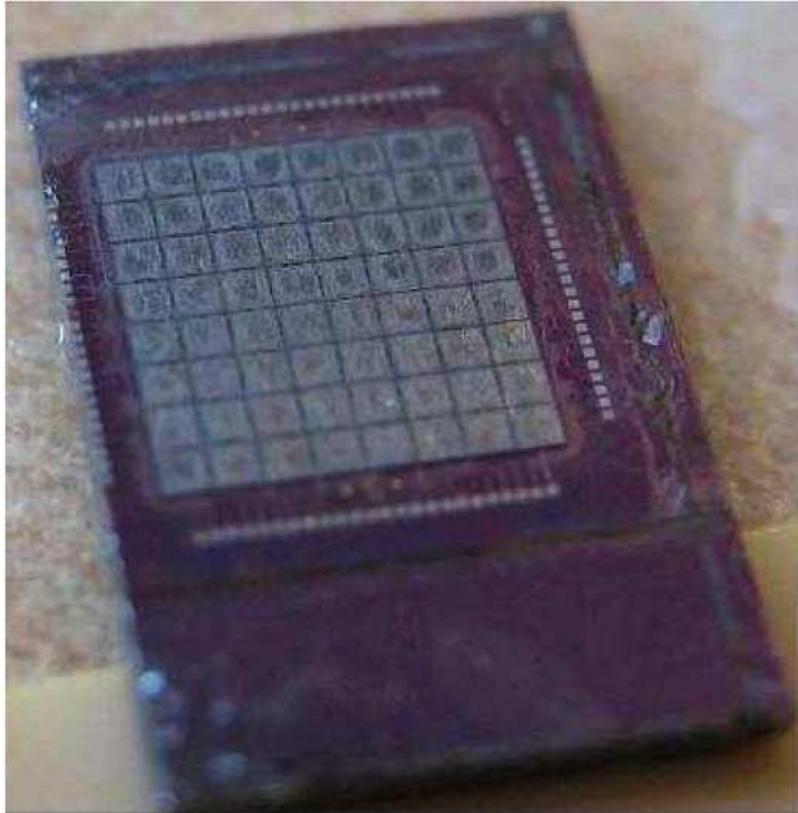


Figure 36: Premier prototype électrique d'une matrice 8 x 8 pixels en tantale hybridée sur des structures silicium libérées de 1,5 μm d'épaisseur.

La photo de la figure 36 représente une première mondiale, la première matrice 8 x 8 pixels électrique hybridée collectivement.

En conclusion, nous pouvons dire que notre objectif final qui consistait à étudier et à adapter la technologie du packaging à la réalisation d'un prototype électrique final est une réussite. Ce résultat d'hybridation collective sur des structures suspendues nous place devant nos concurrents directs (NASA/GSFC).

V.6. Simulation thermomécanique des structures:

Nous avons simulé le comportement mécanique de deux structures microcalorimétriques X différentes en terme de design des poutres. Le but est de fiabiliser la tenue mécanique du thermomètre en silicium dopé lors de son assemblage avec le tantale. Nous avons réalisé l'étude de l'influence du poids de l'absorbeur en tantale sur les quatre plots d'UBM. Le deuxième paramètre étudié a été la fréquence de résonance de la structure. Notons que le jeu de masque que nous avons réalisé contient une dizaine de pixels prototypes avec des longueurs et des formes de poutres différentes. Nous avons choisi de simuler deux d'entre eux; le premier est de type longue poutre et est présent dans une matrice de 5 x 5 pixels. Le deuxième est de type poutre tendue et est présent dans une matrice de 8 x 8 pixels. La dimension du pixel est de 500 μm x 500 μm . Le thermomètre se trouve au centre du pixel est fait 360 μm x 360 μm x 1,5 μm .

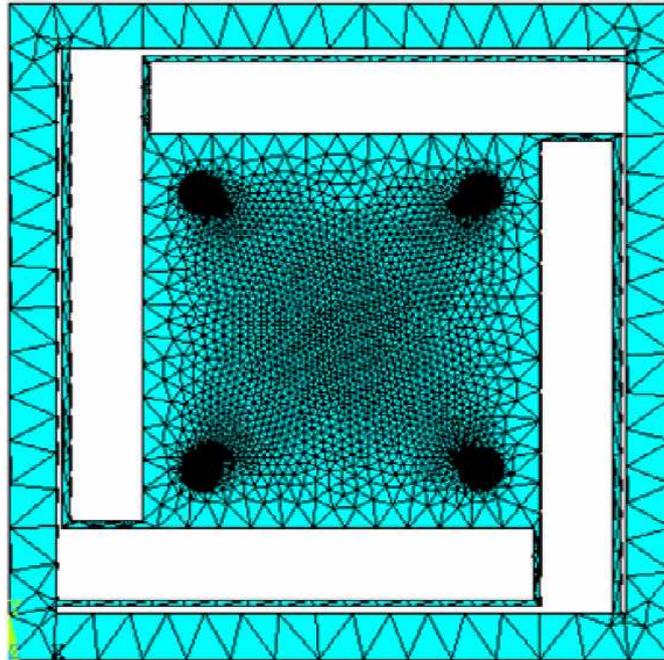


Figure 37: Maillage d'une structure microcalorimétrique X avec de longues poutres

La figure 37, représente le maillage d'une structure microcalorimétrique X avec de longues poutres. La poutre a la géométrie suivante $L \times W \times e$ ($380 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m} \times 1.5 \mu\text{m}$). Nous avons affiné le maillage autour des plots d'UBM et au niveau des angles.

La dimension de l'absorbeur en tantale est de $500 \mu\text{m} \times 500 \mu\text{m} \times 25 \mu\text{m}$, sa densité est de $16,65 \text{ g.cm}^{-3}$. Sa masse est de $0,104 \text{ mg}$ et son poids est de $1,04 \mu\text{N}$. Les plots UBM ont une forme circulaire et font $40 \mu\text{m}$ de diamètre. Ceci correspond à une pression de 207 Pa/plot sachant que nous avons quatre plots. Pour simuler l'influence du poids de cet absorbeur en tantale sur le déplacement du point central de la structure suspendue suivant Z, nous avons appliqué plusieurs valeurs de pression par plot (UBM), afin de calculer la flèche causée par la déformation des poutres. Notons que, dans le cadre de cette étude, nous sommes restés dans le domaine élastique, bien en dessous des valeurs limites d'élasticité⁵² du silicium, entre 5 GPa et 9 GPa [Kov98]. Dans ce régime linéaire, la loi élastique (loi de Hooke) (III-7) est donnée par :

$$\sigma = E \times \varepsilon \quad (\text{III-7})$$

σ , l'allongement relatif ou déformation est donnée par : $\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l - l_0}{l_0}$ (sans dimension)

ε , la contrainte en MPa est donnée par le rapport de la force par la surface.

E est le module de Young. Dans le cas du silicium, $E_{\text{Si}} = 162 \text{ GPa}$ à température ambiante [Ger06].

Nous avons appliqué dans un premier temps une pression de 100 Pa/plot . Le déplacement, suivant Z, au centre, est de $2,75 \mu\text{m}$ par rapport aux murs sur ce type de poutres (voir la figure 38).

⁵² La limite d'élasticité est la contrainte à partir de laquelle un matériau commence à se déformer de manière permanente. On prend souvent la valeur pour laquelle on a $0,2 \%$ de déformation plastique (dans le cas où la transition élastique-plastique est floue) [Soc06].

Le poids du tantale sur la structure de type longues poutres (environ 200 Pa/plot) donne une déformation de 8,2 μm .

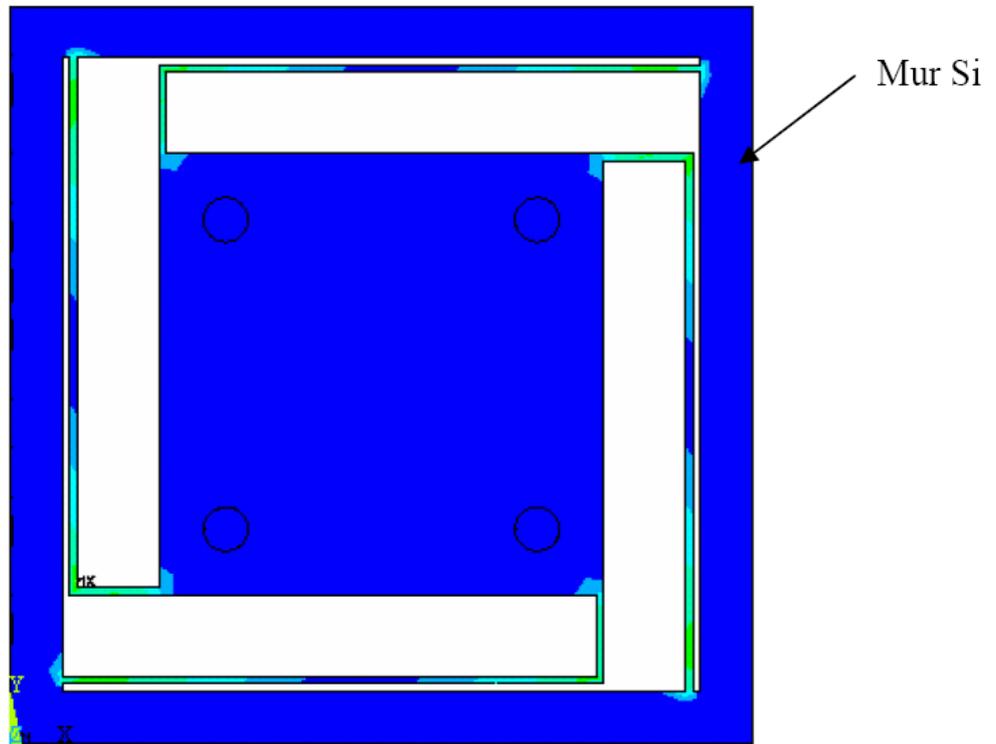


Figure 38: Résultat de la simulation pour une pression de 100 Pa/plot (pixel de 500 μm x 500 μm)

L'application de 500 Pa/plot a donnée un déplacement maximum de 24 μm suivant l'axe Z (voir la figure 39). Notons que la déformation liée à cette contrainte pour ce type de poutres est localisée dans les angles. La fréquence de résonance de cette structure est de 350 Hz.

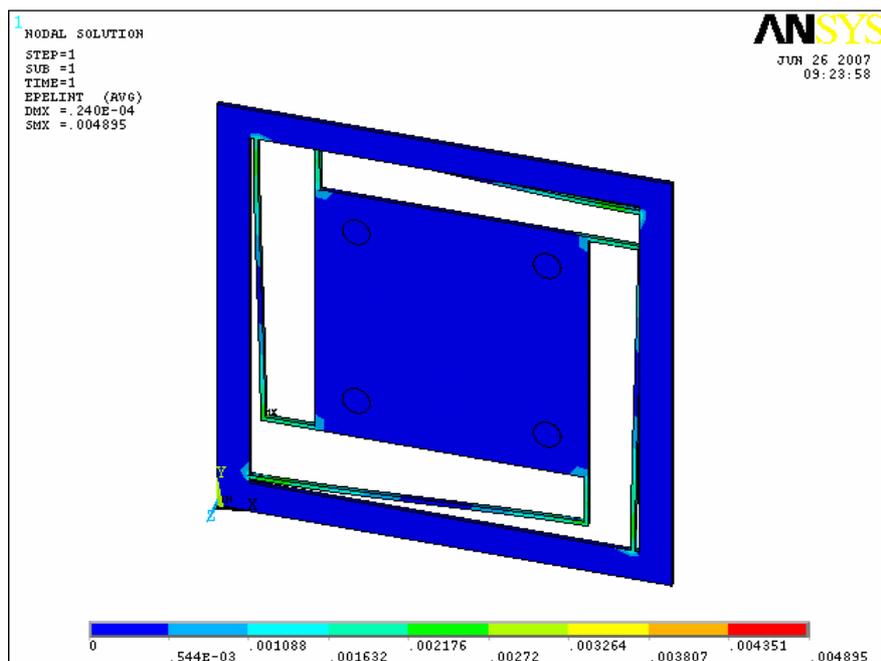


Figure 39: Résultat de la simulation pour une pression de 500 Pa/plot

Pour diminuer le stress sur les poutres, nous avons arrondi les angles de ce type de poutres. Le deuxième type de poutre que nous avons simulé est le type poutre tendue. La dimension de la poutre est la suivante LxWxe ($23\ \mu\text{m} \times 15\ \mu\text{m} \times 1,5\ \mu\text{m}$) (figure 40).

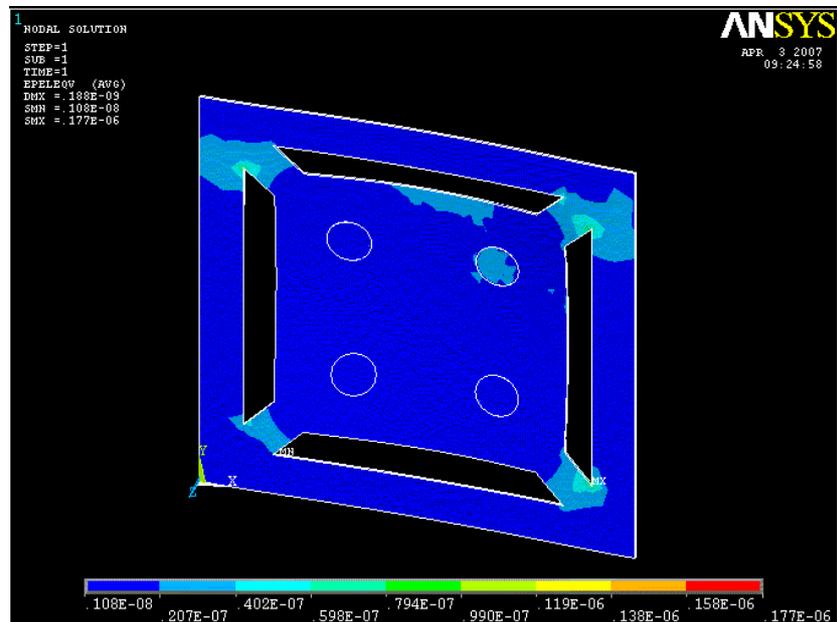


Figure 40: résultat de la simulation d'une structure de type poutres tendues (500 Pa/plot)

L'application de 500 Pa/plot sur cette structure a montré une déformation très faible suivant Z, de 0,188 nm. Ce type de structure est très rigide et ne pose pas problèmes (cassure des poutres) lors de l'hybridation du tantale. La fréquence de résonance de cette structure est de 1,5 kHz.

N.B : Un autre type de poutres a été simulé sous ANSYS, voir l'annexe III.6.

VI. Conclusion du chapitre 3 :

Dans ce chapitre, nous avons démontré la faisabilité d'un report collectif de nos absorbeurs en tantale de $500\ \mu\text{m} \times 500\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$ sur nos structures libérées et qui ont une épaisseur de $1,5\ \mu\text{m}$. Nous avons pu réaliser ce report collectif grâce à l'adaptation des récentes avancées technologique en matière d'hybridation flip chip au fonctionnement de notre détecteur. Nous avons diminué les différentes capacités calorifique de ce système, soit en supprimant les couches métalliques résistives, soit en les remplaçant par une autre couche supraconductrice, tout en adaptant les différentes étapes du processus.

Références du chapitre 3:

- [Ali08] A. Aliane et al, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 594 (2008) 210–214, 2008.
- [Ali-brevet08] A. Aliane,” « Détecteur de rayonnement électromagnétique et procédé de fabrication » brevet N°:08 04574, 2008.
- [Buz99] C. Buzzi, thèse de doctorat de l’université Joseph Fourier, 1999.
- [Chi93] C. Chin and al , IEEE 1993 Au-In Bonding Below the Eutectic Temperature.
- [Cra07] P. Crayes, rapport de stage au Leti, 2007.
- [Dar90] R. Darveaux and I. Turlik, “Shear deformation of indium solder joints,” in Proc. 1990 InterSociety Conference on Thermal Phenomena, 1990, pp. 40-52.
- [Dav06] C. Davoine thèse de doctorat de l’école des mines de St Etienne, décembre 2006.
- [Dem08] F. De Moro, rapport de DRT, université Joseph Fourier, 2008.
- [Ger06] R. Gers, rapport de fin de stage Master II de l’UJF, 2006.
- [Han03] Smithells Metals Reference Book, by William F. Gale , Terry C. Totemeier, 8 edition (9 Dec 2003).
- [Har01] K. F. Harsh, V. M. Bright, and Y. C. Lee, “Micro-scale limits of solder self assembly for MEMS,” Microelectronics Packaging, vol., 2001.
- [Hum93] G. Humpston and D. Jacobson, Principals of Soldering and Brazing, Ohio: ASM International, 1993.
- [Int96] Interconnexion Puce-Boîtier : Câblage, www.systemplus.fr/documents/96intercobonding.pdf.
- [Jan79] Gold-Indium Intermetallic Compounds Properties and Growth Rates, Jane E. Jellison, code 313 Material Control and Applications Branch, 1979, rapport d’activité de la NASA.
- [Jia04] J Jiang et al, Infrared Physics & Technology 45 (2004) 143–151, 2004.
- [Kel07] R. L. Kelley and al “The Suzaku High Resolution X-Ray Spectrometer” Astronomical Society of Japan, Vol.59, No.SP1, pp.77-112, 2007.
- [Kim08] J. Kim et al, « Effect of Oxidation on Indium Solderability”, Journal of Electronic Materials, Vol. 37, No. 4, 2008.
- [Kov98] Gregory T. A. Kovacs, ‘Micromachine Transducers Sourcebook’, edition McGraw-Hill, 1998 p. 26.
- [Lan06] S. Lani, A. Bosseboeuf, B. Belier, C. Clerc , C. Gousset, J. Aubert. Gold metallizations for eutectic bonding of silicon wafers, Microsystem Technologies, p1021-1025, 2006.
- [Lee99] Fluxless bonding technology for high power laser diode arrays, chin C.lee, final report for MICRO project 98-089.
- [Liu00] Y. M. Liu et al, « Interfacial Reactions between liquid Indium and Au deposited substrates ». Journal of Electronic Materials, Vol. 29, No. 4, 2000.
- [Man92] H. Manko, Solders and Soldering, New York, McGraw-Hill, 1992.
- [Mar92] Z. Marinkovic, V. Simic, Comparative analysis of interdiffusion in some thin film metal couples at room temperature, Thin Solid Films, 217, p. 26-30, (1992).
- [Mar06] F. Marion, Brevet CEA, 2006.
- [Mas93] K. Masahiro, S. Noboru, “Effects of temperature, thickness and atmosphere on mixing in Au-Ti bilayer thin films”, J. Materials Science 28 (1993) 5088-5091, 1993.
- [Moo59] A. C. Moore and D. Tahor. “Some mechanical and adhesive properties of indium,” Briridi. J. vol. 3, pp. 299-301, Sept. 1952.

- [Mos08] S.J. Moseley, et al, “Automated Hybridization of X-ray Absorber Elements, A path to Large Format Microcalorimeter Arrays”, J. Low. Temp. Phys, (2008).
- [Shi00] F.S. Shieu, et al, “Microstructure and shear strength of Au-In microjoint”, Intermetallics 8, 2000, p623-627.
- [Sho99] I. Shohji, et al, “Intermetallic Compound Layer Formation between Au and In-48Sn Solder”, vol.40, n°7, p 815-820, 1999.
- [Soc06] C. Socquet, rapport de DRT de l’université Joseph Fourier, 2006.
- [Swa03] R. Swaminathan, et al, “Reliability Assessment of Delamination in Chip-to-Chip Bonded MEMS Packaging,” IEEE Transactions on Advanced Packaging, vol. 26, no. 2, pp. 141-151, May 2003.

CHAPITRE 4 : La thermométrie par le silicium implanté et diffusé

I. Introduction :

Nous allons, dans ce chapitre 4, présenter les différentes mesures sur le thermomètre. Après la réalisation de prototypes dans les salles blanches du Leti, à travers une centaine d'étapes technologiques (étapes décrites dans le chapitre 2), nous avons procédé à la caractérisation des thermomètres en silicium pour extraire les différents paramètres qui vont nous permettre d'optimiser d'avantage ce type de détecteurs dans le futur. Dans la première partie de ce chapitre 4, nous allons présenter les simulations technologiques que nous avons réalisées avec le logiciel ATHENA-SILVACO, afin de déterminer les profils d'implantation des dopants P, B dans le silicium et d'extraire la durée de diffusion totale nécessaire pour obtenir une répartition uniforme dans toute la profondeur du SOI. Cette étape était très importante et incontrôlable avant la conception. Après avoir évalué les durées de recuit des zones thermométriques, nous avons pu lancer la réalisation concrète de l'implantation ionique. Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous décrirons les aspects théoriques des modèles de capacités calorifiques et des résistances thermiques qui entrent en jeu dans le fonctionnement de notre détecteur à basse température. Nous discuterons de la mesure de la résistance thermique des hybridations avec la bille d'indium qui relie notre absorbeur au thermomètre et nous discuterons l'optimisation de ce lien thermomécanique.

La dernière partie de ce chapitre traite les différents résultats de tests réalisés sur nos thermomètres à basse température. L'optimisation de la géométrie des poutres est très importante, car le temps de réponse du microcalorimètre en dépend. Nous reviendrons là-dessus après les résultats expérimentaux. Dans cette dernière partie, nous allons montrer que les résultats que nous avons obtenus, sont très encourageants et prometteurs.

II. Simulation technologique :

Un semi-conducteur pur (intrinsèque) est quasiment un isolant à la température ambiante, avec une bande de valence presque entièrement pleine, et une bande de conduction presque entièrement vide. La densité intrinsèque de porteurs libres dans le silicium est seulement de l'ordre de 10^{10} cm^{-3} à 300 K [Sze06]. Les propriétés électroniques intéressantes sont donc liées à la possibilité de "doper" le matériau par l'introduction d'impuretés adéquates (les dopants) permettant d'introduire des porteurs libres. En fait, le fonctionnement de l'ensemble des composants électroniques actifs repose en grande partie, si ce n'est en totalité, sur la possibilité de former des jonctions P/N, c'est à dire de mettre en contact des zones dopées avec un accepteur (impureté ayant un déficit d'électrons par rapport à la matrice, entraînant une conduction par "trous" dans la bande de valence) et des zones dopées avec un donneur (impureté ayant un excès d'électrons par rapport à la matrice, entraînant une conduction par "électrons libres" dans la bande de conduction). Dans le silicium (élément de la colonne IV de la classification périodique), les donneurs sont les éléments de la colonne V (les plus utilisés étant le phosphore et l'arsenic), tandis que les accepteurs sont les éléments de la colonne III (le plus utilisé étant le bore). dans notre simulation on utilisera comme dopants le phosphore et le bore. Des recuits à haute température sont nécessaires, pour restaurer la qualité cristalline du matériau endommagé par l'implantation ionique et "activer" les dopants (c'est-à-dire les positionner en site substitutionnel où ils sont électriquement actifs). Au cours de ces traitements à haute température les profils de dopants (c'est à dire leur répartition dans le matériau) sont déformés à cause du phénomène tout à fait général de la diffusion thermique.

II.1. Implantation ionique et diffusion dans le silicium:

Nous avons utilisé le simulateur de procédés de fabrication en micro-électronique ATHENA. Ce dernier est composé de 4 modules principaux utilisés dans DECKBUILD :

- Suprem4: implantation ionique, diffusion, oxydation et siliciuration.
- Elite: topographie (gravure, dépôt).
- Optolith: lithographie.

Nous avons utilisé le procédé de l'implantation ionique afin de doper localement nos thermomètres en silicium, cette implantation ionique va répartir les ions P et B selon une loi statistique de type gaussien (voir la figure 1). Cette propriété sera utilisée, par la suite, pour simuler les profils d'implantation dans le silicium.

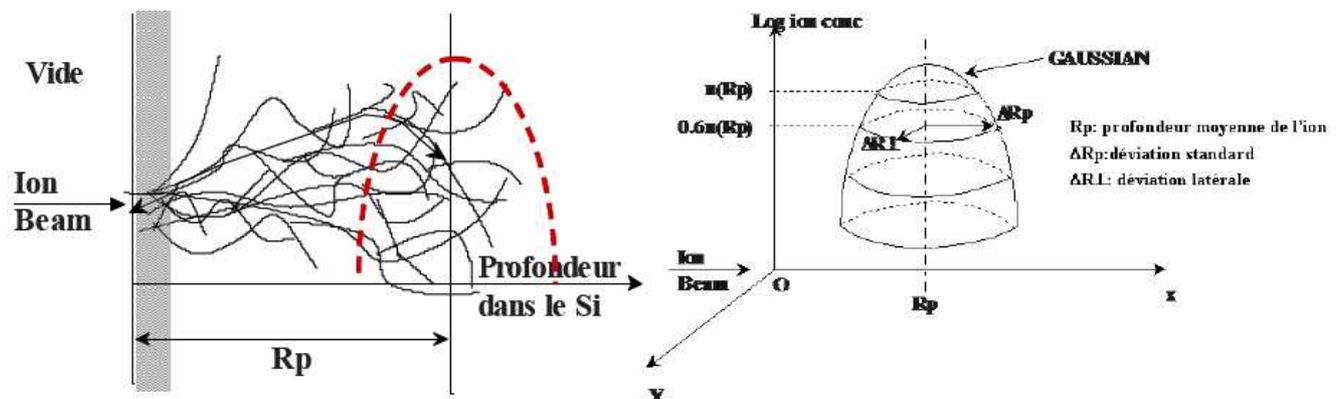


Figure 1: Profil des dopants après leur implantation ionique dans le silicium

II.2. Modèles :

Parmi les modèles utilisés dans ATHENA pour la simulation, nous avons :

-Le modèle tabulé SVDP-TABLES (Sims Verified Dual Pearson) qui se base sur la comparaison avec une bibliothèque de plus de 1500 profils expérimentaux (voir la figure 2).

Dopants

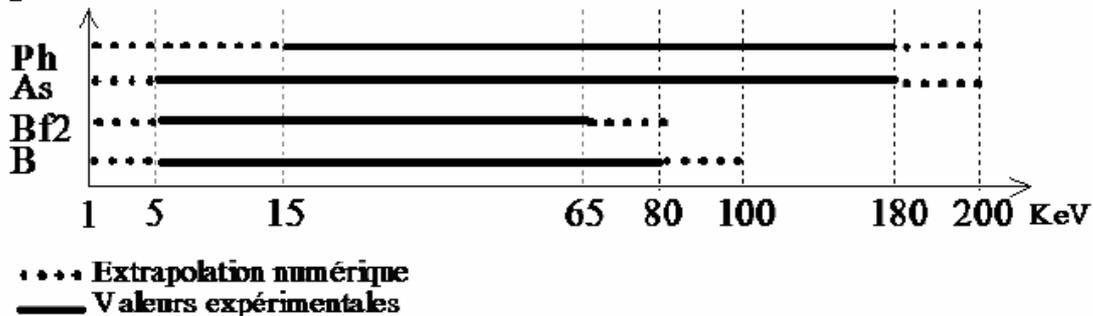


Figure 2: Energies prises en compte par le modèle SVDP-TABLES

-Le modèle Monte Carlo (MC), qui utilise la mécanique statistique et les interactions ion-atome, dans lequel on peut distinguer sous ce modèle deux sous-modèles qui sont :

-Le modèle classique : Amorphous+Crystalline, il est peu précis par rapport à l'expérience et n'est donc pas utilisé.

-Le modèle BCA (Binary Collision Approximation), ce modèle est le plus répandu et nous l'avons utilisé. Il décrit bien les propriétés d'un substrat cristallin, il prend en compte l'amorphisation et la génération de défauts d'implantation, il s'applique aussi à une large gamme d'énergies et de doses. De plus, il est très bien calibré pour le bore et l'arsenic. Ce modèle reste, cependant, imprécis par rapport à l'expérience. Tous ces modèles de MC sont basés sur un parcours probabiliste des ions en fonction de la masse atomique de l'énergie et du freinage des ions par choc avec d'autres atomes du substrat et les électrons du nuage électronique. L'autre caractéristique de ces modèles de MC est la prise en compte statistique des trajectoires (énergie, énergie perdue, nombre de collisions). Tous les modèles de MC fournissent un profil de dopant et un profil des défauts (atomes déplacés, dommage).

II.3. Etude de l'implantation et de la diffusion :

Les phénomènes de diffusion sont particulièrement critiques pour le contrôle des paramètres clefs (du canal thermométrique) suivants:

-Dopage du canal: le profil du dopant dans la zone du canal, détermine l'importance des courbures de bande en fonction des différentes tensions appliquées. Les profils de dopants dans cette zone conditionnent donc le fonctionnement du dispositif.

-Longueur du canal: c'est la distance horizontale séparant les deux contacts N+ de notre résistance intégrée, définie géométriquement par les étapes de photo-lithographie. La longueur réelle du dispositif fini est contrôlée par la diffusion latérale des dopants depuis les zones de contacts N+.

-Profondeur des jonctions au niveau des contacts N+: il faut contrôler au mieux la pénétration des profils de dopants dans ces zones dégénérées pour assurer un bon contact ohmique.

Il ressort clairement des paramètres clés cités ci-dessus qu'un bon contrôle des propriétés électriques d'un composant électronique à semi-conducteur nécessite une parfaite maîtrise des profils des dopants dans la structure, et donc un contrôle aussi précis que possible des étapes de diffusion (recuits haute température) subies par le circuit tout au long de sa fabrication. Ceci passe donc par la compréhension et la modélisation des mécanismes élémentaires régissant la diffusion des dopants, ce qui est l'objet de ce qui suit. Dans un premier temps on présentera la théorie générale de la diffusion dans les solides appliquée au cas des semi-conducteurs, puis on s'intéressera plus particulièrement au cas des dopants dans le silicium, tant du point de vue expérimental que du point de vue théorique.

La diffusion est un processus très important car elle conditionne la répartition des dopants dans le solide après leurs implantations et c'est les défauts ponctuels qui en sont le moteur. Les lacunes (V) ou atomes manquants sont responsables de 70 % de la diffusion. Les interstitiels (I) ou atomes supplémentaire sont responsables des problèmes d'accélération de la diffusion. Dans ce contexte la connaissance des défauts après l'implantation est essentielle.

La diffusion dans les solides est régie par les lois dites lois de Fick [Gos80]. Le flux est proportionnel au gradient de concentration qui est donné par la formule (IV.1):

$$J = -D \frac{\partial C(x,t)}{\partial x} \quad (\text{IV.1})$$

Avec, J : la densité de flux exprimée en $(\text{at} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1})$.

D : coefficient de diffusion : $D = D_0 \exp(-\frac{Q}{kT})$ en $(\text{cm}^2 \cdot \text{s}^{-1})$.

$C(x,t)$: Nombre d'atomes par unité de volume.

La conservation de la matière est donnée par (IV.2) :

$$\frac{\partial C(x,t)}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad (\text{IV.2})$$

A partir de ces équations, les profils de diffusion peuvent être établis dans les solides [Mat91].

II.4. Théorie atomique du coefficient de diffusion :

On peut constater sur la figure 3, les variations expérimentales des coefficients de diffusion avec la température qui peuvent en général être aisément décrites par une loi d'Arrhenius :

$$D = D_0 \exp(-\frac{Q}{kT}) \quad (\text{IV.3})$$

T est la température absolue (en Kelvin) et k est la constante de Boltzmann. Le paramètre Q s'appelle l'énergie d'activation de la diffusion.

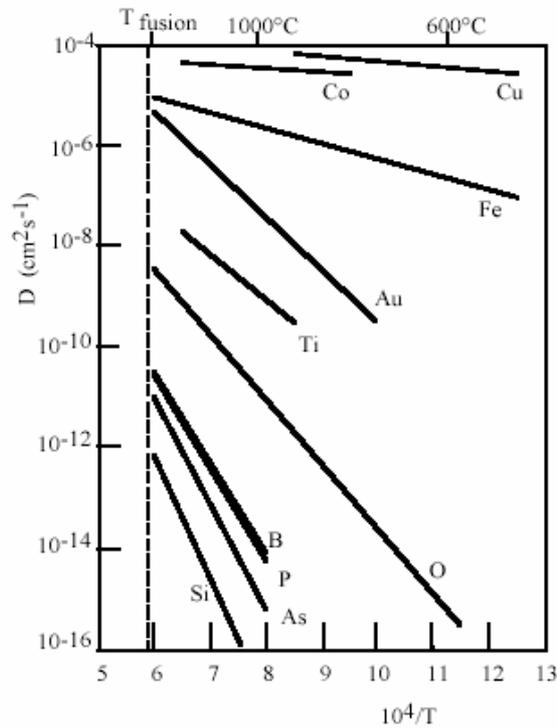


Figure 3: Coefficients de diffusion dans le silicium. [Joh93] & [Mat84]

La figure 3 indique la valeur de la constante de diffusion D dans le silicium des atomes dopants notamment les plus utilisés : As (arsenic), P (phosphore), B (bore), O (oxygène), Ti (titane), Au (or).

II.5. Exemple de diffusion du bore et du phosphore dans le silicium :

La diffusion du phosphore et du bore dans le silicium a fait l'objet de plusieurs études ; ces dernières ont révélé l'importance de certains paramètres qui régissent cette diffusion (voir la figure 4).

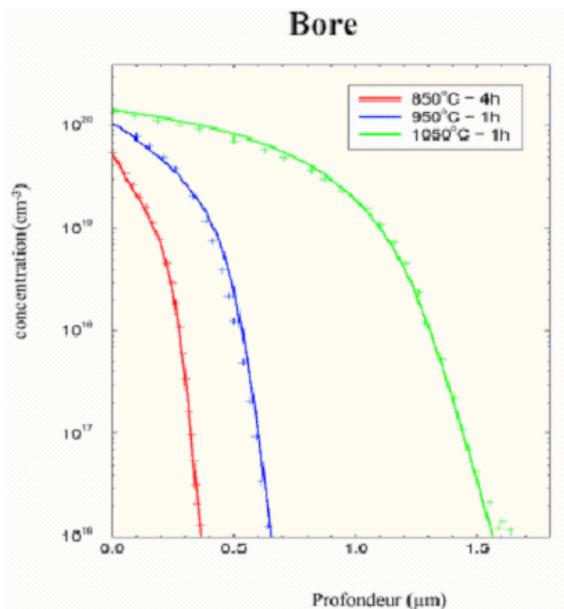


Figure 4: Diffusion, à l'équilibre, du bore dans le silicium [Orr88] [Mat74]

On voit que la diffusion du bore dépend très fortement de la température et du temps de recuit. Et, comme le bore est plus léger, il diffuse plus vite.

II.6. Simulation de l'implantation et de la diffusion du bore et du phosphore :

II.6.1. La simulation de l'implantation dans nos thermomètres :

La structure que nous avons simulée est représentée sur la figure 5-a, cette structure est composée de 6105 points de maille. La taille de la maille est de $0,03 \mu\text{m}$. La figure 5-b représente la structure thermométrique sur SOI après son implantation et diffusion.

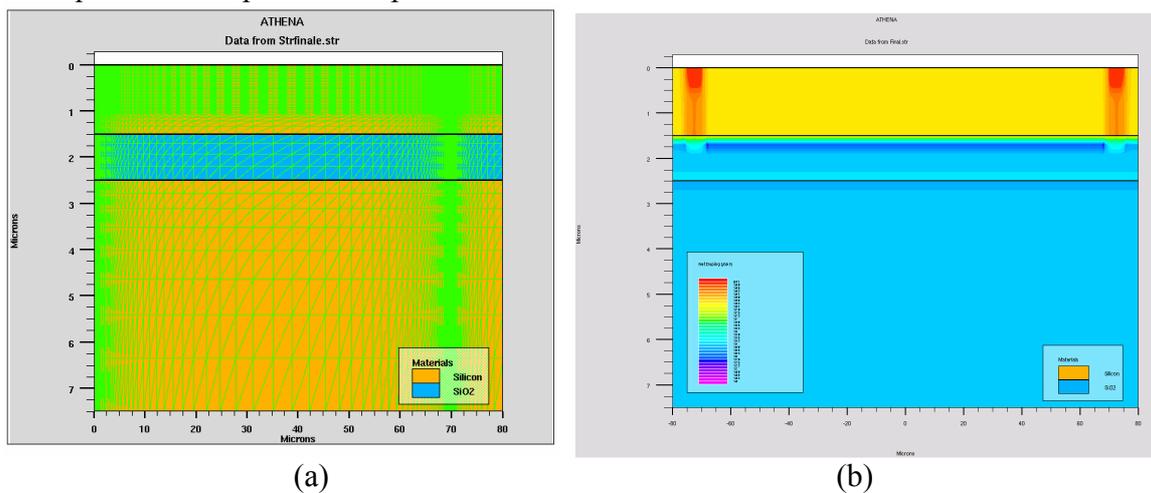


Figure 5: Disposition en 2D des mailles (a) et de la zone thermométrique et des contacts N+(b). L'axe des abscisses est parallèle au plan du soi et de l'axe du thermomètre, l'axe des ordonnées correspond à la profondeur à partir de la surface du SOI.

Nous avons choisi d'affiner ce maillage au niveau de l'interface et des contacts N+ afin d'avoir une bonne précision sur les profils que nous allons avoir.

Nous partons d'une structure thermométrique centrale carré de $160 \mu\text{m} \times 160 \mu\text{m}$ que nous allons mailler et diviser en deux demi structures symétriques (nous maillerons à partir d'un des contacts ohmiques jusqu'au centre du thermomètre). Cette demi structure a les caractéristiques suivantes :

La longueur du canal entre les deux contacts dégénérés N+ est de $140 \mu\text{m}$.

La zone dégénérée est un rectangle de $5 \mu\text{m} \times 90 \mu\text{m}$.

L'ouverture du contact N+ est un carré de $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$.

La largeur de la zone thermométrique est de $90 \mu\text{m}$.

Les espaces laissés pour les hybridations indium sont de $35 \mu\text{m}$ de chaque côté.

L'exemple que nous avons pris est une structure avec une compensation en bore de 20% ($K=N_a/N_d=20\%$) et un dopage en phosphore $N_d = 3,5 \cdot 10^{18} \text{cm}^{-3}$.

Pour étudier les profils de dopage et de diffusion dans la couche superficielle du simple SOI, de $1,5 \mu\text{m}$, nous avons simulé deux façons de procéder. La première façon consiste à doper la zone thermométrique et à diffuser les dopants tout de suite après. On dope, enfin, les contacts N+ et on diffuse le dopant.

La deuxième technique consiste à doper les zones thermométriques et les contacts N+ et diffuser l'ensemble après, tout en assurant une activation thermique des contacts N+.

II.6.2. Les différents paramètres utilisés :

L'énergie de l'implanteur utilisée pour le phosphore est de 500 keV et de 300 keV pour le bore. Les doses utilisées sont représentées dans le tableau IV-1 qui suit.

Lot M434P			Lot M720P		
N plaque	Energie (KeV)	Energie(KeV)	N plaque	Energie (KeV)	Energie(KeV)
	500KeV	300KeV		500KeV	300KeV
	dose P(cm-2)	dose B (cm-2)		dose P(cm-2)	dose B (cm-2)
1	5,30E+14	6,30E+13	1	5,30E+14	6,30E+13
2	5,00E+14	6,30E+13	2	5,30E+14	6,30E+13
3	4,70E+14	6,30E+13	3	4,70E+14	6,30E+13
4	4,50E+14	6,30E+13	4	4,70E+14	6,30E+13
5	4,20E+14	6,30E+13	5	4,20E+14	6,30E+13
6	4,00E+14	6,30E+13	6	4,20E+14	6,30E+13
7	3,80E+14	6,30E+13	7	5,00E+14	1,10E+14
8	5,00E+14	1,00E+14	8	5,00E+14	1,10E+14
9	5,00E+14	1,10E+14	9	5,00E+14	1,20E+14
10	5,00E+14	1,20E+14	10	5,00E+14	1,20E+14
11	5,00E+14	1,30E+14			
12	5,00E+14	1,40E+14			
13	5,00E+14	1,90E+14			

Tableau IV-1 : Implantation au niveau de la zone thermométrique des lots M434P et M720P

Le nombre de plaques à traiter dans un premier temps était de 13 plaques pour le lot M434P avec des splits en dose implantée et dans un deuxième temps le lot M720P composé de 10 plaques doublées en implantations.

II.6.3. Résultats de la simulation Athéna :

Le procédé technologique a été simulé en utilisant les outils SILVACO. Cela nous a permis d'étudier les niveaux de concentration et les profils des dopants phosphore et bore dans la structure SOI, qui fait 1,5 μm d'épaisseur, fournie par SOITEC⁵³ (voir la figure 6).

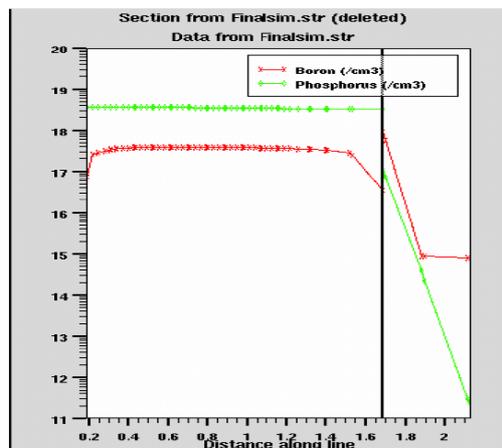


Figure 6: Simulation du profil de dopage (concentration Vs la profondeur)

La simulation technologique a été réalisée sur la plaque PO1 avec les caractéristiques suivantes :

- Le phosphore a été implanté à 500 keV pour une dose de $5,3 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$.
- Le bore a été implanté à 300 keV pour une dose de $0,6 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$.

Remarque : toutes les implantations sont faites à travers une fine couche d'oxyde de pré implantation de $0,025 \mu\text{m}$.

Dans la zone thermométrique, nous avons fait plusieurs splits d'implantations (une implantation/plaque) afin d'atteindre une résistance de 1 à $10 \text{ M}\Omega$ à 50 mK. La résistance à basse température est, en effet, très sensible aux dopages et l'implanteur n'est précis qu'à quelque % en dose. Notons que les différentes valeurs de $R_{\text{carré}}$ par simulation ATHENA, sont présentées dans l'annexe IV.3.

Le recuit des zones thermométriques a été fait à $1100 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 8h30 afin d'avoir un profil uniforme des dopants P et B pour éviter des fluctuations importantes de résistance à basse température. Ces fluctuations impliqueraient un canal de conduction rétréci et un excès de bruit. Notons aussi que ce recuit à haute température sert à réparer les dommages produits par l'implantation ionique [Rob01]. Un autre intérêt du recuit est la réduction après recristallisation des capacités calorifiques des régions thermométriques, rendues amorphes par l'implantation [Nav97].

II.6.4. Résultats des mesures SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry) :

Les mesures SIMS ont été faites sur la plaque PO1 ($\text{dose}_P = 5,30 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$, $\text{dose}_B = 6,30 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2}$). Le coefficient de compensation en bore K (N_a/N_d) est égal à 11,8 %. Nous avons repris les paramètres de diffusion issus de la simulation à savoir 8h30 sous N_2 , les mesures SIMS sont présentées dans la figure 7.

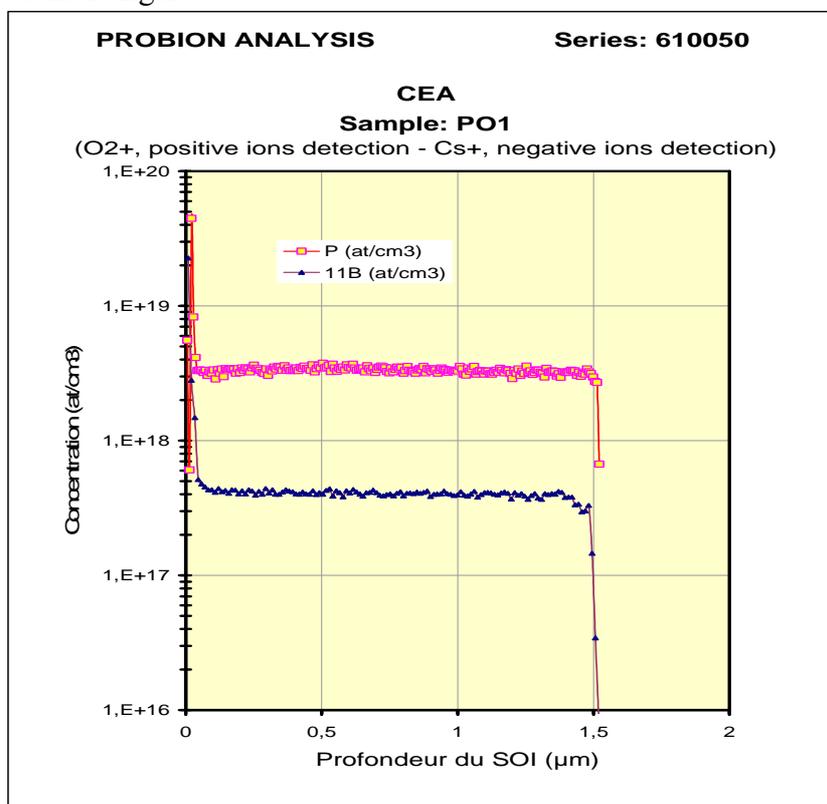


Figure 7: Présentation des mesures SIMS pour le Bore et le Phosphore

Le résultat de cette mesure valide les simulations que nous avons faites sur ATHENA. Le profil des dopants est bien uniforme sur toute la profondeur du SOI à l'exception des interfaces, où nous avons un déficit en bore et une augmentation du phosphore sur quelques nanomètres, la solution pour éliminer ça est la croissance d'un oxyde thermique SiO₂, qui va consommer une dizaine de nanomètres de silicium.

Pour les contacts N+, nous avons fait le choix de faire deux implantations ioniques au niveau de la zone des contacts, afin d'atteindre une concentration de 10²⁰ cm⁻³ à l'interface Métal (Ti)-Semi-conducteur Si (N+), le tableau.IV-2 présente le dopage en P dans les contacts N+.

Energie (keV)	Dose (× 10 ¹⁵ at cm ⁻²)	Dopants
180	3.0	P
120	4.0	P

Tableau.IV-2: Implantation au niveau des contacts N+

Les dopants P et B ont été diffusés sous N₂ à 1100 °C (prog : REC1100N₂). Ensuite, le recuit pour l'activation du phosphore dans le contact N+ a été réalisé sous azote à 950 °C pendant 160 min.

La figure 7, montre les profils mesurés pour le phosphore et pour le bore dans la zone thermométrique. On voit qu'on obtient bien un profil «plat»⁵⁴ pour le phosphore et le bore sur 1,5 µm de profondeur. On remarque aussi qu'on a un déficit en bore aux interfaces Si/SiO₂ du SOI (un phénomène de pompage du bore).

II.6.5. Comparaison entre simulation et mesures:

L'étude a commencé par une simulation des procédés de dopage et de diffusion dans le silicium. Les simulations ont été validées par des mesures SIMS qui ont été sous-traitées chez PROBION Analysis⁵⁵. Cette étude était nécessaire pour concevoir des thermomètres silicium à basse impédance et à basse température 50 - 100 mK.

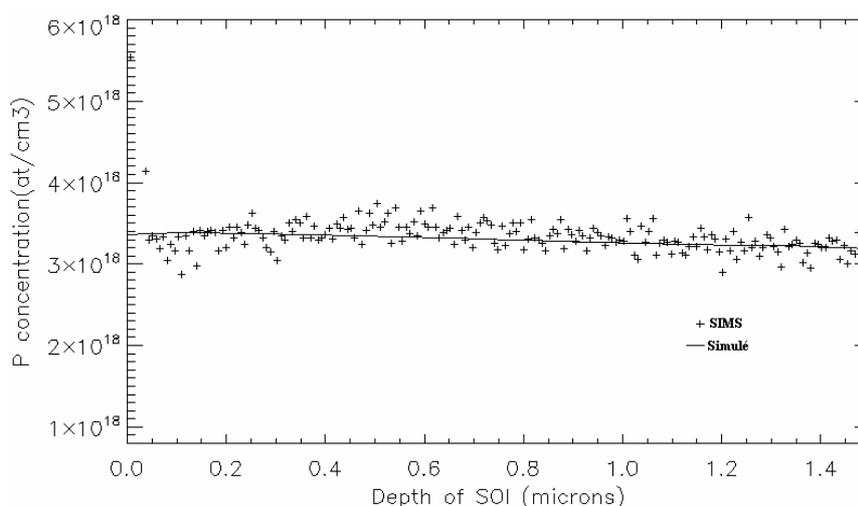


Figure 8: Comparaison entre la simulation et la mesure du profil de dopage en phosphore

⁵⁴Il est nécessaire, dans notre étude d'avoir un profil uniforme (plat) pour le P et le B, afin d'avoir un large canal de conduction et pour éviter les fluctuations de résistance en fonctionnement à basse température.

⁵⁵www.probionanalysis.fr

En superposant les résultats de la simulation du profil de dopage pour le phosphore à la mesure SIMS, nous constatons qu'il y a une bonne concordance entre les deux (voir la figure 8). Nous pouvons, donc, garder les paramètres ainsi déterminés, notamment l'énergie de l'implantation et la durée de diffusion de ces dopants (P, B) dans la zone thermométrique, pour la suite du processus technologique.

II.6.6. Caractérisation de la plaque PO1 :

On voit sur la figure 9 la courbe donnant le profil de la compensation K en fonction de la profondeur du SOI. La moyenne des valeurs du coefficient K est autour de 12 %, pour un dopage en donneurs $N_d = 3,37.10^{18} \text{cm}^{-3}$. Ce qu'il est important de constater, c'est les fluctuations de ce profil autour de la moyenne, car à 50 mk nous sommes très sensibles aux moindres variations du coefficient K et de l'impédance électrique qui en résulte.

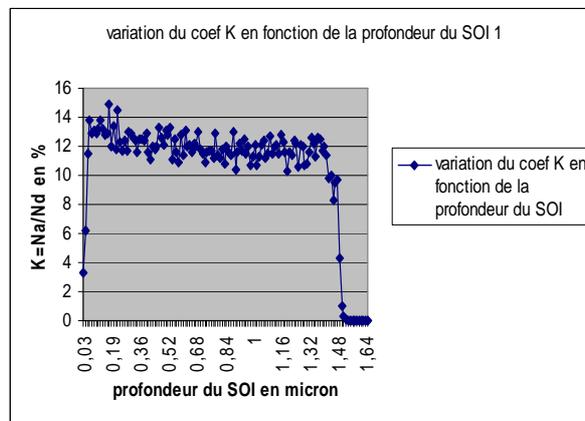


Figure 9: Variation du Coefficient K

Pour calculer la valeur du $\sqrt{T_0}$, nous avons utilisé dans un premier temps la formule donnée par C.Buzzi [Buz99]. La formule est la suivante (IV-4) :

$$\sqrt{T_0} = (28,49 - 5,79K) + N_d(-7,91.10^{-18} + 4,64.10^{-18} K) \quad \text{(IV-4)}$$

La représentation du coefficient racine de T_0 ($\text{sqrt}T_0$) (figure 10) montre que ce coefficient diminue dans l'intervalle [0,48 – 1,22] micron. Ce qui confirme aussi la diminution de la résistance électrique R sur ce même intervalle [0,48 – 1,22] μm .

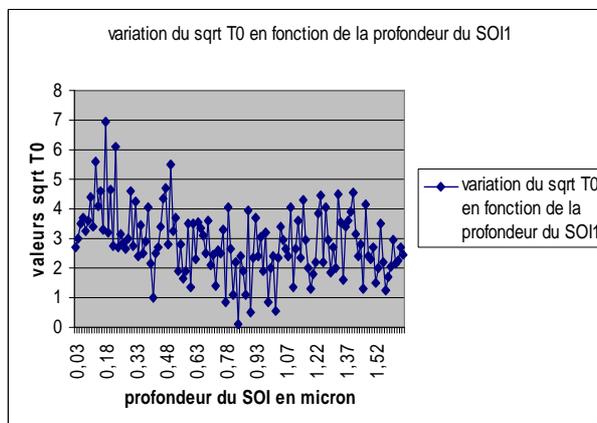


Figure 10: Variation de $\text{sqrt}T_0$

La résistivité rho de notre compensation dans le thermomètre suit aussi un profil plat ce qui est très intéressant et sa valeur est contrôlée par les niveaux de dopage N_d et le coefficient K (figure 11).

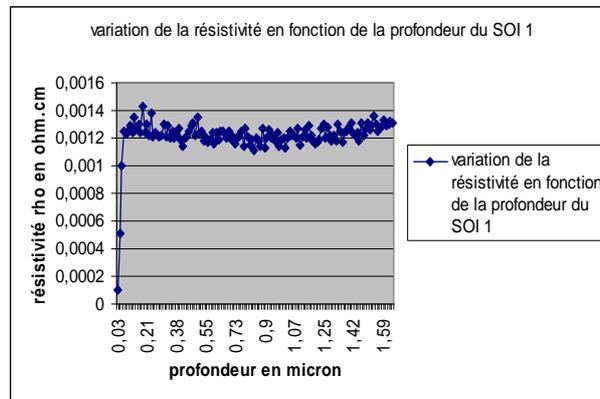


Figure 11: Variation de rho

Sa formule est donnée par :
$$\rho = \frac{1}{q \times N_d (M_n + K \times M_p)}$$

Avec $q = 1.6.10^{-19}$ C, M_n : Mobilité des e^- (en $cm^2v^{-1}s^{-1}$) dans le silicium, M_p : Mobilité des trous (en $cm^2v^{-1}s^{-1}$), N_d : Nombre de donneur en cm^{-3} , K : coefficient de compensation⁵⁶.

II.6.7. Résistance de contact :

Un contact ohmique est défini comme un contact métal-semiconducteur, dans le silicium, il est formé par la mise en contact d'un métal (avec un faible travail de sortie) avec un silicium dégénéré (dans un silicium de type n, le niveau de fermi est très proche de la bande de conduction). Pour éviter l'effet Schottky⁵⁷, nous avons utilisé pour la reprise des contacts dans les vias du Ti: 40 nm et du TiN: 60 nm (barrière de diffusion entre l'AlCu et le Ti) suivi d'un recuit à 720 °C sous azote pendant 20 secondes pour former le composé $TiSi_2$ (formé à partir de 650 °C) à l'interface métal-semiconducteur. Nous n'avons pas observé un effet de diode sur nos contacts. La hauteur de cette barrière métal-semiconducteur dans notre cas est de 0,6 V [Sze06]. Par-dessus, nous rajoutons un dépôt d'AlCu de 650 nm pour les pistes électriques. La concentration en phosphore dans la zone dégénérée N+ est de $10^{20} cm^{-3}$. La concentration en phosphore dans le contact thermométrique a été simulée sur ATHENA-SILVACO (voir la figure 12).

⁵⁶ $K = N_a/N_d$ avec N_a : le nombre d'accepteurs, N_d : le nombre de donneurs, en cm^{-3} .

⁵⁷ La polarisation des thermomètres Si à basse température est très faible (de l'ordre du millivolt), du coup il est utile d'avoir une courbe I(V) linéaire afin d'éviter l'effet diode.

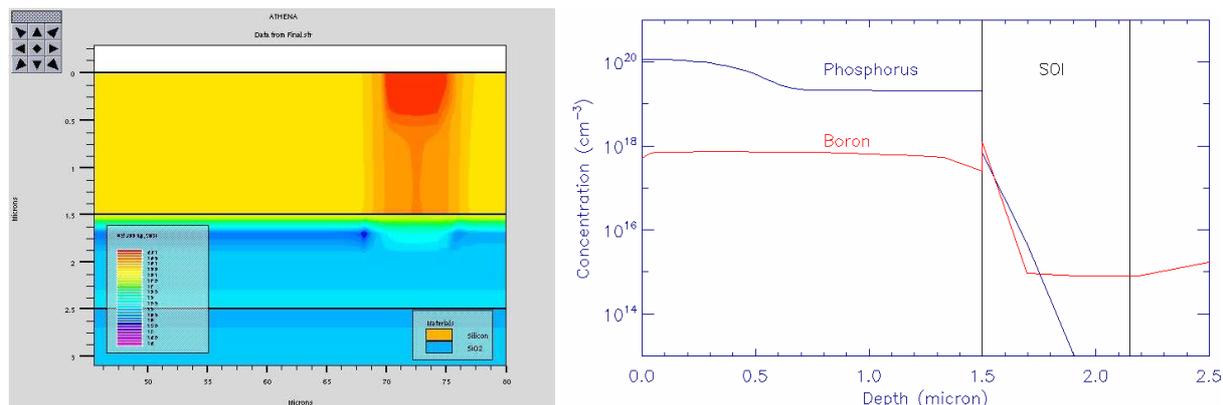


Figure 12: Simulation de la concentration en P dans le contact N+

Les contacts sont formés par deux implantations ioniques en P localisées dans des vias de $5\mu\text{m} \times 5\mu\text{m}$ sur la profondeur du SOI ($1,5\ \mu\text{m}$), la première avec une énergie de 180 keV suivie d'une recuit à $1100\ \text{°C}$ pendant 8h30, la deuxième à 120 keV suivie d'une activation à $950\ \text{°C}$ pendant 160 min, le tout sous azote (N_2). Le but de ces deux implantations est d'atteindre une concentration de $10^{20}\ \text{cm}^{-3}$ à l'interface avec le titane pour former un bon contact ohmique et rester métallique à très basse température (voir annexe IV.1).

Nous avons mesuré la résistance de contact sur nos thermomètres. Le motif choisi pour le test est le suivant (voir la figure 13).

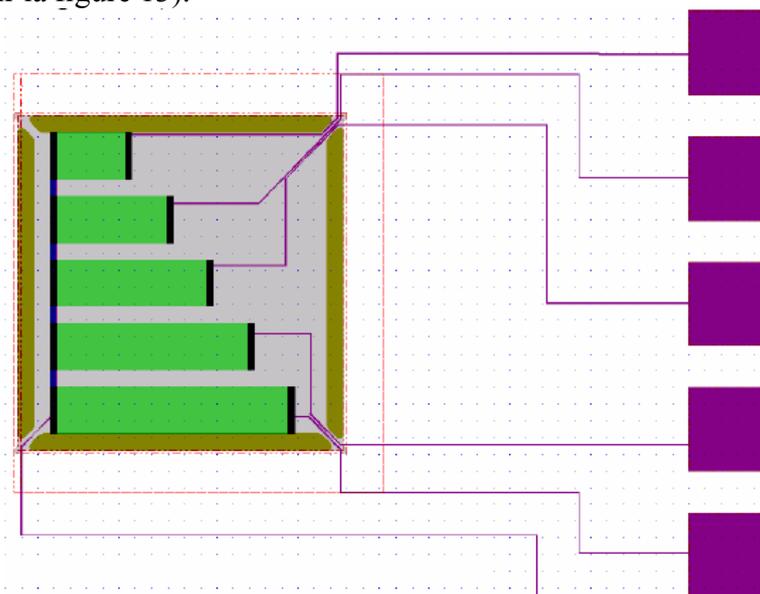


Figure 13: CAO du motif de test de la résistance d'accès

Le motif CAO est composé de 5 thermomètres qui ont la même largeur $W = 56\ \mu\text{m}$ et respectivement suivant le schéma les longueurs L de : $290\ \mu\text{m}$, $240\ \mu\text{m}$, $190\ \mu\text{m}$, $140\ \mu\text{m}$, $90\ \mu\text{m}$. Chaque thermomètre est constitué de deux reprises de contact contenant un via chacun. La résistance totale du thermomètre est donc la somme de deux résistances de vias et de la résistance canal.

La formule (IV-5) pour calculer la résistance de contact R_{contact} est donnée par la référence [Sze06] :

$$R_{\text{contact}} \equiv \left(\frac{\partial J}{\partial V} \right)_{V=0}^{-1} \dots\dots\dots \text{(IV-5)}$$

J : la densité du courant (en A.cm^{-2}).

V : polarisation (en Volt).

La résistance du contact R_{contact} est inversement proportionnelle à la dérivée de la densité du courant à polarisation nulle.

Dans notre cas, nous avons choisi de déterminer cette résistance (R_{contact}) graphiquement et en nous basant sur la formule donnant la résistance, dans le cas général, en fonction de la géométrie des motifs :

$$R = \rho \frac{L}{w.e} \quad (\text{en } \Omega) \quad \text{(IV-6)}$$

ρ : La résistivité (en $\Omega.\text{cm}$).

L : Longueur du motif.

w : Largeur du motif.

e : Epaisseur du motif.

$$R_T = 2.R_{\text{contact}} + R_{\text{canal}} \quad \text{(IV-7)}$$

R_T : Résistance équivalente du thermomètre test.

De la formule (IV-6) et (IV-7) nous avons :

$$R_T = 2.R_{\text{contact}} + \rho_{\text{canal}} \frac{L}{w.e} \quad \text{(IV-8)}$$

Pour déterminer la résistance de contact R_{contact} , nous traçons R_T en fonction des différentes longueurs de thermomètres du motif test décrit précédemment.

De la formule (IV-8), nous faisant tendre L vers 0, pour avoir un : $R_T = 2.R_{\text{contact}}$.

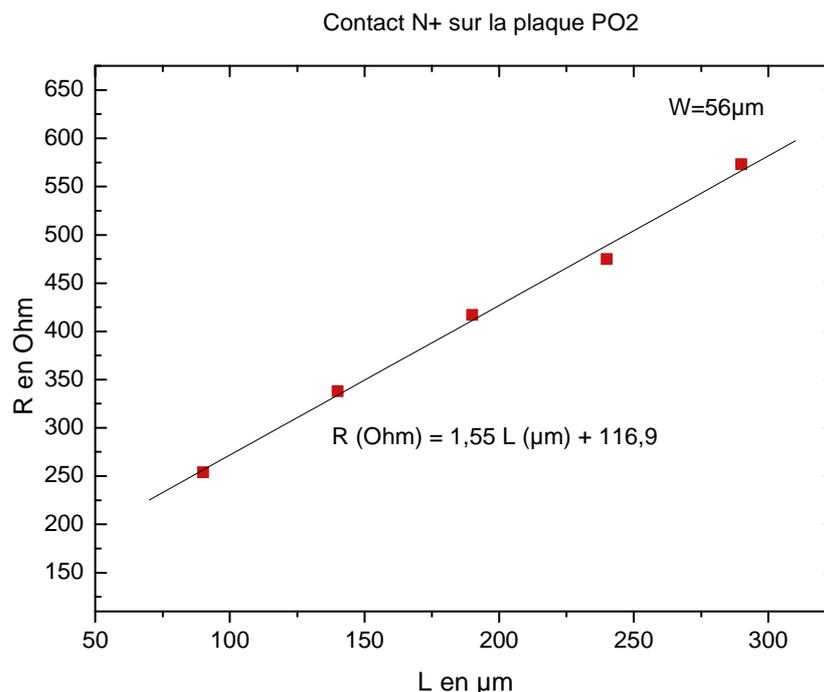


Figure 14: Mesure de la résistance de contact de nos thermomètres à température ambiante

L'extraction du paramètre de la résistance de contact (R_{contact}) sur nos thermomètres de la courbe représentée à la figure 14, donne une résistance de contact d'un via $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ de $R_{\text{contact}} = 58,45 \Omega$ à température ambiante.

N.B : Nous avons aussi réalisé dans le cadre de notre étude sur la thermométrie en silicium implanté et diffusé des simulations électriques ATLAS (voir annexe IV.2).

III. Modèles thermiques utilisés pour la conception du microcalorimètre X :

L'étude des contributions à la capacité calorifique est très importante dans notre cas afin de prédire les performances de notre microcalorimètre. Et sa mesure donne des informations très intéressantes sur les propriétés physiques intrinsèques des matériaux qui entrent dans la composition du détecteur. Notons que le comportement de la capacité calorifique avec la température est différent d'un matériau à un autre. Dans ce qui suit, nous allons citer les principales expressions théoriques permettant de calculer la capacité calorifique.

III.1. Modèles de capacité calorifique :

Nous avons vu dans le chapitre 1 que l'élévation de la température, après la détection d'un rayonnement X d'énergie E , du microcalorimètre est donnée par :

$\Delta T = \frac{E}{C}$ avec C : la capacité calorifique totale du microcalorimètre. Cette capacité calorifique est sous la forme $C = C_v \cdot V$, avec C_v : la chaleur spécifique du matériau utilisé et V : le volume total du bolomètre. On comprend bien que pour augmenter l'élévation en température du microcalorimètre, il faut minimiser sa capacité calorifique. Cette minimisation peut être faite par la diminution du volume total du microcalorimètre, d'où l'appellation microcalorimètre.

La deuxième façon qui permet de diminuer la capacité calorifique est le choix des matériaux qui composent le microcalorimètre. Dans ce qui suit nous allons présenter la capacité calorifique des différents types de matériau.

A très basse température la capacité calorifique d'un matériau est donnée par la formule suivante :

$$C = C_{\text{électronique}} + C_{\text{phonon}} = \gamma T + \frac{A}{\Theta_D^3} \cdot T^3 \quad \text{en J/K.cm}^3$$

La contribution électronique à la capacité calorifique est donnée par : $C_{\text{électronique}} = \gamma T$

Avec γ un coefficient directement lié à la densité d'états électronique au niveau de fermi $N(E_F)$.

La contribution des phonons est donnée par : $C_{\text{phonon}} = \frac{A}{\Theta_D^3} \cdot T^3$

avec A : constante égale à 1944 j/mole.K.

Θ_D : est la température de Debye, cette température est d'autant plus grande que le réseau cristallin est rigide.

Pour diminuer C_{phonon} , il est nécessaire de choisir des matériaux durs (rigides).

En ce qui concerne les supraconducteurs, la capacité calorifique est donnée par :

$$C = 8,5 \cdot \gamma \cdot T_c \cdot \exp\left(-1,44 \frac{T_c}{T}\right) + \frac{A}{\Theta^3} \cdot T^3$$

Où γ est la contribution des électrons et T_c est la température de transition du supraconducteur. Le premier terme de cette expression est la capacité calorifique électronique, le deuxième terme est la capacité calorifique des phonons.

Si on se place à $T = T_c - \varepsilon$, on se place donc en dessous de la température de transition supraconductrice, la capacité calorifique électronique s'écrit alors :

$$C = 8,5 \cdot \gamma \cdot T \cdot \exp(-1.44)$$

$$C = 2 \cdot \gamma \cdot T$$

Comme à ces températures, la capacité cristalline devient négligeable par rapport à la capacité électronique, on voit que la capacité du supraconducteur juste en dessous de sa transition double par rapport à l'état métallique. Il faut donc descendre nettement en dessous de T_c pour que le terme exponentiel anéantisse la contribution électronique. A $T_c/10$, on est tranquille : $e^{-1.44 \times 10} = 6.10^{-7}$. Bien sûr, le calcul doit être fait dans chaque cas d'espèce, car on n'est pas obligé de descendre à $T_c/10$, dans tous les cas, pour bénéficier de cet effet. On comprend bien que pour avoir une élévation en température significative, il est nécessaire de minimiser la capacité calorifique totale du microcalorimètre en travaillant à très basse température.

Notons que la valeur de la capacité calorifique C peut être déduite dans notre cas, (après la mesure de la résistance thermique R_{th}) de l'expression donnant le temps de relaxation τ ⁵⁸

$$\text{défini par : } \tau = R_{th} \cdot C \Rightarrow C = \frac{\tau}{R_{th}}$$

Nous allons présenter les mesures du R_{th} des poutres en Si et de la capacité calorifique C du thermomètre à la fin de ce chapitre.

III.1.1. Loi des capacités calorifiques des matériaux utilisés dans le microcalorimètre X.

Les principaux matériaux utilisés dans notre pixel microcalorimètre et qui dominent en terme de capacité calorifique par leur volume sont le silicium dopé qui forme les zones thermométriques et le tantale qui forme l'absorbeur des X. Les capacités calorifiques correspondant à ces deux éléments du microcalorimètre sont présentées dans le tableau IV-3.

Matériau	Volume en μm^3	C en J/K	référence
Tantale	500 x 500 x 25	$8,06 \cdot 10^{-14}$	[Pig05] ⁵⁹
Si ⁶⁰ : P, B	360 x 360 x 1,5	$2,33 \cdot 10^{-13}$	[Mcc02] ⁵

Tableau IV-3: Les deux principales capacités calorifiques de notre microcalorimètre à 100mK

Notons que pour le silicium nous avons pris le cas extrême publié par McCammon⁶¹, dans une étude récente sur Si : P, B réalisé par implantation ionique, avec un dopage $N_d = 6 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ et une compensation $K = 50 \%$. L'expression de la capacité calorifique pour le silicium est donnée par :

$$C_{Si} = 1,20 \cdot 10^{-5} T + 6 \cdot 10^{-7} T^3 \quad (\text{J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{cm}^{-3}).$$

L'étude de McCammon porte sur les matrices de l'instrument XRS de la NASA. Les connexions électriques des thermomètres de l'instrument XRS2 de la NASA, sont réalisées grâce à une implantation dégénérée sur deux des quatre poutres de silicium isolant le pixel de la source froide. En ce qui nous concerne, le silicium N+ est limité aux contacts ohmiques de faible volume. D'autre part, le dopage N_d utilisé pour la réalisation des structures thermométriques de XRS est plus élevé que dans notre cas ($N_d = 3,37 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$). Nous nous attendons donc à ce que la capacité calorifique de notre pixel senseur soit moins élevée que celle de XRS2.

⁵⁸ La valeur de τ que nous visons sur nos microcalorimètres pour la détection X est comprise entre 1 et 10 ms à température comprise entre 50 et 100 mK. Il est essentiellement déterminé par la capacité calorifique totale (absorbeur+thermomètre) et la résistance thermique R_{th} des poutres d'isolation en silicium.

⁵⁹ Valeur calculée par C.pigot, « rapport interne CEA », 2005.

⁶⁰ Nous avons choisi de mentionner le volume d'un thermomètre dit standard dans notre cas et qui forme la matrice 8 x 8 pixels.

⁶¹ D. McCammon et al, ApJ 576 (2002) p188-203.

III.2. Modèles de résistance thermique :

III.2.1. Cas des isolants – modèle de casimir :

Dans le cas d'une structure d'un isolant parallélépipédique de longueur L, de section A, et de périmètre P (périmètre de cette même section), la référence [Dow84] donne l'expression (IV-9) pour la résistance thermique d'une poutre en silicium non dopée, dont l'une des dimensions est comparable ou inférieure à la longueur d'onde phonique à suffisamment basse température.

$$R_{th} = \frac{1}{G_{th}} = \frac{1}{5 \cdot 10^{-9}} T^{-3} \frac{P \cdot L}{A^2} \quad \text{en K/W (IV-9)}$$

Avec T, la température.

L, A, P, sont respectivement la longueur, la surface et le périmètre de la poutre d'isolation en silicium.

Cette résistance de casimir conditionne avec la capacité calorifique la constante de temps de notre microcalorimètre. L'objectif est de la valider pour nos poutres en silicium à basse température, sachant que cette loi n'a pas été validée sur les pixels de l'instrument XRS, avec l'apparition dans la conductivité thermique d'un terme en T à basse température (50 et 100 mK) [Kil99].

Nous avons calculé théoriquement la valeur de la résistance R_{th} de nos différentes variantes de poutres en silicium en utilisant la loi de casimir citée ci-dessus, afin de comparer ces valeurs théoriques aux mesures à basse température (voir le tableau IV-4).

Motif de poutre	L (en μm)	W (en μm)	e (en μm)	R_{poutre} (en K/W)	$R_{4\text{poutres}}$ (K/W)
1	12	5	1,5	$5,54 \cdot 10^{11}$	$1,39 \cdot 10^{11}$
2 ⁶²	20	2,5	1,5	$2,27 \cdot 10^{12}$	$5,68 \cdot 10^{11}$
3	20	5	1,5	$9,24 \cdot 10^{11}$	$2,31 \cdot 10^{11}$
4	23	5	1,5	$1,06 \cdot 10^{12}$	$2,65 \cdot 10^{11}$
5	20	10	1,5	$4,08 \cdot 10^{11}$	$1,02 \cdot 10^{11}$
6	77	5	1,5	$3,55 \cdot 10^{12}$	$8,88 \cdot 10^{11}$
7	200	5	1,5	$9,24 \cdot 10^{12}$	$2,31 \cdot 10^{12}$
8	283	5	1,5	$1,30 \cdot 10^{13}$	$3,25 \cdot 10^{12}$
9	569	5	1,5	$2,63 \cdot 10^{13}$	$6,58 \cdot 10^{12}$

Tableau IV-4: Valeurs théoriques de nos différentes variantes de poutres à 100 mK

Notons que le motif nominal qui compose notre matrice 8 x 8 pixels est le motif 4. Les pistes sont déposées sur les poutres de silicium, leurs dimensions sont petites par rapport aux poutres (Longueur entre 20 et 600 μm , largeur égale à 1,3 et une épaisseur égale à 750 nm). D'autre part elles sont supraconductrices et de capacité calorifique faible.

⁶² Ce motif sur nos matrices de test contient 8 poutres, la valeur théorique calculée de R_{th} ($R_{8\text{poutres}}$ en K/W) dans ce cas est de $2,84 \cdot 10^{11}$ K/W.

Enfin, compte tenu du procédé de dépôt employé pour les réaliser, on peut raisonnablement supposer qu'elles ne sont pas monocristalline comme le silicium ; il n'y a pas de transport balistique des phonons, qui seront diffusés aux joints de grains. Pour toutes ces raisons, nous pensons que la conductance de ces pistes est négligeable devant celle des poutres silicium.

N.B : Nous avons présenté les valeurs de la résistance thermique (Casimir) des poutres en silicium à 50 mK dans l'annexe IV.4.

III.2.2. Cas des métaux :

La référence [Buz99] a exprimée la conductivité électrique dans les métaux à basse température par la loi de Wiedemann-Franz qui donne la formule suivante :

$$k_{th} = \sigma \cdot L_c \cdot T$$

Où σ est la conductivité électrique du métal et L_c la constante de Lorentz ($L_c = 25 \text{ nW} \cdot \Omega / \text{K}^2$).

III.2.3. Résistance thermique de Kapitza :

La résistance thermique Kapitza est introduite pour expliquer les phénomènes liés au passage de la chaleur à l'interface entre deux milieux différents. Cette résistance intervient dans notre cas, entre l'absorbeur en tantale et le thermomètre en silicium dans le lien formé par la bille d'indium et les UBM.

L'expression de la résistance de Kapitza à l'interface entre deux solides est donnée par la relation suivante : $R_{\text{kapitza}} = \alpha \cdot T^{-3}$. (Avec α une constante).

La résistance thermique R_{th} sera égale à : $R_{th} = R_{\text{kapitza}} / A$.

Où A est la surface de l'interface.

IV. Mesure des caractéristiques du lien thermique entre l'absorbeur et le thermomètre:

La technologie standard de l'hybridation par billes d'indium des circuits microélectroniques a été développée pour assurer un lien électro-mécanique⁶³ entre les parties assemblées. A partir de cette technologie, nous avons adapté les différentes briques afin de les intégrer à nos matrices de détection X. Cette étude d'une nouvelle technologie prend en compte nos exigences en terme de paramètres de fonctionnement tels que la résistance thermique du lien entre l'absorbeur et le thermomètre et aussi sa capacité calorifique à basse température. L'objectif de cette étude est d'adapter les différents paramètres du lien thermomécanique afin d'atteindre un temps de montée τ ⁶⁴ entre l'absorbeur et le thermomètre de l'ordre de 100 μs . Ce temps doit être plus grand que celui de la thermalisation des phonons dans l'absorbeur. L'optimisation du lien thermique, passe par le choix des matériaux à utiliser et aussi leurs épaisseurs. Afin d'avoir des valeurs de ΔT mesurables lors de la détection d'un photon X, nous devons réduire la capacité calorifique du système, donc celle du lien thermomécanique. Cette réduction de la capacité calorifique impose l'utilisation de matériaux supraconducteurs et/ou isolants en place de métaux résistifs et aussi de réduire leurs volumes. L'étude technologique du choix des matériaux ainsi que les différents tests de fiabilité sont présentés dans le chapitre 3 de ce rapport de thèse.

⁶³ Un lien électro-mécanique est composé par deux UBMs en contact électrique avec des pistes sous jacentes et une bille d'indium.

⁶⁴ Le temps de montée τ ici est déterminé par la capacité calorifique de l'absorbeur et de la résistance thermique du lien par bille d'Indium, à ne pas le confondre avec le temps de relaxation cité précédemment.

IV.1. Les prototypes mesurés :

L'étude que nous avons menée a consisté à tester à basse température, typiquement dans la fourchette (50 - 100) mK, la résistance thermique R_{th} de deux liens différents (figure 15). Nous appellerons le premier lien « tricouche » (technologie standard au Leti) et le deuxième « bicouche » (technologie, que nous avons adapté à nos détecteurs). Cette mesure a été faite au Service d'astrophysique du CEA à Saclay⁶⁵ sur deux prototypes Si/Si (4,9 mm x 4,9 mm) de 9506 liens thermiques (98 x 97).

Les UBM ont une forme cylindrique avec un diamètre de 22 μm .

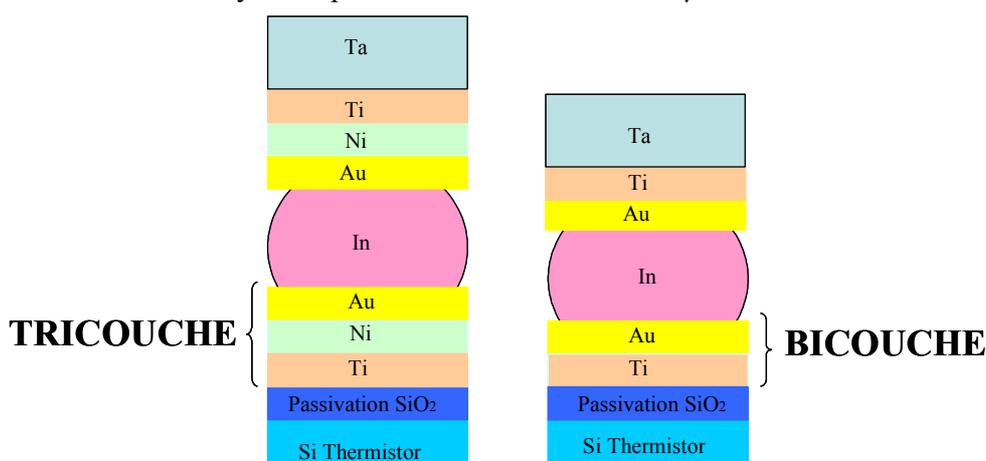


Figure 15: Schéma montrant la différence entre un UBM tricouche et bicouche

Le “Tricouche” est un UBM classique (standard) composé de 3 couches Ti/Ni/Au, avec respectivement les épaisseurs suivantes 200/250/200 nm. Le “Bicouche” est composé de 2 couches Ti/Au, avec, respectivement les épaisseurs suivantes 50/150 nm. Le choix du bicouche présente l'intérêt, dans le fonctionnement de nos détecteurs, de diminuer la capacité calorifique totale du système à basse température par le retrait du Ni.

Un deuxième point que nous avons étudié, c'est l'épaisseur du bicouche Ti/Au : Son épaisseur a été choisie pour éviter la diffusion du Ti dans l'Au. Par contre, c'est l'adhésion de la bille d'indium qui forme le lien thermique qui est mise en cause, car une épaisseur très fine d'Au par rapport au Ti semble diminuer l'adhérence de l'indium. Une importante quantité d'Au dans le bicouche augmente, bien sûr, sa capacité calorifique à basse température.

⁶⁵ Mesures réalisées par v.szeflinski au CEA/DAPNIA/SAP.

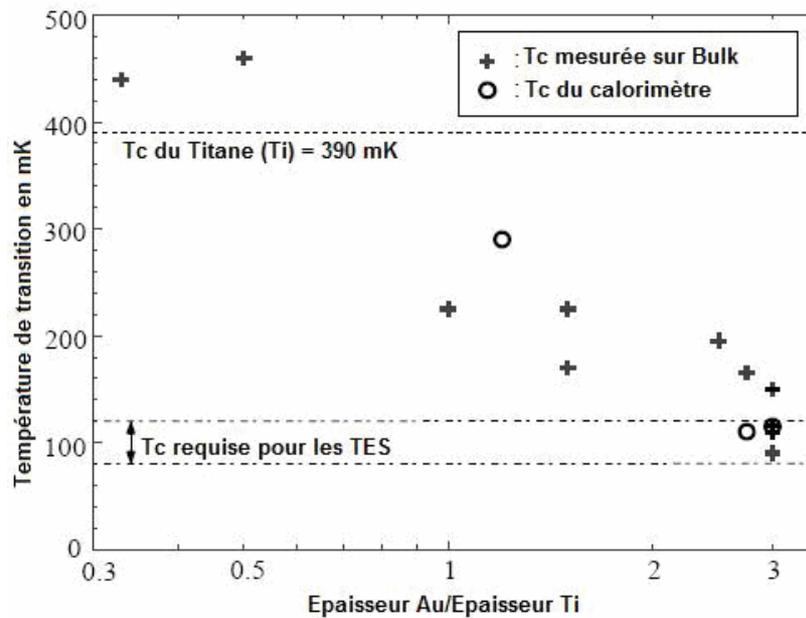


Figure 16: Mesure de la transition d'un TES Ti/Au [Fuj02]

Nous sommes obligé de prendre au moins un rapport 3 en épaisseur Au/Ti pour obtenir l'adhérence de l'indium sur l'UBM, ce qui nous amènerait à une transition de l'UBM autour de 100 mK (voir la figure 16). Après hybridation une bonne partie de l'or est consommée dans l'indium et la transition de l'UBM remonte à quelques centaines de mK.

IV.2. Principe de la mesure :

La mesure a été réalisée dans un cryostat à dilution, les puissances injectées via une résistance cryogénique de 10 kΩ sont de l'ordre de quelques nW (<10 nW), la mesure de la différence de température est assurée par deux thermomètres, en Germanium dopé par transmutation par neutron, NTD_{Ge1} (T) et NTD_{Ge2} (T₀). Cette mesure nous permettra d'estimer l'impédance thermique en régime statique.

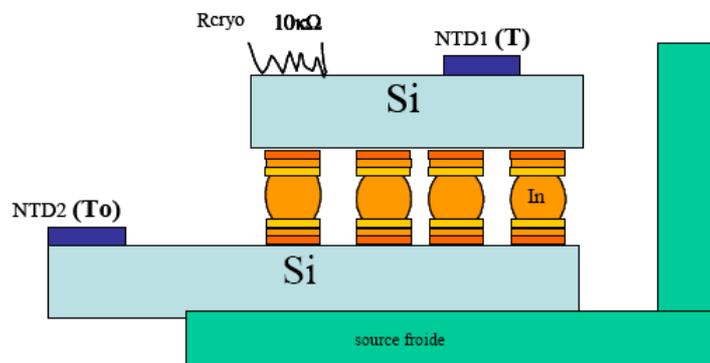


Figure 17: Schéma descriptif de la mesure du R_{th} du lien thermique

Ces injections de puissances ont été réalisées à 60, 70, 80, 90 mK pour la température T₀. Un schéma descriptif de l'éprouvette de test pour de la mesure du R_{th} est représenté sur la figure 17.

IV.3. Aspect théorique et mesure du R_{th} :

La fuite thermique⁶⁶ vers la source froide via le lien thermique composé de deux UBM et d'une bille d'indium est donnée par la formule suivante:

$$P = K \times (T^n - T_0^n) \text{ en Watt} \quad (\text{IV-10}).$$

T : la température de la plaque supérieure.

T_0 : la température de la source froide, cette température est maintenue aussi constante que possible.

K : valeur qui dépend du matériau utilisé et de sa géométrie.

n : constante, sa valeur dépend des effets dominants l'impédance thermique dans le lien [Kit96].

La conductivité thermique G ($G = \frac{1}{R_{th}}$) est donnée par la formule suivante (IV-11):

$$G = \frac{\partial P}{\partial T} = n \times K \times T^{n-1} \text{ en W/K} \quad (\text{IV-11})$$

La conductivité thermique G peut être fonction de T^3 (n = 4), si les effets de surfaces (effet Kapitza) dominent. Généralement, l'effet Kapitza est observé pour des films épais [Irw95]. Pour des films minces et en fonction des températures de fonctionnement, les effets de découplages électron-phonon peuvent dominer et la conductivité thermique est, alors, fonction de T^4 (n = 5) [Wel94].

Dans notre étude, pour un UBM de $22 \mu\text{m}^{67}$ de diamètre et une épaisseur d'indium déposée de $6 \mu\text{m}$, la hauteur de la bille d'indium après refonte est dans l'intervalle 15 - 19 μm .

Afin de mettre en évidence les phénomènes qui peuvent influencer la conduction thermique du lien à basse température (50 - 100) mK, nous avons tracé la fonction suivante (IV-12), issue de la formule (IV-10), tout en faisant varier le nombre n de manière à avoir une loi linéaire entre T^n et P.

$$T^n = \frac{1}{K} \times P + T_0^n \quad (\text{IV-12})$$

Après avoir tracé la fonction (IV-12) avec n = 1, n = 2, n = 3, n = 4, n = 5, nous avons constaté que la loi linéaire obtenue correspond à n = 4. Par conséquent la formule (IV-12) devient :

$$T^4 = \frac{1}{K} \times P + T_0^4.$$

⁶⁶ $P = \int_{T_0}^T G(T).dT$

⁶⁷ Il s'agit ici d'un motif test, car les diamètres que nous avons sur nos senseurs et nos absorbeurs, sont respectivement 40 μm et 27 μm .

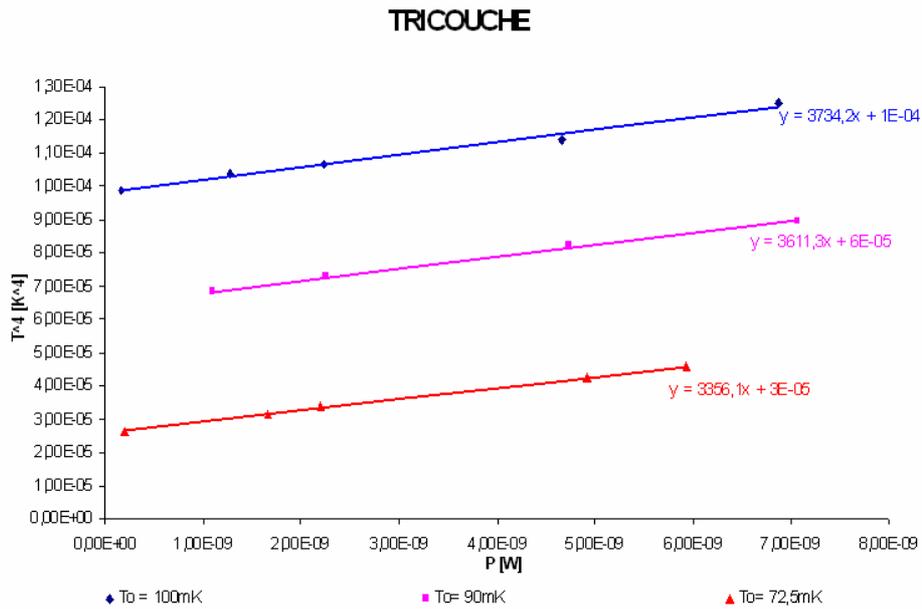


Figure 18: Mesure du R_{th} du tricouche Ti/Ni/Au

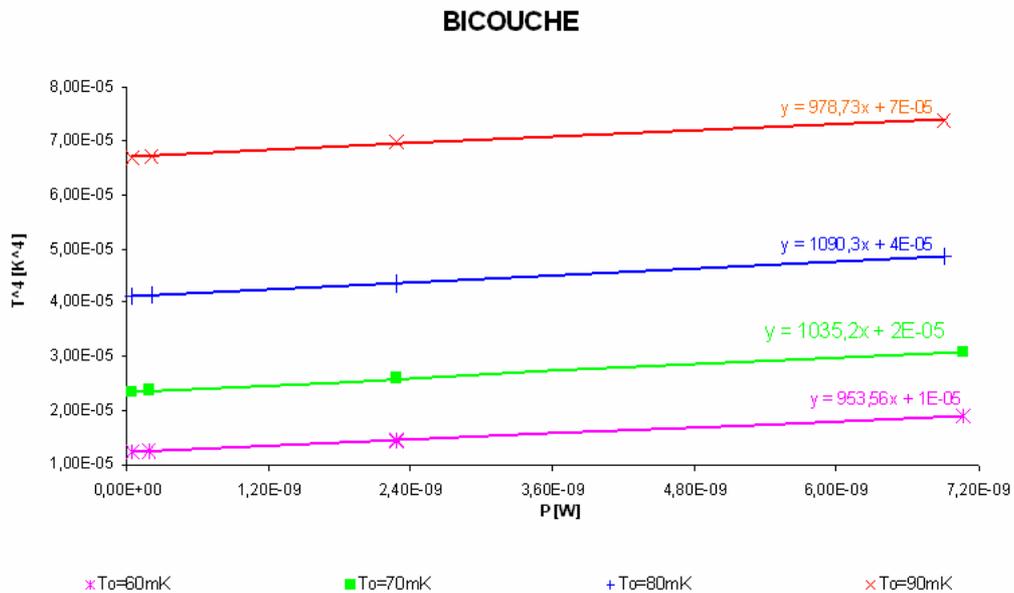


Figure 19: Mesure du R_{th} du bicouche Ti/Au

Les courbes $P(T)$ tracées pour le tricouche (voir la figure 18) et le bicouche (voir la figure 19) montrent que la conductivité thermique G du lien suit la loi suivante : $G = 4.K.T^3$ W/K. Nous avons tracé la variation des conductivités thermiques G_{th} du lien thermique pour le tricouche (Ti/Ni/Au) et pour le bicouche (Ti/Au) pour quatre liens thermiques sur notre thermomètre (voir la figure 20).

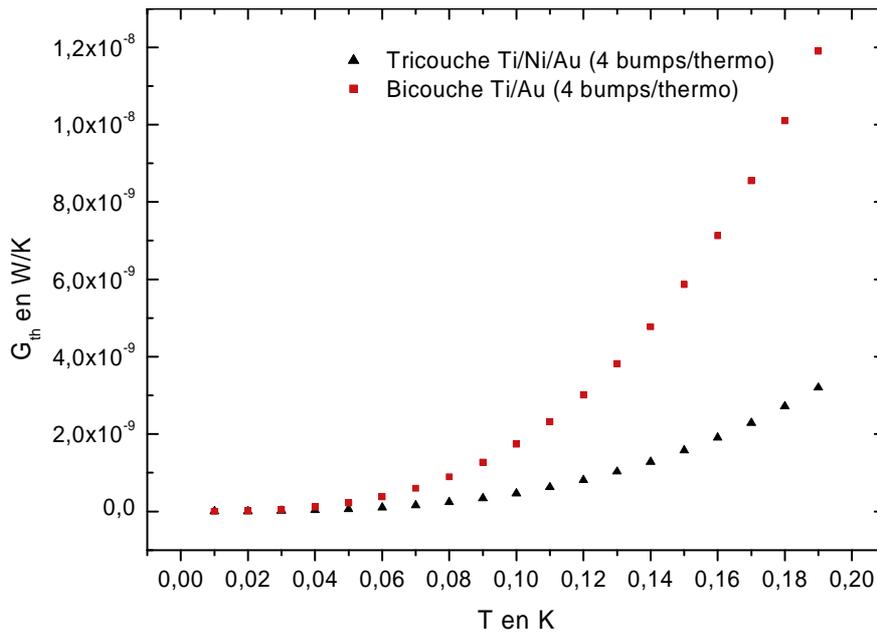


Figure 20: Comparaison entre les G_{th} du tricouche et du bicouche

Nous voyons qu'au dessus de 50 mK, le bicouche conduit mieux la chaleur que le tricouche. La raison en est que dans cette gamme de température c'est l'effet Kapitza (effet lié à l'interface) qui domine, or, dans le cas du bicouche, nous avons retiré le Ni. Nous avons par cette opération, réduit ces phénomènes d'interfaces.

Notons que dans notre cas et pour une bille d'indium avec des UBM tricouche (Ti/Ni/Au) la R_{thbump} est donnée par :

$$R_{thbump} = \frac{1}{G_{bump}} = 8.62 \times 10^6 \times T^{-3} \quad [\text{K/W}] \quad (\text{IV-13})$$

Cette valeur décrite par l'équation (IV-13) a été comparée au résultat de mesure sur une interface silicium-indium réalisé dans la référence [Swa89] et qui donne la valeur suivante :

$$R_k(Si - In).T^3 = 12.1 \text{ à } 12.2 \quad [\text{K}^4.\text{cm}^2/\text{W}] \dots (\text{IV-14})$$

En prenant en compte la surface de nos pads UBM de test (de forme cylindrique de 22 μm de diamètre), nous obtiendrons une valeur de R_{th} :

$$R_k(Si - In) = (3.18 \text{ à } 3.21) \times 10^6 \times T^{-3} \quad [\text{K/W}] \quad (\text{IV-15})$$

En comparant la mesure que nous avons faite sur une bille d'indium avec un tricouche (Ti/Ni/Au) donnée par l'équation (IV-13) et la mesure réalisée sur une interface (silicium-indium) par la référence [Swa89] donnée par l'équation (IV-15), nous avons dans les deux cas l'influence des phénomènes aux interfaces (effets Kapitza), et les deux valeurs mesurées sont proches : un rapport de 2,71 entre les deux.

Le résumé des différentes mesures comparatives entre un lien thermique contenant un tricouche ou un bicouche est indiqué dans le tableau IV-5.

Le τ (temps de montée entre l'absorbeur et le thermomètre) est donné par la formule (IV-16) :

$$\tau = \frac{C}{G} \text{ (en seconde)} \quad \text{(IV-16)}$$

C: la capacité calorifique (J/K).

G: la conductivité thermique du lien (W/K).

Nature de l'UBM	Ti/Ni/Au (200/250/200 nm)	Ti/Au (50/150 nm)
Constante de conductivité liée au volume	$K = 2.80 \times 10^{-4} W.K^{-4}$	$K = 10.48 \times 10^{-4} W.K^{-4}$
Loi de la conductivité en T^3 pour 4 billes d'In	$G_{4bumps} = 4.67 \times 10^{-7} \times T^3$ (4 bumps/pixel)	$G_{4bumps} = 1.74 \times 10^{-6} \times T^3$ (4 bumps/pixel)
Valeur de la conductivité des 4 billes d'In à 50mK	$G_{4bumps} = 5.8 \times 10^{-11} W / K$	$G_{4bumps} = 2 \times 10^{-10} W / K$
Valeur du temps τ à 50 mK	$\tau = 172 \mu s$	$\tau = 48 \mu s$

Tableau IV-5: Tableau représentant les mesures comparatives de la conductivité thermique et du temps de réponse absorbeur-thermomètre

A titre d'exemple, dans le cas de l'instrument XRS du GSFC/NASA, R. Kelley et al ont utilisé, pour attacher leurs absorbeurs en HgTe aux thermomètres en silicium (matrice 6 x 6 pixels), quatre tubes creux par pixel, polymère SU-8. Ils les ont remplie par la suite d'une résine époxy stycast TM1266. Notons que dans leur cas, le collage des absorbeurs a été fait à la main [Gal04]. Il s'agit d'une technique qui ne peut pas être extrapolée à des matrices de grandes dimensions (de 1024 pixels par exemple).

En ce qui concerne les mesures, ils ont obtenu une conductivité thermique de 61 pW/K à 74 mK [Kel07], dans notre cas, avec un tricouche nous avons obtenu 188 pW/K à 74 mK [Ali08].

IV.4. Conclusion:

La conductance thermique à 50 mK du bicouche est 3,5 fois plus élevée que celle du tricouche [Sze08], nous pouvons expliquer cela par le retrait du nickel⁶⁸. Le temps de montée entre l'absorbeur et le thermomètre via le lien thermique (4 billes d'indium) calculé est de 50 μs . Nous avons une grande flexibilité pour modifier les paramètres du lien d'hybridation, il est possible de régler finement la conduction thermique afin d'optimiser le temps de montée. En effet nous pouvons réduire ou augmenter le diamètre des pads sur un intervalle de 5 μm à 100 μm , le volume de la bille d'indium ainsi que le nombre d'hybridations par pixel.

⁶⁸ En retirant le Nickel du tricouche, on diminuera les effets aux interfaces, donc la résistance de Kapitza.

V. Partie expérimentale de la thermométrie Si :

V.1. Mesures thermométriques :

La mesure de la résistance en fonction de la température des thermomètres est très importante afin de bien les calibrer quand ces thermomètres sont dans des matrices. Notons que la tension de polarisation de ces thermomètres est de l'ordre de 1 mV. Les échantillons de test sont montés sur une céramique (voir annexe IV.5).

V.2. Mesures R(T):

Nous avons fait des mesures de la résistance électrique en fonction de la température sur deux thermomètres de géométries différentes (Motif 1 et Motif 2)⁶⁹ sur la plaque PO9 du lot M720P dopée avec $N_d = 3,33.10^{18} \text{ cm}^{-3}$ et $K = 24 \%$. La deuxième mesure a concerné un thermomètre (Motif 1) sur la plaque PO2 dopée avec $N_d = 3,33.10^{18} \text{ cm}^{-3}$ et $K = 12 \%$. Les géométries des thermomètres mesurés sont représentées à la figure 21. Notons que ces motifs thermométriques sont destinés uniquement à la mesure du R(T).

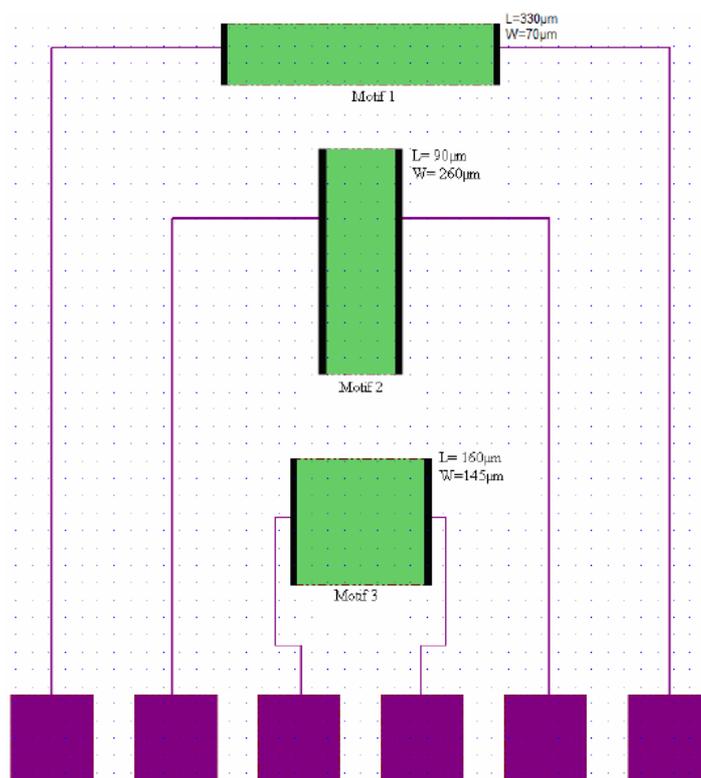


Figure 21: Différents motifs testés sur les plaques PO2 et PO9

Notons que ces thermomètres ne sont pas libérés en face arrière, nous avons donc 1,5 µm de silicium. Une autre série de mesures a été faite sur des thermomètres libérés de la plaque PO1 du lot µs0593P avec succès, nous allons détailler ces tests dans les paragraphes qui vont suivre.

⁶⁹ Les dimensions du Motif 1 sont $L = 330 \text{ µm}$ et $W = 70 \text{ µm}$ et celles du Motif 2 sont $L = 90 \text{ µm}$ et $W = 260 \text{ µm}$.

V.3. Détermination des paramètres caractéristiques de la loi exponentielle :

Nous avons vu dans le chapitre 1, que la conduction à basse température dans un silicium dopé P et compensé en B, suit une loi exponentielle⁷⁰ de type Mott ou Efros et sa formule est donnée par l'équation (IV-17).

$$R = R_0 \exp\left(\frac{T_0}{T}\right)^p \quad (\text{IV-17})$$

Pour le régime de Mott, on a $p = 1/4$ avec $T_0 = T_{\text{Mott}}$, pour le régime d'Efros, on a $p = 1/2$, avec $T_0 = T_{\text{Efros}}$. Notons que $R_0 = \rho_0 \frac{l}{w \cdot e}$ avec ρ_0 : la résistivité du thermomètre en ($\Omega \cdot \text{cm}$).

l est la longueur du thermomètre, w est la largeur du thermomètre et e est son épaisseur.

à suffisamment basse température dans un Si : P, B, la conduction suit le régime d'Efros [Buz99], l'exposant p dans l'équation (IV-17) est alors égal à $p = 1/2$ et cette équation s'exprime par l'équation (IV-18).

$$R = R_0 \exp\left(\frac{\sqrt{T_0}}{\sqrt{T}}\right) \quad (\text{IV-18})$$

Les paramètres à extraire de l'équation IV-18, sont la température caractéristique T_0 d'Efros et R_0 .

V.4. Détermination des paramètres T_0 et R_0 :

De la mesure de la résistance en fonction de la température, nous avons extrait les paramètres caractéristiques de la loi d'Efros.

A partir de loi Efros donnée par l'équation (IV-18), nous avons : $\ln R = \sqrt{T_0} \cdot \frac{1}{\sqrt{T}} + \ln R_0$ qui

est sous forme linéaire : $Y = a \cdot X + b$.

La courbe représentant cette forme linéaire est montrée à la figure 22.

⁷⁰ Afin de déterminer les différents paramètres de la loi de conduction à basse température, on considère en se basant sur les travaux réalisés sur le Si : P, B que nous avons un régime ohmique, c'est-à-dire une loi exponentielle de régime Efros ou Mott.

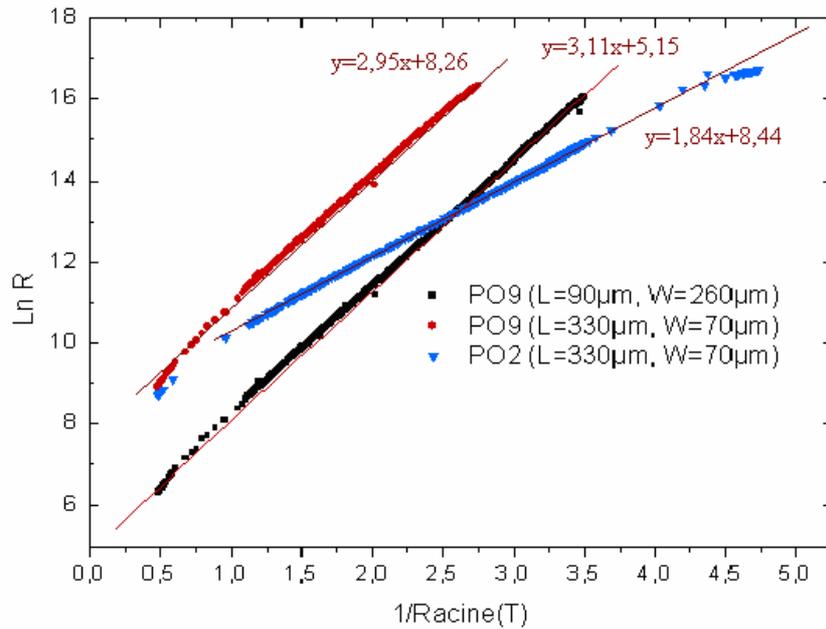


Figure 22: Extraction des caractéristiques de la loi Efron à basse température

De la figure 22, nous avons résumé les paramètres caractéristiques de la loi d'Efron pour les thermomètres mesurés (tableau IV-6).

N° plaque	(N_d en 10^{18}cm^{-3} , K en %)	L en μm	W en μm	T_0 en K	R_0 en Ω
PO2 (motif1)	(3.33, 12)	330	70	3,39	4655
PO9 (motif1)	(3.33, 24)	330	70	8,74	3877
PO9 (motif2)	(3.33, 24)	90	260	9,71	173,6

Tableau IV-6: Les paramètres caractéristiques R_0 et T_0 de la loi Efron

Nous avons en se basant sur ces paramètres mesurés, tracé la résistance théorique qui régie ces thermomètres à basse température.

La courbe est représentée dans la figure 23.

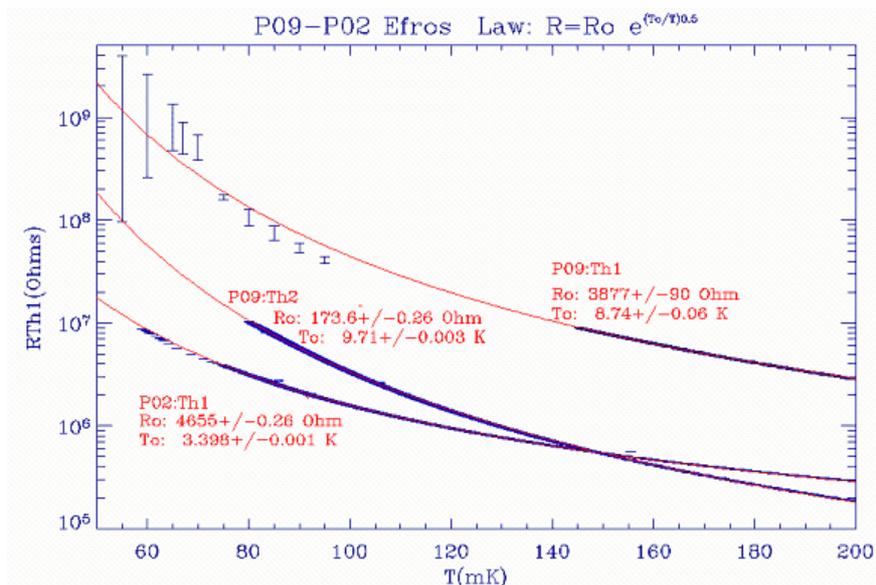


Figure 23 : Mesures de la résistance électrique en fonction de la température sur les plaques PO9 et PO2

Nous observons que les données obtenues suivent bien la loi d’Efros à basse température. Le modèle théorique et les mesures sont en parfaite concordance avec le modèle d’Efros. La valeur de R_0 dépend de la géométrie et du dopage du thermomètre.

Notons que l’objectif initial qui vise une résistance de quelques $M\Omega$ entre 50 et 100 mK avec une très bonne sensibilité à la température est presque atteint avec les thermomètres de la plaque PO9. Nous pouvons constater sur la même figure, que nous pouvons en optimisant la géométrie du thermomètre régler cette résistance sans changer la sensibilité des thermomètres. Les thermomètres motif 1 et motif 2 sur la plaque PO9 ont le même dopage mais pas la même géométrie, on observe qu’ils ont la même sensibilité à la température mais pas la même résistance à basse température. Dans l’annexe IV.6, nous avons tracé pour le motif 1, le rapport des résistances à basse température entre les plaques PO2 et PO9.

V.5. Mesure de $R(T)$ sur une matrice de 5 x 5 pixels (plaque PO9):

La mesure du $R(T)$, a été faite sur plusieurs thermomètres d’une matrice 5 x 5 pixels. Nous avons choisi de représenter quelques thermomètres (A3, A5, C3, E3) réparties sur cette matrice. Les thermomètres mesurés ont les dimensions suivantes : $L = 350 \mu m$, $W = 360 \mu m$, $e = 1,5 \mu m$. Ces mesures sont présentées dans la figure 24-a.

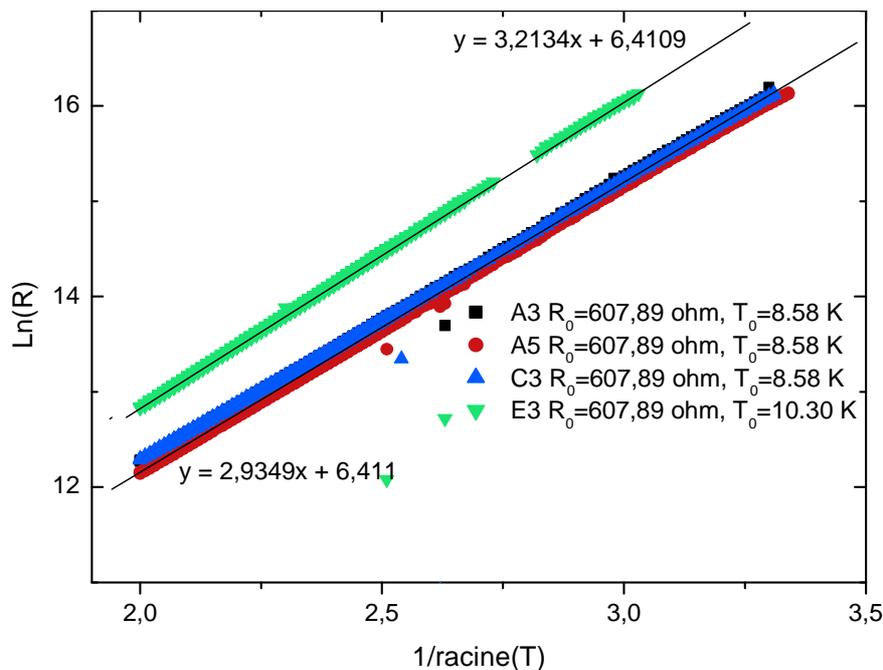


Figure 24-a: Détermination des paramètres T_0 et R_0 sur quelques thermomètres de la matrice 5x5 pixels

Nous observons que tous les thermomètres suivent une loi d’Efros, les thermomètres A3, A5, C3 ont un T_0 de 8,58 K, le thermomètre E3 est un peu plus sensible avec un T_0 égal à 10,30 K. Notons que tous ces thermomètres ont la même résistance R_0 qui est égale à 607,89 Ω . La courbe de la résistance en fonction de la température $R(T)$ est donnée par la figure 24-b. Nous constatons sur cette même figure l’impédance élevée du thermomètre E3 par rapport aux valeurs des autres thermomètres alors qu’ils ont tous le même dopage N_d et la même compensation K , initialement; nous avons expliqué cette différence entre le thermomètre E3 et les autres thermomètres par rapport à l’épaisseur du silicium SOI qui n’est pas uniforme, du coup nous n’avons pas la même épaisseur partout sous la matrice 5 x 5 pixels.

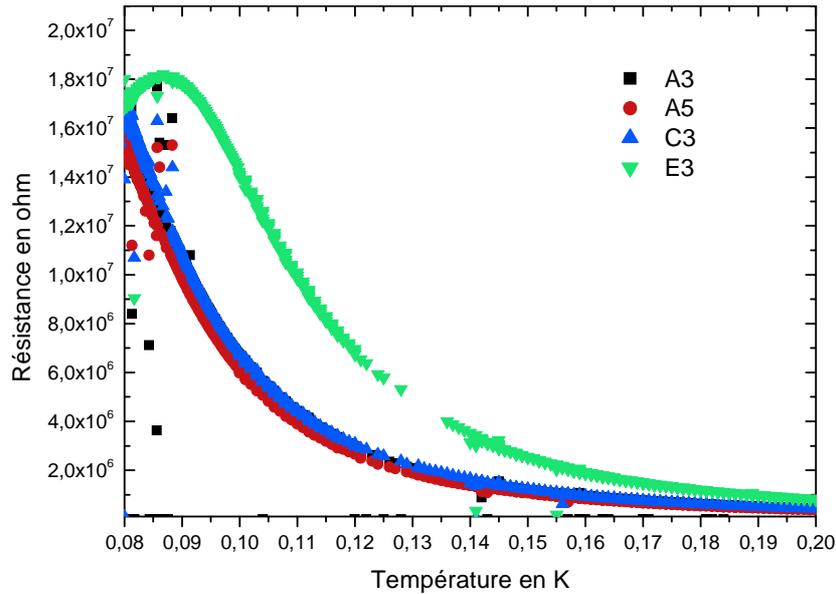


Figure 24-b: La mesure de la résistance en fonction de la température pour les thermomètres A3, A5, C3, E3. Pour la courbe E3 à basse température le système de mesure n'est plus sensible au-dessus de 16 MΩ (la courbe n'est pas physique).

V.6. Mesure du R(T) sur des structures libérées de la plaque gravée PO1 :

La mesure R (T) a été faite sur un thermomètre libéré (suspendu) avec 4 poutres, avec, $N_d = 3,37 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ et $K = 11 \%$, le thermomètre a une longueur $L = 200 \text{ }\mu\text{m}$ et une largeur $W = 360 \text{ }\mu\text{m}$. Et normalement son épaisseur est de $1,5 \text{ }\mu\text{m}$ ⁷¹. La mesure du R(T) est présentée à la figure 25.

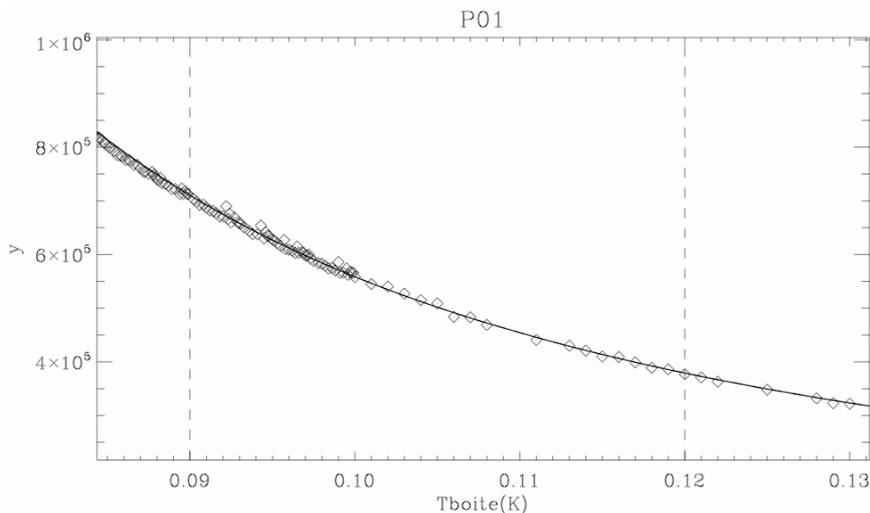


Figure 25: Courbe R (T) de la plaque PO1

La résistance électrique de ce thermomètre est en parfaite concordance avec le modèle d'Efros.

⁷¹ Car après la gravure en face arrière du BOX, le procédé n'était pas bien sélectif par rapport au silicium, du coup, nous avons consommé près de la moitié des $1,5 \text{ }\mu\text{m}$ de Si.

Ce modèle sur ce thermomètre fourni 6550 Ω pour R_0 et 1,97 K pour T_0 . Après l'analyse de ces données sur ce thermomètre, nous avons constaté la valeur trop élevée de R_0 , cette valeur nous a permis de vérifier au MEB l'épaisseur restante après la gravure en face arrière des thermomètres des 1,5 μm de silicium, nous avons trouvé 750 nm. Donc c'est la moitié de la couche thermométrique en silicium qui a été consommée. Notons que le procédé de gravure a été amélioré sur la plaque PO4 du même lot technologique (μS0593P) et que nous n'avons pas de consommation dans le silicium.

V.7. La sensibilité thermométrique :

La sensibilité d'un thermomètre Si : P, B est donnée par l'équation (IV-19) [Mcc02]:

$$S = -\frac{T}{R} \cdot \frac{dR(T)}{dT} \quad (\text{IV-19})$$

De la loi de conduction exponentielle générale pour les régimes de Mott et d'Efros, nous avons:

$$R = R_0 \cdot \exp\left(\frac{T_0}{T}\right)^p \quad (\text{IV-20})$$

On exprime cette sensibilité en fonction du paramètre T_0 et de la température T en dérivant l'équation (IV-20). Nous obtenons pour S la formule suivante :

$$S = -p \cdot \left(\frac{T_0}{T}\right)^p$$

Dans le cas de la loi d'Efros ($p = 1/2$), l'expression de la sensibilité redevient :

$$S = -\frac{1}{2} \cdot \left(\frac{T_0}{T}\right)^{\frac{1}{2}}$$

Pour augmenter la sensibilité des thermomètres, il est nécessaire de fonctionner à basse température, et d'augmenter la valeur du paramètre T_0 (Efros)⁷². Notons que la sensibilité est sans dimension.

V.8. Mesure de la sensibilité sur nos thermomètres :

Dans le tableau qui suit (tableau IV-7), nous présentons la sensibilité des différents thermomètres mesurés à basse température.

Plaque	Valeur moyenne de T_0 (en K)	Sensibilité
PO1	1,97	-2,21
PO2	3,39	-2,91
PO9	9,70	-4,92

Tableau IV-7 : Valeur de la sensibilité S mesurée à 100 mK

Notons que, sur les thermomètres que nous avons testé sur la plaque PO9, nous avons des sensibilités qui dépassent celles publiées par le GSFC/NASA, car la sensibilité obtenue sur leurs thermomètres en Si : P, B est de -4,20 @ 100 mK [Kel07].

⁷² Cette valeur dépend du dopage N_d et du coefficient de compensation K . Dans notre cas et pour avoir une résistance de quelques $\text{M}\Omega$ dans l'intervalle (50 - 100 mK), cette valeur est limitée autour de 10 K.

V.9. Détermination de la loi de T_0 de nos thermomètres :

L'objectif principal de la mesure du $R(T)$ sur nos thermomètres à basse température, est l'obtention d'une approche analytique du paramètre T_0 de la loi d'Efros, car ce paramètre est très important pour prédire les performances des senseurs à basse température. La figure 26 montre les différentes valeurs de $\sqrt{T_0}$ mesurées sur nos échantillons thermométriques et comparées à l'état de l'art.

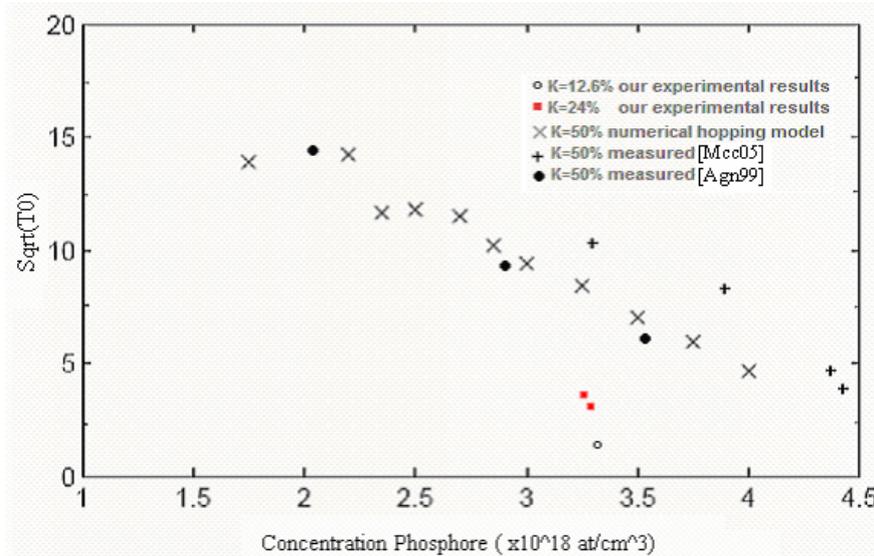


Figure 26: Comparaison entre la simulation numérique et les différentes mesures du T_0

Le modèle théorique du T_0 est donné par la référence [Shk84]:

$$T_0 = \Theta \cdot \left(1 - \frac{n}{n_c}\right)^\eta$$

Avec :

Θ : Une constante exprimée en kelvin.

n : Le dopage net ($N_d - N_a$).

n_c est la concentration critique de Mott pour la transition métal-isolant.

η est une constante, sa valeur est dans l'intervalle [2 – 2,5][Zha93].

En se basant sur ce modèle, nous avons recherché la loi de T_0 qui régie nos thermomètres à basse température. Des publications récentes ont abordé le modèle expérimental donnant le paramètre T_0 , pour le Si : P, B. La référence [McC05] donne une loi expérimentale de T_0 pour des substrats Si de type p⁷³, il trouve $\Theta = 431$ K, $n_c = 3,38 \cdot 10^{18}$ cm⁻³, $\eta = 2$.

⁷³ À ne pas confondre avec le dopage des zones thermométriques.

Dans notre cas, pour les thermomètres Si : P, B, nous obtenons en analysant les différentes mesures du paramètre T_0 pour les dopages que nous avons choisi, la loi suivante :

$$T_0 = 124.76 \cdot \left(1 - \frac{n}{3.54 \cdot 10^{18}}\right)^2$$

Avec $\Theta = 124,76$ K, $n_c = 3,54 \cdot 10^{18}$ cm⁻³ et $\eta = 2$.

Cette loi trouvée est très importante car elle est en concordance parfaite avec les mesures effectuées sur les différents thermomètres que nous avons fabriqué en 200 mm.

V.10. Apparition de phénomènes de champ à basse température :

Les thermomètres qui ont été mesurés (C₃, C₁, E₅, E₃), sont issus de la matrice 5 x 5 pixels de la plaque PO9 du lot M720P les doses implantées sur cette plaque sont 5,10¹⁴ cm⁻² pour le phosphore et 1,2.10¹⁴ cm⁻² pour le bore. Les quatre thermomètres mesurés ont la même géométrie. Le T_0 (d’Efos) moyen de ces quatre thermomètres est de 9,70 K.

Pour le $R_{théorique}$, nous avons à partir des mesures à basse température extrait les paramètres T_0 , R_0 de la loi d’Efos. Ensuite nous avons divisé la résistance mesurée par la loi théorique, pour cinq pixels avec la même géométrie (360 μm x 360 μm x 1,5 μm). Nous avons tracé le rapport $R_{mesurée}/R_{théorique}$ en fonction du rapport T_0/T (température normalisée).

La figure 27 montre le résultat obtenu.

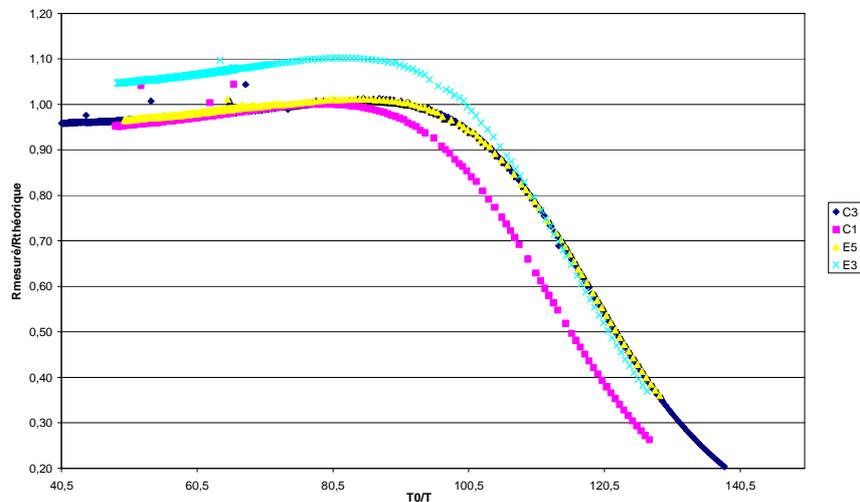


Figure 27: Mesure du rapport $R_{mesurée}/R_{théorique}$ en fonction du rapport T_0/T dans une matrice 5x5 pixels

Nous observons pour ce type de thermomètre ($L = 350$ μm, $W = 360$ μm, $e = 1,5$ μm) une déviation qui commence au dessus de la valeur $T_0/T = 95$. Ce qui est impressionnant c’est que les différents thermomètres mesurés subissent cette déviation plus ou moins en même temps.

Ce phénomène⁷⁴ appelé déviations du modèle gap coulombien (loi d'Efros) a été cité dans la référence [McC05], il a été observé à suffisamment basse température pour des valeurs de T_0/T supérieures à 24, pour des valeurs de T_0 entre 3 et 20 K [Gal07].

L'analyse de cette courbe (figure 27) montre que :

$$\begin{cases} \frac{R_{mesurée}}{R_{théorique}}=1 & \text{quand } \frac{T_0}{T} < 95 \\ \frac{R_{mesurée}}{R_{théorique}} < 1 & \text{quand } \frac{T_0}{T} \geq 95 \end{cases} \quad (IV.21)$$

De l'équation (IV.21), nous pouvons déduire qu'en dessous d'une certaine température⁷⁵ ; nous avons apparition de cette déviation. Dans cette configuration la résistance est donnée par :

$$R = R_0 \exp\left(\frac{\sqrt{T_0}}{\sqrt{T}}\right) \cdot \exp(\alpha(T)) \quad (IV.22)$$

Avec $\alpha(T)$ est une variable qui dépend de la température. La valeur de $\alpha(T)$ est définie par :

$$\begin{cases} \alpha(T)=1 & \text{quand } \frac{T_0}{T} < 95 \\ \alpha(T) \geq 1 & \text{quand } \frac{T_0}{T} \geq 95 \end{cases} \quad (IV.23)$$

Nous avons à partir des différentes mesures de la résistance en fonction de la température sur plusieurs thermomètres différents en dopage et en géométrie des plaques PO2 et PO9, tracé la fonction $\alpha(T)$ en fonction de la température T .

Dans un premier temps, nous avons comparé la valeur de α pour deux thermomètres de géométries similaires avec $L = 330 \mu\text{m}$ et $W = 70 \mu\text{m}$, avec des T_0 différents, 3,39 K pour le thermomètre de la plaque PO2 et 9 K pour le thermomètre de la plaque PO9 (voir la figure 28).

⁷⁴ Ce phénomène dégrade considérablement la sensibilité du thermomètre.

⁷⁵ Dans notre cas pour les thermomètres C₃, C₁, E₅, E₃, elle est égale à environ 100 mK.

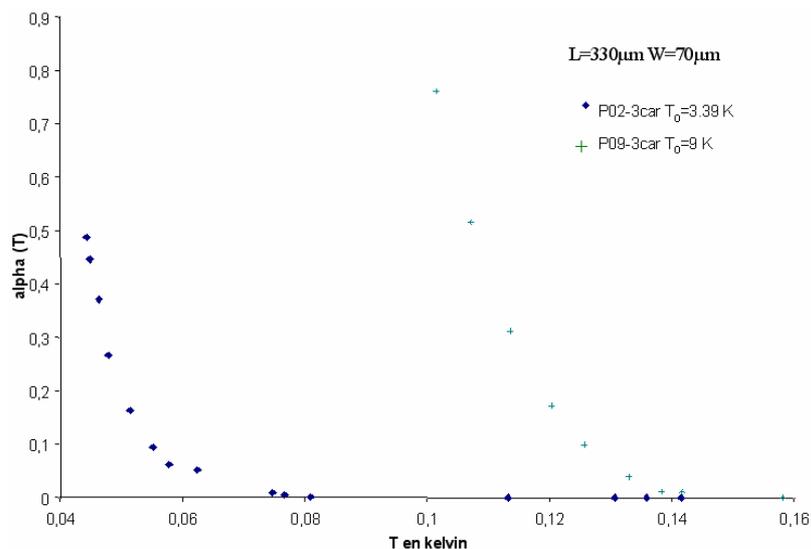


Figure 28: Comparaison de la valeur de alpha pour PO2 et PO9 avec un T_0 différent

La figure 28 montre une dépendance entre la variable alpha et la valeur de T_0 (dopage et compensation dans le thermomètre). Nous constatons que alpha augmente quand T_0 augmente.

Dans un deuxième temps, nous avons comparé les valeurs de alpha(T) au niveau de trois thermomètres de la plaque PO9 avec le même dopage (T_0) et avec des géométries différentes (voir la figure 29).

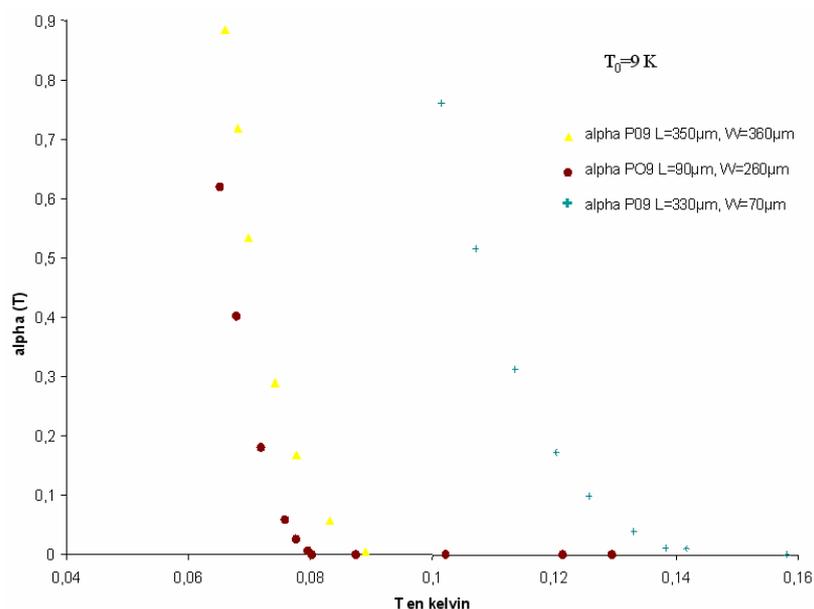


Figure 29: Comparaison de la valeur de alpha pour PO9 avec des géométries différentes

Nous constatons de la figure 29, une dépendance entre la valeur de alpha et la géométrie du thermomètre. Si nous résumons les résultats obtenus des figures 28 et 29 et en se basant sur le modèle analytique des effets non-ohmiques cités dans le chapitre 1 du modèle exponentiel, qui fait intervenir le champ et la longueur moyenne de saut $\lambda(T)$, nous avons l'expression de alpha(T) qui dépend fortement du champ E en plus de la température.

Grâce à cette analyse nous avons pu valider l'expression du champ en fonction du volume du thermomètre donnée par l'équation (IV.24):

$$E = \sqrt{\frac{\rho \cdot P}{V}} \text{ en V/m} \quad (\text{IV.24})$$

Avec :

E : Le champ électrique. En v/m.

P : La puissance injectée dans le thermomètre.

V : Le volume du thermomètre.

ρ : La résistivité du thermomètre.

V.10.1. Conclusion de l'analyse :

Nous observons une dépendance entre le phénomène de déviation et le dopage T_0 et la géométrie des thermomètres, car plus le T_0 augmente (N_d diminue) plus le phénomène apparaît plus tôt. Et moins le thermomètre est large plus le phénomène apparaît tôt. Ceci peut être expliqué par deux modes de conduction dans le thermomètre, une conduction en 2D (par la surface et le bord du thermomètre sur quelques dizaines de nanomètres) et une conduction en 3D (la loi d'Efros dans le volume du thermomètre).

V.10.2. Explication :

Les thermomètres que nous avons testé, ne sont pas gravés par la face avant et par la face arrière (les bords du thermomètre ne sont pas limités) (voir la figure 30), nous émettons l'hypothèse suivante: comme le bore diffuse plus vite que le phosphore, nous avons une diffusion latérale du bore plus importante que celle du phosphore sur quelques dizaines de nanomètres, du coup nous avons deux types de conduction, une conduction en 3D (loi d'Efros dans le volume du thermomètre) et une conduction en 2D dans les interfaces⁷⁶.

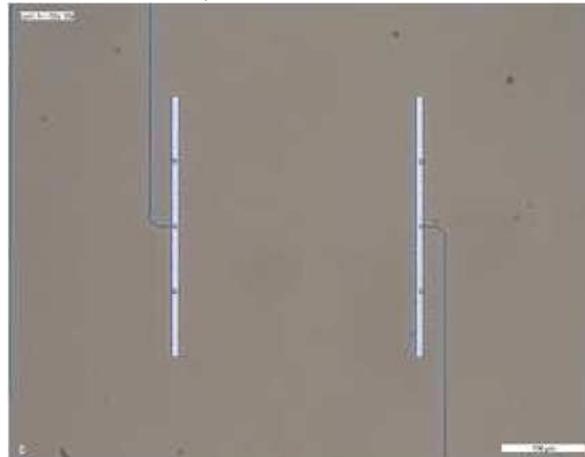


Figure 30: Image au microscope d'un thermomètre non libéré (360 μm x 360 μm)

Si nous n'observons ce phénomène qu'à très basse température, c'est parce que la longueur de saut est énorme dans cette gamme de température. Nous l'avons estimé à $\lambda = 64$ nm à 100 mK dans notre cas à partir du chapitre 1.

⁷⁶ Nous avons dans un thermomètre non gravé en face avant un oxyde TEOS et en face arrière l'oxyde BOX. Ces deux oxydes forment les interfaces de ce thermomètre non libéré.

Sachant que le bore et le phosphore ne diffusent pas de la même façon et que le senseur n'est pas libéré on peut émettre l'hypothèse qu'un canal de conduction à basse résistivité s'ouvre aux interfaces amenant à un mode de conduction en 2D. Ce phénomène de conduction aux interfaces réduit considérablement la sensibilité thermométrique. Cependant cette analyse est très dépendante de la qualité des mesures et de l'ajustement utilisé pour la détermination des T_0 . De plus, à haute impédance ($R > 10 \text{ M}\Omega$), les erreurs sur les mesures sont mal connues. Ces mesures devront donc être reprises dans le détail pour confirmer la réalité de cet effet.

VI. Mesures thermiques :

La mesure a été faite sur un thermomètre libéré ($360 \mu\text{m} \times 360 \mu\text{m}$) de la plaque PO1 (voir la figure 31). La zone centrale du pixel forme le thermomètre ($L = 350 \mu\text{m}$, $W = 360 \mu\text{m}$), ce pixel thermomètre contient quatre UBM (Ti : 50 nm, WN : 50 nm, Au : 150 nm) de $40 \mu\text{m}$ de diamètre.

Concernant l'épaisseur du thermomètre En faisant une analyse au MEB nous avons constaté que la structure réalisée sur SOI (qui initialement devait faire $1,5 \mu\text{m}$) a été sur-gravée lors de la gravure du BOX (oxyde enterré) par la face arrière, du coup l'épaisseur finale fait 750 nm au lieu de $1,5 \mu\text{m}$.

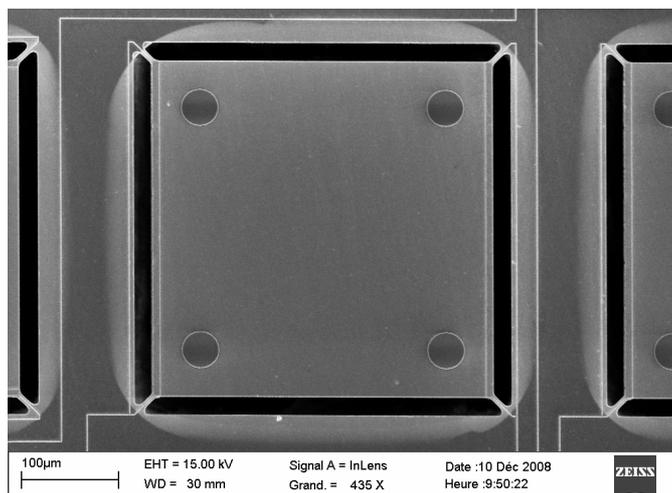


Figure 31: Image MEB de la structure thermométrique testée avec quatre UBM (Ti/WN/Au)

Cette structure contient 4 poutres. La géométrie des poutres sur ce type de structures est la suivante $L = 23 \mu\text{m}$, $W = 5 \mu\text{m}$, $e = 0,75 \mu\text{m}$. Les mesures du R_{th} et de la capacité calorifique de cette structure sont présentées dans les paragraphes qui vont suivre.

VI.1. Mesure du R_{th} des poutres en silicium :

Avant de faire la mesure de la valeur de la résistance thermique R_{th} du thermomètre libéré avec quatre poutre en Si^{77} ($L = 23 \mu\text{m}$, $W = 5 \mu\text{m}$, $e = 0,75 \mu\text{m}$). Nous avons calculé théoriquement sa valeur en utilisant la loi de Casimir citée précédemment dans ce chapitre (paragraphe III.2.1). Comme la mesure du pixel a été faite à 60 mK , nous avons fait le calcul du R_{th} à 60 mK afin de faire les comparaisons à la fin. Nous trouvons une valeur de $R_{th} = 4,35 \cdot 10^{12} \text{ K/W}$ pour les quatre poutres.

⁷⁷ On parle souvent en mentionnant la poutre en silicium, sachant que ça sous-entend aussi la présence d'une centaine de nm d'oxyde TEOS et de métal qui forme les connections électriques.

La mesure du R_{th} des poutres est faite en calibrant d'abord le thermomètre (extraction du modèle de $R(T)$, afin de connaître la température du thermomètre) ensuite en connaissant la puissance injectée et le courant, nous pouvons avoir la conductivité thermique des poutres de l'expression suivante :

$$P = \int_{T_b}^T G_{th} \cdot dT$$

La méthode de mesure est expliquée dans la référence [Buz99].

La résistance thermique mesurée à 60 mK des quatre poutres en silicium de dimensions $L = 23 \mu\text{m}$, $W = 5 \mu\text{m}$, $e = 0,75 \mu\text{m}$, est de $3,26 \cdot 10^{12} \text{ K/W}$.

Cette valeur mesurée est proche de la valeur théorique calculée précédemment, nous avons réussi à valider le modèle de Casimir (paragraphe III.2.1) à très basse température 60 mK, ce qui n'a pas été le cas pour les références [Kil99] [Buz99] [Kel07].

VI.2. Mesure de la capacité calorifique du pixel libéré :

La structure qui a été testée est la même structure testée précédemment (figure 31). Ce test a été fait en dynamique et le signal appliqué sur le motif thermométrique est de forme carrée et représenté à la figure 32. Nous avons appliqué 5 V pendant 60 μs sur le motif thermométrique.

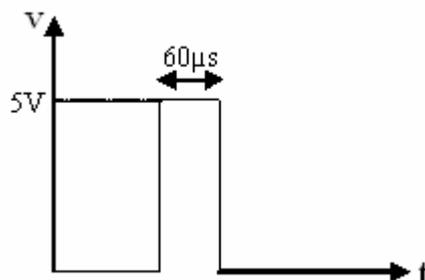


Figure 32: Schéma de la forme du signal appliquée

Ce signal se traduit par un dépôt d'énergie instantanée qui chauffe le pixel. Immédiatement après le pulse nous mesurons sur le même motif thermométrique la température du pixel. Nous avons ensuite tracé la décroissance du signal en fonction du temps en sortie du thermomètre suspendu (voir la figure 33).

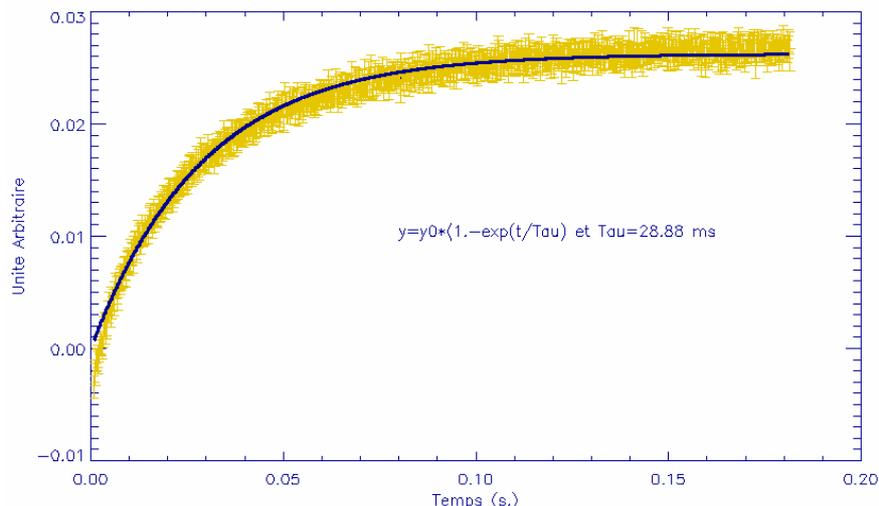


Figure 33: Mesure du temps de réponse d'un thermomètre libéré sur la plaque PO1

La valeur de τ mesurée est de 28,88 ms (ce temps représente le temps de réponse (retour à l'équilibre du microcalorimètre)). Cette valeur est mesurée pour le thermomètre cité précédemment, qui a été sur-gravé par la face arrière et qui a 750 nm d'épaisseur au lieu de 1,5 μm au départ du SOI, rappelons que ce problème de sur gravure a été résolu sur la plaque PO4.

Car avec ce même thermomètre et avec 1,5 μm d'épaisseur cette fois-ci, on gagnera un facteur 4 sur la valeur de τ , c'est-à-dire une valeur autour de 7 ms pour ce type de motif thermométrique.

La valeur de la capacité calorifique de ce thermomètre suspendu est extraite de la formule suivante :

$$C = \frac{\tau}{R_{th}}$$

Nous avons la valeur du R_{th} mesurée à 60 mK de $3,26 \cdot 10^{12}$ K/W et le $\tau = 28,88$ ms. Ce qui nous donne pour ce type de structure une valeur de $C = 8,85 \cdot 10^{-15}$ J.K⁻¹ à 60 mK. Sachant que cette capacité calorifique nous donne le poids calorifique du thermomètre et des quatre UBM, donc si nous comparons ce thermomètre avec un autre thermomètre qui a la même géométrie de poutres mais sans les UBM on pourrait avoir une idée de la capacité calorifique des UBM.

VI.3. Mesure de la capacité calorifique d'une structure sans les UBM:

La mesure a été faite sur un motif bi-thermomètre libéré (360 μm x 360 μm) de la plaque PO1 avec deux thermomètres identiques ($L = 250$ μm , $W = 75$ μm) au centre de la structure (voir la figure 34). L'épaisseur de la structure suspendue est égale à 750 nm.

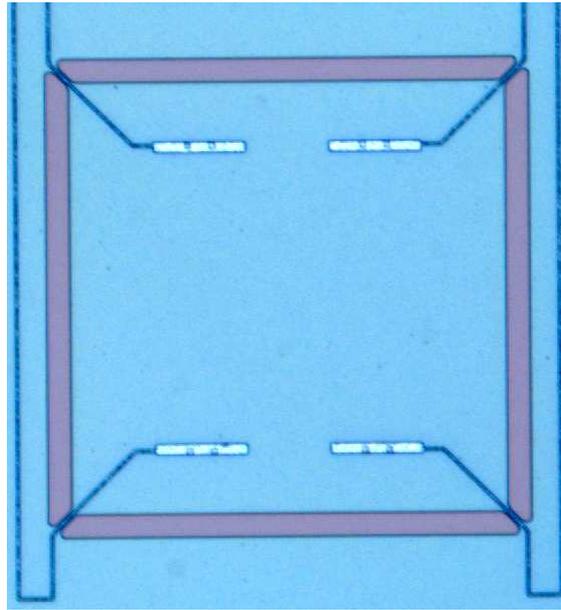


Figure 34: Image au microscope d'une structure bi-thermomètre sans UBM

Notons que les poutres ont la même géométrie que celle du thermomètre testé précédemment avec ($L = 23 \mu\text{m}$, $W = 5 \mu\text{m}$, $e = 0,75 \mu\text{m}$).

La mesure a été faite à $T = 80 \text{ mK}$, en injectant un pulse de $100 \mu\text{s}$ (2 V d'amplitude) sur un des deux thermomètres, à travers une résistance de $100 \text{ M}\Omega$ (pont diviseur de tension), la mesure de la conductivité thermique se fait en injectant $1,3 \text{ mV}$ à travers une résistance de $10 \text{ M}\Omega$ sur l'autre thermomètre. La figure 35 montre le temps de réponse du bi-thermomètre, nous mesurons un τ de $2,8 \text{ ms}$. Notons que la valeur de τ était très similaire à $60, 70, 130$ et 180 mK (voir annexe IV.7).

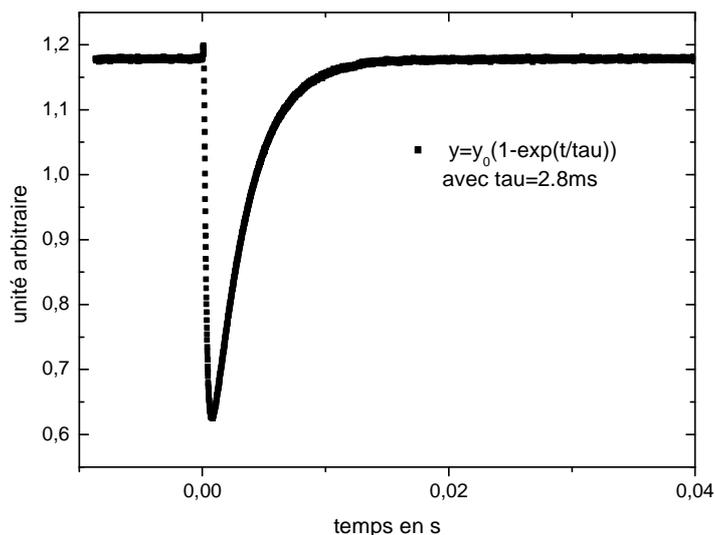


Figure 35: Mesure du temps de réponse du bi-thermomètre libéré sur la plaque PO1

La résistance thermique R_{th} des quatre poutres en Si est de $1,37 \cdot 10^{12} \text{ K/W}$ à 80 mK .

La capacité calorifique est donnée par l'expression suivante :

$$C = \frac{\tau}{R_{th}}$$

Nous trouvons à 80 mK une capacité calorifique de $2,04 \cdot 10^{-15}$ J/K pour ce type de structure sans les UBM. En mesurant différentes capacités calorifiques à différentes températures dans des configurations de pixels similaires (volume, nombre de vias), on pourra, à terme, évaluer les contributions au budget de capacité calorifique de chacun des éléments de la planche thermométrique : reprises de contact, UBM, volume thermométrique et Si non implanté.

Nous rappelons que les structures sur la plaque PO1 n'ont que 750 nm d'épaisseur au lieu de 1,5 μm . Cette dernière épaisseur va augmenter la capacité calorifique.

VII. Conclusion du chapitre 4 et perspectives:

L'optimisation des microcalorimètres pour la détection X, impose des améliorations sur plusieurs points, notamment en ce qui concerne la minimisation de la capacité calorifique totale du microcalorimètre par réduction de la contribution des électrons libres au niveau des zones dégénérées du thermomètre. Diminuer la taille des vias de reprises de contact est, aussi, possible, sachant que, technologiquement, on peut descendre jusqu'à 0.5 μm . On peut, aussi, augmenter le nombre de poutres afin de diminuer le R_{th} total et ainsi diminuer le temps de réponse du microcalorimètre. Le réglage du lien thermomécanique par la modification de la surface des plots UBM et le volume de la bille permet d'avoir des temps de montée adaptés. Les poutres qui semblent répondre au besoin, mécaniquement et thermiquement, sont celles qui ont une longueur $L = 23 \mu\text{m}$ et un $W = 5 \mu\text{m}$. Nous avons, dans ce chapitre, réussi à mesurer les différents paramètres de nos thermomètres à basse température.

Nous avons sur les structures thermométriques fabriquées, validé la loi de Casimir à 60 mK. Ce qui nous permet d'avoir un modèle thermique précis pour nos microcalorimètres qui va servir à la conception de la future matrice 32 x 32 pixels pour la mission spatiale XEUS/IXO. Nous avons validé le modèle qui régit le paramètre T_0 (qui est un indicateur de la sensibilité et de la résistance à basse température pour nos microcalorimètres) par nos mesures. Ce modèle suit la loi d'Efros, cela facilitera la conception des futurs thermomètres.

Références du chapitre 4:

- [Agn99] P. Agnès et al, SPIE Vol. 3698.(Orlando, Florida. April 1999).
- [Ali08] A. Aliane and al, “The development of x-ray bolometers based on SOI technology for astronomy”, Proc. SPIE 7011, 701125 (2008), 2008.
- [Dow84] P. M. Downey et al, Applied Optics, 23(6), 1984, p910.
- [Fuj02] R. Fujimoto and al, “development of X-Ray microcalorimeters for future Japanese X-ray astronomy missions”, STJ Workshop, RIKEN Review No. 47 (July, 2002).
- [Gal04] M. Galeazzi and al, «Design of the second generation XRS detector », J.NIMA A520 (2004) 469-471, 2004.
- [Gal07] M. Galeazzi, and al, Physical Review B 76, 155207 (2007).
- [Gos80] U. Gösele et al, Appl. Phys. 23, 361 (1980).
- [Irw95] K. D. Irwin, “An application of electrothermal feedback for high resolution cryogenic particle detection”, J. Applied Physics Letters, 66(15) 1998-2000: 1995.
- [Joh93] J.P. John et M.E. Law, J. Electrochem. Soc. 140, 1489 (1993).
- [Kel07] R. L. Kelley and al, “The Suzaku High Resolution X-Ray Spectrometer” Astronomical Society of Japan, Vol.59, No.SP1, pp.77-112, 2007.
- [Kil99] C.S Kilbourne “The Physics and the Optimization of the XRS Calorimeters on Astro-E”, Stahle CK, et al., 1999, NIM A, 436, 218.
- [Kit96] C. Kittel. Introduction to solid state physics, pages 137-138, John Wiley & Sons, 7th edition, 1996.
- [Mac02] D. McCammon et al, ApJ 576 (2002) p188-203.
- [Mat74] Matsumoto et al. J. Appl. Phys. 13, 1899 (1974).
- [Mat84] D. Mathiot et J.C. Pfister, J. Appl. Phys. 55, 3518 (1984).
- [Mat91] D. Mathiot, Phys. Rev. B, 45, 13345 (1991).
- [Mcc05] D. McCammon, in *Cryogenic Particle Detection*, edited by C.Enss, Topics in Applied Physics No. 99 , Springer, Berlin, 2005, p. 35.
- [Nav97] X-F. Navick, these de doctorat de l’université de l’université de Paris VII / Denis DIDEROT, 1997.
- [Orr88] W.A. Orr Arienzo et al. : J. Appl. Phys. 63, 116 (1988).
- [Rob01] L-S Robertson PhD thesis of university of Florida, 2001.
- [Shk84] B. I. Shklovskii and A. L. Efros, in *electronic Properties of doped semiconductors* (Springer-verlag, Berlin, 1984).
- [Swa89] E. T. Swartz et al, “Thermal boundary resistance”, 61(3) (1989).
- [Sze08] V. Szeflinski and al, Proceedings of “NDIP” Conference 2008.
- [Sze06] S. M. Sze, “Physics of Semiconductor Devices”, Third Edition, 2006.
- [Wel94] F. C. Wellstood, C. Urbina, and J. Clarke. Hot-electron effects in metals. Phys. Rev B, 49(9):5942-5955, 1994.
- [Zha93] J. Zhang *et al*, Phys. Rev. B 48, 2312 (1993).

Conclusions générales et perspectives:

Le développement considérable des détecteurs bolométriques/microcalorimétriques refroidis, au cours de la dernière décennie, témoigne de l'importance de ces détecteurs dans de nombreux domaines scientifiques, notamment pour équiper les futures missions spatiales, de nouvelle génération, dans le domaine de l'astrophysique. L'utilisation de températures de fonctionnement de plus en plus basses a permis d'augmenter très significativement leur sensibilité.

Nos travaux de thèse se situent dans le cadre du développement de ces microcalorimètres pour la détection X dans la gamme 100 eV - 10 keV. Ils visent à permettre la réalisation finale de ces détecteurs avec une sensibilité.

Nous avons dans ce manuscrit présenté notre premier prototype électrique fonctionnant à basse température avec une très bonne sensibilité, constatée sur la plaque PO9 du lot technologique M720P.

Nous avons établi, dans le cadre de cette thèse, le mode de conduction dominant dans nos thermomètres à basse température et les différents phénomènes observés ainsi que la solution afin de les éviter, en vue de la réalisation d'une matrice 16 x 16 pixels qui fera l'objet de la thèse de M. Johanne Goupy, qui a commencé fin 2008.

Grâce aux résultats de mesures obtenues à basse température sur la conductivité thermique du lien thermomécanique (bille d'In et UBM), nous avons pu déterminer la dominance des effets Kapitza aux interfaces formant ce lien. Ce dernier résultat est très important pour optimiser le couplage entre l'absorbeur et le thermomètre en terme de temps de thermalisation. La diffusion totale des dopants P et B dans le thermomètre diminue considérablement le bruit en $1/f$ du détecteur. Il est nécessaire de limiter les zones dégénérées dans les thermomètres formant les reprises de contacts afin de réduire les électrons libres : Ceci minimisera la capacité calorifique des thermomètres à basse température.

L'objectif initial qui était de fabriquer des thermomètres basse impédance est atteint, ainsi que la validation de la loi d'Efros, pour la conduction à basse température. La loi régissant le paramètre T_0 , à basse température, sur nos thermomètres fabriqués en filière silicium 200 mm, a pu en être déduite. Nous avons, aussi, validé la loi de Casimir qui donne la résistance thermique des poutres en silicium. Il était très important de valider ces différents points pour démarrer une nouvelle architecture de matrice 16 x 16 pixels et, plus tard, de matrice 32 x 32 pixels.

Notons que l'adaptation et la réalisation d'une hybridation collective de pixels absorbeurs en tantale (Ta) sur des microstructures thermométriques suspendues par l'utilisation de billes d'indium est une réussite et aussi une première mondiale.

Ces résultats nous placent en bonne position, comme candidat potentiel, pour remporter l'appel d'offre ouvert en 2011/2012 pour la mission XEUS/IXO sans oublier d'autres missions d'Astronomie X, à venir.

Bibliographie de l'auteur

Bibliographie de l'auteur :

1) Refereed journal articles :

-« Design and fabrication process of silicon micro-calorimeters on simple SOI technology for X-ray spectral imaging” A. Aliane, P. Agnèse, C. Pigot, J-L. Sauvageot, F. de Moro, H. Ribot, A. Gasse, V. Szefflinski , Y. Gobil. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 594 (2008) 210–214, 2008.

-“X-Ray Micro-Calorimeter Based on Si Thermistors for X-Ray Astronomy: Design and First Measurements” A. Aliane, C. Pigot, P. Agnese, F. De Moro, X. de la Broïse, A. Gasse, XF. Navick, M. Karolak, H. Ribot, J-L. Sauvageot, V. Szefflinski, Y. Gobil, D. Renaud, P. Rivallin, H. Geoffray. J Low Temp Phys (2008) 151: 381–386, DOI 10.1007/s10909-007-9664-7, proceedings of LTD 12, 2008.

2) Published proceedings:

-“Antenna bolometer for low background sub-mm detection and X-rays μ -calorimeter”, P.Agnèse et A.Aliane, Astrophysics detector workshop, 17-20 November, 2008, Nice, France.

-“The development of x-ray bolometers based on SOI technology for astronomy” A. Aliane, F. De Moro, P. Agnese, C. Pigot, J.-L. Sauvageot, V. Szefflinski, A. Gasse, M. Arnaud, X. de la Broïse, X.-F. Navick, J. Routin, L. Mathieu, J.-C. Cigna, F. Berger, H. Ribot and Y. Gobil Proc. SPIE 7011, 701125 (2008), 2008.

-“New single photon X-ray spectrometer based on simple SOI”, V. Szefflinski, A. Aliane. Proceedings of New Developments In Photodetection conference" – NDIP2008 Conference proceedings, 2008.

-“Development of a microcalorimeter array for X-Ray spectro-imaging in view of XEUS mission”, F. De Moro, A.Aliane, A. Gasse, proceedings of European conference on X-Ray Spectrometry (EXRS), 2008.

-“Collective Hybridization of Tantalum Absorbers on a Silicon Thermistors Array for X-Ray Spectro Imaging Devices », F. De Moro, A. Aliane, A. Gasse, P. Agnese, H. Ribot, C. Pigot, J-L. Sauvageot, V. Szefflinski, will be published at IEEE journal of microelectronic proceedings of ESTC conference 2008.

-European Conference on X-Ray Spectrometry, 2006 - Paris, France POSTER - Title: “X-Ray detector design based on silicon thermistors for space astronomy missions of the new generation” A. Aliane, C.Socquet, P.Agnèse, C.Pigot, J L.Sauvageot, C.Louis.

-“Indium bumps hybridization of Tantalum absorbers on silicon thermometer” A. Aliane, C. Socquet-clerc. Proceedings of French section IMAPS” International Microelectronics and Packaging Society France”, Besançon September, 2006: POSTER.

-“Cooled Bolometers for X-Ray Detection”, A.Aliane, P.Agnèse, Workshop X- and Gamma-Ray Detection CNES/CEA/THALES ALENIA SPACE Toulouse, May the 23rd 2007.

Bibliographie de l'auteur

- « Développement de bolomètre refroidi à 0,1K pour une détection X dans la gamme 100 eV – 30 keV pour la mission spatiale XEUS » A. Aliane, F. De moro, IMAPS-Toulouse, France, september 2007.

-« Reliability of thermal MEMS » S. Muratet, A. Aliane workshop on MEMS reliability, Arcachon, France, 2005.

3) Patents :

-“Electromagnetic radiation detector and manufacturing process”, A. Aliane, Fr patent Number: DD10645 EO “in preparation for publication”, France, 2008.

ANNEXES :

Annexe I

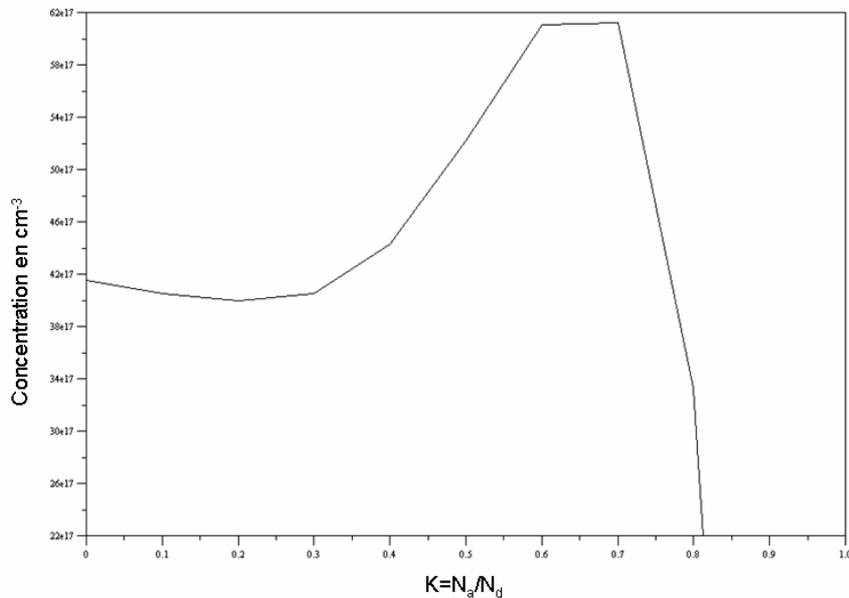
1. Transition Métal-Isolant :

Fig.I.1 : Critère de Mott (transition Métal-Isolant)

2. Processus d'absorption des rayons X dans le tantale à l'état supraconducteur :

Un photon X incident interagit par effet photoélectrique avec un électron de la couche K ou L et lui cède une partie de son énergie. L'électron est arraché (processus d'ionisation), et il va se relaxer en cédant son énergie au réseau cristallin sous forme de phonons avec un temps caractéristique de inférieur à la μs . Selon la théorie BCS (du nom de ses hauteurs Bardeen, Cooper et Schrieffer), les électrons libres d'un métal à l'état supraconducteur sont couplés deux par deux pour former des paires de Cooper, de plus basse énergie que les deux électrons sans interaction. Les phonons vont ensuite interagir avec ces paires de Cooper qui vont se briser et ainsi donner des électrons célibataires appelés quasiparticules. En se recombinant, ces quasiparticules vont abaisser leur énergie en créant de nouveaux phonons, qui vont de nouveaux casser des paires de Cooper pour donner des quasiparticules. On va ainsi avoir des oscillations pendant lesquelles l'énergie absorbée par le tantale est tantôt sous forme de phonons, tantôt sous forme de quasiparticules. Ce phénomène dure jusqu'à thermalisation totale de l'énergie absorbée.

Le problème que peut donc présenter l'utilisation d'un supraconducteur comme absorbeur est un temps de thermalisation des photons trop grand par rapport à la constante de temps thermique du détecteur. Une première mesure réalisée à Palerme donne un temps de vie des quasiparticules d'environ 900 μs dans un échantillon de tantale traité, ce qui est très supérieur à la constante de temps thermique souhaitée, de l'ordre de 10 μs . Une solution envisagée pour forcer les quasiparticules à se recombiner en paires de Cooper est de déposer une couche d'aluminium sur le tantale qui constituerait un puits de potentiel pour les quasiparticules. La forte densité de ces quasiparticules dans ce puits de potentiel diminuerait leur temps de recombinaison.

Annexe II :

1.Choix du substrat

a) Choix substrat double SOI / simple SOI :

Le substrat simple SOI est moins cher que le double SOI. Cependant l'expertise acquise pour la réalisation des senseurs des bolomètres de PACS, l'a été sur substrat double SOI. Il semble, cependant, que transposer l'expertise du double SOI sur du simple SOI ne doive pas poser de problèmes, car nos thermomètres Si sont isolés dans les deux cas. En outre, plus qu'une question de coût, le paramètre principal à considérer pour effectuer ce choix est la complexité de la mise en oeuvre du double SOI avec un empilement de 140 niveaux technologiques, sachant qu'au Leti le bâtiment 41 tourne à 4 étapes par semaine. Le simple SOI permettrait de diviser par deux le nombre de niveaux technologiques et donc d'améliorer considérablement le rendement de fabrication. La facilité et la pérennité de l'approvisionnement sont aussi des paramètres importants à considérer; la SOITEC, du fait de leur proximité et de leur implantation sur le marché, est bien placée comme fournisseur de simple SOI. Enfin, bien-entendu, faut-il que le substrat choisi réponde aux besoins dimensionnels, mécaniques (résistance à l'arrachement des différentes couches), thermiques et de qualité de la couche SOI pour la réalisation de senseurs. Remarquons, d'autre part que l'instrument XRS-2 (mission AstroE-2/Suzaku) a été développé sur du simple SOI avec succès.

b) Choix de l'épaisseur de la couche mince de Silicium :

L'instrument XRS est un exemple à considérer avec une couche mince de 1,5 micron. Pour un senseur correctement dimensionné, seul importe le volume du senseur pour obtenir les caractéristiques en bruit souhaitées. Ceci bien évidemment si l'homogénéité de dopage peut être obtenue sur l'épaisseur choisie. A volume senseur équivalent, une épaisseur supérieure à 1,5 micron permettrait de réduire la surface du senseur et donc de disposer de d'avantage de place, soit pour sortir les pistes du signal sur les murs de la source froide qui seraient plus larges, soit pour implanter un motif de poutrelles silicium pour introduire une impédance thermique entre l'hybridation et le senseur de façon à ajuster finement l'impédance entre absorbeur et senseur (entre autres pour atteindre des valeurs d'impédance plus élevées que celles que permettrait la seule hybridation). Une « épitaxie additionnelle » introduite dans la couche mince du SOI, n'entraverait pas une diffusion homogène dans toute l'épaisseur de cette couche.

Enfin se pose le problème de la solidité et de la rigidité des poutrelles en fonction de leur épaisseur, étant donné que, à section et longueur égales, leur largeur ne compense pas totalement une perte de rigidité/inertie sur l'épaisseur. Dans notre cas l'épaisseur de la couche de passivation TEOS (tetra ethyl ortho silicate) déposée est de l'ordre de 500 nm, cette fine couche permet d'avantage de rigidifier nos poutres en Si qui font 1.5 µm d'épaisseur.

c) Choix du diamètre du wafer 4' / 200 mm ou autre :

C'est un problème de coût, de disponibilité d'approvisionnement et de pérennité des filières correspondantes au LETI. L'évolution naturelle semble être vers le 200 mm et le 300 mm de diamètre aux dépens du 4'. On choisit un diamètre supérieur pour des raisons de pérennité du procédé, il faut remarquer que l'on peut, dans un premier temps, réutiliser les wafers à un diamètre de 4' pour commencer les études avec la technologie actuelle.

d) Choix de la technologie de fabrication et du fournisseur :

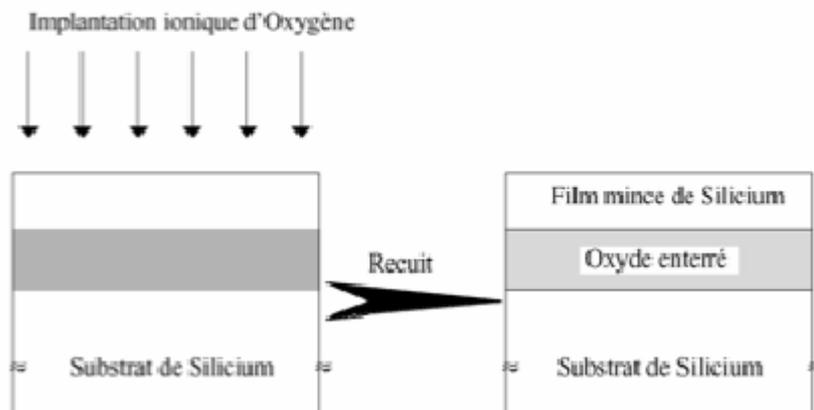
Les paramètres du choix sont :

- Disponibilité de plaquettes SOI avec les spécificités requises en diamètre,
- Épaisseur de couche mince et qualité de Silicium et de collage.
- L'homogénéité de l'épaisseur de la couche mince
- Le coût.

Procédés de fabrication de plaquettes SOI

a) Procédé SIMOX ou Séparation par Implantation d'Oxygène :

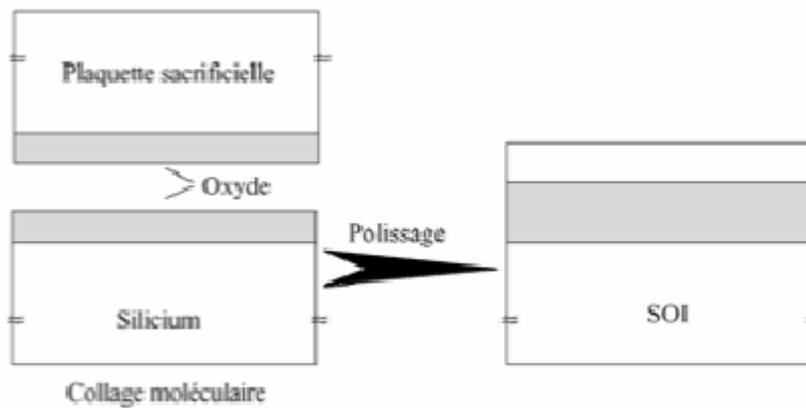
Le principe consiste à implanter de l'Oxygène, puis à former une couche d'Oxyde enterré après recuit.



L'implantation des ions Oxygènes induit un nombre élevé de défauts cristallins; c'est l'inconvénient principal du procédé SIMOX.

b) Procédé par Collage/Polissage (BSOI, BESOI, Bonded and Etched back SOI) :

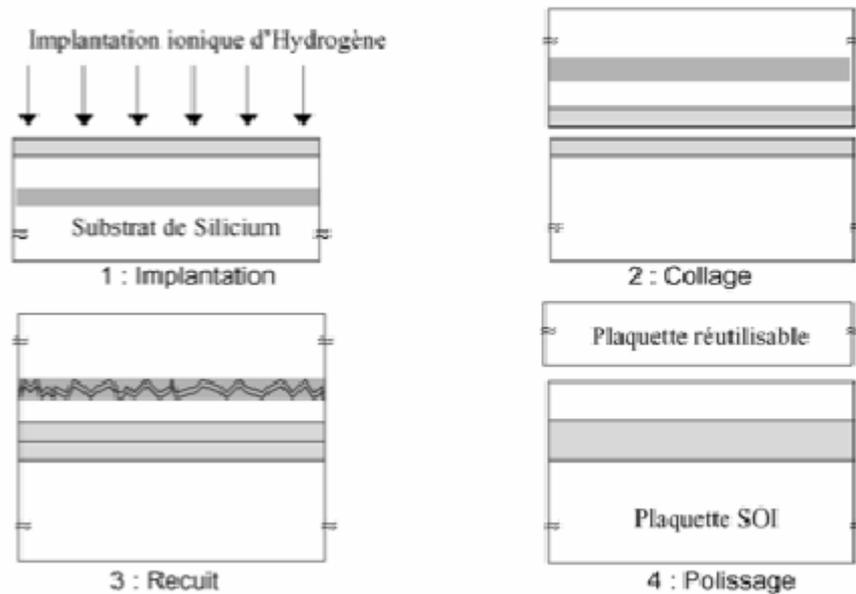
Le procédé de fabrication consiste à coller ensemble deux plaquettes oxydées, puis à en sacrifier une en la polissant pour ne laisser qu'une couche fine de silicium. Ce procédé est mis en oeuvre par la société TRACIT technologies.



L'avantage de ce procédé est qu'il offre un film de Silicium de très bonne qualité. Par contre le coût est élevé car le procédé consomme 2N plaquettes, dont N plaquettes de bonne qualité, pour obtenir N plaquettes de SOI. D'autre part l'épaisseur du film Silicium est difficile à contrôler et son inhomogénéité peut poser problème. Rappelons qu'une variation faible de la densité de dopage due à une inhomogénéité de la dose implantée ou du volume de diffusion (épaisseur du SOI) peut entraîner une dispersion des paramètres des senseurs qui doivent être opérés à la même température (température du plan focal) et à la même tension de polarisation (sauf à complexifier l'alimentation et peut être à augmenter le nombre de lignes d'alimentation dans l'environnement d'une matrice qui sera déjà bien encombré).

Enfin le collage moléculaire doit être suivi par un traitement thermique à relativement haute température (1100° C) pour remplacer les liaisons hydrogène par des liaisons covalentes. Ce problème s'applique aussi bien au procédé Smart Cut.

c) Le procédé Smart Cut (M. Bruel Electronics Letters, VOL. 31, 1995, p. 1201 et Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, VOL. 108, 1996, p. 313), mis en oeuvre par la SOITEC (Produits Unibond), consiste à former des micro-cavités dans une plaquette de Silicium par implantation d'Hydrogène, puis à coller cette plaquette sur une autre. Ensuite un recuit permet de propager des cassures entre les micro-cavités et de cliver la plaquette implantée, en laissant une couche mince de silicium sur la plaquette non implantée. Cette couche est polie en surface. La plaquette restante après clivage peut être réutilisée.



Les avantages de ce procédé sont :

- La couche mince de Silicium est de bonne qualité, car l'implantation de ions Hydrogène produit peu de défauts.
- L'épaisseur de la couche de SOI est facile à contrôler en agissant sur l'énergie d'implantation. Son homogénéité en épaisseur est très bonne.
- Le coût : Pour obtenir N plaquettes de SOI, N+1 plaquettes seulement sont nécessaires et la qualité des N plaquettes peut être moyenne dans la mesure où elles ne servent que de support.

La société SOITEC propose ses produits UNIBOND (procédé smart cut):

Plaques SOI UNIBOND™ en couches fines (thin-film). Les produits disponibles ont une épaisseur de couche SOI allant de 150 nm à 50 nm, avec une uniformité d'épaisseur de +/- 5 % (3 sigma). Les plaques SOI en couches fines UNIBOND sont disponibles en 200 et 300 mm.

Plaques SOI UNIBOND en couches épaisses (thick-film)

Une large gamme de plaques SOI en couches épaisses est disponible, les épaisseurs de couches peuvent aller de 1,5 micron à plusieurs dizaines de microns, avec une uniformité d'épaisseur de +/- 2 % (3 sigma). (uniformité de l'épaisseur est de 0.5%)

Au delà de 1,5 micron, une épitaxie additionnelle est nécessaire. Il n'est pas sûr que de grandes épaisseurs (1,5 micron et plus) soient disponibles pour tous les diamètres de wafer. Un traitement de surface sera fait avant l'épitaxie pour éliminer les quelques Å d'oxyde thermique qui se forme sur les 1,5 micron de Si.

L'épaisseur d'oxyde enterré pourrait monter jusqu'à 2 microns.

La plaque SOI Unibond de 1.5 micron était le choix des américains pour l'instrument XRS-2. l'implantation de ces plaques a concernée que 0.5 micron et ils n'ont pas eu recours à l'épitaxie dans leur technologie.

Annexes

d) Il existe d'autres méthodes d'obtention de substrats SOI (voir J.P. Collinge "SOI Technology: Materials to VLSI" 2nd Ed KLUWER 1997 ISBNB 0-7923-8007-X). Par exemple le procédé ELTRAN (Société CANON).

Le procédé ELTRAN (Epitaxial Layer TRANSfer) consiste à déposer/créer une/deux couche mince de silicium poreux et donc présentant un interface peu résistant par laquelle sera clivée, par la suite, la plaquette sacrificielle.

Cette couche de Silicium poreux est recristallisée en surface pour recevoir la couche SOI par épitaxie. La couche SOI est oxydée en surface puis collée sur une autre plaquette et séparée de la plaquette sacrificielle par cassure du Silicium poreux. La couche est polie/etchée en surface et recuite sous hydrogène à haute température 1100° C.

La couche SOI est de bonne qualité car obtenue par épitaxie.

Le coût est réduit pour les mêmes raisons que pour le procédé Smart Cut.

l'épaisseur maximale de l'épitaxie varie entre 3 et 5 microns.

Discussion :

Les plaques SOI Unibond épaisses de la société SOITEC à 1,5 micron d'épaisseur et sans épitaxie semble être le choix le plus prudent.

La commande qu'on a faite chez SOITEC a concernée 30 plaques simple SOI approvisionnées avec les spécifications dimensionnelles (200 mm de diamètre et une épaisseur de 1,5 micron de Si).

D'après SOITEC l'uniformité de nos plaque varie entre 0,5 et 1% en épaisseur. Cela ne devrait pas gêner le fonctionnement de nos thermometres car notre résistance électrique à basses température ne dépends que de l'implantation P et B.

Et que la reduction du bruit en $1/f$ n'est pas beaucoup affectée car on implante toute l'épaisseur c'est-à-dire 1,5 micron.

Dans le futur les plaques simple SOI commandées auront 0,34 micron de Si et 0,8 d'oxyde enterré, l'augmentation de cette epaisseur pour atteindre 1,5 micron de Si se fera par epitaxie EJM au LETI.

2. Différents masques de CAO :

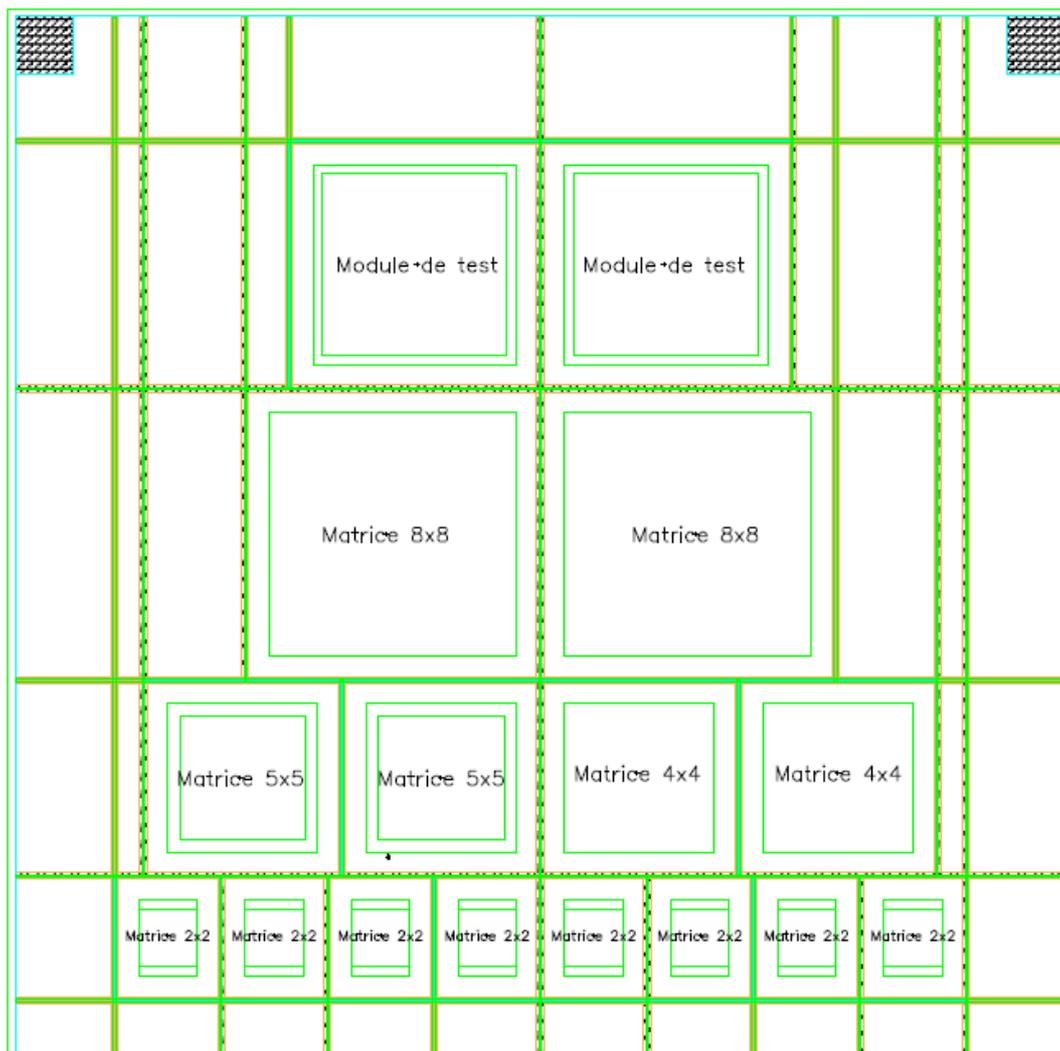


Fig.II.1 : Vue d'ensemble du champ élémentaire de la filière 200 mm

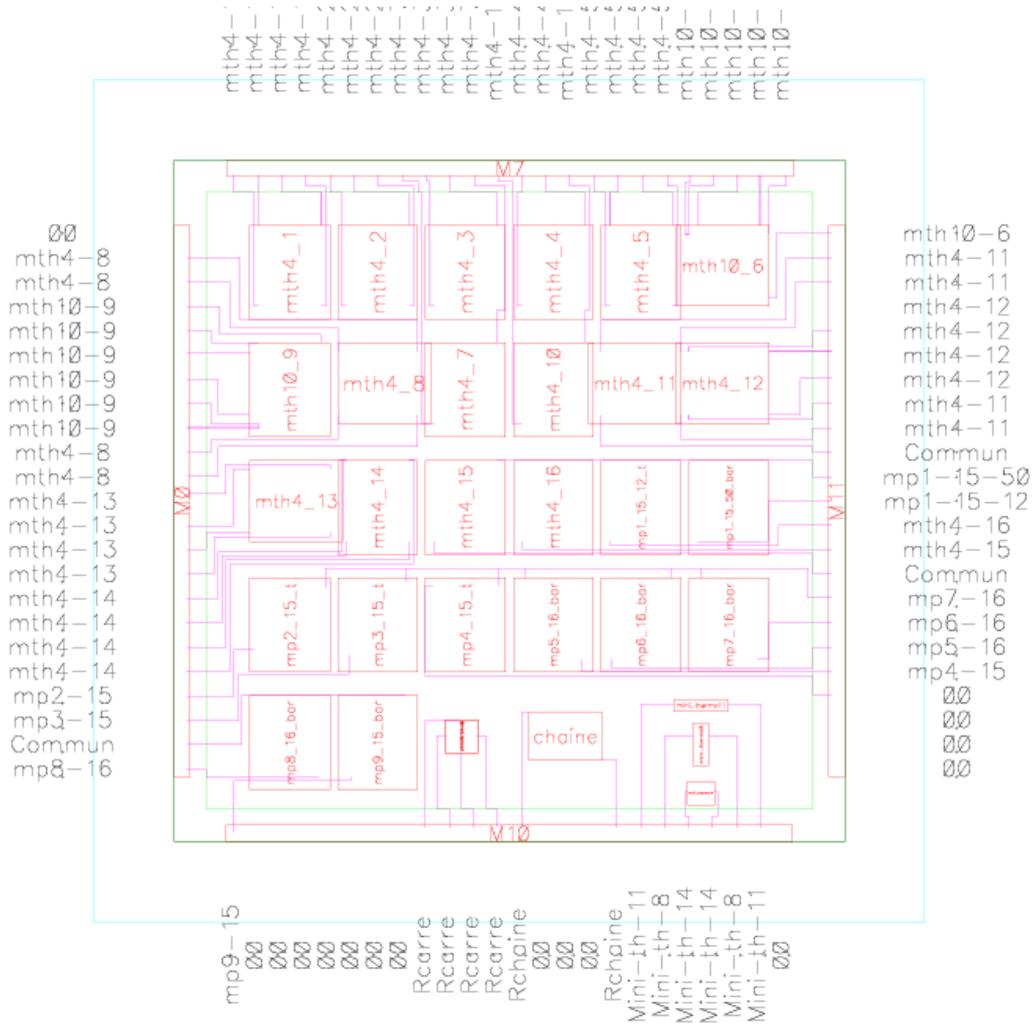


Fig.II.2 : Vue d'ensemble du module de test unitaire

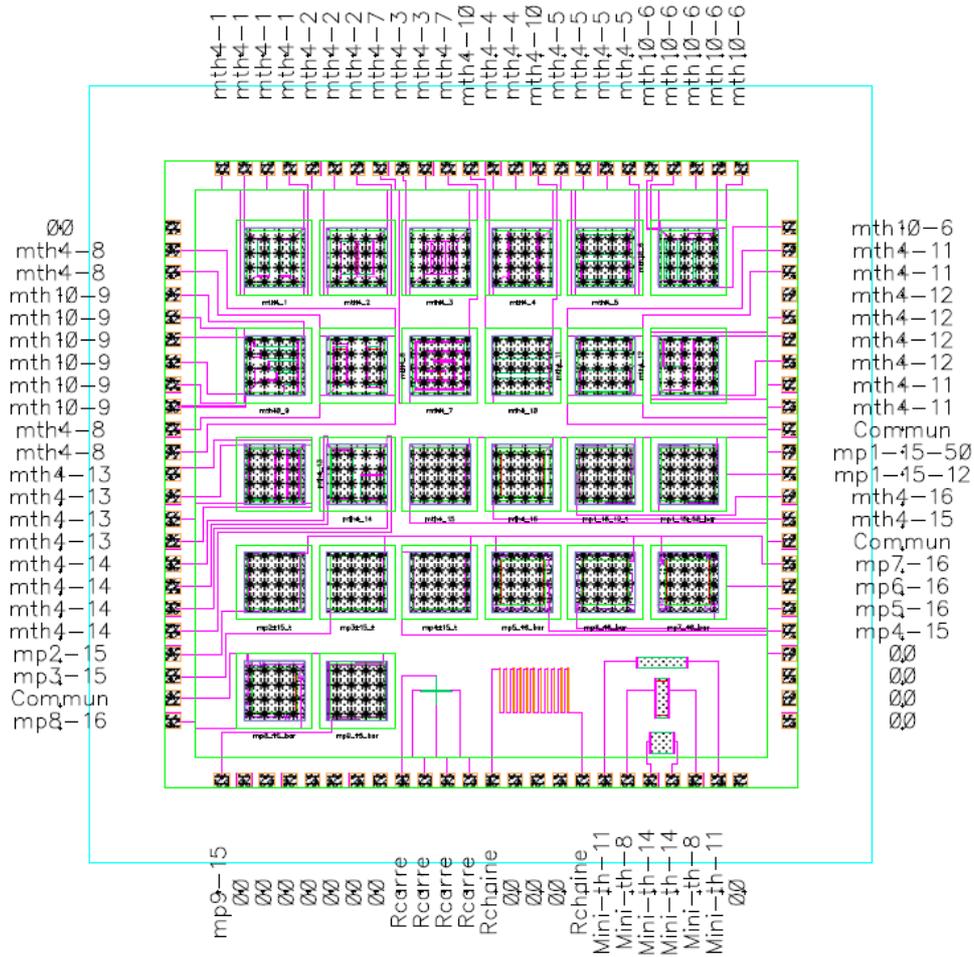


Fig.II.3 : Vue d'ensemble du module de test unitaire

3. Limites de l'implanteur ionique au Leti :

Type	Espèce	Gamme d'énergie (keV)	Gamme de dose (at/cm ²)	Commentaire
Standard, à partir bouteille gaz installé en permanence sur l'implanteur (mise en œuvre rapide)	Bore (B ⁺)	3 à 10	1e13 à 3e15	
		10 à 250	1e12 à 5e15	dans certains cas on peut descendre à qq e11
		250 à 500	1e12 à 5e14	
	BF2 (BF2 ⁺)	3 à 100	1e13 à 3e15	
	Arsenic (As ⁺)	3 à 200	5e12 à 3e15	on peut monter à 5e15 dans certains cas
	Phosphore (P ⁺)	3 à 250	1e12 à 5e15	
		250 à 500	5e12 à 5e14	
	500 à 750	1e12 à 5e14		
	Argon (Ar ⁺)	7 à 50	5e13 à 1e15	Cette gamme peut être facilement étendue, l'Argon est très simple à mettre en œuvre
Standard, à partir source solide (+ long à mettre en œuvre)	Germanium (Ge ⁺)	3 à 80	5e14 à 3e15	
	Indium (In ⁺)	40 à 190	5e12 à 1e14	
	Antimoine (Sb ⁺)	5 à 200	2e12 à 2e15	
Non standard, source solide	Gallium (Ga ⁺)	20	2e13 à 1e14	Seulement qq manip jusqu'à présent
	Silicium (Si ⁺)	10 à 40	qq e14	Très difficile, le faisceau ne tiens pas, voir au cas par cas
Non standard, source gaz sur ligne spéciale (installation bouteille à prendre en compte)	Azote (N ⁺ et N2 ⁺)	20 à 75	1 à 5e14	Assez facile à mettre en œuvre
	Hélium (He ⁺)	85 à 200		Seulement qq manip jusqu'à présent
	Hydrogène (H ⁺)	75 à 100		Seulement qq manip jusqu'à présent

Tableau.II.4 : Limite de l'implanteur du bâtiment 41 du CEA/LETI.

4. Pixel-microcalorimètres gravés sur la plaque PO4 :

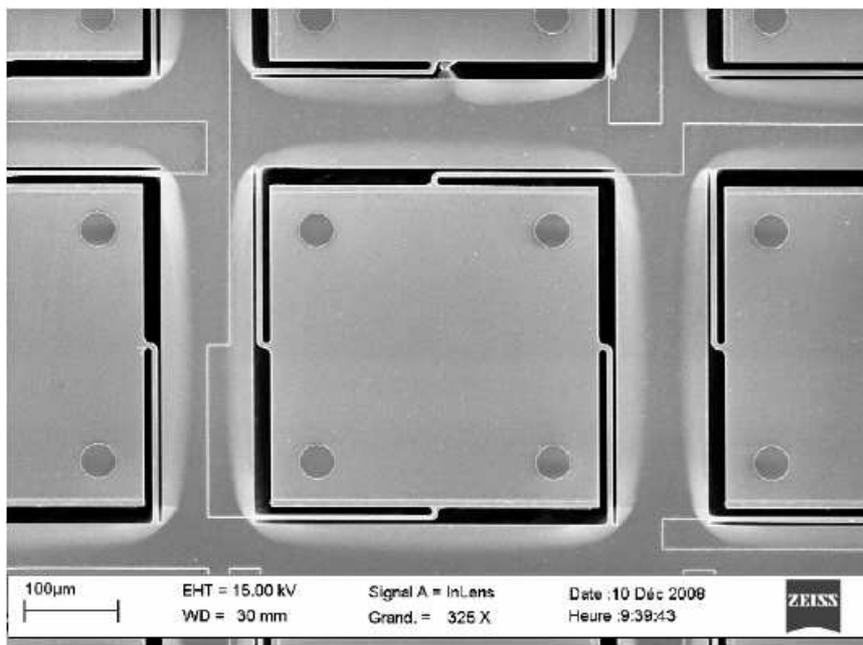


Fig.II.5

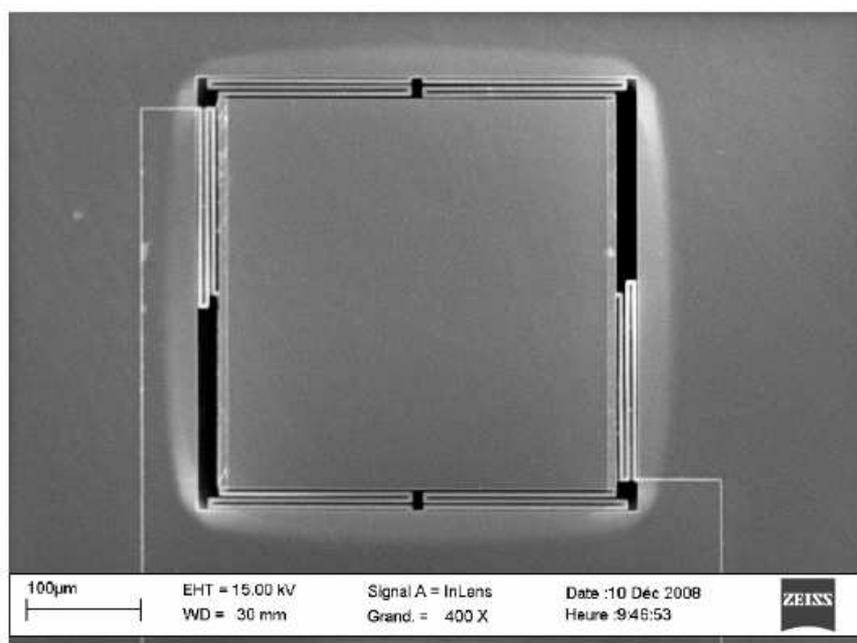


Fig.II.6

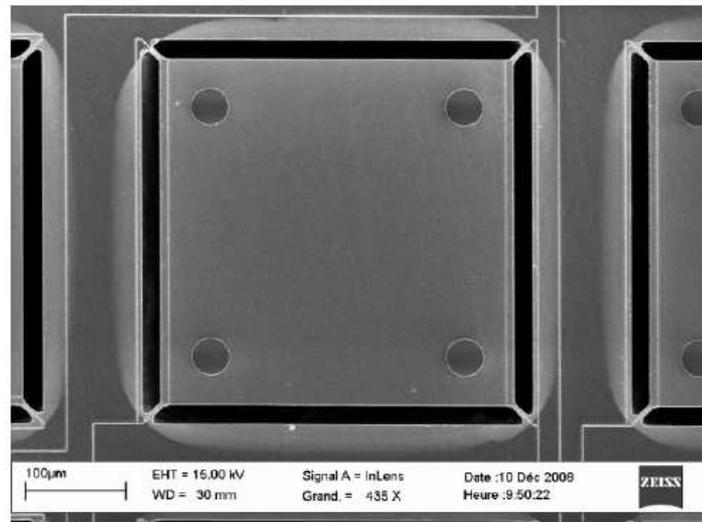


Fig.II.7

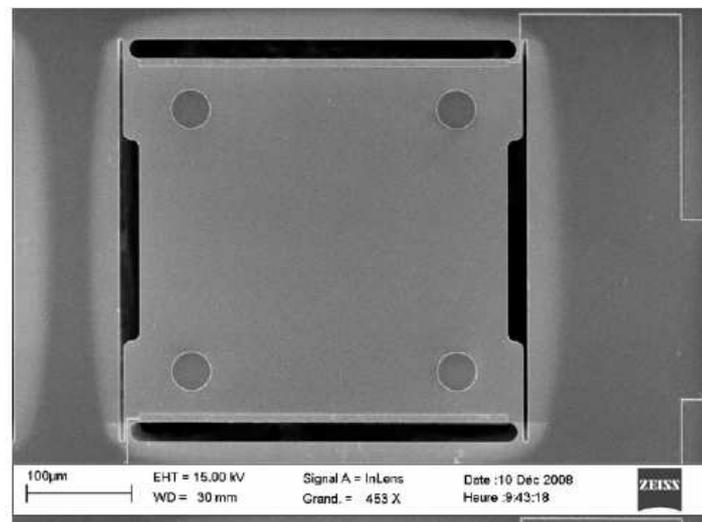


Fig.II.8

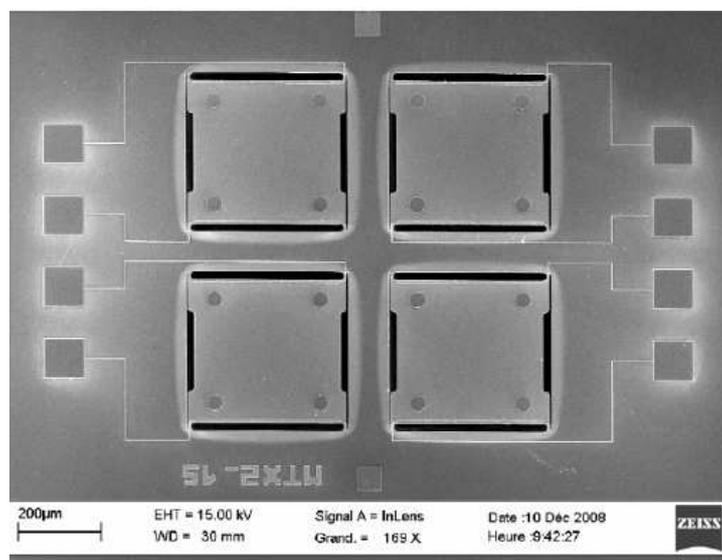


Fig.II.9

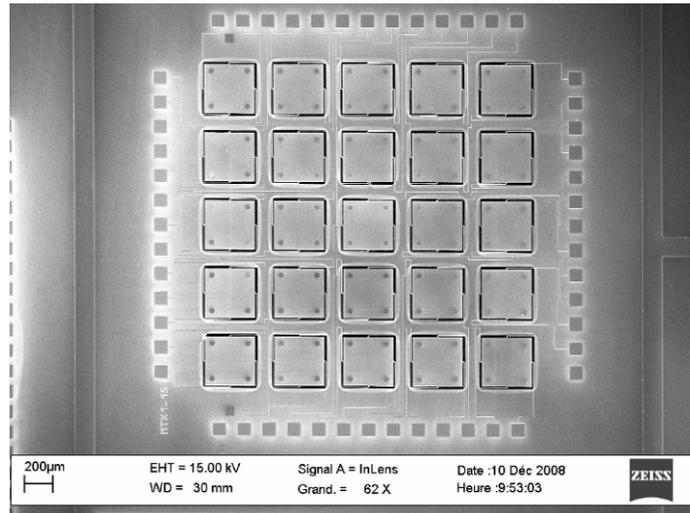


Fig.II.10

Annexe III

1. Collage en packaging microélectronique :

Caractéristiques typiques de colles			
Caractéristiques	Conductrice électrique	Isolante électrique	Conductrice thermique
Conditions de polymérisation	1/2 h à 150 ° C 2 h à 125 ° C	1 h à 150 ° C	1 h à 150 ° C
Température max. d'utilisation (° C)			
— en continu	150 ° C	150 ° C
— en intermittent	300 ° C	300 ° C
Résistance au cisaillement (Al/Al à 25 ° C)	17 MPa	37 MPa	21 MPa
Résistivité (W · cm)	0,002	$5 \cdot 10^{14}$	$8 \cdot 10^{14}$
Température de transition vitreuse (T_g) (° C)	90	100	109
Conductivité thermique [W/(m · K)]	3,46	0,24	0,73
Coefficient de dilatation (en $10^{-6} / ^\circ C$)			
— pour $t < T_g$	64	61	45
— pour $t > T_g$	13	20	27

Tableau.III.1 : Caractéristiques typiques du collage⁷⁸

2. Etapes de fabrication d'une interconnexion par bille d'indium :

La figure ci-dessous présente synthétiquement les principales étapes de réalisation d'un circuit d'interconnexion.

⁷⁸www.techniques-ingenieur.fr

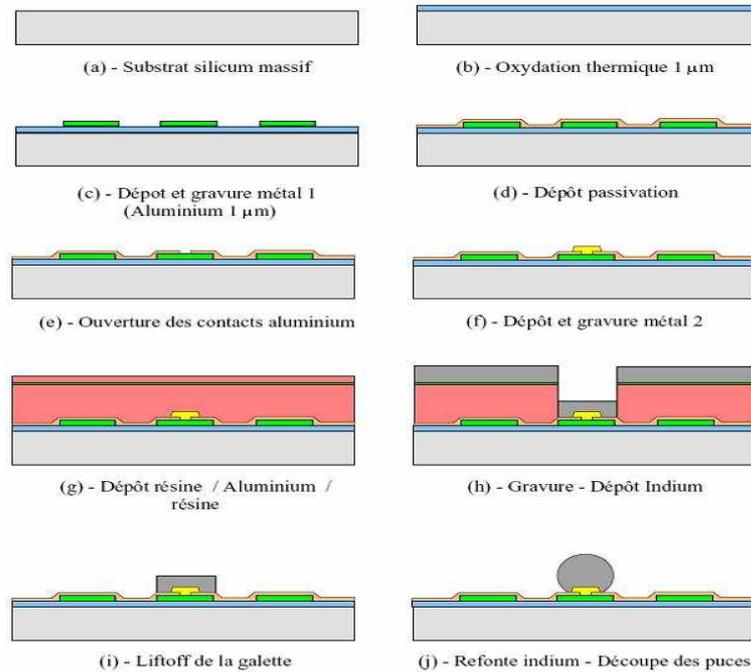


Fig.III.2 : Principales étapes technologiques de fabrication du réseau d'interconnexions [buz99]

Ces étapes technologiques, sont réalisées au DOPT, nous avons utilisé le même processus technologique pour la réalisation des billes d'indium sur des micro feuilles de tantale afin de les assembler avec des thermomètres en silicium suspendus. Le pas d'hybridation que nous avons dans notre configuration (pour le microcalorimètre X) est de 260 µm, ce dernier est plus important que celui utilisé pour les détecteurs infrarouges développés au Leti (qui de l'ordre de 15 µm).

3. Système Au-In :

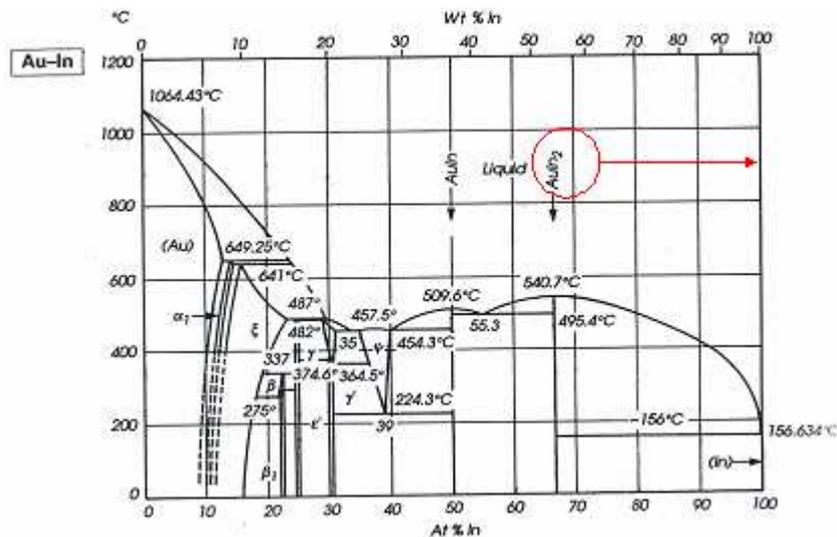


Fig.III.3 : Diagramme de phase de l'Au-In[Jan79]

4. Essais de découpe à la scie et d'hybridation :

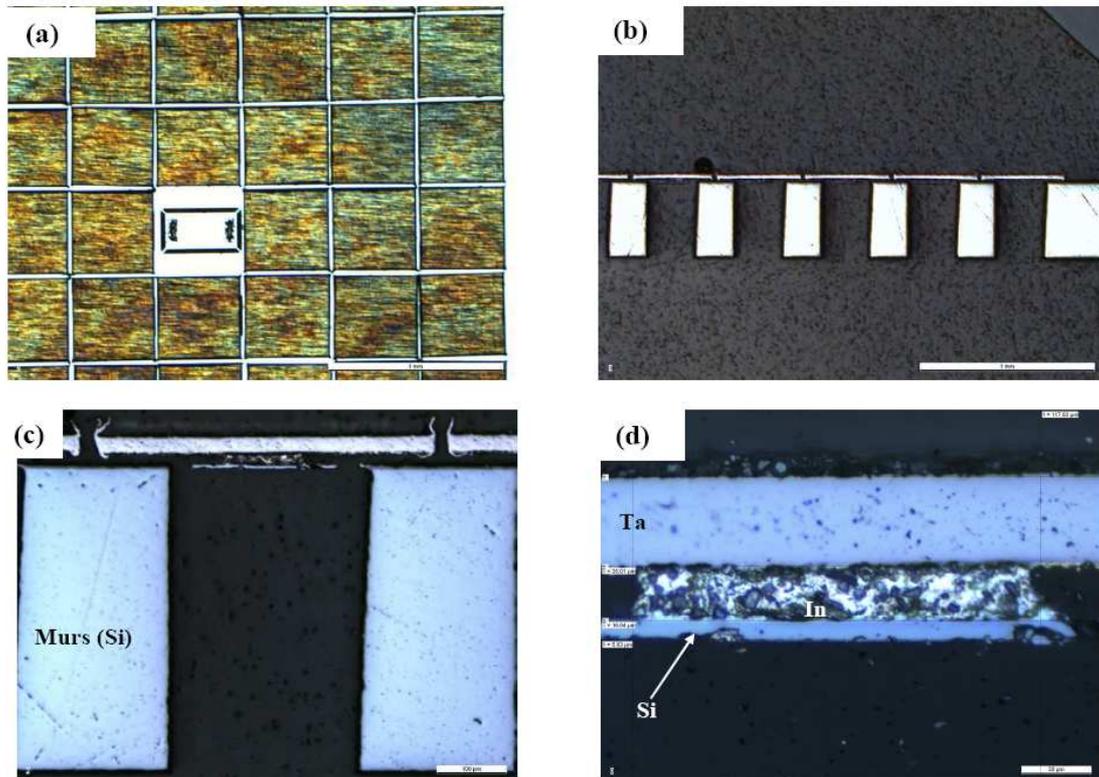


Fig.III.4 : Pixels en tantale découpés à la scie et hybridés collectivement sur des structures libérées.

5. Phénomène d'effet de pile après gravure de l'UBM (bicouche) :

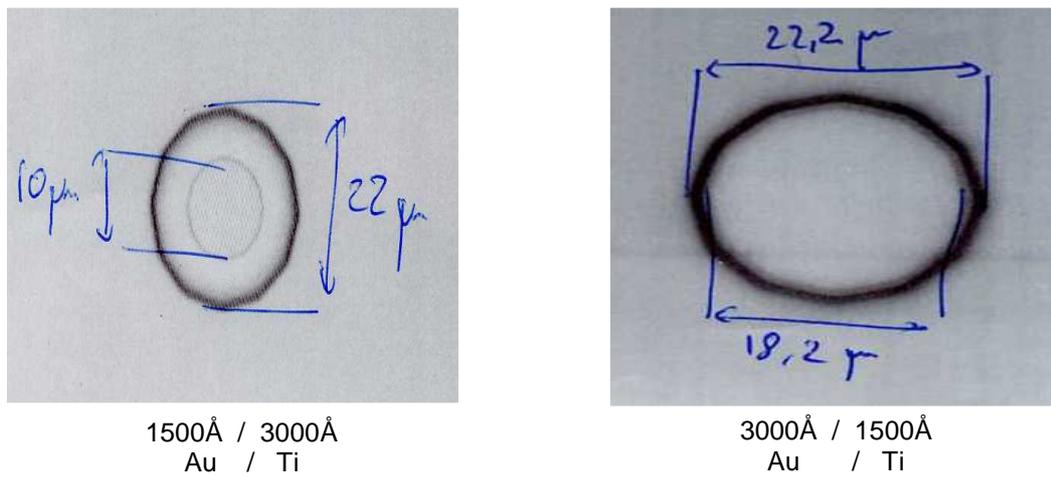


Fig.III.5 : Observation au MEB des plots Ti/Au après leurs gravure

6. Simulation Ansys :

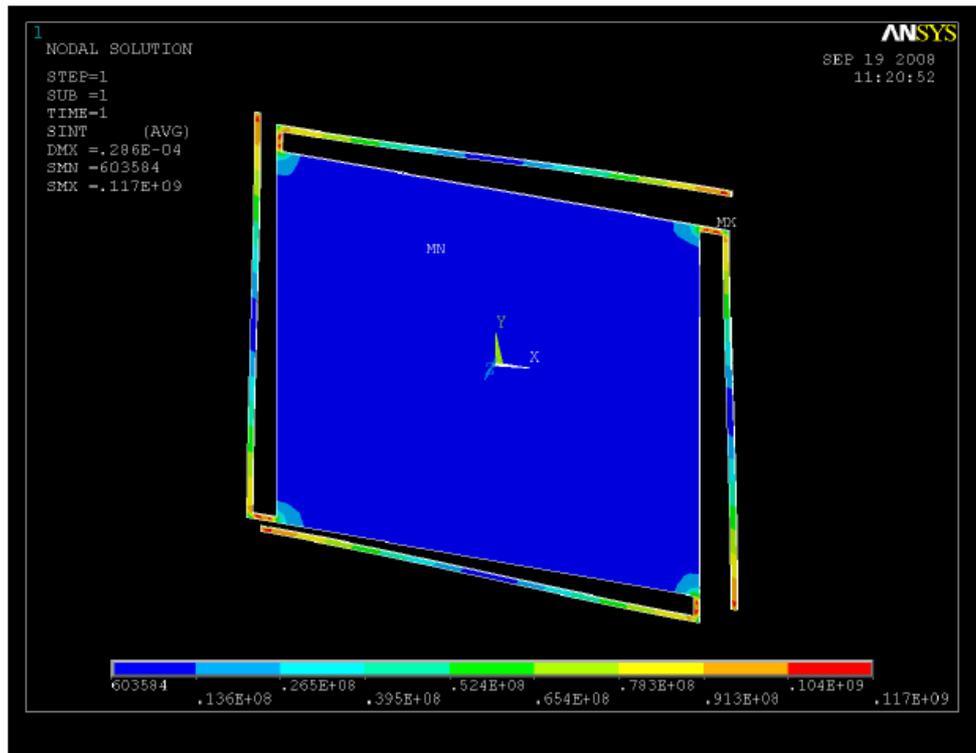


Fig.III.6 : Simulation Ansys des contraintes sur une structures de type longues poutres (cas $F = 2 \cdot 10^{-6}$ N)

Annexes IV

1. Simulation ATHENA :

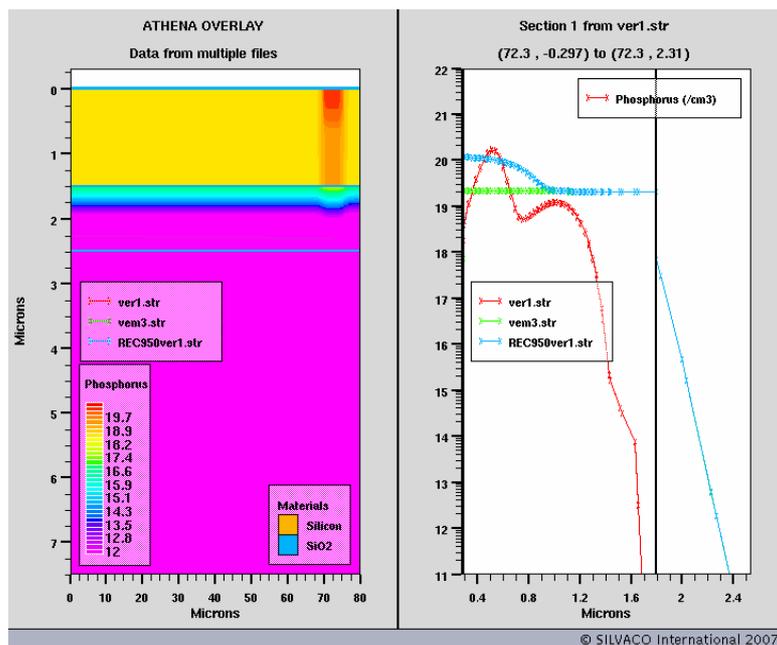


Fig.IV.1 : Simulation technologique Athéna des dopants dans le contact N+

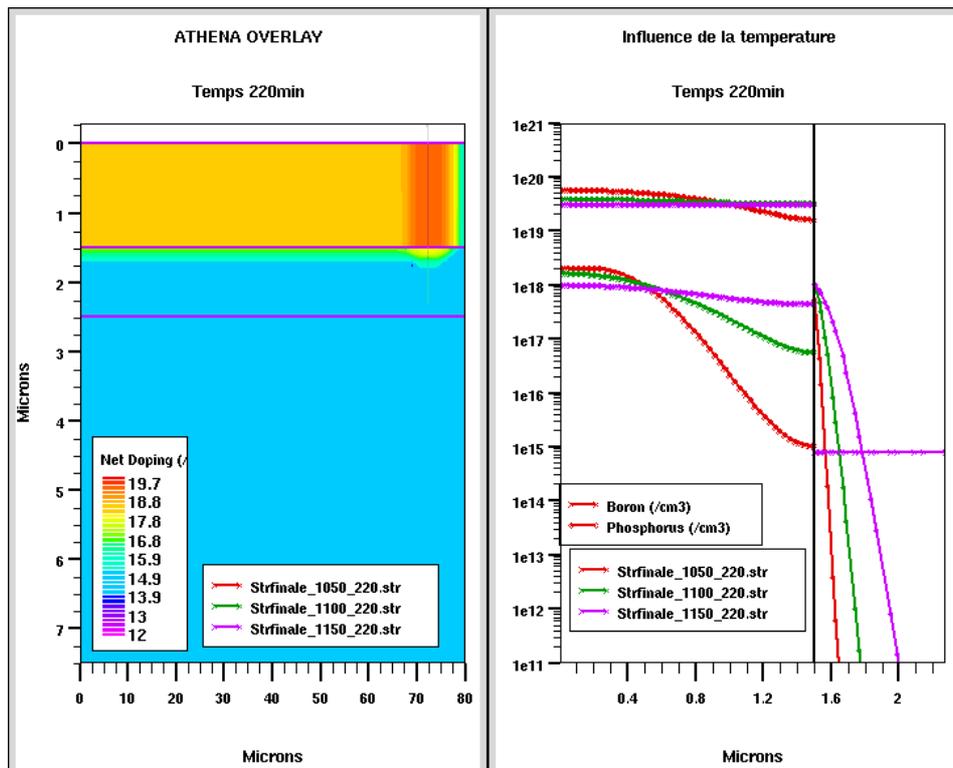


Fig.IV.2 : Influence du recuit sur le profil du phosphore au niveau du thermomètre et du contact N+

2. Simulation ATLAS :

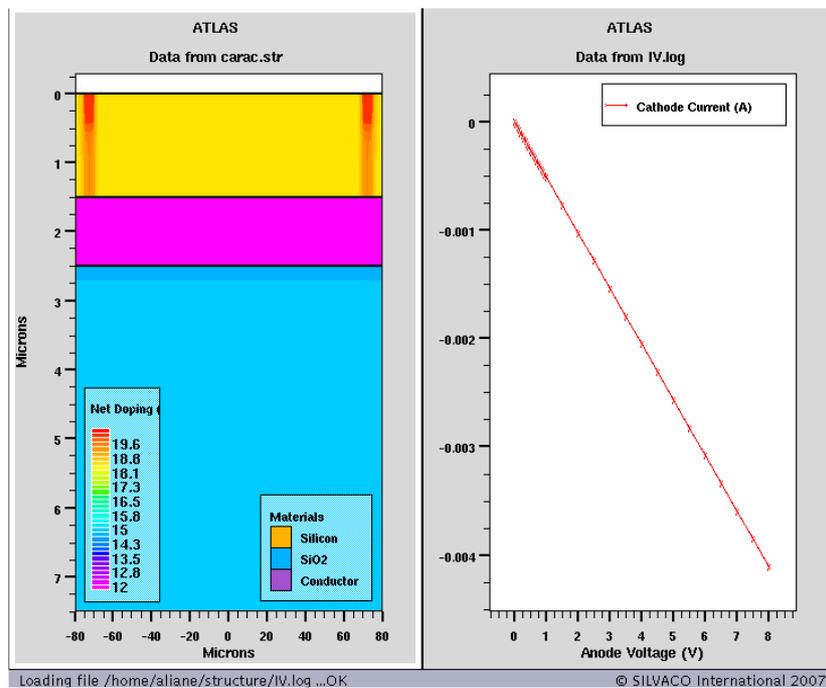


Fig.IV.3 : Simulation électrique ATLAS des caractéristiques électriques du thermomètre

3. Résistance carré simulées par ATHENA :

Nom des plaques	P en cm-2	B en cm-2	R (ohm/carré)
PO1	5.30 e+14	6.30 e+13	0.747384
PO2	5.00 e+14	6.30 e+13	0.775812
PO3	4.70 e+14	6.30 e+13	0.806811
PO4	4.50 e+14	6.30 e+13	0.82911
PO5	4.20 e+14	6.30 e+13	0.865386
PO6	4.00 e+14	6.30 e+13	0.891728
PO7	3.80 e+14	6.30 e+13	0.920054
PO8	5.00 e+14	1.00 e+14	0.832563
PO9	5.00 e+14	1.10 e+14	0.848852
P10	5.00 e+14	1.20 e+14	0.865586
P11	5.00 e+14	1.30 e+14	0.882787
P12	5.00 e+14	1.40 e+14	0.900483
P13	5.00 e+14	1.90 e+14	0.997703

Fig.IV.4 : La résistance $R_{\text{carré}}$ des différentes implantations par ATHENA (lot M434)

4. Résistance thermique des poutres en silicium :

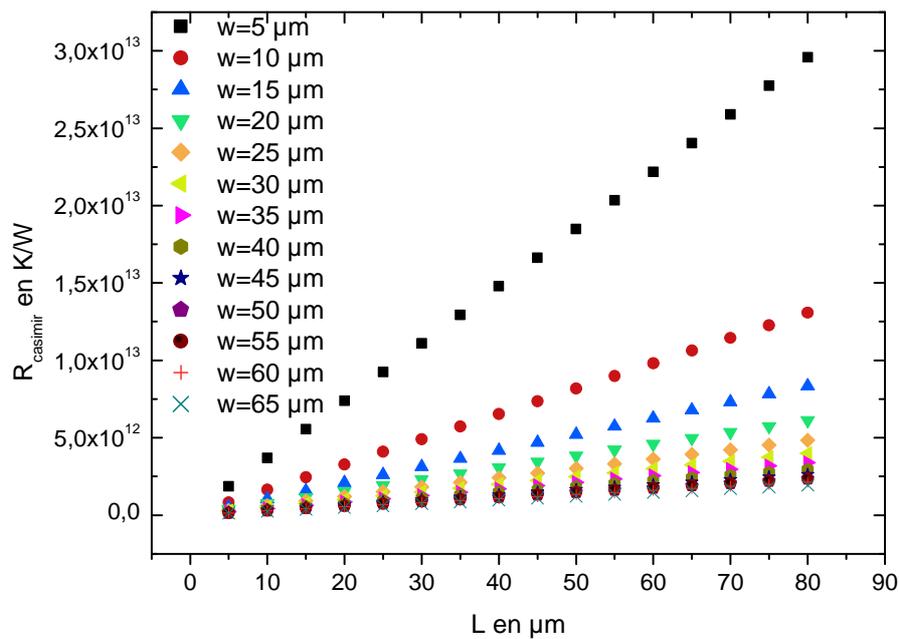


Fig.IV.5 : Représentation de la résistance thermique Casimir en fonction de la longueur des poutres en Si à 50 mK

5. Placement sur céramique des échantillons de test :

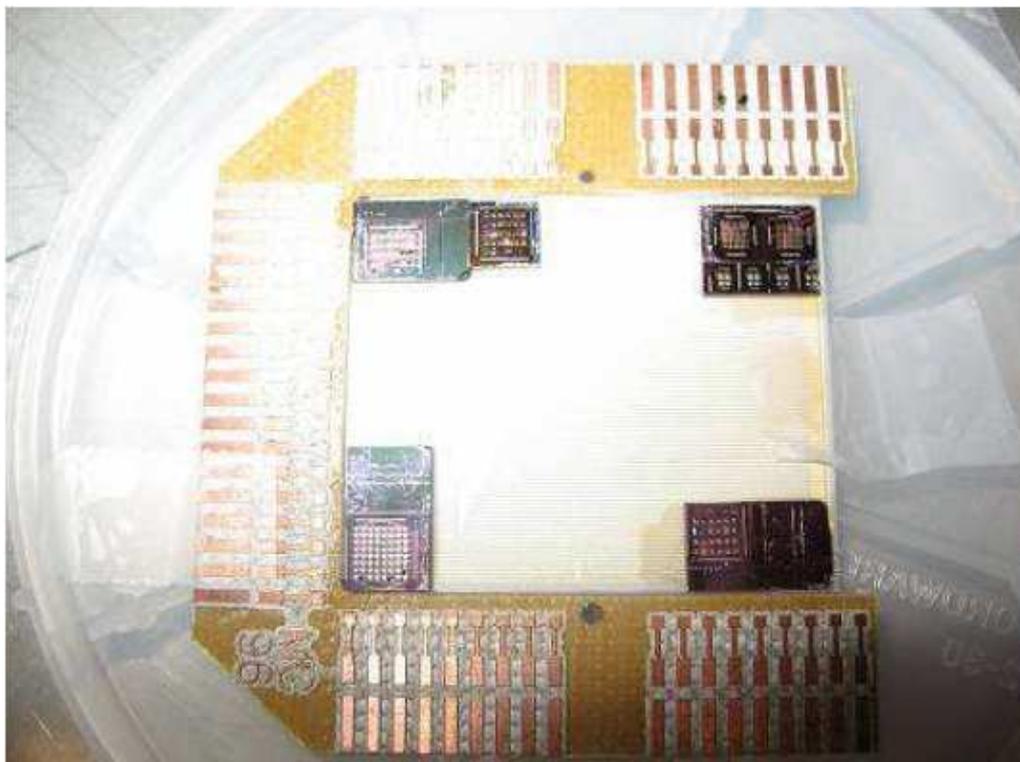


Fig.IV.6 : Préparation sur céramique des différents échantillons à tester

6. Mesure et comparaison des R(T) :

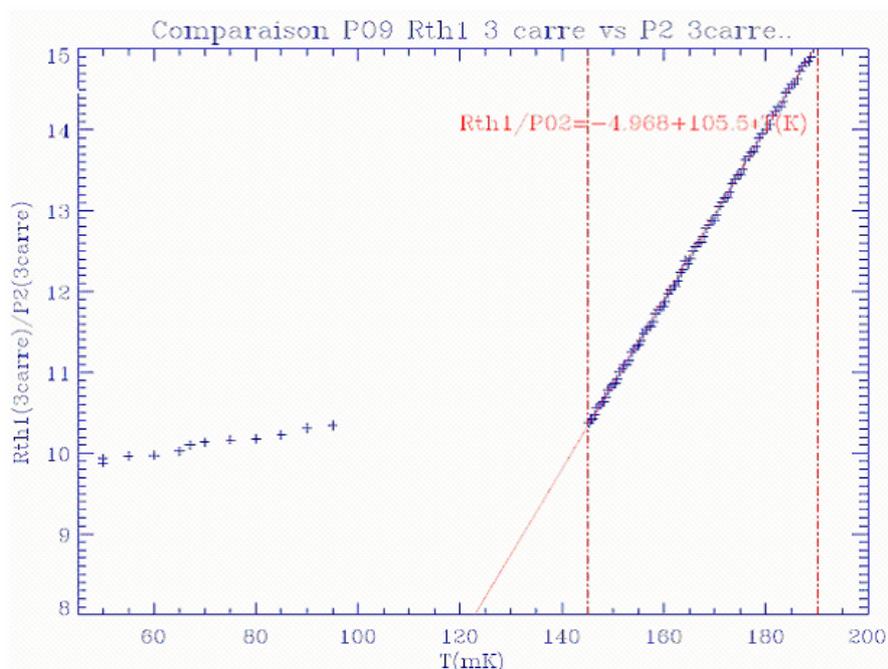


Fig.IV.7 : Comparaison entre la plaque PO2 et PO9

7. Mesure du temps de réponse des poutres en silicium sur PO1 :

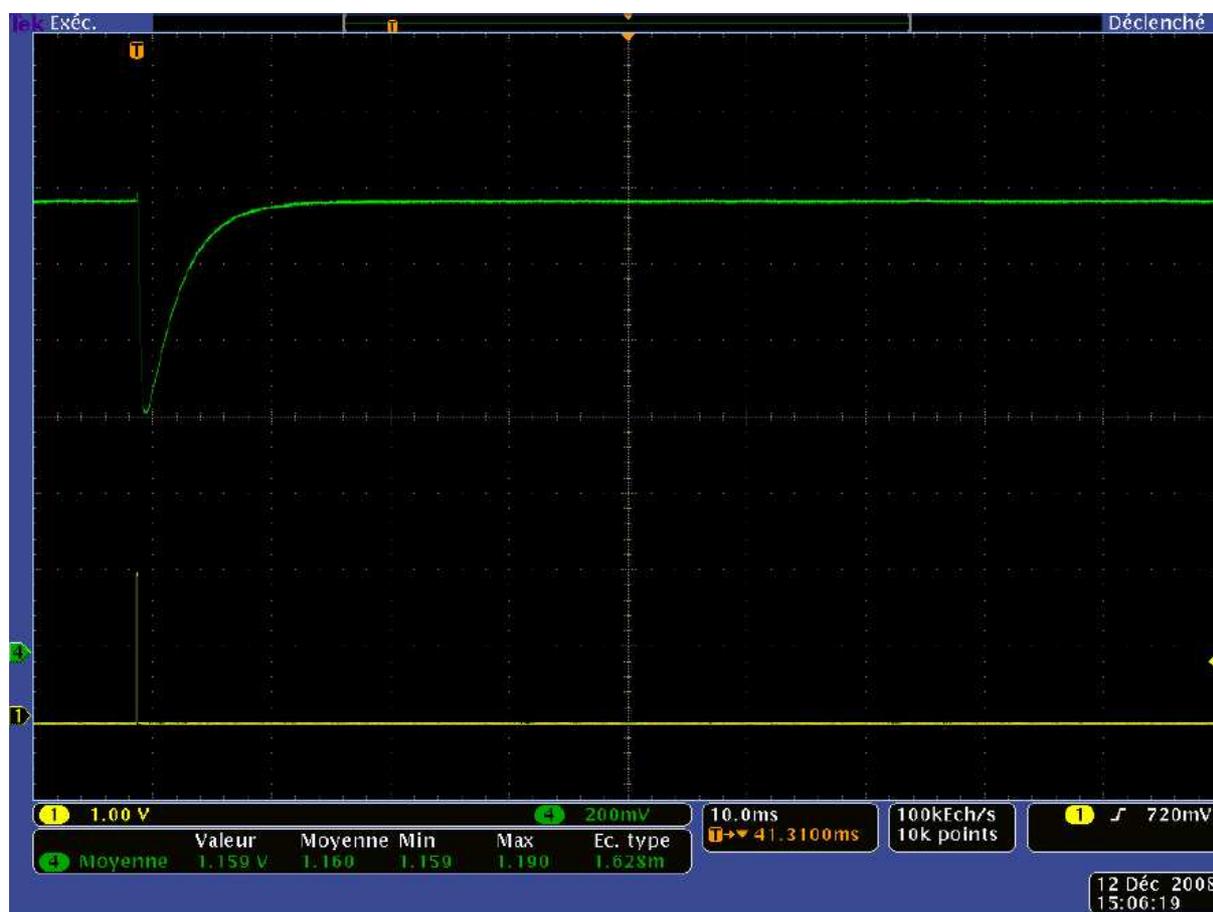


Fig.IV.8 : Mesure du temps de réponse d'une structure bi-thermomètre.

Annexes

Programme ATHENA

```
go athena
# Paramètres de la structure du thermomètre
#compensation de k=12%
# Paramètres pour les implantations

set DOPANTN = "phosphorus"
set PDOS    = 4.7e14
set PDOS_4  = ( $PDOS / 4 )
set PEN = 500
set PTILT   = 7
set PROT    = 27

set DOPANTP = "Boron"
set BDOS    = 6.3e13
set BDOS_4  = ( $BDOS / 4 )
set BEN     = 250
set BTILT   = 7
set BROT    = 27

set DOPANTF = "Phosphorus"
set FDOS    = 3e15
set FDOS_4  = ( $FDOS / 4 )
set FEN     = 180
set FTILT   = 7
set FROT    = 27

set DOPANTA = "Phosphorus"
set ADOS    = 4e15
set ADOS_4  = ( $ADOS / 4 )
set AEN     = 120
set ATILT   = 7
set AROT    = 27

# Dimensions générales de la structure
# LRESISTANCE: Longueur entre les contacts
set LRESISTANCE = 140.0
# LCONTACT: Longueur de contact
set LCONTACT = 5.0
# LALPHA: Longueur entre le contact et le bord du thermomètre
set LALPHA = 5.0
# EpSi: Epaisseur du silicium 1
set EpSi = 1.5
# EpOx: Epaisseur de l'oxide du SOI
set EpOx = 1.0
# EpSibulk: Epaisseur du bulk Si du SOI
set EpSibulk = 5.0
# n, p, l : Echelle de divisions
set Dn = 15.0
set Dp = 6.0
set Dl = 3.0
set PAROX1 = 0.025
set DIVRES = 2
set DIVOX1 = 3
set PARES = 1.5
# set DIVRES = 3

set POSITJONCTION = 1.0
set CRITERECANAL = 0.03
```

Annexes

```
set CRITEREJONCTION = 0.03
set CRITEREMILIEU = 0.05
```

```
# Définition du maillage sur l'axe des X
set xstart = 0
set xc1 = $xstart + ( $LRESISTANCE / 2 )
set xs1 = ( ( $xstart + $xc1 ) / 2 )
set xc2 = $xc1 + $LCONTACT
set xend = $xc2 + $LALPHA
```

```
# Définition du maillage sur l'axe des Y
set ystart = 0
set yjonction = $POSITJONCTION
set ybox1 = $ystart + $EpSi
set ybox2 = $ybox1 + $EpOx
set yend = $ybox2 + $EpSibulk
```

```
# Définition des pas de maillage sur l'axe des X
```

```
set xpasstart = $CRITERECANAL
set xpass1 = ( ( $xs1 - $xstart ) / 9 )
set xpasc1 = $CRITEREJONCTION
set xpasc2 = ( ( $xc2 - $xc1 ) / $Dp )
set xpasend = ( ( $xend - $xc2 ) / 3 )
```

```
# Définition des pas de maillage sur l'axe des Y
```

```
set ypasstart = $CRITERECANAL
set ypasjonction = $CRITEREJONCTION

set ypasbox1 = ( ( $ybox1 - $ystart ) / $Dp )
set ypasbox2 = ( ( $ybox2 - $ybox1 ) / $D1 )
set ypasend = ( ( $yend - $ybox2 ) / 3 )
```

```
# Maillage de la structure
```

```
line x loc = $xstart spa = $xpasstart TAG=TAGXSTART
line x loc = $xs1 spa = $xpass1
line x loc = $xc1 spa = $xpasc1
line x loc = $xc2 spa = $xpasc2
line x loc = $xend spa = $xpasend TAG=TAGXEND
```

```
#
```

```
line y loc = $ystart spa = $ypasstart TAG=TAGYSTART
line y loc = $yjonction spa = $ypasjonction
line y loc = $ybox1 spa = $ypasbox1 TAG=TAGYBOX1
line y loc = $ybox2 spa = $ypasbox2 TAG=TAGYBOX2
line y loc = $yend spa = $ypasend TAG=TAGYEND
```

```
# Définition region silicium
```

```
Region silicon XLO=TAGXSTART XHI=TAGXEND YLO=TAGYSTART YHI=TAGYBOX1
Region oxide XLO=TAGXSTART XHI=TAGXEND YLO=TAGYBOX1 YHI=TAGYBOX2
Region silicon XLO=TAGXSTART XHI=TAGXEND YLO=TAGYBOX2 YHI=TAGYEND
```

```
init c.boron=8e14 orientation=100 two.d
structure outfile= resistance1.str
#
deposit oxide thick=$PAROX1 divisions=$DIVOX1
```

Annexes

#diffus time=30 temp=950 dryo2

depot resine

deposit photoresist thick=\$PARES divisions=\$DIVRES

#

etch photoresist left p1.x=\$xc2

struct outfile=vemresine.str

#implantation du phosphore

implant \$DOPANTN dose=\$PDOS_4 energy=\$PEN tilt=\$PTILT rotation=\$PROT BCA

implant \$DOPANTN dose=\$PDOS_4 energy=\$PEN tilt=\$PTILT rotation=\$PROT+90 BCA

implant \$DOPANTN dose=\$PDOS_4 energy=\$PEN tilt=\$PTILT rotation=\$PROT+180 BCA

implant \$DOPANTN dose=\$PDOS_4 energy=\$PEN tilt=\$PTILT rotation=\$PROT+270 BCA

struct outfile=vemetphosphore.str

#implantation du bore

implant \$DOPANTP dose=\$BDOS_4 energy=\$BEN tilt=\$BTILT rotation=\$BROT BCA

implant \$DOPANTP dose=\$BDOS_4 energy=\$BEN tilt=\$BTILT rotation=\$BROT+90 BCA

implant \$DOPANTP dose=\$BDOS_4 energy=\$BEN tilt=\$BTILT rotation=\$BROT+180 BCA

implant \$DOPANTP dose=\$BDOS_4 energy=\$BEN tilt=\$BTILT rotation=\$BROT+270 BCA

struct outfile=vemetbore.str

etch photoresist all

depot resine

deposit photoresist thick=\$PARES divisions=\$DIVRES

retrait resine zone contact N+

etch photoresist start x=\$xc2 y=0.025

etch cont x=\$xc1 y=0.025

etch cont x=\$xc1 y=-4

etch done x=\$xc2 y=-4

struct outfile=vemres2.str

implantation contact N++

implant \$DOPANTF dose=\$FDOS_4 energy=\$FEN tilt=\$FTILT rotation=\$FROT BCA

implant \$DOPANTF dose=\$FDOS_4 energy=\$FEN tilt=\$FTILT rotation=\$FROT+90 BCA

implant \$DOPANTF dose=\$FDOS_4 energy=\$FEN tilt=\$FTILT rotation=\$FROT+180 BCA

implant \$DOPANTF dose=\$FDOS_4 energy=\$FEN tilt=\$FTILT rotation=\$FROT+270 BCA

etch photoresist all

struct outfile=ver1.str

programme de four:REC1100NO

diffu time=510.00 temp=1100 nitrogen

struct outfile=vem3.str

Annexes

```
struct outfile=REC115ver1.str

# depot resine
deposit photoresist thick=$PARES divisions=$DIVRES

# retrait resine zone contact N+

etch photoresist start x=$xc2 y=0.025
etch cont x=$xc1 y=0.025
etch cont x=$xc1 y=-4
etch done x=$xc2 y=-4

# Implant N+

implant $DOPANTA dose=$ADOS_4 energy=$AEN tilt=$ATILT rotation=$AROT BCA
implant $DOPANTA dose=$ADOS_4 energy=$AEN tilt=$ATILT rotation=$AROT+90 BCA
implant $DOPANTA dose=$ADOS_4 energy=$AEN tilt=$ATILT rotation=$AROT+180 BCA
implant $DOPANTA dose=$ADOS_4 energy=$AEN tilt=$ATILT rotation=$AROT+270 BCA

etch photoresist all

#programme de four:REC950NO

diffu time=160.00 temp=950 nitrogen

struct outfile=REC950ver1.str
#init infile=.history22.str
# retrait oxide pre implant
etch oxide all
struct mirror left
struct outfile=Final.str
#
extract name="rcarre" sheet.res material="Silicon" mat.occno=1 y.val=1 \region.occno=1
go atlas
mesh infile=Final.str
electrode name=anode x.min= 71.00 x.max= 74 y.min= -1.00 y.max= 0.0
electrode name=cathode x.min= -74.00 x.max=-71.0 y.min= -1.00 y.max= 0.0

models temperature=300 srh fermi ni.fermi
Method newton
solve init
log outfile=IV.log
solve outfile=init.str master
solve name=anode vanode=0 vstep=0.05 vfinal=1
solve name=anode vanode=1.5 vstep=0.5 vfinal=8

save outfile=carac.str
tonyplot carac.str

quit
```

Développement de bolomètre refroidi à 0.1K pour une détection X dans la gamme 100eV - 10keV

Résumé :

Les missions d'astronomie X de nouvelle génération (IXO par exemple) sont à l'étude. Ces missions seront équipées de miroirs X de grande surface effective, à bande passante étendue vers les hautes énergies et à haute résolution angulaire. Ceci implique l'utilisation au plan focal de détecteurs spectro-imageurs de performances en rapport, améliorés en terme de taux de comptage, de bande passante en énergie et de résolution spectrale par rapport aux CCDs qui constituent la base des instruments actuels.

Le travail réalisé dans cette thèse consiste en l'extrapolation à la détection X de matrices de bolomètres IR déjà développées au LETI pour la mission spatiale HERSCHEL. Les études réalisées ont consisté à adapter l'impédance des senseurs silicium à la mesure des signaux impulsionnels engendrés par des interactions X avec le détecteur, à réaliser des matrices d'absorbeurs pixellisés sur poignée silicium à partir de microfeuilles de tantale (Ta) qui ont été traitées et fournies par des laboratoires en collaboration avec le LETI. Nous avons validé une technologie de report de ces matrices absorbeur sur matrices senseur par hybridation par bille d'indium. Nous avons optimisé l'hybridation en terme de capacité calorifique. Nous avons réussi à réaliser un prototype de matrice 8 x 8 pixels libérés et hybridés. Tous les procédés technologiques mis en point sont collectifs et extrapolables à des matrices de grandes dimensions (32 X 32 pixels).

Mots clés : SOI, Détecteurs, Microcalorimètre, Rayonnements X, Implantation ionique, Micro-technologie, Capacité calorifique.

Abstract :

Astronomy missions of the next generation (IXO for instance) are under study. These missions will be equipped with X ray mirrors of large surface, with a bandwidth extended to high energies and high angular resolution. This requires the use of imaging-spectrometers in the focal plane with performances improved in terms of counting rate, energy bandwidth and spectral resolution, compared with CCDs, which form the basis of existing instruments. The work undertaken in this PhD thesis has been the extrapolation, to the X-ray detection, of IR (Infra Red) bolometer arrays already developed at CEA/LETI for the space mission HERSCHEL. We have adapted the electrical impedance of the silicon sensor to measure pulse signals caused by X-ray interactions with the detector. We have bound absorber arrays made of tantalum (which has been processed and provided by laboratories in collaboration with the LETI) to silicon thermistor arrays in a single automatic step. We have validated the indium bump hybridization of absorber arrays on sensor arrays and improved the thermo-mechanical link, provided by this hybridization in terms of thermal capacitance. We succeeded in realizing 8x8 pixels array prototypes using collective technological processes only. These processes are readily usable to realize larger arrays (32 x 32 pixels).

Key Words: SOI, Detectors, Microcalorimeter, X-ray, Ion implantation, Micro-technology, Heat capacity.