



HAL
open science

Etude de mécanismes d'hybridation pour les détecteurs d'imagerie Infrarouge

Toufiq Bria

► **To cite this version:**

Toufiq Bria. Etude de mécanismes d'hybridation pour les détecteurs d'imagerie Infrarouge. Autre. Université Paris Sud - Paris XI, 2012. Français. NNT : 2012PA112342 . tel-00773021

HAL Id: tel-00773021

<https://theses.hal.science/tel-00773021>

Submitted on 11 Jan 2013

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.

UNIVERSITE PARIS-SUD

ÉCOLE DOCTORALE

Sciences et Technologies de l'Information des Télécommunications et des
Systèmes STITS

Laboratoire : Imagerie Infrarouge III-V lab Palaiseau

Discipline : Optoélectronique

THÈSE DE DOCTORAT

Soutenue le 07 Décembre 2012

Par

Toufiq BRIA

**Etude de mécanismes d'hybridation pour les
détecteurs d'imagerie Infrarouge**

Directeur de thèse : *M. STEPHAN MEGTERT* *DIRECTEUR DE RECHERCHE CNRS*

Encadrant : *M. ERIC COSTARD* *EXPERT IMAGERIE INFRAROUGE –TRT III-V LAB*

Composition du jury :

Président du jury :

M. JEAN LOUIS MEYZONNETTE *PROFESSEUR INSTITUT OPTIQUE PARIS 11*

Rapporteurs :

M. MANUEL FENDLER *EXPERT, PACKAGING ET ASSEMBLAGE –CEA LETI*

M. GIUSEPPE LEO *PROFESSEUR UNIVERSITE PARIS DIDEROT*

Examineurs :

M. JULIEN ROUMEGOUX *EXPERT R&D FRONT-END –SOFRADIR*

M. ERIC COSTARD *EXPERT IMAGERIE INFRAROUGE –TRT III-V LAB*

TABLE DES MATIERES

Table des matières	1
Liste des illustrations.....	5
Liste des tableaux.....	11
Introduction générale	15
CHAPITRE 1	19
IMAGERIE INFRAROUGE	19
I. Généralités sur l'imagerie infrarouge	19
1. Rayonnement infrarouge	19
2. Loi de Planck : Corps noir (CN)	20
3. Détecteurs Infrarouge	21
a. <i>Détecteurs thermiques</i>	22
b. <i>Détecteurs photoniques</i>	24
4. Structure hybride	26
5. Principe de fonctionnement des détecteurs infrarouge	27
6. Applications	29
II. L'Hybridation.....	30
1. Principe et état de l'art	30
2. Technologie d'assemblage par brasure	34
a. <i>Introduction</i>	34
b. <i>Caractéristiques et critères d'une brasure</i>	34
c. <i>Choix de l'indium comme matériau de brasure</i>	38
III. Conclusion.....	41
RÉFÉRENCES	43
CHAPITRE 2	45
ETUDE THERMOMECHANIQUE DE L'ASSEMBLAGE FLIP CHIP.....	45
I Introduction	45
II Défaillances des joints brasés	46
1. Introduction	46
2. Effets de l'assemblage hétérogène.....	50
3. Effets de l'assemblage hétérogène : Eléments finis	54
a. <i>Modélisation numérique</i>	55
a. <i>Influence de la réduction du pas et de l'augmentation de la taille du plan focal</i>	60

b. Influence de l'amincissement et de l'enrobage	65
III Etat de l'art des méthodes d'hybridation	69
➤ Hybridation à température ambiante : Double procédure Indium.....	70
CONCLUSION	73
REFERENCES	75
CHAPITRE 3	77
REALISATIONS TECHNOLOGIQUES	77
I. Introduction	77
II. Contexte de l'étude.....	77
III. Procédures d'hybridation pour les détecteurs Infrarouge	78
1. Procédures technologiques.....	78
2. Etude préliminaire : Réalisation technologique du réseau de billes sur circuit de lecture et de détection sur des substrats mécaniques (Silicium et InP)	83
a. Masque de photolithographie.....	83
b. Plots d'interconnexion et le niveau indium.....	84
c. Dépôt de la couche de brasure : Evaporation thermique	88
d. Morphologie des billes d'indium en fonction des plots UBM et de l'ouverture d'indium	91
e. Le flux.....	92
f. Formation des billes.....	93
3. Hybridation flip-chip	94
a. Importance du réglage et de la calibration de la machine FC150.....	94
b. Les techniques d'hybridation par refusion	96
c. Cycle thermique de refusion.....	98
d. Etude de cycle thermique.....	100
4. Nettoyage des hybrides	103
5. Underfill.....	104
6. Préparation et caractérisation des échantillons.....	106
7. Validation électrique de la procédure hybridation en format TV	108
8. Résultats des caractérisations électriques	111
a. Courant d'obscurité	112
b. Réponse sous illumination	113
c. Efficacité quantique et réponse spectrale.....	114
d. Conclusion.....	116
IV. Hybridation d'un détecteur de 1280*1024 pixels au pas de 10µm	117
1. Réalisation du circuit de lecture et de détection d'un plan focal 1280*1024 pixels au pas de 10 µm	117
2. Essais d'hybridation au pas de 10µm.....	118
CONCLUSION	121

CHAPITRE 4	125
INTERCONNEXION ET ASSEMBLAGE SANS BRASURE	125
I. Introduction	125
II. Principe et état de l'art	125
1. Nanotube de carbone (CNT).....	127
2. Nano-fils	130
III. « Nano brosses » métalliques par lithographie X	134
1. L'approche par la lithographie	134
2. Exposition de la résine : Rappel.....	138
3. Masque pour la lithographie-X.....	139
a. <i>Membrane</i>	139
b. <i>Absorbant</i>	142
4. Transfert de l'image du masque dans la résine PMMA.....	147
5. Modification de la porosité des membranes d'alumine.....	154
6. Dépôt de la couche d'accroche face arrière de la membrane AAO	156
7. Membrane d'alumine AAO MPI «Institut Max Planck »	161
8. Dégradation de l'adhérence par les photoélectrons.....	166
IV. Nano fils d'oxyde de Zinc (ZnO)	167
1. Introduction	167
2. Intérêt et enjeux des nano-fils de ZnO	168
3. Principe et fabrication des nano-fils de ZnO	168
4. Croissance chimique des nano-fils de ZnO.....	169
5. Réalisation technologique	170
c. <i>Essais de croissance des Nano-fils ZnO (campagne d'essais n°1)</i>	171
d. <i>Résultats et commentaires</i>	174
e. <i>Conclusion et perspectives</i>	177
CONCLUSION	180
CONCLUSION GENERALE	182
RÉFÉRENCES	186
ETAT DES PUBLICATIONS	188
ANNEXES	192
Annexe 1 : Rayonnement Synchrotron, source de rayons X et lithographie X.....	192
Annexe 2 : Méthodes d'assemblages	197
a. <i>La soudure à boule ou ball bonding</i>	197
b. <i>Soudure par écrasement ou wedge bonding</i>	198
a. <i>Adhésifs isotropiques (ICA Isotropic Conductive Adhesive)</i>	199
b. <i>Adhésifs anisotropiques (ACA Anisotropic Conductive Adhesive)</i>	199

Annexe 3: Lithographie UV / Techniques de contrôle.....	201
<i>a. Etapes Lithographies UV.....</i>	<i>201</i>
<i>b. Techniques de contrôle.....</i>	<i>201</i>
Annexe 4 : Propriétés mécaniques et comportement des matériaux	205
Annexe 5: Rendement Faradique de déposition	209

LISTE DES ILLUSTRATIONS

Figure 1 : Loi de Gordon Moore [1].	15
Figure 2 : Photos prises avec deux capteurs InGaAs SWIR : format 320*256 au pas de 30 μm (à gauche) et un détecteur de plus grande résolution 640*512 au pas de 15 μm (à droite).	16
Figure 3 : Spectre Infrarouge 0.75 μm -1000 μm .	20
Figure 4 : Emission spectrale et Transmission atmosphérique en fonction de la longueur d'onde du corps noirs.	21
Figure 5 : Les différents types de détecteurs thermiques.	22
Figure 6 : Schéma électrique du détecteur thermique et un cliché MEB d'une matrice et d'un pixel micro-bolomètre.	23
Figure 7 : Evolution et état de l'art des détecteurs micro bolomètres [25].	24
Figure 8 : Principaux types de détecteurs quantiques ou photoniques.	25
Figure 9 : Clichés MEB vues en coupe : à gauche détecteur InP / InGaAs au pas de 15 μm et à droite détecteur QWIP au pas de 25 μm .	27
Figure 10 : Représentation d'un pixel avec la couche active : QWIP (à droite) et InGaAs (à gauche) (MPQ Multi-puits quantiques).	28
Figure 11 : Diagramme de bande. Le mécanisme de génération de porteurs sous l'effet de la lumière ($h\nu > E_g$) est symbolisé par l'apparition d'électrons et trous libres supplémentaire.	28
Figure 12 : Applications des caméras infrarouges.	30
Figure 13 : Différents procédés flip-chip.	32
Figure 14 : Bras de brasage par refusion (à droite) et son principe d'assemblage (à gauche).	33
Figure 15 : Machine d'alignement FC150 avec le support substrat à droite (Chuck).	33
Figure 16 : Croissance de monocristaux d'étain (trichite) sur les brasures à base d'Etain.	36
Figure 17 : Evolution de la résistance électrique pendant le cycle thermique entre 77K et 300K dans deux types de structure en utilisant 4 brasures différentes [10].	38
Figure 18 : Evolution de la contrainte de cisaillement et le fluage dans trois types de brasures : 100% In, 96.5% Sn 3.5% Ag, et 62% Sn36% Pb 2% Ag, [14].	39
Figure 19 : Courbes contrainte-déformation de l'indium [12].	40
Figure 20 : Variation du module d'Young (E), module d'élasticité volumique (B), et du coefficient de Poisson (ν) de l'Indium avec la température [13].	41
Figure 21 : L'apparence d'une structure granulaire de nature In_2Au à l'interface Au / In à l'issue de l'étape de formation des microbilles d'indium.	47
Figure 22 : Morphologie d' In_2Au formé à l'interface or/In à 300°C après (a) 5 min, (b) 15 min, (c) 20 min [3].	48
Figure 23 : Diagramme de phase In/Au [5].	48
Figure 24 : Evolution des contraintes de Von Mises (Pa) aux interfaces Si/In et Détecteur/In, calculs par éléments finis COMSOL au III-V Lab.	49
Figure 25 : Distribution des contraintes thermomécaniques au sein d'une bille après l'étape de refroidissement.	50
Figure 26 : Schéma illustrant les trois principales couches dans l'assemblage Flip-chip avec les différentes grandeurs physiques.	50
Figure 27 : Ecart de déplacement entre le détecteur et le substrat, taille de structure : 5 mm.	52
Figure 28 : Effet de l'amincissement sur la répartition des contraintes de traction dans le détecteur (GaAs) d'épaisseurs 650 μm et 400 μm avec $\Delta T=223\text{K}$ et une taille de structure de 5mm de longueur.	53
Figure 29 : Evolution de la vitesse de déformation de l'Indium en fonction de la température pour différentes valeurs de contrainte.	55
Figure 30 : Géométrie du modèle 2D utilisé pour les calculs par éléments finis.	57
Figure 31 : Schéma illustrant le type de maillage triangulaire progressif utilisé.	58
Figure 32 : Répartition de la contrainte moyenne de Von Mises au sein des billes d'indium en fonction de leur position dans une structure hybride à $x=L, (1/2), (2/3)$ et $(3/4) L$, avec L la taille de la structure simulée (simulation de 137 pixels au pas de 15 μm).	59
Figure 33 : Evolution des contraintes en fonction de la position des billes dans l'hybride 640*512 pixels au pas de 15 μm .	60

Figure 34 : Dimension des billes d'indiums (pixel) considérée pour ces calculs en fonction du pas de la matrice.....	61
Figure 35 : Principe de mesure de la déflexion.	61
Figure 36 : Evolution du déplacement en cisaillement (μm) en fonction du pas et de la taille du composant.	62
Figure 37 : Déformation de cisaillement $\varepsilon(\%)$ dans la couche de brasure en fonction du pas et la taille (L_0) du composant Hybride, $e(\text{GaAs})=700 \mu\text{m}$, $e(\text{Si})=650 \mu\text{m}$	62
Figure 38 : Comparaison simulation « Comsol »/mesure expérimentale.....	63
Figure 39 : Evolution de la flèche en fonction du pas (pitch) [16],	64
Figure 40 : Hybride après l'étape d'enrobage.....	65
Figure 41 : Déformation de cisaillement (%) dans les micro-billes excentrées de l'hybride avec et sans l'underfill, Taille de structure hybride $L(0) = 0.5 \text{ cm}$	66
Figure 42 : Variation de la déflexion U_y (μm) maximum en fonction de l'épaisseur du détecteur GaAs, Taille de structure hybride $L(0) = 0.5 \text{ cm}$	67
Figure 43 : Evolution de la durée de vie en heures en fonction de la surface du composant (DNP distance entre le centre du composant et le bord) avec et sans underfill (Epoxy) pour la brasure 63SnPb. [9]	68
Figure 44 : Assemblage Flip-chip par compensation [20]	69
Figure 45 : Principe d'hybridation par refusion avec l'utilisation des microbilles d'indium de taille différentes, Brevet EP 1 764 828 A1 2007. [23]	70
Figure 46 : Principe d'hybridation par pression à température ambiante.....	71
Figure 47 : Schéma illustrant la technologie d'assemblage par pression à température ambiante.	71
Figure 48 : Quelques applications visées par le projet 2Widesens et Intense, (VRU, Vulnerable Road Users et. TSR -Traffic Sign Recognition).....	78
Figure 49 : Structure de l'épitaxie de type Vis_SWIR.....	79
Figure 50 : Gravure du mesa	79
Figure 51 : Passivation et diffusion Zinc.....	80
A l'aide d'une résine et d'un réacteur RIE, l'ouverture de la couche de nitrure de silicium est accomplie. La réalisation de la diffusion de zinc est effectuée à l'aide d'un bâti d'épitaxie MOVPE. Cette diffusion permet de doper p l'InP et d'augmenter sa densité en trous. Ce dopage sert à obtenir les jonctions PIN de chaque photodiode de chaque pixel (Figure 52).	80
Figure 52 : Métallisation du contact P	80
Afin de récupérer les porteurs (les trous) dans la zone diffusée, on doit réaliser le contact à l'aide d'une métallisation. Les métallisations du contact p sont déposées au niveau de la zone diffusée. La métallisation est un dépôt de platine et d'or obtenu par évaporation. Les autres parties de nitrure de silicium sont protégées par le biais d'une résine qui a été ouverte par photolithographie optique. Après nettoyage par des solvants, les parties métallisées où il y a de la résine sont éliminées. Il ne reste plus que la métallisation dans les zones diffusées. C'est une technique de dépôt par lift-off (partie 2-b) (Figure 52).....	81
Figure 53 : Métallisation du contact N.....	81
Le contact n qui est commun à toutes les photodiodes permet de collecter les électrons dans la couche d'InP dopée n. Concernant la réalisation, dans un premier temps on définit les ouvertures par photolithographie du nitrure de silicium puis nous le gravons par RIE. Le dépôt métallique est fait par évaporation de titane, platine et or. Le dépôt est localisé par le biais d'un masque de résine (Figure 53).....	81
Figure 54 : Ouverture des vias.....	81
Cette étape consiste à déposer par PECVD une seconde couche de passivation (nitrure de silicium) permettant de recouvrir les métallisations n et p de chaque diode pour les isoler du niveau d'interconnexion. Ce nitrure est ouvert par gravure RIE au niveau de chaque pixel. Cette ouverture accueillera plus tard les plots d'interconnexion (Figure 54).	82
Figure 55 : Métallisation des plots d'interconnexion	82
Les plots d'interconnexion permettent de reprendre les contacts p et n et de faire la connexion avec le circuit de lecture par l'intermédiaire des billes d'indium. Ils sont déposés par pulvérisation de titane platine et or et localisés par lift-off au-dessus des vias. Ces plots accueilleront les billes d'indium réalisées sur le circuit de lecture (Figure 55).....	82
Figure 56 : Amincissement mécanique du substrat.....	82
La face arrière (substrat InP) est amincie de $300\mu\text{m}$ et polie optiquement. La technique employée est le polissage mécanique avec des pâtes diamantées de $3 \mu\text{m}$ à $1 \mu\text{m}$ suivi d'un polissage mécano-chimique avec une pâte composée d'alumine en suspension de $0,02 \mu\text{m}$ afin d'affiner le polissage. Cela permet d'enlever toute rayure qui diminuerait la transmission de la lumière (Figure 56).	82
Figure 57 : Dépôt de la couche anti-reflet	83

Ce dépôt est déposé sur la face arrière de la plaque, il est composé d'une bicouche TiO_2/SiO_2 . Cet anti reflet permet d'obtenir un minimum de réflexion dans la zone de détectivité (Figure 57).....	83
Figure 58 : Jeu de masque CACTUS-CL_V1 640*512 pixels au pas de 15 μm (Niveau Interconnexion et ouverture d'indium).	84
Figure 59 : Etapes technologiques de l'UBM.....	86
Figure 60 : Profil de la résine après l'étape de développement en fonction de leur polarité	87
Figure 61 : Etapes technologiques niveau ouverture indium, cliché MEB à droite illustrant l'étape finale.	88
Figure 62 : Principe de dépôt sous vide par évaporation thermique.....	89
Figure 63 : Morphologie de dépôt d'indium en fonction de la température.	90
Figure 64 : Cliché MEB illustrant deux billes d'indium de hauteur différente à l'issue d'un dépôt par évaporation thermique à température ambiante (vue en coupe) avant (à gauche) et après l'étape de report (à droite).	91
Figure 65 : Influence de la dimension de l'UMB sur le profil des billes d'indium	92
Figure 66 : Billes d'indium avec des traces de flux carboné.....	93
Figure 67 : Cliché MEB illustrant un réseau de billes d'indium.	94
Figure 68 : Puce quartz et croix d'alignement.....	95
Figure 69 : Etat des mires de calibration des deux puces avant et après correction de la machine FC150.	95
Figure 77 : L'effet de la calibration de la machine FC150 sur le taux de connexion des pixels (vues en coupe après micro section et polissage).	96
Figure 78 : Principe Brasage par refusion auto-alignement.....	96
Figure 79 : L'effet de l'étape de recuit sur le taux de connexion des pixels, les points noirs correspondent à des pixels non connectés.	97
Figure 80 : Joint de brasure généré par la refusion (profil en Z)	98
Figure 81 : Profil de refusion selon la norme JEDEC/IPC J-STD 020.	99
Figure 75 : Cycle thermique Incactus_A_1 avec le déplacement du bras de refusion en axe Z.....	100
Figure 76 : Photos des circuits de détection après le test d'adhérence, plots d'interconnexion : 7 μm (à gauche) et 5 μm (à droite), CD (circuit de détection).	101
Figure 77 : Cycle thermique : Incactus_A_2 et le profil en Z.	101
Figure 78 : Hybride Intense N°2.....	102
Figure 79 : L'évolution du gap entre le circuit de lecture et de détection, au milieu et aux bords de l'hybride.....	102
Figure 80 : Hybride 1_2.....	103
Figure 81 : CL_Q4, CD_Q54 : Pastille d'interconnexion : 7 μm)	103
Figure 82 : Cliché MEB d'une micro-section d'un hybride Intense avec billes d'Indium au pas de 15 μm	104
Figure 83 : Principe d'Underfill.....	105
Figure 84 : Description de test de cisaillement	107
Figure 85 : Illustration microscopique d'un hybride maintenu dans la résine pour des observations MEB en micro section.....	107
Figure 86 : Cycle de préparation et de caractérisation des hybrides.....	108
Figure 87 : Photos de l'électronique de proximité de Nexvision : carte capteur et carte multilink.....	109
Figure 88 : Système de mesure d'efficacité quantique au III-V Lab.....	111
Figure 89 : Cartographies de courant d'obscurité en fonction de la température.	112
Figure 90 : Cartographies de réponse sous illumination en fonction de la température.	114
Figure 91 : Efficacité quantique (%) en fonction de la longueur d'onde.....	115
Figure 92 : Photo du jeu de masque Elan IV (à gauche), représentation des trois niveaux de ce jeu de masque (plot du circuit de lecture CL, plot de circuit de détection et le niveau ouverture indium).	117
Figure 93 : Clichés MEB des deux composants nécessaires à l'étape d'hybridation : le circuit de lecture en Silicium avec des billes d'indium (à droite) et le circuit de détection en InP (à gauche) pour un plan focal 1280*1024 pixels au pas de 10 μm	118
Figure 94 : Clichés MEB montrant la présence de l'indium sur le circuit de détection après le test de cisaillement.....	118
Figure 95 : Clichés MEB illustrant l'état des billes d'indium (pixels) après l'étape d'hybridation des deux composants InP (circuit de détection) et Silicium (circuit de lecture) au centre et aux bords de l'hybride.....	119
Figure 96 : Illustration d'une vue en micro section d'un hybride montre une zone des pixels sans Underfill.	119
Figure 97 : Procédure d'assemblage par nano-scratch à l'aide des nano-fils métalliques.....	126
Figure 98 : Evolution des technologies d'interconnexion vers l'échelle Nano.	127

Figure 99 : Procédure de croissance des CNTs sur substrat silicium par PECVD (Plasma-enhanced chemical vapor deposition) à 970 K [5].	128
Figure 100 : Exemple de l'intégration des CNTs dans l'interconnexion microélectronique [6].	128
Figure 101 : Clichés MEB montrant un assemblage puce – substrat avec des CNT sous une force de 0.03 à 3 Kg; à droite, comparaison des résultats des mesures de résistance de contact entre un assemblage par les CNTs et par une colle d'argent [7].	129
Figure 102 : Fabrication des CNTs bumps par FUJITSU [8].	129
Figure 103 : Procédure de fabrication des nano fils métalliques à travers une membrane d'alumine.	130
Figure 104 : Evolution de la distance inter-pores en fonction de la tension appliquée, la concentration et la solution utilisée [10].	131
Figure 105 : Morphologie de la couche barrière en fonction de la durée d'attaque chimique dans un bain d'acide phosphorique, tension alternative de 30V / 50Hz.	131
Figure 106 : Image MEB d'un essai d'assemblage par compression (100 MPa) des nano-fils réalisés par électrodéposition à travers une membrane d'alumine.	132
Figure 107 : Densité (cm^{-2}) en fonction de diamètre de pore (nm) pour trois électrolytes pour fabriquer les AAO.	133
Figure 108 : L'image de diffraction de 3 fentes de 0.2 μm de large, distantes de 0.5 μm les unes des autres (simulant 3 nano pores) à 5 μm du plan des fentes et éclairées par une source UV à 0.3 μm .	135
Figure 109 : Image de diffraction de 3 fentes de 0.2 μm de large, distantes de 0.5 μm les unes des autres (simulant 3 nano pores) à 5 μm du plan des fentes et éclairées par une source RX à 0.0003 μm .	136
Figure 110 : Schéma de deux pixels de circuit de lecture et de détection munis des nano fils d'or.	138
Figure 111 : Cliché MEB d'une vue de dessus des deux membranes : « Whatman » (a) et « MPI » (b).	140
Figure 112 : la longueur d'atténuation de l'or, W, Ta et de l'alumine en fonction de la longueur d'onde (nm).	141
Figure 113 : Morphologie de la membrane d'alumine « Whatman » 20 (Vue en coupe), d_{int_p} (distance inter pores), D (diamètre des pores)	141
Figure 114 : Formation des petits pores à l'issue de la procédure d'élimination de la couche barrière.	142
Figure 115 : Clichés MEB montrant la morphologie de la membrane d'alumine (MPI Max Planck Institute_ Allemagne) après le dépôt de la couche d'accroche d'or par pulvérisation cathodique (50 nm).	143
Figure 116 : Schéma et photo du porte échantillon utilisé pour réaliser la croissance électrolytique des nano-fils d'or et la cellule de dépôt (plate forme TRT)	144
Figure 117 : Principe de fabrication d'un réseau de nano-fils.	145
Figure 118 : Clichés MEB illustrant l'agglomération des nano fils après l'élimination de la membrane Whatman (A1) et le phénomène d'arborescence aux pieds de ces nano-fils d'or (A2, A3, et A4).	146
Figure 119 : Support pour les essais d'irradiation.	147
Figure 120 : Cache de protection en cuivre de 2 mm d'épaisseur.	148
Figure 121 : Schéma de principe spin-coating.	148
Figure 122 : Photos et principe de la station de lithographie X (vue de dessus).	150
Figure 123 : Distribution de dose dans une résine épaisse PMMA.	150
Figure 124 : Etape de transfert masque – résine.	152
Figure 125 : Etat de surface des échantillons (pastilles autosupporté PMMA) après irradiation.	153
Figure 126 : Clichés MEB des nano-fils d'or après dissolution de la membrane AAO « Whatman ».	154
Figure 127 : Principe et étapes technologiques pour contrôler la porosité de la membrane d'alumine « Whatman » par lithographie électronique ebeam.	155
Figure 128 : Croissance des nano-fils d'or sur toute la surface de la membrane AAO « Whatman ».	155
Figure 129 : Topographie de la surface de la membrane d'alumine 20 nm réalisée par le microscope à force atomique AFM (Laboratoire UMR_CNRS).	156
Figure 130 : Membrane d'alumine « Whatman », schéma illustrant les deux faces (A) et (B) à gauche, photo à droite.	157
Figure 131 : Croissance électrolytique d'or à travers une membrane d'alumine « whatman » 20 (a) et 200 (b), temps de croissance 30 minutes, densité de courant 2.5 mA/cm^2 .	157
Figure 132 : Etat de surface des échantillons après l'étape de développement.	158
Figure 133 : Etat de surface des échantillons après l'étape de développement.	159
Figure 134 : Etat de surface des échantillons après l'étape de développement.	159
Figure 135 : Etat de surface des échantillons après l'étape de développement.	159
Figure 136 : Cliché MEB et schéma explicatif d'un transfert d'une image de groupement des nano-fils dans la résine.	160

Figure 137 : Vue en coupe de la membrane AAO type MPI.....	161
Figure 138 : (a) Photo de la membrane D, clichés MEB illustrant une vue en coupe de cette membrane après la croissance électrolytique de l'absorbant (nano-fils d'or) (c), et une croissance des cristaux d'or sur la surface de la membrane (b) (d).	163
Figure 139 : Morphologie de la résine PMMA autosupporté (a) et PMMA 2 (b) après l'insolation et révélation dans le GG2, (c) et (d) montrent deux clichés MEB au bord et vers le centre de la pastille graphite.....	164
Figure 140 : Clichés MEB illustrant l'état de surface de la membrane A, (a) observation microscopique, (b) et (c) croissance des cristaux d'or à la surface de la membrane.	164
Figure 141 : Clichés MEB illustrant la présence des structures de taille macroscopique sur la surface de la résine PMMA autosupporté après l'étape de développement.....	165
Figure 142 : Clichés MEB illustrant la présence de structures de taille macroscopique sur la surface de la résine PMMA 2 après l'étape de développement.....	165
Figure 143 : Images MEB illustrant la qualité de la croissance chimique des nano-fils ZnO sur différents substrats avec une couche de nucléation de ZnO déposée par deux méthodes, PLD [(a, f), (b, g), (c, h), (d, i)] et par pulvérisation par magnétron réactive (e, j) [22].....	169
Figure 144 : Etapes technologiques nécessaires pour le dépôt des nano-fils ZnO.....	170
Figure 145 : Etapes technologiques de l'échantillon_1 et l'échantillon_2.....	171
Figure 146 : Etapes technologiques pour la croissance chimique des nano-fils ZnO.....	172
Figure 147 : Etapes technologiques pour la croissance chimique des nano-fils ZnO.....	173
Figure 148 : Images MEB des réseaux libres de nano-fils du ZnO élaborés sans couche nucléation ZnO	174
Figure 149 : Images MEB des réseaux libres de nano-fils du ZnO élaborés avec la couche nucléation ZnO (Echantillon_2).	175
Figure 150 : Images MEB des réseaux libres de nano-fils du ZnO élaborés avec la couche nucléation ZnO, surface d'écriture (11*11) plots au pas de 15 µm (a) et (b), Croissance de ZnO sur un plot (UBM) (9*9) µm (c) et (d).	176
Figure 151 : Images MEB des réseaux libres de nano-fils du ZnO élaborés avec la couche nucléation ZnO, surface d'écriture (11*11) plots au pas de 15 µm (a) et (b), Croissance de ZnO sur un plot (UBM) (9*9) µm (c) et (d).	176
Figure 152 : Images MEB montrant la dégradation des nano-fils de ZnO après lift-off (Acétone +ultrason).	177
Figure 153 : Etapes technologiques pour la croissance chimique des nano-fils ZnO.....	178
Figure 154: Répartition spectrale de « l'éclairement » à la station de lithographie à SOLEIL.....	192
Figure 155: Représentation schématique de l'émission de lumière synchrotron depuis un aimant de courbure. e- électron circulant dans l'anneau de rayon de courbure magnétique R. D est la distance entre la source et le plan « d'observation », les divergences ψ et θ sont définies dans le texte.	193
Figure 156 : Exemple d'un câblage filaire.	197
Figure 157 : Assemblage par micro-câblage d'un détecteur (InGaAs) sur céramique.	197
Figure 158: Procédé "ball bonding".....	198
Figure 159: Procédé de "wedge bonding"	198
Figure 160 : Assemblage Flip-chip par adhésifs conducteurs. [5].....	199
Figure 161 : Schéma d'un MEB.....	202
Figure 162 : Représentation schématique l'interaction entre le faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon.	203
Figure 163 : Schéma de principe d'analyse par SIMS.....	204
Figure 164 : Distribution des contraintes dans un élément de solide	206
Figure 165 : Tenseur des contraintes résultantes	206
Figure 166 : Courbe de réponse d'un matériau ductile soumis à un essai de traction.....	207

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Matériaux utilisés dans les micro-bolomètres.....	23
Tableau 2 : Propriétés physiques des alliages sans plomb à 20°C [23], [24], [25].	36
Tableau 3: Prix des métaux [21].	37
Tableau 4 : Propriétés thermomécaniques de l'indium en fonction de la température.....	40
Tableau 5 : Propriétés thermomécaniques des matériaux utilisés pour l'assemblage.	45
Tableau 6 : Volumes molaires [2].	47
Tableau 7 : Propriétés physiques des matériaux. [8], [22].....	52
Tableau 8 : Module de cisaillement de la couche de brasure et l'épaisseur du détecteur en fonction de la structure.	52
Tableau 9 : Flèche U_y (μm) calculée en fonction de la surface et le pas des hybrides, $e(\text{GaAs})=700 \mu\text{m}$, $e(\text{Si})=650 \mu\text{m}$	61
Tableau 10 : Limites de la méthode d'hybridation par refusion (X : réalisable, O : non réalisable).	64
Tableau 11 : Déformation de cisaillement et la déflexion en fonction de l'épaisseur du détecteur (GaAs) avec Underfill.	66
Tableau 12 : Déformation de cisaillement et la déflexion en fonction de l'épaisseur du détecteur (GaAs) sans Underfill	66
Tableau 13 : Microstructure d'une couche mince déposée par évaporation thermique [5].	90
Tableau 14 : caractéristiques de l'underfill utilisé au laboratoire [26], [27]	105
Tableau 15 : Résultats Courant d'obscurité en (fA) à -0.1V	113
Tableau 16 : Résultats Opérabilité pixel en (%).....	114
Tableau 17 : Résultats Efficacité quantique en (%).....	115
Tableau 18 : Bilan des performances électriques des hybrides « Intense » format 640*512 pixels au pas de 15 μm	116
Tableau 19 : les propriétés thermomécaniques des CNTs.	127
Tableau 20 : Lithographie-X SOLEIL ligne métrologie.	162
Tableau 21 : Distance R_g (μm) des photoélectrons dans la résine PMMA.....	167
Tableau 22 : Comparaison entre la technologie microbille et micro câblage.	200

Avant-propos

Les travaux de recherche présentés dans ce manuscrit ont été réalisés au sein de la société Thales Palaiseau et plus exactement entre le laboratoire III-V lab d'Imagerie Infrarouge et le laboratoire CNRS.

Remerciements

Je tiens à remercier Monsieur Dominique PONS, directeur du laboratoire de m'avoir accueilli au sein du Laboratoire III-V lab.

J'exprime ma profonde reconnaissance à Stephan MEGTERT, mon directeur de thèse, un homme aux qualités scientifiques et humaines exceptionnelles, et pour la confiance qu'il m'a témoignée en acceptant la direction de ces travaux.

Je remercie particulièrement Eric COSTARD, pour la grande confiance qu'il m'a témoignée depuis mon stage de master, grâce à son soutien j'ai pu réaliser cette thèse dans un laboratoire de haute technologie, ses conseils ont été une aide précieuse tout au long de mon parcours, et pour mener à bien ces travaux.

Mes remerciements s'adressent également Frédéric NGUYEN VAN DAU directeur du laboratoire UMR pour son aide et support.

Je souhaite exprimer ma profonde gratitude aux membres du jury, Monsieur Jean-Louis MEYZONNETTE, professeur à l'institut Sup-optique à Palaiseau, Monsieur Manuel FENDLER, expert en semi-conducteurs, packaging et assemblage au Laboratoire CEA-LETI à Grenoble, Monsieur Leo GIUSEPPE, professeur à l'université Paris Diderot, Monsieur Julien ROUMEGOUX, ingénieur R&D Front-End à SOFRADIR, pour l'intérêt et l'attention qu'ils ont accordée à la lecture de ce mémoire, à mes travaux de recherche et pour avoir accepté de les évaluer.

Les qualités tant humaines que scientifiques des membres du Laboratoire imagerie infrarouge et du LIGA-CNRS, ont fortement contribué au développement de ce travail. Je suis extrêmement reconnaissant envers Nadia, Odile, Lydie, Anne, Elia, Virginie, Nicole, Marceline, Dominique, Alice, Cathy, Catherine, Alexandru, Sébastien, Bouzid, Hugues, Thomas et Olivier, Jean-Luc, Jean-Loup et évidemment les plus jeunes

Anis, Maxime et Stéphane, pour leur travail remarquable. Je tiens à remercier particulièrement Jean-Patrick et Fayçal pour leurs implications directes et leur soutien dans une grande partie de ces travaux.

Je remercie Shailendra, Odile, Elodie, Yves et sa petite phrase « Toufiq une chanson », ton sucre est sur la route Yves ! Merci de m'avoir initié aux méthodes de polissage optique, Merci Stéphane pour l'écriture ebeam. Merci à toute l'équipe LATPI, Shaima, Philippe, Dominique pour m'avoir accordé un peu de votre temps précieux, pour caractériser mes échantillons. Merci à l'équipe MICAVAC pour les magnifiques réalisations mécaniques qui nous ont facilités la tâche.

Jean-Alex, Vincent, Vincent, Arnaud, Amandine, Greg, l'équipe choc de baby-foot chez le rassembleur Alvaro, merci pour toutes ces soirées passées à vos côtés.

Pour finir, je veux remercier particulièrement et chaleureusement ma famille et Emilie pour leur soutien.

INTRODUCTION GENERALE

L'évolution de la microélectronique suit plusieurs axes avec notamment la miniaturisation des éléments actifs (réduction de taille des transistors), et l'augmentation de la densité d'interconnexion qui se traduisent par la loi de Gordon Moore [1] (Figure 1) qui prédit que la densité d'intégration sur silicium doublerait tous les deux ans. Ces évolutions ont pour conséquence la réduction des prix et du poids des composants. Ces derniers sont par ailleurs de plus en plus complexes et performants : amélioration des caractéristiques électriques (réduction du courant d'obscurité, des inductances et des résistances parasites), et thermomécaniques. L'autre tendance consiste à l'intégration des nouvelles technologies notamment les nanostructures comme alternative pour assurer la continuité de cette évolution.

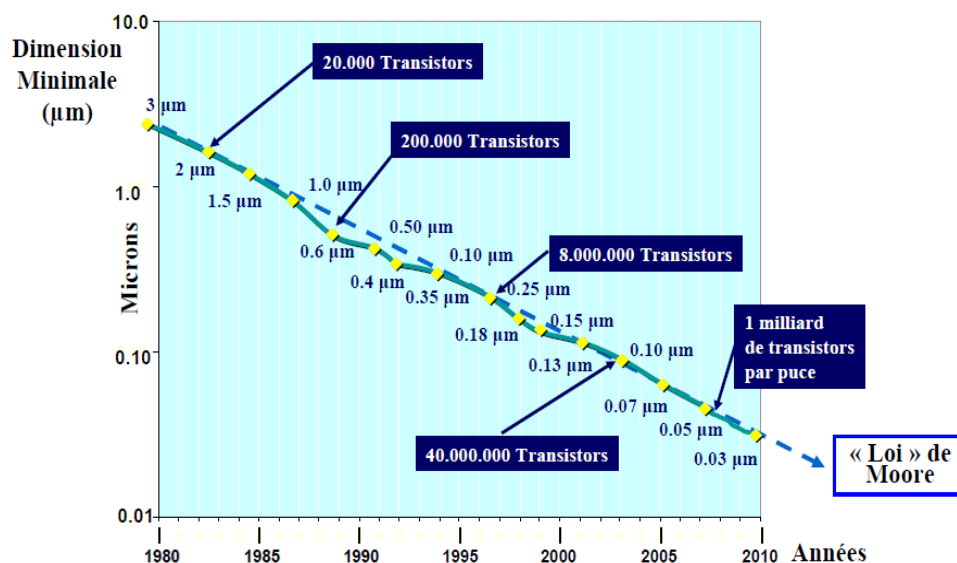


Figure 1 : Loi de Gordon Moore [1].

Cette course poursuite à l'intégration et donc à la performance côté composants Silicium s'étend désormais aux capteurs d'imagerie aussi bien CMOS pour les détecteurs visibles que pour les détecteurs infrarouge (IR). Si les détecteurs CMOS profitent directement de leurs grands frères micro-processeurs et autres types de mémoire, en revanche les détecteurs infrarouge sont de type hybride et l'évolution pour une augmentation du nombre de pixels actifs couplée à une réduction des surfaces actives se heurte à des verrous technologiques de type métallurgique. Amener ces capteurs IR dans la gamme des méga-pixels nécessite le

développement de nouvelles techniques et passe par une meilleure compréhension des limites induites par les technologies de fabrication existantes.

C'est dans cette optique que s'inscrivent les travaux de cette thèse qui ont pour objectifs : dans un premier temps d'étudier les mécanismes d'hybridation par refusion pour pouvoir réaliser des détecteurs infrarouge de grande surface et de petit pas (méga-pixels). Ensuite ils visent à mettre en place une nouvelle technologie d'interconnexion qui sera une alternative à la technologie flip-chip par brasure (par refusion) qui atteint actuellement ses limites.

La réduction du pas et l'augmentation du nombre de pixels représentent l'évolution principale dans le domaine optoélectronique et plus particulièrement pour celui des détecteurs d'imagerie infrarouge. La **Figure 2** illustre une comparaison entre le détecteur "Cactus SWIR" au format 320*256 pixels au pas de 30 μ m et le détecteur "Intense Vis-SWIR" au format 640*512 pixels au pas de 15 μ m. Cette avancée est due à la technologie d'interconnexion flip-chip. Introduite par IBM [2] et appelée C4 (Control Collapse Chip Connection), l'hybridation ou flip-chip (puce retournée) est une méthode d'assemblage ; elle consiste à lier à travers une matrice de billes d'indium des composants hétérogènes (Hybride). Ce joint de brasure ou couche d'interconnexion peut être réalisé selon trois méthodes distinctes : une méthode physique sous vide (évaporation thermique), une méthode chimique (croissance électrolytique) ou par un dépôt en phase solide, on parle de méthode de sérigraphie.



Cactus : SWIR (320*256 @ 30 μ m)



PEA Intense : Vis-SWIR (640*512 @ 15 μ m)

Figure 2 : Photos prises avec deux capteurs InGaAs SWIR : format 320*256 au pas de 30 μ m (à gauche) et un détecteur de plus grande résolution 640*512 au pas de 15 μ m (à droite).

La technologie d'hybridation flip-chip par brasure, est une technologie bien maîtrisée au III-V Lab. Nous produisons actuellement des composants hybrides pour l'imagerie proche infrarouge (0.9 μ m – 1.7 μ m) non refroidie, à base d'alliage InGaAs, de format ½ TV (320*256 au pas de 30 μ m). Le III-V Lab produit aussi des détecteurs à puits quantiques QWIPs qui sont ensuite intégrés dans les caméras CATHERINE de Thales. Pour cette technologie refroidie (75K), toutes les étapes d'hybridation et de packaging sont réalisées par la société Sofradir.

Des études de fiabilité de cette technologie flip-chip ont montré que le joint de brasure subit des contraintes thermomécaniques lors de la solidification (étape de fabrication) de l'assemblage, localisées principalement dans les billes d'indium et sur les coins de joint de brasure. Ces contraintes conduisent à un désalignement du circuit de détection et du circuit de lecture. En effet, ce décalage est fonction des paramètres tels que la surface des composants et principalement la distance entre deux pixels (pas).

Autre verrou technologique et thermomécanique de cette méthode par brasure : la hauteur des billes d'indium (quelques microns) devient de plus en plus critique avec la diminution du pas, ce qui ajoute d'autres difficultés, comme :

- L'homogénéité de la hauteur des billes,
- La planéité du substrat,
- L'utilisation de flux,
- L'augmentation du couplage mécanique entre la puce et le substrat

Malgré ces obstacles, nous sommes parvenus à repousser ces limites et à mettre en place une procédure d'hybridation au pas de 15 μ m pour des formats de 640*512 pixels. En parallèle de ces travaux nous avons travaillé sur une nouvelle approche basée sur les nanotechnologies comme une alternative à la technique flip-chip par brasure qui consiste à substituer les billes de connexion par un ensemble de nano-fils (or, ZnO dopé Al). Dans cette nouvelle technique d'hybridation l'assemblage est réalisé à température ambiante et par pression, éliminant ainsi les problèmes thermiques de l'assemblage hétérogène.

A l'échelle du nanomètre, les matériaux et les systèmes peuvent révéler des caractéristiques complètement nouvelles qui modifient sensiblement leurs propriétés. Cette alternative permettrait également de rendre le procédé plus économique en réduisant les étapes technologiques, telle que le lift off, le dépôt de la couche de brasure et l'étape de billage. Toutes ces étapes seraient ainsi remplacées par une seule étape de croissance électrolytique ou par un dépôt chimique à basse température (85°C).

Les travaux présentés dans ce manuscrit sont le résultat des efforts mis en œuvre pour la conception et la fabrication des détecteurs d'imagerie infrarouge tout en développant les procédures technologiques nécessaires.

Ce manuscrit est structuré de la manière suivante :

Le premier chapitre rappelle les principes de l'imagerie infrarouge, et présente les différentes filières de détecteur Infrarouge (IR). **Le chapitre 2** est dédié à l'étude de mécanismes de défaillances des ces détecteurs : la défaillance du joint de brasure, et une étude thermomécanique de l'assemblage flip-chip basée sur deux approches analytique et numérique (simulation par éléments finis). **Le troisième chapitre** concerne les réalisations technologiques des plans focaux sur la base de la technique flip-chip par brasure. Enfin, le **chapitre 4** est consacré aux alternatives à la méthode par brasure, avec une première partie sur le principe de cette approche et une seconde présentant les premières tentatives technologiques.

CHAPITRE 1

IMAGERIE INFRAROUGE

L'objectif de ce premier chapitre est de donner un bref rappel sur le rayonnement Infrarouge, son intérêt et son rôle dans notre vie quotidienne. Nous rappellerons le principe du corps noir, le fonctionnement et les applications des détecteurs d'imageries infrarouge à savoir les détecteurs thermiques et photoniques. Ce chapitre introduira également le principe et l'état de l'art de l'assemblage flip-chip.

I. Généralités sur l'imagerie infrarouge

1. Rayonnement infrarouge

Découvert par *William Herschel*¹ aux alentours de l'année 1800 [3], le rayonnement infrarouge est un rayonnement électromagnétique qui couvre le domaine de longueur d'onde compris entre 0.75 μm et 1000 μm . Il est situé après le domaine visible et avant celui des micro-ondes. Les fréquences sont comprises entre 300 GHz et 300 THz.

Concernant l'imagerie infrarouge pour application terrestre, trois bandes spectrales d'intérêt sont définies par la transmission atmosphérique (**Figure 3**):

- Bande I (*SWIR pour Short Wave InfraRed*) : [0.9 – 2,7 μm]
- Bande II (*MWIR pour Medium Wave InfraRed*) : [3,4 – 4,2 μm] & [4,5 – 5 μm]
- Bande III (*LWIR pour Long Wave InfraRed*) : [8 – 12 μm]

Le choix de la bande spectrale pour la réalisation d'une caméra dépendra de l'application, de la nature des objets visés, de leur température, de la résolution spatiale et de l'environnement (climat sec ou humide, froid ou chaud).

¹ William Herschel (né Friedrich Wilhelm Herschel) est un compositeur et astronome germano britannique, né à Hanovre le 15 novembre 1738 et décédé le 25 août 1822. Il découvre la planète Uranus en 1781 et l'existence du rayonnement infrarouge en 1800.

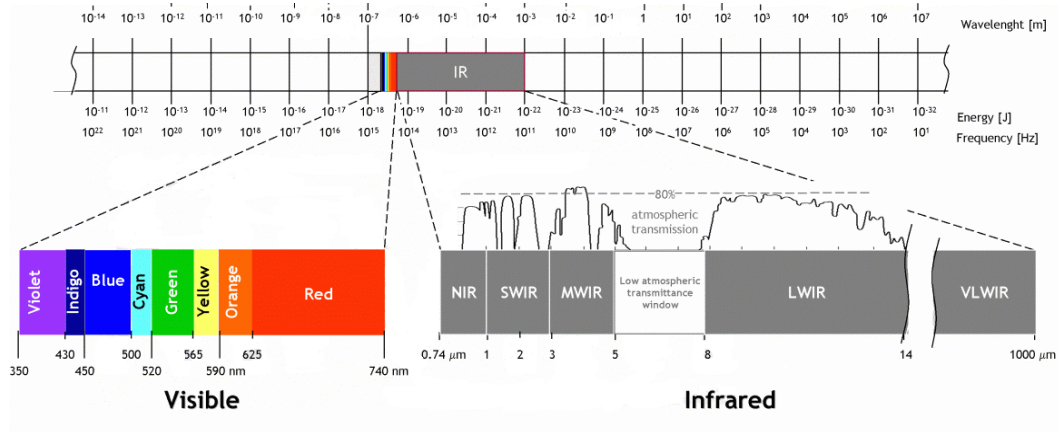


Figure 3 : Spectre Infrarouge 0.75µm-1000µm.

2. Loi de Planck : Corps noir (CN)

Max Planck a étudié le rayonnement thermique émis par une cavité fermée en équilibre thermique avec un thermostat, cavité appelée corps noir. En 1901, il a établi la loi qui porte son nom et qui exprime la densité spectrale d'énergie électromagnétique d'un corps noir de température T , qui est aussi la densité maximale émise par un corps réel. C'est l'équation fondamentale du rayonnement thermique.

Le corps noir est un objet capable d'absorber totalement tout rayonnement incident, quelle que soit sa longueur d'onde. D'après la première loi de *Kirchhoff*, le rayonnement d'un corps noir ne dépend que de sa température. Il est notamment indépendant de la direction d'émission. L'Émittance spectrale $M(\lambda, T_{CN})$ du corps noir est donnée par la loi de *Planck* (Figure 4):

$$M(\lambda, T_{CN}) = \frac{2\pi \cdot h \cdot c^2}{\lambda^5} \cdot \frac{1}{\exp\left(\frac{h \cdot c}{\lambda \cdot k_B \cdot T_{CN}}\right) - 1}, \text{ (W.m}^{-3}\text{) (1)}$$

Avec:

- M , l'émittance du corps noir en W.m^{-3} ,
- T_{CN} sa température en K,
- λ la longueur d'onde en m,
- $h=6.6256 \cdot 10^{-34}$ J.s, la constante de Planck,
- $k=1.38054 \cdot 10^{-23}$ J.K⁻¹ la constante de Boltzmann,
- et $c=299792458$ m.s⁻¹, la célérité de la lumière.

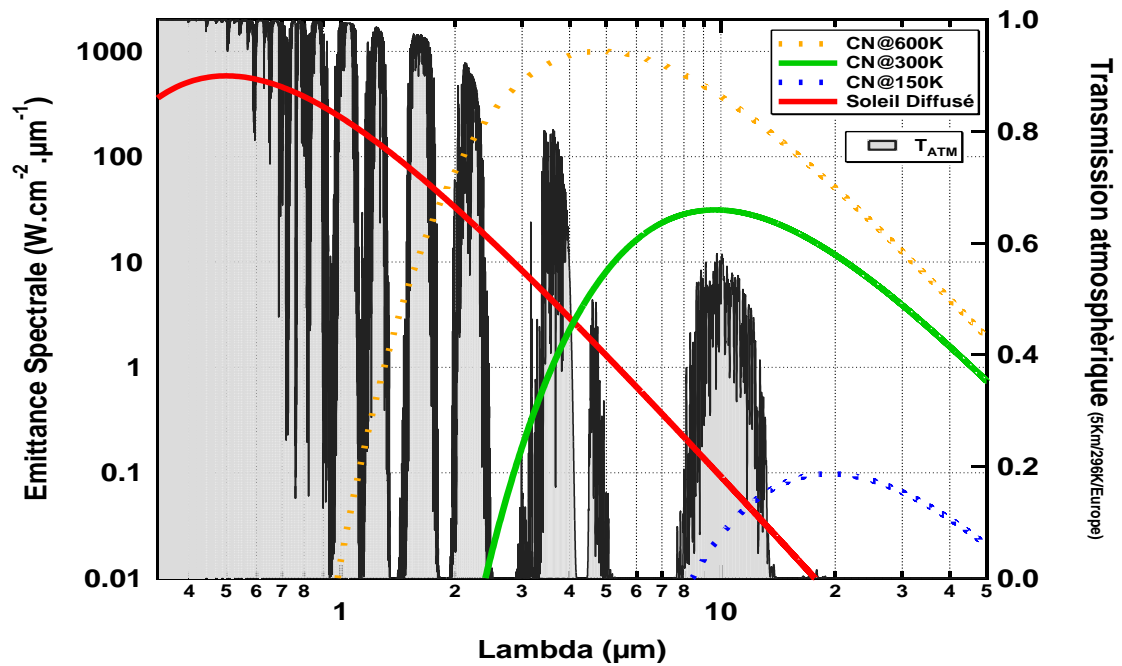


Figure 4 : Emission spectrale et Transmission atmosphérique en fonction de la longueur d'onde du corps noir.

Afin de pouvoir détecter ces rayonnements, que ce soit pour des applications civiles (Automobile : aide à la conduite ; médecine : détection des tumeurs ; détection des fuites thermique dans le bâtiment...) ou militaires (vision nocturne, guidage des missiles...), deux familles de détecteurs ont été développées : les détecteurs thermiques et les détecteurs quantiques. Avant d'aborder le principe de fonctionnement de chacun de ces détecteurs, nous allons introduire quelques composants de la technologie infrarouge.

3. Détecteurs Infrarouge

Un détecteur de rayonnement IR transforme le rayonnement incident en un signal électrique. Selon le mode d'absorption du rayonnement infrarouge, on distingue deux types de détecteurs : les détecteurs thermiques qui ne sont sensibles qu'à l'énergie du rayonnement et les détecteurs photoniques qui transforment les photons incidents en charges électriques. Un état de l'art plus complet est disponible dans la bibliographie [4] [5].

a. Détecteurs thermiques

Le principe des détecteurs thermiques est basé sur l'absorption de l'énergie incidente qui, en modifiant la température du matériau sensible (thermomètre) change de propriétés physiques et permet la modification d'un signal électrique. Le signal électrique mesuré résulte d'un changement de la polarisation interne spontanée pour les détecteurs pyroélectriques, d'un changement de résistivité pour les bolomètres, d'une différence de potentiel pour les thermoélectriques, et d'une dilatation d'un gaz pour les détecteurs pneumatiques. La **Figure 5** montre les différents types de détecteurs thermiques.

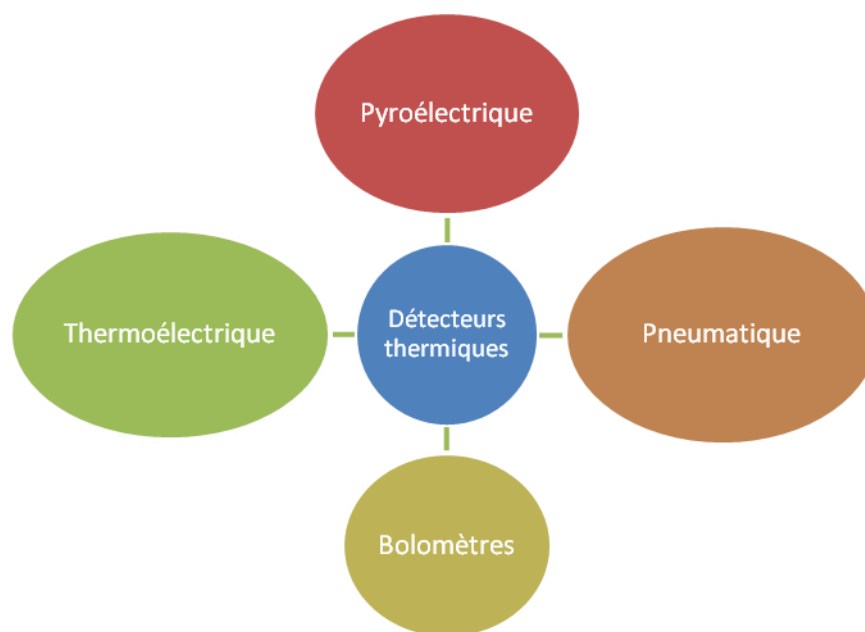


Figure 5 : Les différents types de détecteurs thermiques

Les détecteurs bolométriques présentent des sensibilités beaucoup plus importantes que les détecteurs à base de thermopiles et sont plus faciles à fabriquer que les détecteurs pyroélectriques. La **Figure 6** montre un schéma électrique du détecteur thermique de type bolomètre et un cliché MEB d'un pixel d'une matrice de bolomètre.

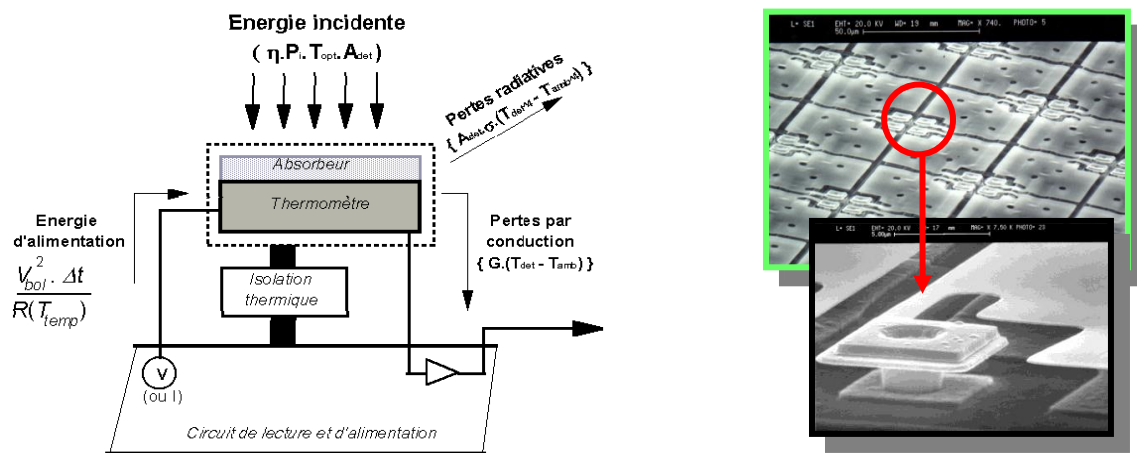


Figure 6 : Schéma électrique du détecteur thermique et un cliché MEB d'une matrice et d'un pixel micro-bolomètre

Mis au point en 1880 par Langley [22], les micro-bolomètres sont des détecteurs thermiques comportant un matériau dont la conductivité varie avec la température. Ce sont des micro-capteurs répartis selon un réseau de pixels intégrés dans une matrice. Ces micro capteurs sont constitués d'un empilement de deux couches minces, l'une jouant le rôle d'absorbant IR et l'autre de thermomètre, suspendu entre deux plots de connexion. En absorbant les photons infrarouges dans la bande 8-12 μm , cet empilement s'échauffe, conduisant à une variation de la résistivité de la couche thermomètre, et permettant au circuit de lecture (ROIC²) la conversion de ce signal en signal électrique puis en image vidéo. L'oxyde de vanadium VOx et le silicium amorphe sont les principaux matériaux utilisés comme couche thermomètre. Le premier se caractérise par un fort coefficient thermique (supérieur à 2 %. K^{-1}) et un faible bruit en 1/f (bruit électronique à basse fréquence). Le coût de fabrication de cette filière reste son principal défaut. Le silicium quant à lui présente de nombreux avantages : fort coefficient thermique, bonne isolation thermique, faible constante de temps thermique. Le **Tableau 1** récapitule les matériaux utilisés par les principaux industriels du domaine des micro-bolomètres.

Matériau	Entreprise/Pays
VOx	Honeywell/USA
Silicium amorphe	ULIS/France
Silicium polycristallin	Mitsubishi/Japon
YBCO	Mitsubishi/Japon

Tableau 1 : Matériaux utilisés dans les micro-bolomètres.

- ² ROIC (Read Out Integrated Circuit) est le circuit électronique qui permet, dans le plan focal, d'effectuer l'intégration et le multiplexage des signaux issus des détecteurs de flux

Issus d'une technologie monolithique (les parties responsables de la détection et la formation des images sont réalisées sur le même support, généralement en Silicium), les micro-bolomètres fonctionnant à température ambiante (non refroidis) sont moins chers et plus transportables que les matrices de capteurs photoniques. Cependant, l'inconvénient majeur de ces détecteurs thermiques est leur temps de réponse. Il faut attendre que chacun des pixels revienne à une température de référence avant l'acquisition d'une nouvelle image, soit plusieurs millisecondes voire plusieurs dizaines de millisecondes. Enfin, la faible résolution thermique ne permet pas d'imagerie à longue distance. Atteignant une dimension de pixel de $17\ \mu\text{m}$ avec un NETD de $50\ \text{mK}$ (la plus petite température décelable par le capteur), cette technologie ne parvient pas à diminuer la taille des pixels. Aujourd'hui des études sont lancées autour du développement d'un détecteur au pas de $12.5\ \mu\text{m}$, néanmoins une rupture technologique est nécessaire pour améliorer les performances de ces détecteurs. La **Figure 7** présente l'évolution et l'état de l'art des détecteurs micro-bolomètre : résolution de 1027×768 pixels au pas de $17\ \mu\text{m}$ [6], [7].

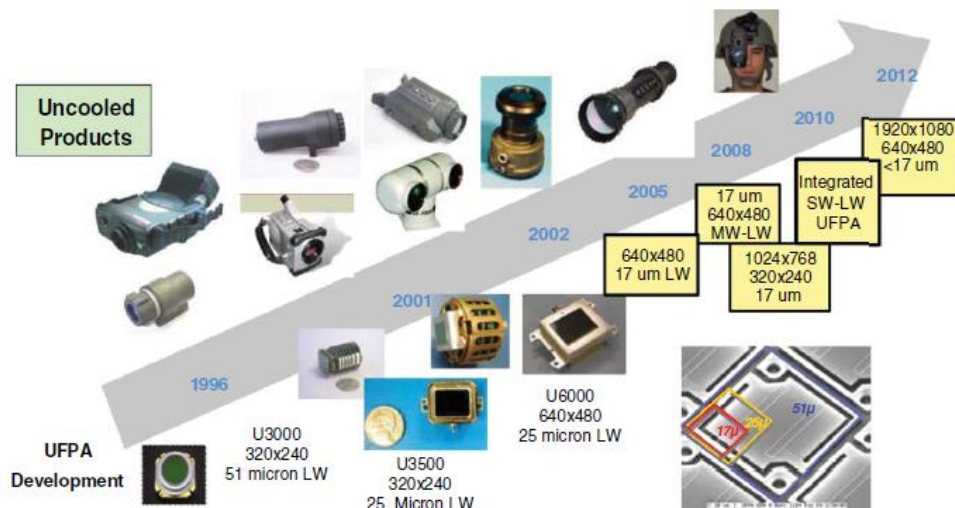


Figure 7 : Evolution et état de l'art des détecteurs micro bolomètres [25].

b. Détecteurs photoniques

Dans les détecteurs photoniques les photons incidents absorbés créent des paires électrons-trous si leur énergie est suffisante (supérieure à l'énergie de gap du matériau constituant le détecteur), le matériau restant transparent pour les photons d'énergie inférieure au gap. La longueur d'onde correspondante à cette énergie minimale du gap est appelée longueur d'onde de coupure (environ $1.1\ \mu\text{m}$ pour le silicium). Selon la nature de l'interaction matériau-rayonnement, les détecteurs photoniques sont classés en plusieurs catégories: les détecteurs intrinsèques (non dopés) (PbS, PbSe, PbSnTe, HgCdTe, InGaAs, InSb), extrinsèques

(Si:X, Ge:X), photoémetteur (PtSi) et puits quantiques (InGaAs/AlGaAs, InAs/InGaSb). Ces détecteurs se caractérisent par un très bon rapport signal/bruit et des temps de réponse très brefs. La **Figure 8** englobe les principaux types de détecteurs quantiques ou photoniques.

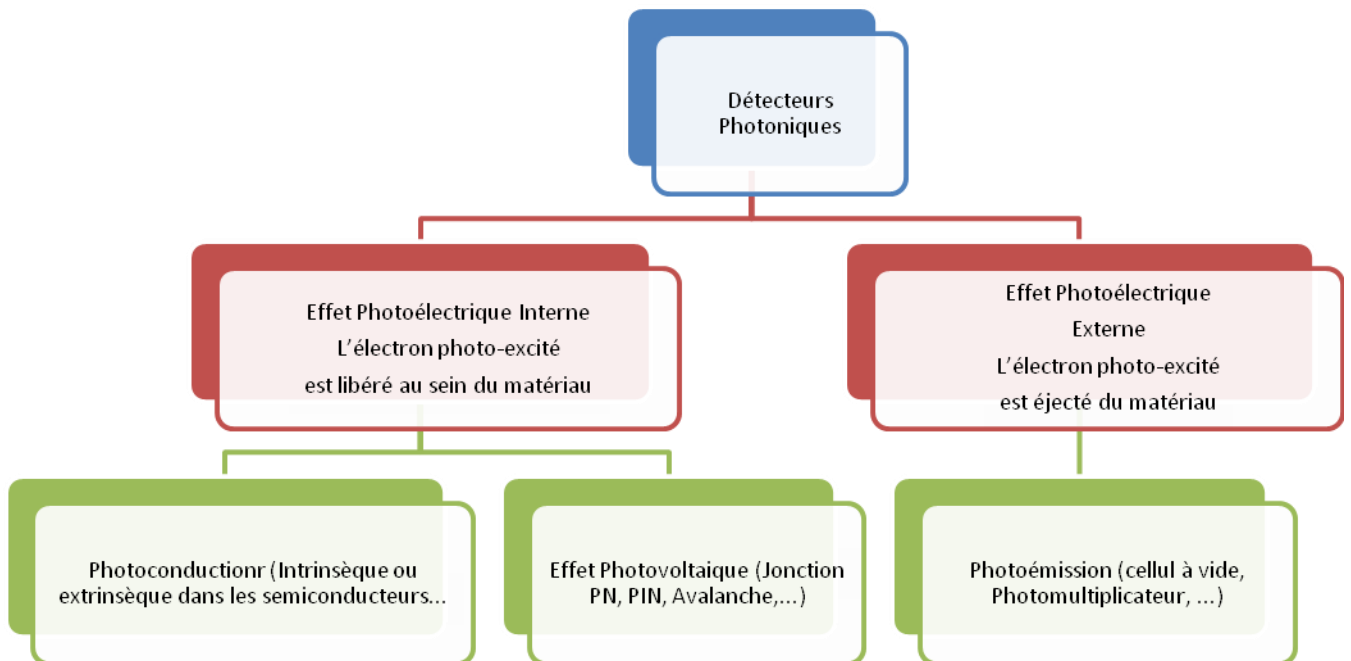


Figure 8 : Principaux types de détecteurs quantiques ou photoniques.

1) Les détecteurs semi-conducteurs

Tous les composants développés par le laboratoire pour la fabrication de détecteurs IR sont à base d'alliages semi-conducteurs composés d'éléments issus des colonnes III et V de la table de Mendeleïev :

- L'InAsGa actuellement très répandu. Non refroidi, il entre dans la réalisation des caméras thermiques proches infrarouge et visible (0,4 à 1,7 μm), et des détecteurs QWIP qui sont des hétérostructures de type GaAlAs/GaAs développés pour des applications en LWIR et MWIR.
- L'HgCdTe ou MCT (*Mercurie Cadmium Tellure*), alliage de composés II-VI, est à la base des détecteurs IR les plus répandus du fait de l'adaptation aisée de la bande spectrale par dosage des composés de base, mais reste cependant le composant le moins reproductible et le moins stable malgré les lourds moyens mis en œuvre pour maîtriser la technologie de fabrication des matrices. En photoconducteur, il est non linéaire et nécessite une correction de la courbe d'étalonnage. En configuration photovoltaïque

(pour les matrices), le MCT produit davantage de bruit basse fréquence (en $1/f$) que les détecteurs à puits quantiques. Cet alliage est uniquement exploité pour la réalisation de détecteurs pour l'imagerie thermique rapide du fait de son bon rendement quantique (supérieur à 80 %) et de son faible temps de réponse.

- Les détecteurs à puits quantique QWIP (*Quantum Well Infrared Photodetector*) font une percée en LWIR et MWIR pour les configurations en mode bispectral LWIR/MWIR où ils concurrenceront avantageusement les MCT du fait d'un faible bruit spatial, d'un coût de fabrication moindre et d'une forte sélectivité spectrale, des performances facilement reproductibles, avantages qui contrebalancent leur rendement quantique faible (inférieur à 40%). Ils nécessitent un refroidissement important (77K).
- Les détecteurs à base d'Antimoine (InSb) sont également très répandus mais restent limités à la seule bande MWIR et ne sont pas développés par le III-V Lab malgré leur appartenance à la catégorie des matériaux III-V.

Quel que soit l'alliage utilisé, les détecteurs quantiques doivent être utilisés à des températures proches de la température de l'azote liquide (77 K) de telle sorte que le nombre de porteurs de charges, généré par l'interaction avec les photons incidents soit plus grand que le nombre de ceux activés thermiquement. Cependant, le besoin de refroidissement constitue un obstacle important car il rend le système de détection infrarouge encombrant, et plus particulièrement coûteux pour les applications civiles. De plus, nous verrons que cette contrainte cryogénique engendre des contraintes technologiques fortes, voire des butées technologiques que nous avons tenté de contourner dans ce travail de recherche.

4. Structure hybride

Pour réaliser un détecteur avec un système d'imagerie, il faut associer l'électronique de circuit de lecture à la matrice de détection. L'électronique est généralement réalisée dans des circuits intégrés spécifiques principalement en technologie CMOS (*Complementary Metal Oxide Semiconductor*), tandis que les détecteurs sont fabriqués avec d'autres matériaux que le silicium. On appelle hybridation l'ensemble des techniques permettant l'assemblage de ces deux sous-systèmes en un composant unique. Globalement, il existe trois grandes classes de détecteurs dans le domaine de l'infrarouge : les détecteurs hybrides, monolithiques et pseudo-monolithiques.

Dans le visible, les détecteurs et le ROIC sont en silicium, on peut combiner les deux fonctions sur la même puce substrat Silicium. On parle de technologie monolithique ou pseudo-

monolithique. En revanche, dans le domaine de la détection infrarouge, les matériaux détecteurs sont différents du silicium et il n'est généralement pas possible pour l'instant de combiner les deux sur une même puce, même si des travaux sont actuellement en cours (III-V Lab et CEA-LETI) pour étudier la possibilité d'abandonner cette technique d'hybridation par brasure ou microbille d'indium pour une technique de collage moléculaire. Il est alors nécessaire d'hybrider les deux puces.

Dans ce manuscrit, notre attention se concentrera sur le premier type de détecteur, à savoir le détecteur hybride. Une structure hybride est constituée d'un matériau actif sensible dans l'infrarouge (partie 3 de ce chapitre) et l'électronique de lecture basée sur la technologie silicium. Ces deux parties sont hybridées, c'est à dire assemblées grâce à des micros voir nano structures (micros-billes d'indium, nano fils d'or / ZnO dopé). Des images MEB (Figure 9) de vues en coupe d'hybrides montrent l'hybridation du circuit de lecture (Silicium) et du circuit de détection (InGaAs ou AsGa) par l'intermédiaire des microbilles d'indium. On verra par la suite les principaux avantages et inconvénients de cette technologie.

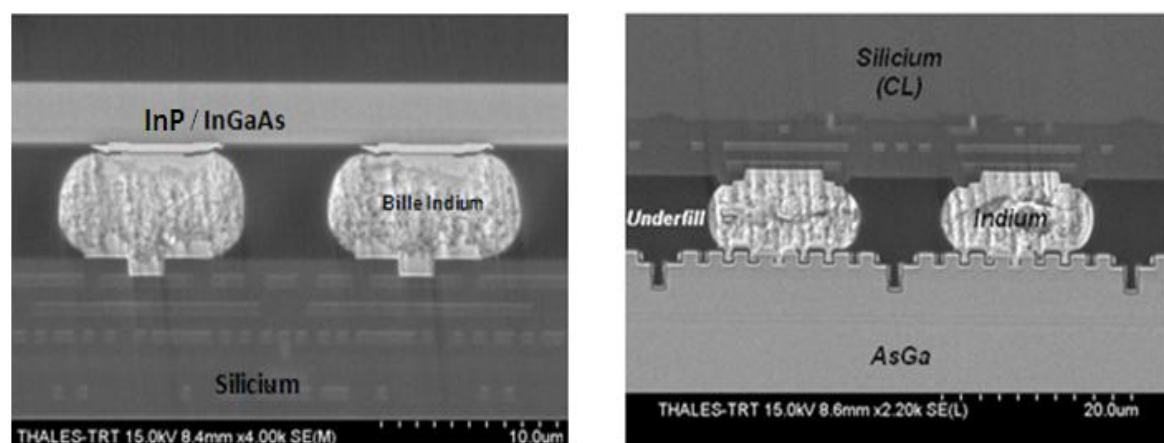


Figure 9 : Clichés MEB vues en coupe : à gauche détecteur InP / InGaAs au pas de 15 µm et à droite détecteur QWIP au pas de 25 µm.

5. Principe de fonctionnement des détecteurs infrarouge

Deux types de détecteurs sont réalisés au laboratoire III-VLab, la Figure 10 illustre un schéma représentatif d'un pixel de ces deux détecteurs. Dans cette section nous nous intéressons à la technologie de détection infrarouge InGaAs, développée au laboratoire.

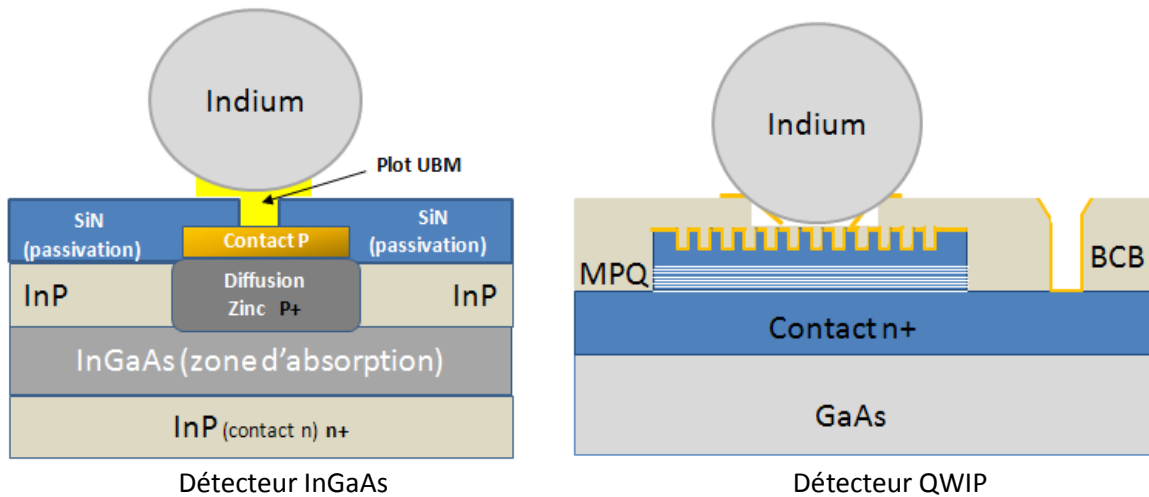


Figure 10 : Représentation d'un pixel avec la couche active : QWIP (à droite) et InGaAs (à gauche) (MPQ Multi-puis quantiques)

Par l'absorption de photons dans les trois zones P, I, et N; on génère des porteurs. Le photo-courant I_{ph} , qui se superpose au courant d'obscurité de la photodiode, est dû aux trous qui atteignent le contact P et aux électrons qui atteignent le contact N, la couche active est constituée d'un substrat en InP et du matériau actif en InGaAs, le principe de fonctionnement d'une photodiode PIN est illustré dans la Figure 11.

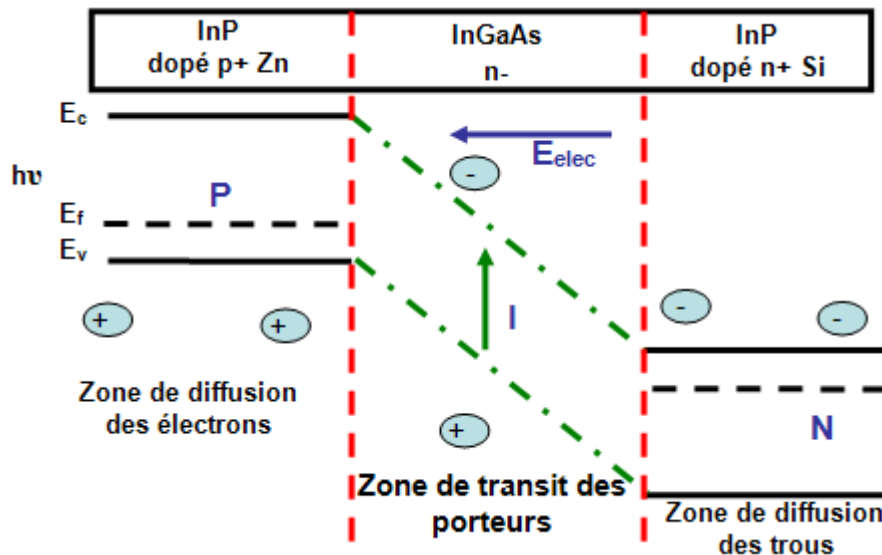


Figure 11 : Diagramme de bande. Le mécanisme de génération de porteurs sous l'effet de la lumière ($h\nu > E_g$) est symbolisé par l'apparition d'électrons et trous libres supplémentaires.

Sur la vue en coupe de la photodiode, la jonction planaire de la photodiode est réalisée par diffusion de l'élément Zinc à travers les ouvertures présentes dans le diélectrique de passivation (SiN). Le Zinc diffuse dans la couche fenêtre InP et pénètre légèrement dans la zone d'absorption InGaAs.

Le contact métallique P de la photodiode est déposé au niveau de chaque zone dopée p+ et matérialise la position des pixels actifs de la matrice.

Le contact N est commun à toutes les photodiodes de la matrice et est défini sur ses 4 côtés, l'électrode N prélève des électrons au contact avec la couche InP dopée n+, au fond des tranchées du mesa. La métallisation remonte sur les flancs des tranchées et permet d'amener le contact N au même niveau que le contact P. Le contact N est relié au circuit de lecture par l'intermédiaire de billes d'indium.

L'opération d'assemblage entre la matrice de détection et le circuit de lecture est réalisée à l'aide d'une machine « FC150 » dédiée pour cette application (**Figure 15**).

La couche matricielle des billes d'interconnexion assure la connexion électronique et mécanique entre la partie active et l'électronique de lecture.

Les composants infrarouge captent les flux infrarouges et créent un photo-courant qui va permettre au circuit de lecture de créer l'image. Le circuit de lecture ROIC, réalisé en technologie Silicium, est la partie électronique d'un détecteur. Il convertit les photo-courants issus de chaque pixel de la matrice en une image ou un signal vidéo (tension). Une couche antireflet (AR coating), augmentant l'efficacité quantique du détecteur surmonte, la couche active.

6. Applications

Les détecteurs infrarouge ont été développés dans la deuxième moitié du 20^{ème} siècle, tout d'abord dans un but militaire avec des applications pour la vision de nuit, la détection des véhicules, le guidage ou la détection des systèmes (missiles...). Cependant d'autres applications ont été développées depuis dans le civil, pour le contrôle de la pollution, la sécurité routière, l'imagerie médicale, la spectroscopie IR...etc. La **Figure 12** représente quelques applications des cameras infrarouge.

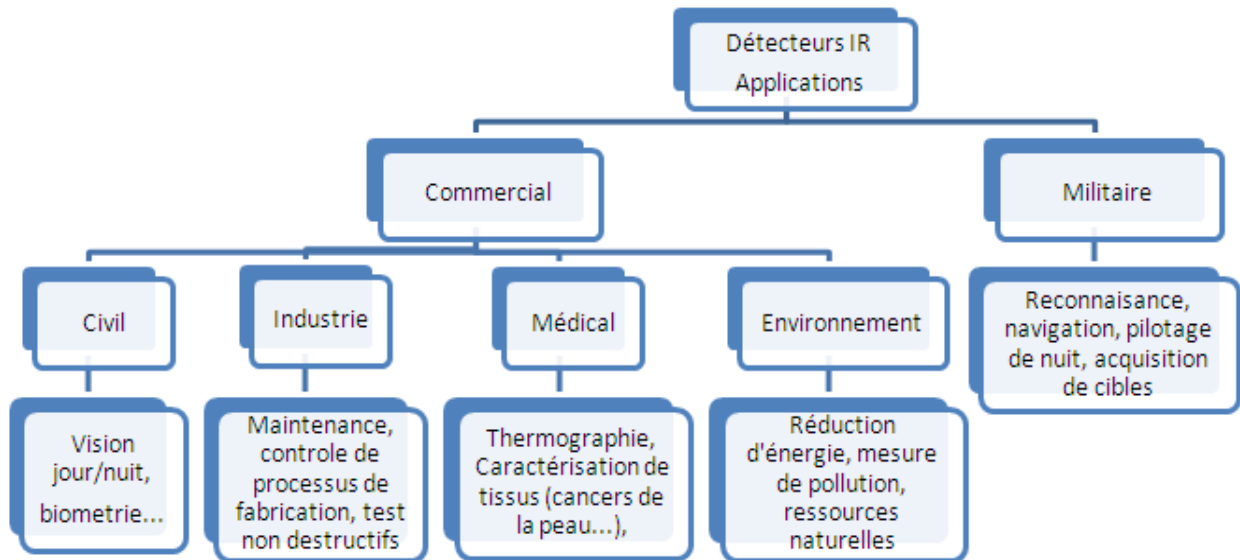


Figure 12 : Applications des caméras infrarouges.

II. L'Hybridation

1. Principe et état de l'art

L'hybridation est une méthode d'assemblage de matériaux hétérogènes. Elle permet d'assembler les composants soit sous l'action de la température, par thermo compression sans qu'aucune phase liquide ne se forme au cours du processus d'assemblage, ou encore par collage à travers des adhésifs chargés (résines chargées), dans une atmosphère contrôlée ou pas (sous azote par exemple). Cet assemblage est réalisé par la création des liaisons mécaniques, électriques, et thermiques entre les composants à lier (puce et substrat). Ces liaisons sont assurées par une couche de brasure (matériau d'apport) sous forme matricielle (micros-billes, micros-Tubes, nanotubes de carbone, ou par un polymère chargé...) ou encore sous forme des micro-fils métalliques.

Dans l'industrie, deux procédés principaux sont utilisés pour assembler une puce avec son substrat : la technologie flip-chip et micro-câblage.

Plus ancienne et mature, la technologie de câblage filaire consiste à utiliser un fil de nature métallique pour connecter des composants. Deux techniques sont utilisées : la soudure à boule et la soudure par écrasement (**Annexe 2**). Malgré son excellent rendement, cette technologie d'assemblage par micro-câblage reste limitée par sa performance électrique : une inductance, qui entraîne une surtension pouvant aller jusqu'à endommager des composants électriques, et une grande résistance parasite. Elle montre également ses limites face aux

exigences du marché actuel à savoir la miniaturisation, l'augmentation de la densité d'interconnexion. En effet, les fils peuvent atteindre un diamètre de quelques dizaines de micromètres et un pas d'interconnexions de quelques centaines de micromètres à 50µm. Ce procédé n'est absolument pas compatible avec les détecteurs matriciels.

L'hybridation flip-chip ou puces retournées est une technologie développée en 1960 par IBM et Delco Electronics, appelée également le procédé C4 : (*Controlled Collapse Chip Connection*), la **Figure 13** schématise le principe et les différentes familles du procédés flip-chip : la refusion, la thermo compression, nano scratch et le collage.

La refusion (reflow) est l'une des techniques les plus employées pour l'assemblage flip-chip des détecteurs infrarouge. Cette technique repose sur la fusion collective des micros-billes métalliques (indium, or, alliages...) disposées sous forme matricielle et la réalisation d'un composé intermétallique entre ce matériau de report, la puce et le substrat. En effet, au dessus de la température de fusion des billes d'indium, nous avons une formation d'un composé stable, par exemple défini selon le diagramme de phase Au-In (Eutectique In_2Au). L'élément Au constitue un des éléments choisis pour fabriquer la plage d'accueil ou le plot d'interconnexion (ce point est développé au **Chapitre 3**). C'est le mouillage de ces billes sur la surface des plots et la formation d'intermétallique au niveau de la surface de mouillabilité qui va assurer le contact. En ce qui concerne les deux autres procédures, elles se basent sur le même principe, car dans les deux cas on a recours à une combinaison entre la force et la température, la seule différence est le matériau d'apport : dans le cas de la procédure par thermo compression, se sont des microstructures généralement en or, contrairement à la procédure par collage, qui utilise une résine chargée par des particules métallique en or ou en argent, comme est illustré sur la **Figure 13**.

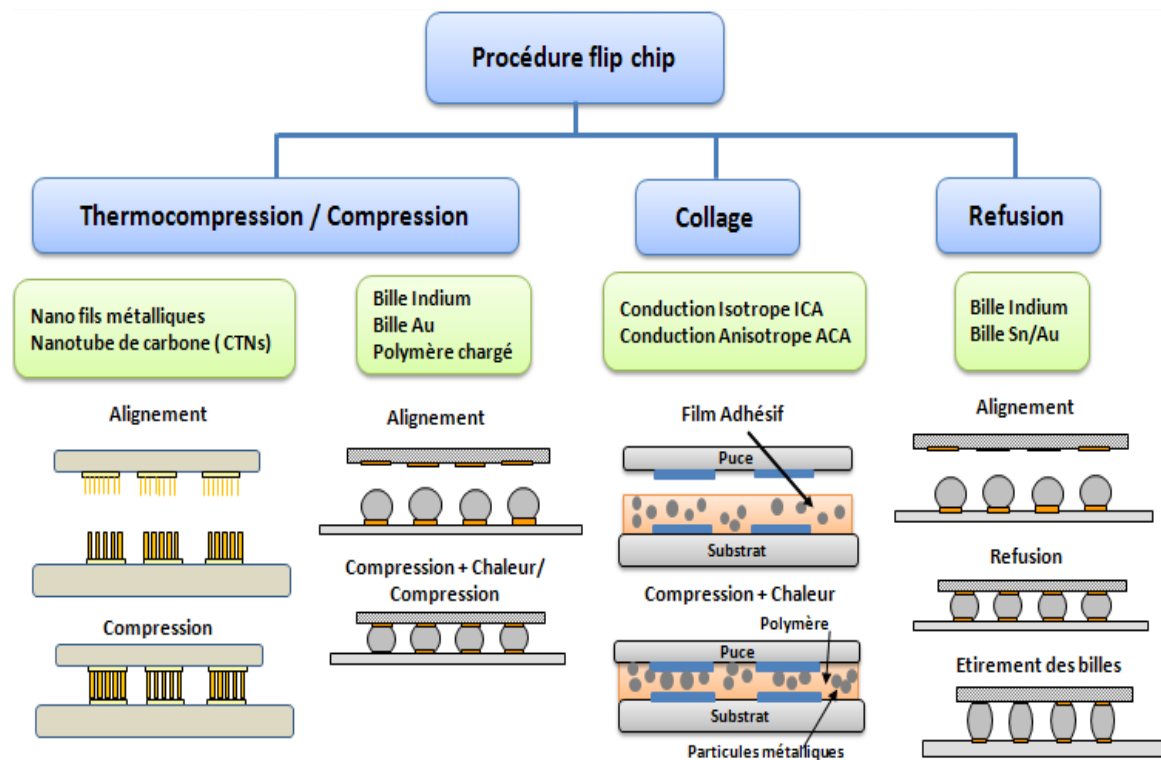


Figure 13 : Différents procédés flip-chip.

Au III-V Lab, nous utilisons la technique de refusion avec des microbilles d'indium (le choix de l'indium comme matériau de brasure est exposé dans la deuxième partie de ce chapitre). L'avantage de ce procédé est l'auto alignement assuré par les forces de capillarité induites dans l'indium en phase liquide et pendant l'étape de solidification qui permet d'ajuster à quelques micromètres près, la position relative des composants à hybrider et qui permet également une brasure étirée, offrant une meilleure durée de vie en cycle thermique.

L'alignement entre les deux puces à hybrider est extrêmement important, car la précision nécessaire pour hybrider au pas de 15 μm par exemple est de 1 à 2 μm . Une étude dans le chapitre 3 sera consacrée à cet effet, ce qui requiert l'utilisation d'un équipement extrêmement précis et spécialement conçu à cet effet. L'équipement utilisé pour hybrider les composants est l'équipement FC150 (Figure 14 et 15).

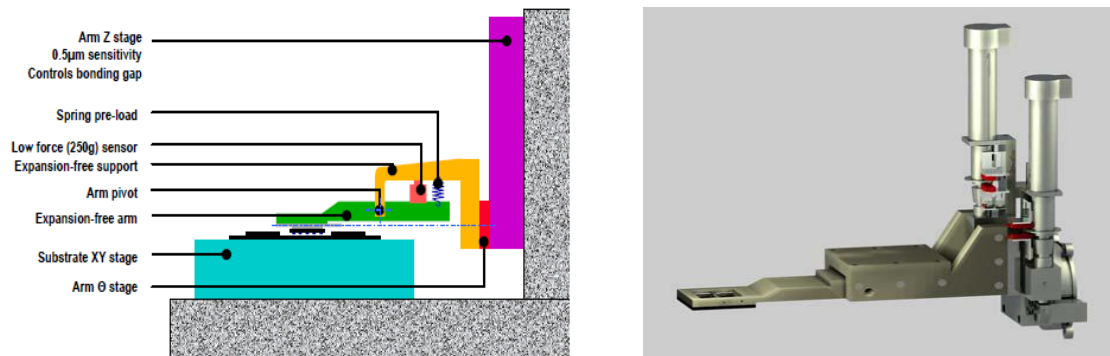


Figure 14 : Bras de brasage par refusion (à droite) et son principe d'assemblage (à gauche)

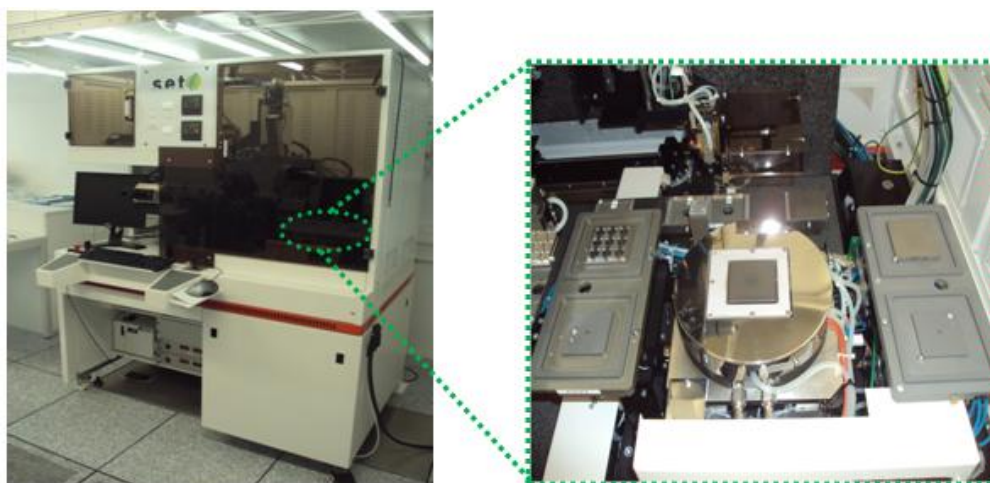


Figure 15 : Machine d'alignement FC150 avec le support substrat à droite (Chuck).

Pendant cette technique d'hybridation à chaud peut devenir critique lorsque les coefficients de dilatation thermique (CTE) des matériaux à assembler sont différents. En effet, comme dans un bilame, des contraintes mécaniques importantes sont générées à l'interface, et ici se retrouvent concentrées principalement vers les billes situées à la périphérie de l'hybride (puce + substrat), ce qui peut entraîner des problèmes de fiabilité en cyclage thermique. L'injection d'une résine époxy (Underfill) entre la puce et le substrat, aide au comportement satisfaisant de l'hybride vis-à-vis de contraintes, malgré la différence de CTE. Ces contraintes thermomécaniques, leurs évolutions en fonction de la géométrie de la structure hybride feront l'objet du **chapitre 2** sur la modélisation par éléments finis de l'hybridation flip-chip.

2. Technologie d'assemblage par brasure

Dans cette partie du manuscrit, nous allons introduire la notion de brasure, les conditions et les critères que doivent respecter ces matériaux, puis nous présenterons notre choix après une étude bibliographique réalisée sur quelques brasures.

a. Introduction

Le brasage contrairement à la soudure, est une opération qui consiste à assembler des pièces métalliques à l'aide d'un métal d'apport qui a une température de fusion inférieure à celle des pièces à réunir. La brasure est l'un des acteurs essentiels pour assurer la fiabilité des composants microélectroniques une fois hybridés. Selon la température de fusion, on distingue deux types de brasures, l'une tendre avec une température inférieure à 673K et l'autre forte avec une température supérieure à celle-ci. La température d'utilisation est un indicateur fondamental pour le choix de la brasure, elle doit respecter un ratio de 0,5 vis-à-vis de la température de brasage. En effet, sous une contrainte thermique uniforme proche de ce seuil, la tenue au cisaillement décroît fortement et conduit à une déformation excessive de la brasure. D'autre part, la plage de température entre le liquidus et le solidus de l'alliage doit être la plus faible possible (l'optimum étant une brasure eutectique).

b. Caractéristiques et critères d'une brasure

De nombreux critères doivent être pris en compte pour choisir une brasure, comme ses propriétés mécaniques, thermiques, électriques ou encore chimiques. De même le coût, la disponibilité des matériaux ainsi que l'impact qu'ils peuvent avoir sur l'environnement sont à envisager. Parmi ces critères, on trouve la température de fusion, la mouillabilité, la résistance à la fatigue thermomécanique, la tenue mécanique, la conductivité électrique et thermique.

La température de fusion est le facteur le plus important, trop élevée elle peut modifier les propriétés thermomécaniques des matériaux, et également engendrer des dégradations des composants à assembler. En général, on choisit des brasures dont la température de fusion est inférieure à la température de fusion des métaux de base. En pratique cette température doit être la plus faible possible pour ne pas impacter le bilan thermique du composant. Elles doivent également présenter une température de solidus élevée pour éviter toute dégradation au niveau de leur tenue mécanique. L'intervalle de température Liquidus / solidus influence la qualité d'une brasure, en effet, dans le cas d'un alliage non eutectique, un refroidissement rapide se traduit par des inhomogénéités de structure, un intervalle large peut entraîner un désalignement pendant l'étape de report.

La mouillabilité est un des critères de choix tout aussi important. On désigne par ce terme, la capacité d'un liquide à s'étaler sur un solide. Les deux facteurs principaux influant sur la mouillabilité sont la tension de surface et la propreté des surfaces des différents matériaux. Ainsi pour avoir une bonne mouillabilité de la brasure sur le substrat, il faut que la tension de surface du substrat soit supérieure à celle de la brasure. Ainsi pour améliorer le taux de mouillabilité on utilise un flux (voir partie sur le flux **chapitre 3**).

Afin de limiter les risques de défauts dans la brasure celle-ci doit satisfaire les critères suivants :

- Une bonne mouillabilité.
- Une faible résistance électrique pour l'assemblage de la puce semi-conductrice (circulation du courant vers la puce).
- Une bonne conductivité thermique pour assurer l'évacuation des calories dissipées au sein des puces.
- Une bonne tenue mécanique de la brasure.

La brasure utilisée est déposée entre les éléments puis l'ensemble est porté, suivant un cycle de refusion adapté, à une température au moins égale à la température liquidus de celui-ci. La liaison mécanique est réalisée au cours du refroidissement vers la température ambiante. Le contrôle précis du profil en température permet de limiter la génération d'intermétalliques qui fragiliseraient la brasure. Une étude paramétrique a été réalisée pour optimiser le profil de température.

Des alliages ont été développés pour remplacer la brasure à base d'étain plomb (Sn-Pb) dont l'usage est interdit depuis le *1^{er} Juillet 2006 (Directive Européenne)*. L'élément de base de l'alliage demeure l'étain, soit sous forme binaire : Sn-Bi, Sn-Zn, Sn-Sb, Sn-In, Sn-Ag et Sn-Cu, ou sous forme ternaire voir quaternaire sur la base de combinaisons entre ces différents systèmes binaires : Sn-Zn-In, Sn-Zn-Sb, Sn-Ag-Cu, Sn-Ag-Bi, Sn-Ag-In, Sn-Bi-In et Sn-Bi-Sb.

Le **Tableau 2** récapitule quelques propriétés physiques des alliages sans plomb qui constituent des candidats potentiels pour remplacer la brasure étain-plomb.

Alliages	T _{fusion} (°C)	CTE (ppm/°C)	Conductivité.th.(W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	E _{Young} (GPa)
63Sn37Pb	183	25	50	16
95,5Sn/4Ag/0.5Cu	216	23	55	-
96.5Sn/3.5Ag	221	30	33	-
99.3Sn/0.7Cu	227	1	2	-
58Bi/42Sn	138	15	19	-
52In/48Sn	120	20	34	-
80Au/20Sn	280	16	58	68

Tableau 2 : Propriétés physiques des alliages sans plomb à 20°C [23], [24], [25].

Aujourd’hui, une grande variété de matériaux de brasure est employée dans le domaine de l’interconnexion microélectronique. L’étain demeure l’élément de base le plus répandu dans les brasures, il a un point de fusion relativement bas. L’inconvénient des brasures à base d’étain est lié à la présence de défauts dans la brasure, ces défaut se présentent sous forme de monocristaux d’étain, appelés trichites (*whiskers*) qui fragilisent l’assemblage [7], [8], [9] (**Figure 16**). Ce problème n’est pas encore complètement résolu. Il se produit, en effet, un phénomène de croissance cristalline de l’étain créant des fils qui peuvent atteindre quelques millimètres de long et de 1 à 6 µm de diamètre. Leur présence est problématique, car ils peuvent engendrer des courts-circuits entre deux contacts ou deux joints. Les brasures à base d’étain - argent et étain-cuivre, se caractérisent par une température de fusion élevée, sans oublier une mauvaise mouillabilité et une faible résistance à la fatigue des brasures à base de cuivre.

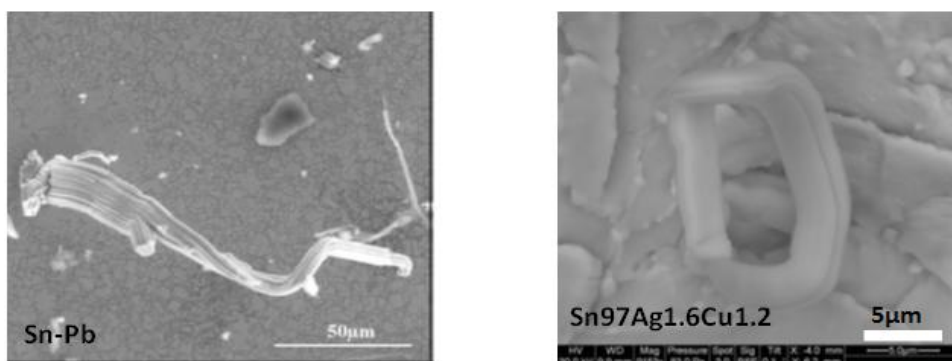


Figure 16 : Croissance de monocristaux d’étain (trichite) sur les brasures à base d’Etain.

Malgré sa faible disponibilité et son prix élevé [21] (**Tableau 3**), l’indium a été choisi comme brasure pour ses propriétés incontournables : ductilité et tenue mécanique à basse

température. La brasure utilisant 100% l'indium retenue pour notre étude, permet une basse température de mise en œuvre. L'indium, en tant que brasure, est un métal pur. De par son bas point de fusion (157 °C), les contraintes thermomécaniques dues à la différence de coefficient de dilatation thermique sont réduites lors du refroidissement. Il a de plus 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. La plasticité de l'indium peut atténuer efficacement des contraintes externes comme les chocs thermiques et mécaniques.

Métal	Prix (US \$/Kg) (1995)	Prix (US \$/Kg) (2012)
Plomb	0.60	2
Zinc	1.0	0.8 - 1.6
Cuivre	3.0	8.16
Antimoine	2.80	9.5
Bismuth	4.00	23.6
Etain	6.90	22
Argent	150	104.6
Indium	455	545

Tableau 3: Prix des métaux [21].

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 a une affinité chimique avec l'or qui se traduit par une très bonne mouillabilité sur celui-ci. L'or a été choisi pour ses propriétés chimiques. Il est inoxydable et protège les métaux qu'il recouvre contre l'oxydation (**chapitre 3**).

Les propriétés de l'indium à basse température (température cryogénique), font de cette brasure le candidat idéal pour les détecteurs d'imagerie infrarouge refroidis (QWIPs, MCT...), cependant, pour les détecteurs non refroidis (InGaAs, MCT...), ce métal pourrait très bien être remplacé par d'autres brasures, moins chères et disponibles. La partie suivante est consacrée à la question du choix de l'indium par rapport à d'autres brasures (métal, alliages binaire ou ternaire).

c. Choix de l'indium comme matériau de brasure

Une étude sur la fiabilité du joint de brasure a été réalisée par Kozo Shimsu et al, [10]. Quatre brasures ont été utilisées pour connecter deux types de structures Si/Alumine et GaAs/Alumine, à savoir 100%In, In-48%Sn, et In-40%Pb et Sn-37%Pb. Ces brasures ont subi un vieillissement accéléré de 300 cycles de température: 30 secondes à 77K (azote liquide) et 30 secondes à température ambiante, la **Figure 17** montre les résultats des mesures de la résistance électrique réalisées par la méthode quatre pointes. On observe une résistance électrique constante de 5Ω dans le cas de la brasure 100% Indium par rapport aux autres brasures, un même comportement a été constaté pour les deux structures. L'augmentation de la résistance électrique s'explique par la formation ou la propagation de fissures à l'intérieur de la couche de brasure.

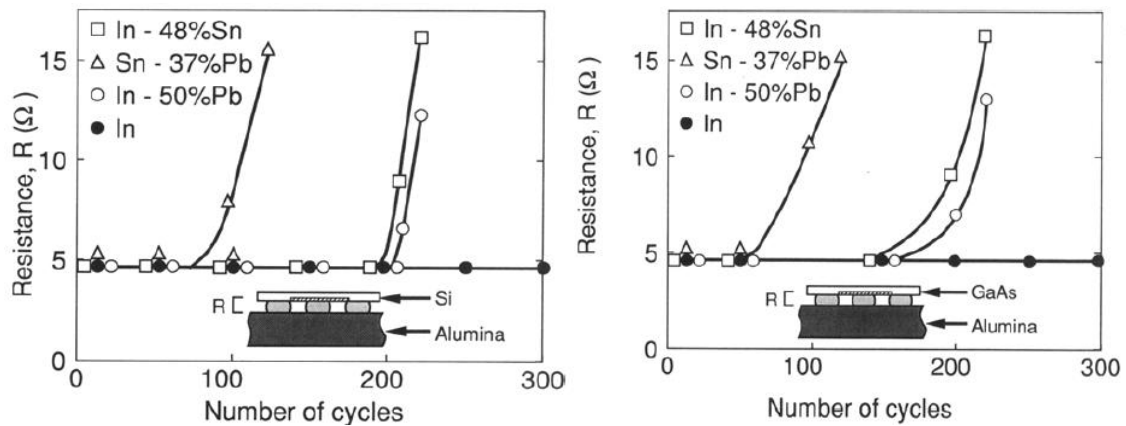


Figure 17 : Evolution de la résistance électrique pendant le cycle thermique entre 77K et 300K dans deux types de structure en utilisant 4 brasures différentes [10].

Une étude comparative a été réalisée par John H. Lau and Stephen H. Pan [11] sur trois brasures, 100 % In, 96.5% Sn 3.5% Ag, et 62% Sn 36% Pb 2% Ag, sur l'évolution des contraintes de cisaillement et le fluage en fonction du temps et sous plusieurs cycles de température de 60 minutes entre 253 K et 383 K. Le fluage est la faculté du matériau à se déformer de façon irréversible lorsqu'il est soumis à un changement thermique ou mécanique maintenu constant dans le temps. La **Figure 18** montre des contraintes de cisaillement beaucoup moins importantes avec une grande déformation (fluage) dans la couche de brasure 100% Indium par rapport aux deux autres alliages étudiés.

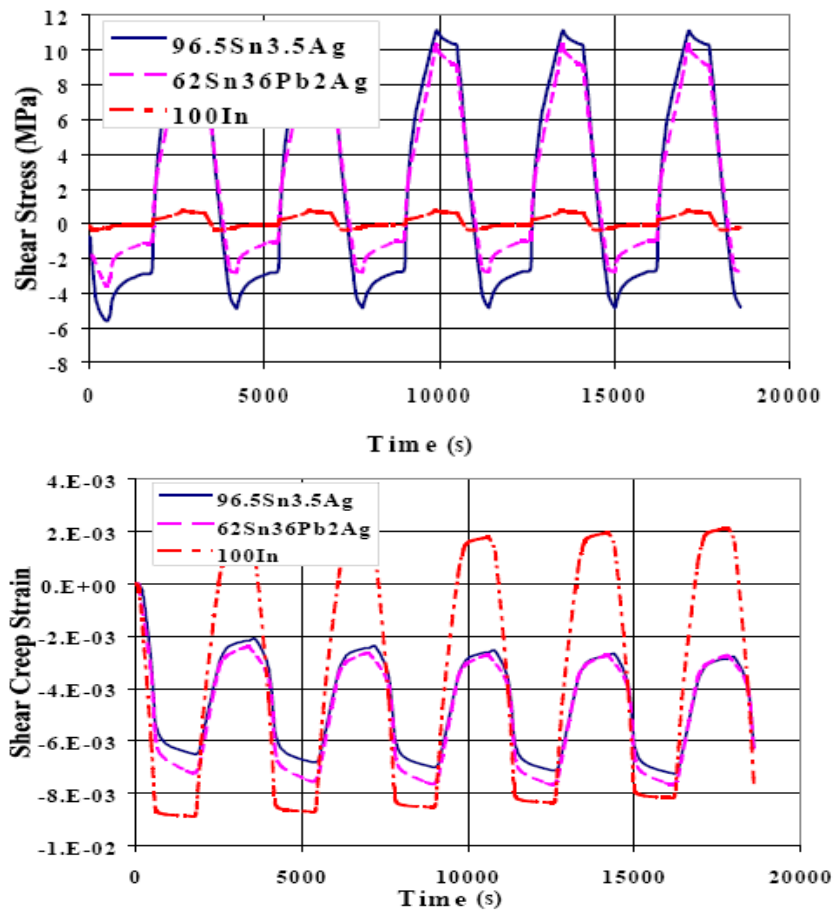


Figure 18 : Evolution de la contrainte de cisaillement et le fluage dans trois types de brasures : 100% In, 96.5% Sn 3.5% Ag, et 62% Sn36% Pb 2% Ag, [14].

L'indium est le 49^{ème} élément dans le tableau périodique de Mendeleïev. Il a une structure cristalline tétragonale avec une température de fusion de 430 K, et une grande résistance à la corrosion atmosphérique. C'est un élément important pour diminuer la température de fusion de certains alliages pour la brasure ou comme constituant majeur des semi-conducteurs tels que, InP et InSb.

Ductile et stable à l'air, l'indium réagit très peu avec l'oxygène à température ambiante. Cependant, c'est à plus haute température qu'il se combine pour former l'oxyde In_2O_3 . Il possède une grande capacité à se déformer plastiquement sans se rompre, la raison principale de cette importante ductilité à 295K étant la proximité de sa température de fusion ($T_m=430\text{K}$). Des essais de traction réalisés par Reed [12] sur la résistance à la traction de l'indium pur et sa ductilité montrent une déformation plastique à température ambiante. La **Figure 19** donne les courbes contraintes-déformation de l'indium à 4, 10, 76, et 295 K.

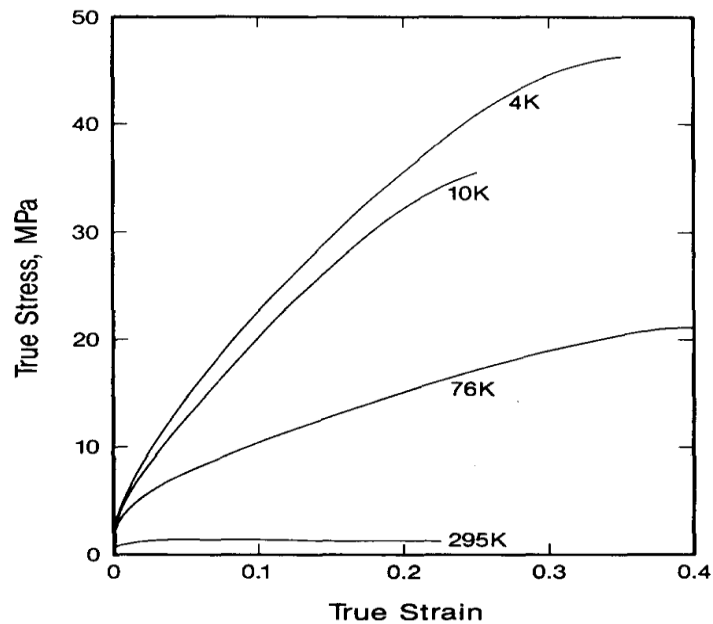


Figure 19 : Courbes contrainte-déformation de l'indium [12].

Température(K)	75	140	205	270	335	400
E (GPa)	19.11	17	14.90	12.80	10.66	8.55
α (ppm/K)	24	27	28.27	30.46	32.65	34.83
λ ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)	99.83	94.37	89.03	83.82	78.74	73.78

Tableau 4 : Propriétés thermomécaniques de l'indium en fonction de la température [16] [26].

Le **Tableau 4** illustre l'évolution des propriétés thermomécaniques de l'indium (module d'Young, coefficient de dilatation thermique et la conductivité thermique) en fonction de la température. On constate une légère diminution de la conductivité thermique ainsi que du module d'Young dans cette plage de température, par-contre le coefficient de dilatation thermique est presque stable jusqu'à la température ambiante.

Les propriétés élastiques de l'indium ont été étudiées également jusqu'aux basses températures par Kim et Ledbetter [13] (**Figure 20**). La valeur du coefficient de Poisson (ν) élevée de l'ordre de 0,45, varie peu avec la température. Les variations du module d'Young (E), module d'élasticité volumique ($B = E / (1-2\nu)$) et du coefficient de Poisson de l'indium avec la température ont été obtenus par une méthode d'analyse ultrasons. Un coefficient de Poisson très élevé signifie que le matériau est plus facilement déformable en cisaillement qu'en traction.

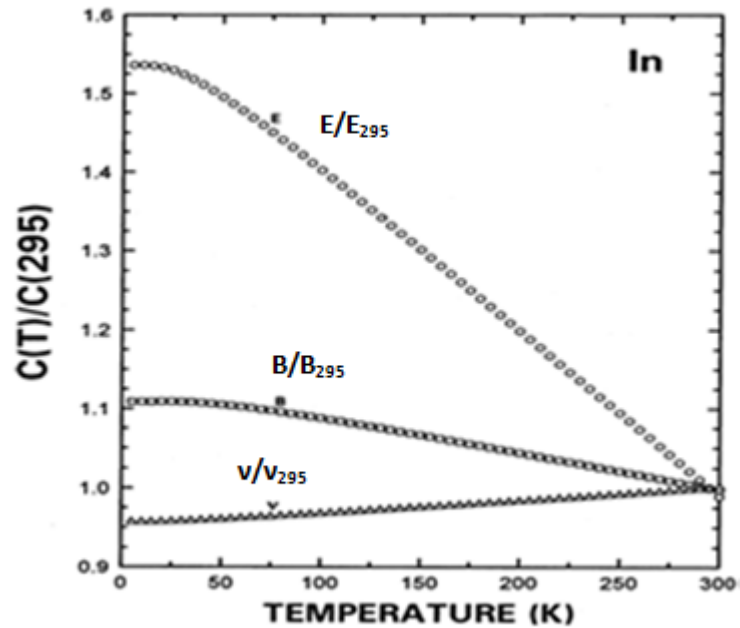


Figure 20 : Variation du module d'Young (E), module d'élasticité volumique (B), et du coefficient de Poisson (ν) de l'Indium avec la température [13].

III. Conclusion

Si l'on écarte le problème de la disponibilité et du coût, l'indium constitue le meilleur compromis en termes de point de fusion, mouillabilité et propriétés thermomécaniques. C'est une brasure adaptée aux technologies « fine pitch » : au III-V Lab, nous avons pu réaliser des microbilles d'indium compatibles avec le pas de 10 μ m. En plus de la maîtrise de la technologie Indium, l'utilisation de ce métal est justifiée par la qualité de nos produits destinés pour des applications de technologie de pointe, visant en grande partie le domaine spatial (satellites), ou militaire, et qui exigent l'utilisation de produits fiables et performants. 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 brasure d'indium sera l'objectif principal du chapitre suivant.

Après ces brefs rappels technologiques nous allons nous intéresser dans la suite de ce document à la problématique liée à l'assemblage hétérogène par refusion de microbilles d'indium.

RÉFÉRENCES

- [1] www.minefe.gouv.fr/services/rap10/1006rap-malier.pdf
- [2] Eric D. Perfecto, Brian Sundlof, Kamalesh Srivastava and Minhua Lu “Chip to Carrier C4 Technology Challenges with Pb-free Solders” IBM Systems & Technology Group (STG).
- [3] G. Gaussorgues. «La thermographie infrarouge: Principes, technologies, applications ». Lavoisier, 3e édition edition, 1989.
- [4] E.COSTARD « Optimisation et Réalisation de Détecteurs Infrarouge à base de Puits Quantiques GaAs / AlGaAs », thèse de doctorat de l’université Paris Sud, 2001.
- [5] Vincent GUÉRIAUX « Contribution à l’étude expérimentale et théorique des photodétecteurs infrarouge à multipuits quantiques couvrant la bande spectrale 3 – 20 μm », thèse de doctorat de l’université Paris 7, 2010.
- [6] Trouilleau et al., « High-performance uncooled amorphous silicon TEC less XGA IRFPA with 17 μm pixel-pitch », Proc. SPIE Defense and Security 7298 (2009).
- [7] Chuan Li, C. J. Han, George Skidmore “Overview of DRS uncooled VOx infrared detector development” DRS Reconnaissance Surveillance & Target Acquisition Dallas, Texas 75243.
- [8] J. Brusse and M. Sampson, "Zinc whiskers: hidden cause of equipment failure", IT Professional, vol. 6, pp. 43-47, 2004.
- [9] M. Ostermann, “Being ‘RoHS Exempt’ in a Pb-free world”, SMTA, 2006.
- [10] S Mathew, W Wang, M Osterman Assessment of Solder-Dipping as a Tin Whisker Mitigation Strateg , Member, IEEE, and Michael Pecht, Fellow, IEEE 2011.
- [11] KOZO Shimizu, TERU Nakanishi, KAZUAKI Karasawa, KAORU Hashimoto, and KOICHI Niwa “Solder Joint Reliability of Indium-Alloy Interconnection”. Journal of Electronic Materials Volume 24, Number 1 (1995), 39-45.
- [12] John H. Lau and Stephen H. Pan “Creep Behaviors of Flip-chip on Board With 96.5Sn-3.5Ag and 100% In Lead-Free Solder Joints” Agilent Technologies, Inc. 350 W.
- [13] R. P. Reed, C.N. Walsh, L. A. Delgado, J.D. McColskey, “Tensile Strength a Ductility of Indium”, Material Science and Engineering A 102 (1998), Pages: 227-236.
- [14] K. Sudook, H Ledbetter, “Low temperature Elastic Coefficient of Polycrystalline Indium” Material Science and Engineering, A252 (1998), Pages: 139-143.
- [15] DAVID PEYROU “Etude théorique et expérimentale des techniques d’assemblage et de mise en boîtier pour l’intégration de microsysteme Radiofréquences » thèse de doctorat de l’Université Paul Sabatier de TOULOUSE.
- [16] X. Cheng, C. Liu and V.V. Silberschmidt “Numerical analysis of thermo-mechanical behavior of indium micro-joint at cryogenic temperatures”. Computational Materials Science 2011.
- [17] J.G. Collins, J.A. Cowan and G.K. White, “Thermal expansion at low temperatures of anisotropic metals: Indium” Cryogenics, volume 7, Issue (1–49), pp. 219–224 (1967).

- [18] Yi Li, Kyoung-sik (Jack) Moon, and C.P. Wong « Nano-conductive Adhesives for Nano-electronics Interconnection ». Nano-Bio- Electronic, Photonic and MEMS Packaging, Springer Science 2010.
- [19] Masahiro Koizumi, and Masateru Suwa « Reliability of Thick Al Wire Bonds in IGBT Modules for Traction Motor Drives” Jin Onuki ».
- [20] Yi Li, Kyoung-sik Moon, C. P. Wong « Novel Lead Free Nano-scale Non-Conductive Adhesive (NCA) for Ultra-Fine Pitch Interconnect Applications ». Electronic Components and Technology Conference IEEE 2006.
- [21] <http://bourse.lesechos.fr>.
- [22] E.S. Barr, “The Infrared Pioneers III. Samuel Pierpont Langley”, *InfraredPhysics* 3 (1963) pp.195–206.
- [23] L. MENAGER, “Contribution à l’intégration des convertisseurs de puissance en 3D”, Thèse de doctorat de L’Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Décembre 2008.
- [24] INDIUM CORPORATION , "Indalloy speciality alloys", [http ://www.indium.com](http://www.indium.com).
- [25] L. COPPOLA et al, "Survey on high-temperature packaging materials for SiC-based power electronics modules", IEEE Power Electronics Specialists Conference, p. 2234-2240, Juin 2007.
- [26] Chandrasekhar, B.S. and Rayne, J.A, “Titre”, *Physical Review*, v124 (4), p1011, 1961

CHAPITRE 2

ETUDE THERMOMECHANIQUE DE L'ASSEMBLAGE FLIP CHIP.

Dans cette partie nous présentons une étude bibliographique sur les propriétés physiques des matériaux constituant le détecteur, les modes de défaillance de l'hybridation flip-chip par brasure (billes d'indium), pendant la fabrication et en fonctionnement.

I Introduction

L'hybridation est une méthode qui consiste à assembler des matériaux hétérogènes, ces derniers possédant des propriétés thermomécaniques différentes, en particulier le coefficient de dilatation thermique CTE. Notre étude concernera principalement les matériaux utilisés au laboratoire pour fabriquer les détecteurs infrarouge, à savoir InP et GaAs (substrats semi-conducteurs supportant les détecteurs infrarouge), Silicium (substrat d'accueil et circuit de lecture) et enfin l'Indium le métal utilisé pour la fonction de brasure.

Le Tableau 5 représente quelques propriétés physiques de ces matériaux à température ambiante: E module de Young ; α coefficient de dilatation thermique CTE ; ν coefficient de poisson et λ conductivité thermique.

Matériaux	E (GPa)	α (ppm/K)	ν	λ ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)
GaAs	86	5.7	0.30	33
Indium	12.0	31.2	0.45	82.0
Silicium	131	2.8	0.27	130
InP	61.1	4.6	0.36	68

Tableau 5 : Propriétés thermomécaniques des matériaux utilisés pour l'assemblage.

L'environnement dans lequel se trouvent les composants infrarouge impose des cycles de température variant entre 77K et 300K dans le cas des détecteurs QWIP. En microélectronique, une aussi forte variation est la cause principale de défaillance des hybrides. Pour améliorer la fiabilité et protéger les hybrides, différentes études ont été menées, comme :

- L'influence de la réduction du pas et de l'augmentation de la surface des détecteurs.
- L'amincissement et l'enrobage des détecteurs refroidis et non refroidis.

Au cours de ce chapitre, nous allons étudier l'influence de ces paramètres sur les performances et la robustesse de nos hybrides. Cette étude ne concernera que les détecteurs refroidis QWIPs, les détecteurs InGaAs non refroidis ne subissant pratiquement pas de cycle thermique durant leur fonctionnement.

II Défaillances des joints brasés

1. Introduction

Les défaillances des joints de brasure d'origine thermomécanique ont été étudiées et publiées dans plusieurs articles et thèses [17], [18], [19]. En microélectronique, on est confronté à plusieurs modes de défaillance, tels que :

- La présence de l'humidité peut changer les propriétés des matériaux (module de Young ; limite d'élasticité...) [1], elle favorise également la croissance des intermétalliques qui peuvent fragiliser la structure.
- L'électromigration se traduit par le transport de métal lors du passage du courant, la brasure migre dans la même direction que le flux électronique provoquant ainsi des trous ou des excroissances dans le métal. Ce phénomène est d'autant plus important que la densité de courant augmente. Ainsi, la diminution de la taille des motifs (pixel) et de l'espace inter-pixel (le pas) conduit à une augmentation des risques d'endommagement par ce phénomène.[21]
- La délamination des interfaces, phénomène thermomécanique qui se traduit par la perte de l'adhérence entre deux matériaux

Nous allons aborder dans cette partie la défaillance des brasures de l'assemblage principalement d'origine thermomécanique.

La qualité métallurgique constitue une des principales sources de défaillance des détecteurs infrarouge. La liaison (interfaces or-indium) est réalisée par des joints brasés (billes d'indium) qui assurent un assemblage mécanique, thermique et électrique entre la puce et le substrat (hybride=puce+substrat). Cependant, si la couche d'or est trop épaisse, les joints trop riches en or peuvent former des intermétalliques In_2Au comme illustré dans la **Figure 21**. Or, l'augmentation de volume due à l'apparition de tels composants (**Tableau 6 [2]**) peut engendrer des contraintes et nuire à la tenue mécanique à long terme des composants.

Elément/Composé	Volume molaire (cm ³ .mol ⁻¹)
Au	10.22
In	15.75
In ₂ Au	41.46

Tableau 6 : Volumes molaires [2].

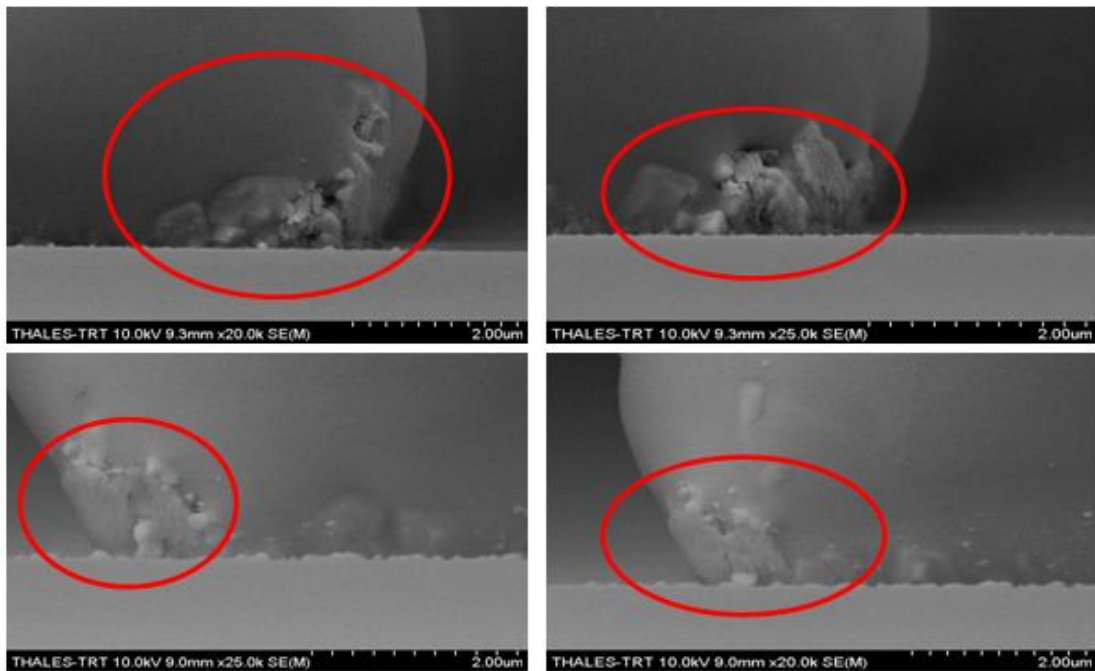


Figure 21 : L'apparence d'une structure granulaire de nature In₂Au à l'interface Au / In à l'issue de l'étape de formation des microbilles d'indium.

Y.M.Liu et al [3] ont réalisé une étude sur la cinétique de consommation de l'or, ils ont montré que l'or migre dans l'indium et que cette migration est fonction du temps de chauffage. Ainsi, de gros grains de l'intermétallique In₂Au se forment dans la bille d'indium. La **Figure 22** montre la progression de cette couche dans l'interface Au/In. On constate qu'à 300°C son épaisseur évolue d'une dizaine de micromètres à une soixantaine de micromètres en pratiquement 15 minutes.

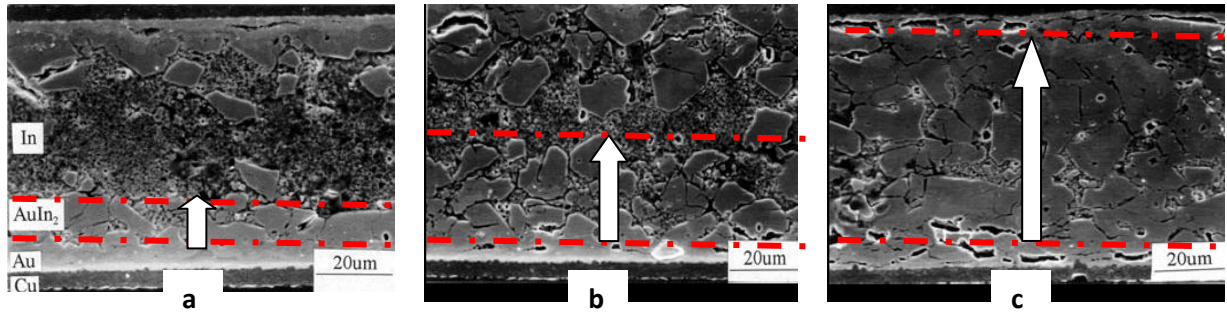


Figure 22 : Morphologie d' In_2Au formé à l'interface or/In à 300°C après (a) 5 min, (b) 15 min, (c) 20 min [3].

En outre, le comportement fragile des composés intermétalliques peut avoir un effet néfaste sur la résistance de la liaison brasure/substrat. Il est donc nécessaire de contrôler l'évolution de cette couche à travers la maîtrise du cycle thermique de refusion. Ce point a été étudié et est présenté au chapitre réalisation technologique (**chapitre 3**).

Le diagramme de phase proposé dans la **Figure 23**, précise l'état d'équilibre du binaire Au/In en fonction de la température et de la stœchiométrie. De nombreuses phases intermédiaires existent, nous nous limiterons ici à celles qui sont stables dans notre domaine d'étude ($T < 200^\circ\text{C}$) à savoir InAu , $\text{InAu} + \delta'$ et In_2Au . Ce dernier (eutectique) ($>97\%$ In et $<3\%$ Au) possède deux caractéristiques intéressantes : il a la température de fusion la plus basse (154°C), et ne possède pas de phase pâteuse, ce qui lui permet de passer directement de l'état solide à l'état liquide lui conférant ainsi une bonne homogénéité micro-structurale.

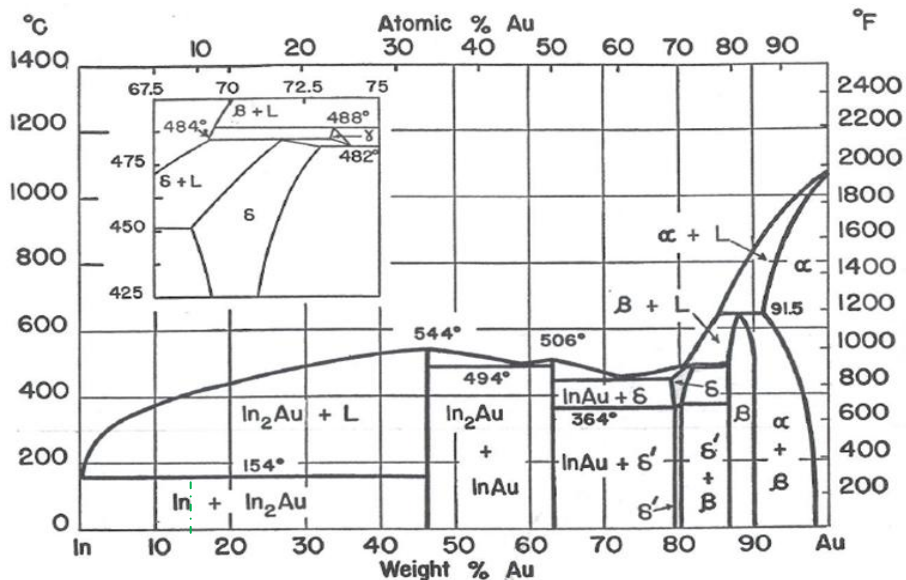


Figure 23 : Diagramme de phase In/Au [5].

Pendant le fonctionnement, le détecteur subit des cycles thermiques en permanence entre la température de fonctionnement et l'ambiante, avec une variation de l'ordre de 220K

dans le cas du détecteur QWIP ; cette grande variation mène à des accumulations de fatigue localisées principalement dans les joints brasés. Elles sont caractérisées par la déformation, l’amorçage et la propagation de fissures conduisant finalement à la défaillance du composant par rupture de contact. Ces phénomènes résultent du produit d’un couplage mécanique exercé entre les deux circuits par les billes de connexion, qui va entraîner l’apparition de contraintes fortes dans les billes, principalement distribuées selon deux composantes : une composante tangentielle de cisaillement τ_{xy} résultant du glissement relatif entre les circuits du détecteur et de lecture et une composante normale de tension σ_y qui peut être responsable de la rupture des billes entraînant la séparation des deux circuits (manque de connexion). L’initiation de la fissure apparaît donc principalement dans les angles de la brasure, là où les contraintes mécaniques sont les plus élevées.

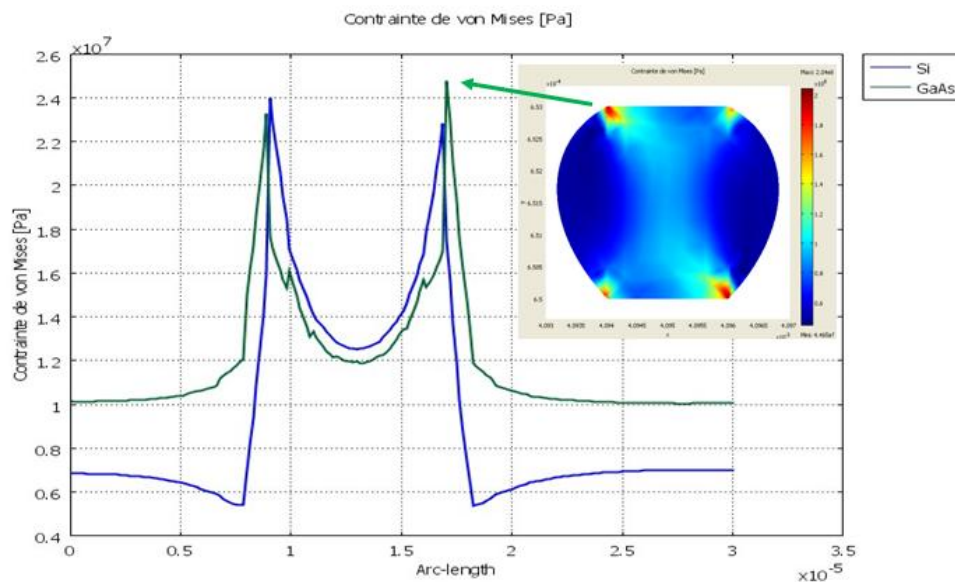


Figure 24 : Evolution des contraintes de Von Mises (Pa) aux interfaces Si/In et Détecteur/In, calculs par éléments finis COMSOL au III-V Lab.

La **Figure 24** illustre l’évolution des contraintes Von Mises (**Annexe 4**) au sein de l’interface de la couche de brasure (microbille d’indium) et les deux composants, circuit de lecture (Silicium) et de détection (GaAs). Les pics des contraintes correspondent à ces interfaces (Indium/Silicium et Indium/GaAs).

2. Effets de l'assemblage hétérogène

Si des matériaux possédant des coefficients de dilatation et de rigidité différents sont liés par une interface, une variation de température induit des contraintes à l'interface et dans les matériaux eux mêmes. Ces contraintes génèrent des moments de forces qui entraînent la déformation de la structure. Ce phénomène est observé dans le cas d'une structure assemblée par micros-billes (**Figure 25**).

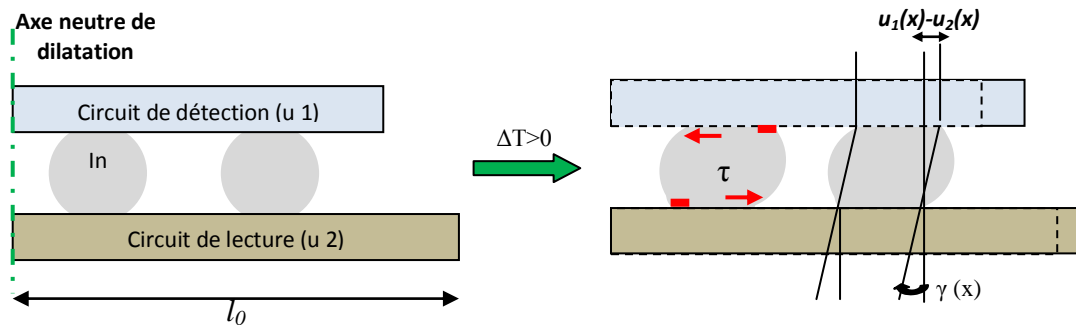


Figure 25 : Distribution des contraintes thermomécaniques au sein d'une bille après l'étape de refroidissement.

L'utilisation de la modélisation analytique est une excellente méthode pour évaluer la fiabilité et la qualité des comportements électrique et thermomécanique. En microélectronique et particulièrement dans l'assemblage, cette méthode est souvent utilisée pour réaliser des calculs rapides des contraintes, et des taux de déformation au sein des détecteurs. Plusieurs approches analytiques ont été étudiées dont le but est de décrire le comportement mécanique de la couche de connexion, et particulièrement pour calculer la déformation de la couche de brasure qui résulte des contraintes appliquées par les deux composants assemblés. Chen et Nelson [11] ont été parmi les premiers à mettre en place un model analytique basé sur l'équilibre des forces au sein d'une structure hétérogène. Ces équations ont été exploitées par C. Davoine [12] pour les détecteurs MCT.

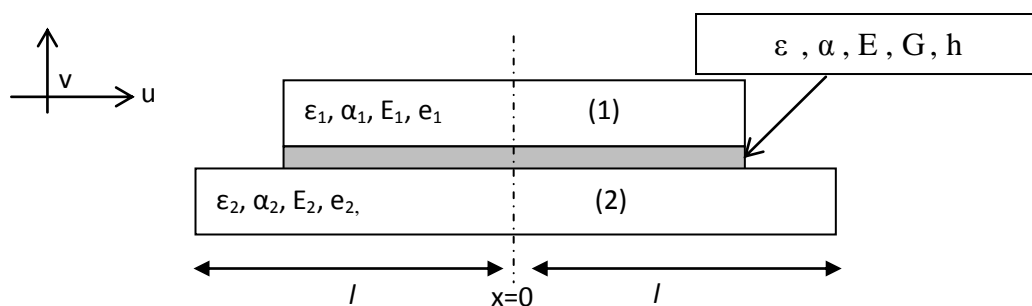


Figure 26 : Schéma illustrant les trois principales couches dans l'assemblage Flip-chip avec les différentes grandeurs physiques

Nous avons utilisé ces expressions pour évaluer les contraintes thermomécaniques au sein de la structure flip-chip avec des hypothèses simplificatrices [12] :

- La couche d'interconnexion est continue.
- On ne considère que le domaine élastique des matériaux
- Les propriétés mécaniques des matériaux sont supposés constantes
- On impose un centre de dilatation au niveau de l'axe central de la structure.

L'hypothèse du comportement élastique a pour effet de considérer le joint de brasure plus rigide qu'il ne l'est en réalité.

La contrainte de cisaillement $\tau(x)$ au sein de la couche interstitielle. dépend de la distance x à l'axe neutre et est proportionnelle à la déformation angulaire $\gamma(x)$ du joint de brasure, soit à la différence de déplacement entre les couches (1) et (2) (Figure 26).

$$\tau(x) = \gamma(x) * G = \frac{G}{h_{\text{Indium}}} * [(u_1(x) - u_2(x))] \quad (4)$$

$u_1(x)$ et $u_2(x)$ correspondent aux déplacements latéraux du détecteur (1) et du substrat (2) suite à une variation de température ΔT . Ils s'expriment comme étant la somme des termes, l'un d'origine thermique ($\alpha_1 \Delta T$ et $\alpha_2 \Delta T$), et l'autre d'origine mécanique ($\epsilon_1(x)$ et $\epsilon_2(x)$) induite par la liaison du circuit de lecture ou de détection et du joint de brasure. Ces déformations viennent s'ajouter à la largeur initiale (l_0) de la brasure (lois de thermo-élasticité).

- **Ecart de déplacement entre le détecteur et le substrat s'exprime comme :**

$$u_1(x) - u_2(x) = \frac{h * \tau(x)}{G} = \frac{\Delta \alpha * \Delta T}{\beta} \frac{\sinh(\beta * x)}{\cosh(\beta * l)} \quad (5)$$

Avec :

$$\beta = \sqrt{\frac{G * \lambda}{h_{\text{Indium}}}} \quad \lambda = \frac{1}{e_{\text{GaAs}} * E_{\text{GaAs}}} + \frac{1}{e_{\text{Si}} * E_{\text{Si}}}$$

Et :

$$G = \frac{E_{\text{indium}} * x_{\text{indium}} + E_{\text{enrob}} * x_{\text{enrob}}}{2 * (1 + (v_{\text{indium}} * x_{\text{indium}} + v_{\text{enrob}} * x_{\text{enrob}}))}$$

E_{GaAs} et E_{Si} sont les modules de Young respectivement de la couche en GaAs et Silicium; (l) la taille du composant et G est le module de cisaillement de la couche de brasure, ce module est évalué selon la loi des mélanges linéaires entre les billes d'indium (E_{indium} , v_{indium} , teneur volumique x_{indium}) et l'enrobage (E_{enrob} , v_{enrob} , teneur volumique x_{enrob}). Dans ces calculs les billes

d'indium représentent en volume la moitié de la couche interstitielle ($x_{\text{Indium}} = 0.5$ et $x_{\text{enrobage}} = 0.5$) [12]. Les propriétés physiques des matériaux à 300°K sont reportées au **Tableau 7**.

Matériaux	Modules d'Young(MPa)	Coefficient de poisson
GaAs	86000	0.30
Indium	12000	0.45
Epoxy	4100	0.36
Silicium	131000	0.30

Tableau 7 : Propriétés physiques des matériaux. [8], [22]

Dans ce calcul approximatif, deux configurations ont été prises en compte : d'une part, un hybride enrobé non aminci, et d'autre part un hybride enrobé aminci. L'épaisseur de la couche de connexion $h_{\text{Indium}} = 8 \mu\text{m}$, $e_2 = 650 \mu\text{m}$ épaisseur du circuit de lecture (silicium), $e_1 =$ épaisseur du circuit de détecteur (GaAs) (**Tableau 8**). La variation de température considérée est de 223K (300K – 77K).

Hybride	enrobé non aminci	enrobé aminci
G (MPa)	2900	2900
e_1 (μm)	750	10

Tableau 8 : Module de cisaillement de la couche de brasure et l'épaisseur du détecteur en fonction de la structure.

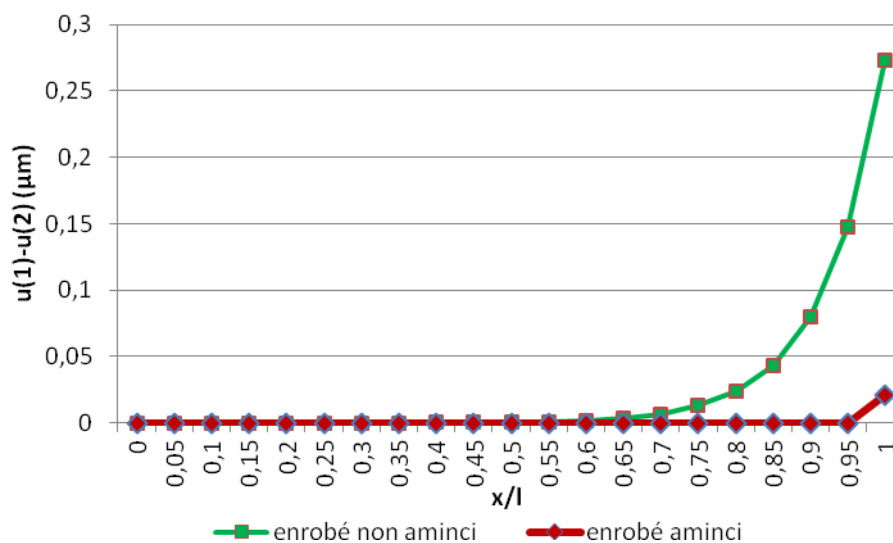


Figure 27 : Ecart de déplacement entre le détecteur et le substrat, taille de structure : 5 mm.

La **Figure 27** fait apparaître que les zones les plus contraintes sont celles qui se retrouvent à la périphérie de la structure ($x=l$), et qu'elles sont nulles au centre de celle-ci. On peut déduire également que l'importance des contraintes de cisaillement $\tau(x)$ (expression **(4)**) est fonction inverse de l'épaisseur de la brasure (i.e. paramètre noté h_{Indium}) et qu'en conséquence dans une structure de grand plan focal (petit pas et grande surface) les contraintes seront plus importantes du fait de la réduction de la taille des billes d'indium (hauteur du joint de brasure).

➤ **Contraintes dans le détecteur ou le circuit de lecture :**

$$\sigma_i(x) = \frac{\Delta\alpha * \Delta T}{e_i * \lambda * \cosh(\beta * l)} [\cosh(\beta * x) - \cosh(\beta * l)] \quad (6)$$

Avec : $i=1$ (détecteur) ou $i=2$ (circuit de lecture).

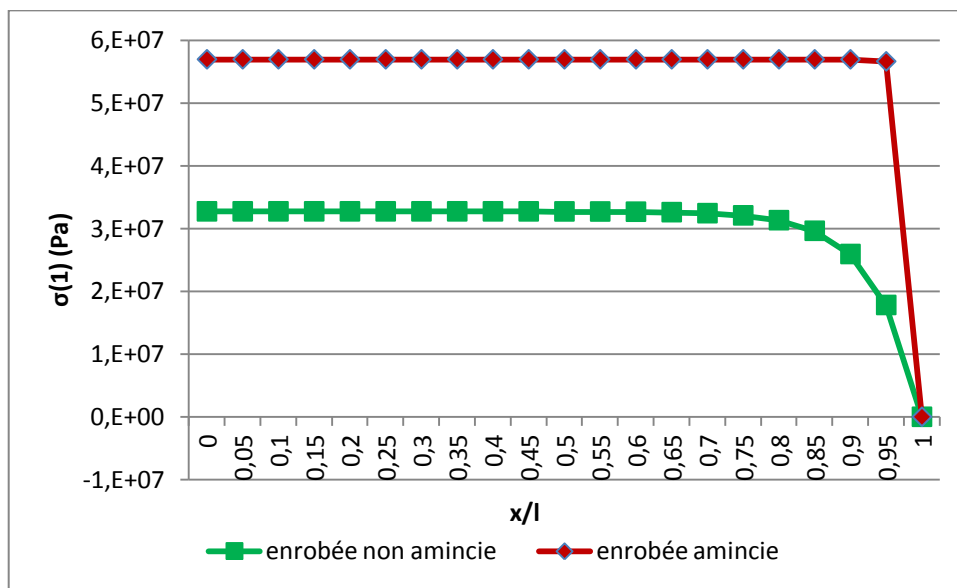


Figure 28 : Effet de l'amincissement sur la répartition des contraintes de traction dans le détecteur (GaAs) d'épaisseurs 650 μ m et 400 μ m avec $\Delta T=223$ K et une taille de structure de 5mm de longueur.

Sur La **Figure 28**, on constate une augmentation des contraintes dans le détecteur (1) avec la diminution de son épaisseur (Amincissement). Les calculs montrent que le détecteur atteint la valeur maximum de contrainte de traction depuis le centre jusqu'au bord. Cette évolution des contraintes indépendante de l'épaisseur de la couche de brasure (h_{Indium}) (équation : 6) est fonction de l'épaisseur du détecteur.

Cette approche analytique montre qu'en fonction de la structure, le couplage mécanique puce-substrat peut être plus ou moins important, cela influence fortement la répartition des contraintes et des déformations dans la structure toute entière.

Elle nous a permis de comparer différentes configurations liées à l'épaisseur de la couche de brasure et à l'amincissement du détecteur. Cependant, cette approche est insuffisante et limitée par les hypothèses [12]. Elle ne nous permet pas d'étudier l'influence de la réduction du pas et de l'augmentation de la taille des matrices. C'est pourquoi, nous avons choisi de proposer un modèle de simulation numérique basé sur l'étape d'assemblage (approche numérique) pour étudier les déformations engendrées dans les billes périphériques lors de l'assemblage car le calcul précédent ne tient pas compte de la plasticité de l'indium.

3. Effets de l'assemblage hétérogène : Éléments finis

L'étude thermomécanique des matériaux, s'appuie sur trois parties distinctes : Une introduction des propriétés thermomécaniques des matériaux et leurs comportements en fonction de la température. Ensuite une étude macroscopique à travers des calculs simples sur la répartition des contraintes et les déformations au sein des détecteurs. Enfin une étude microscopique basée sur les calculs par éléments finis.

La connaissance des propriétés thermomécaniques des matériaux utilisés en microélectronique est essentielle pour la conception et le développement dans le domaine de la microélectronique. En effet, cela permet d'évaluer, grâce à des modèles analytiques ou par éléments finis, les déformations ainsi que les niveaux de contrainte susceptibles d'apparaître sous l'effet d'une variation de la température. Ces données sont essentielles pour prédire le comportement de microsystèmes ou pour estimer la fiabilité de composants de puissance.

Dans cette partie, nous nous sommes intéressés à : l'influence de la réduction du pas pour la réalisation d'un hybride de grand format de type InGaAs et QWIP, ainsi qu'à l'effet de l'amincissement et de l'enrobage, qui concerne principalement les détecteurs QWIPs. Etant donné que les détecteurs InGaAs fonctionnent à température ambiante, leur enrobage aura donc pour but de protéger ces composants contre une éventuelle contamination ou contre les poussières, contrairement aux QWIPs qui subissent en permanence un cycle thermique entre 77 K et 300 K.

On ne s'intéressera qu'au comportement élasto-plastique homogène, caractérisé par une déformation irréversible de la brasure (indium) lorsque la contrainte dépasse la limite élastique. Pour ce qui est du phénomène viscoplastique (fluage), la **Figure 29** indique que pour une contrainte donnée, plus la température est élevée, plus la vitesse de déformation est grande

(loi de type Arrhenius). Cette loi a été utilisée pour étudier l'évolution de ce phénomène en fonction de la température pour la brasure indium.

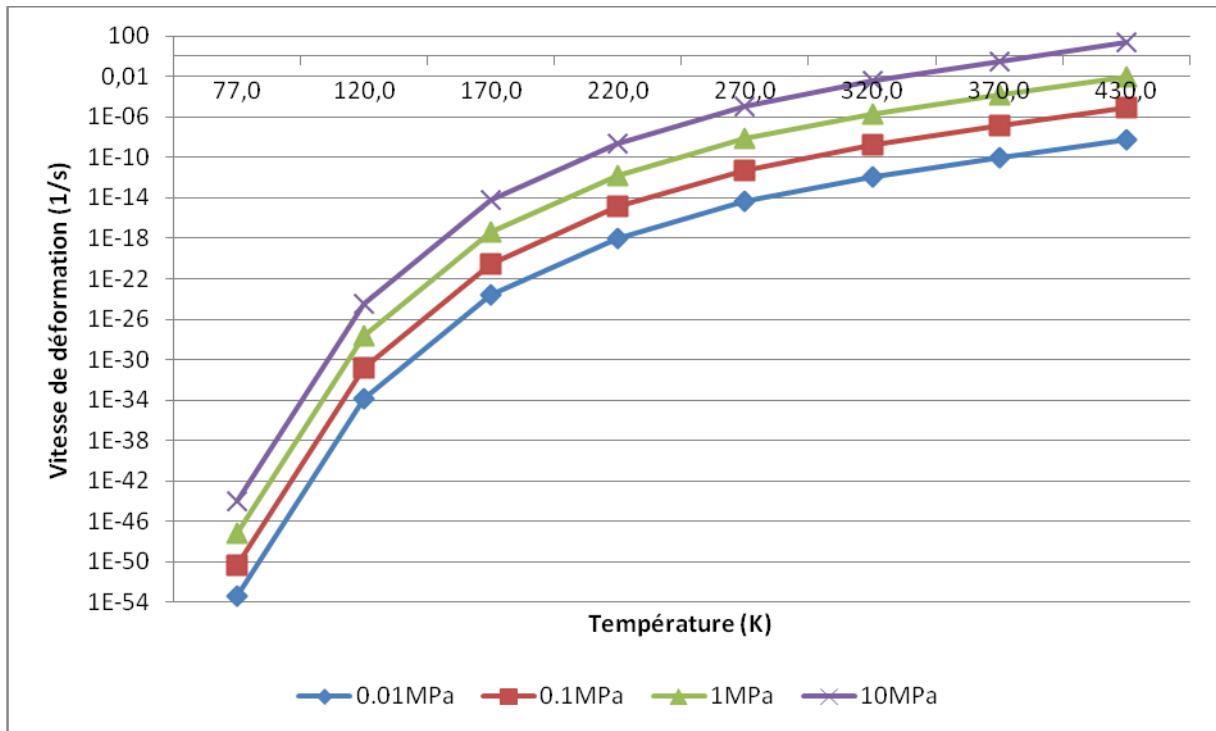


Figure 29 : Evolution de la vitesse de déformation de l'Indium en fonction de la température pour différentes valeurs de contrainte.

Le phénomène de fluage ne sera pas pris en compte dans les calculs par éléments finis compte tenu de son évolution très lente avec le temps (**Annexe 4**).

Pour évaluer les contraintes thermomécaniques dans le joint de brasure, trois paramètres ont été considérés : faire varier la distance entre billes, et/ou leurs dimensions, et la taille de la matrice.

a. Modélisation numérique

La méthode de simulation par éléments finis est une technique alternative aux méthodes de calcul analytique. L'idée de base consiste à approcher la structure réelle continue que l'on veut étudier par un modèle discontinu formé d'un nombre fini d'éléments de dimensions limitées, reliés les uns aux autres par l'intermédiaire des nœuds situés sur leurs frontières. Par l'application du théorème des travaux virtuels, le problème est ramené à la résolution d'un système d'équations linéaires dont l'ordre, généralement élevé, dépend du nombre d'éléments ainsi que du nombre de nœuds associés à chaque élément. Les inconnues du système d'équations sont les degrés de liberté des nœuds, que sont généralement le potentiel,

la température et le déplacement suivant le type d'éléments choisis pour le maillage du modèle. La résolution des équations du système peut être effectuée en statique, en transitoire ou en dynamique. Il est théoriquement possible d'approcher la solution exacte ou réelle avec une précision qui dépend de la qualité du maillage, en particulier dans les zones où le gradient sur les valeurs des degrés de liberté est important.

L'étude d'une structure par éléments finis est une approche très utilisée surtout dans l'industrie mais aussi dans la recherche, car elle permet d'évaluer de façon précise le comportement d'une structure à partir de sa géométrie, des propriétés des matériaux et des conditions aux limites qui lui sont appliquées. Elle permet d'évaluer le comportement d'une structure en fonction de la variation de ses paramètres géométriques et des propriétés des matériaux. Cela permet de prédire leurs influences sans avoir besoin d'effectuer de nombreux essais réels de fiabilité sur ces différentes structures.

Les travaux de simulation présentés dans ce rapport ont été réalisés au moyen d'un logiciel commercial de modélisation et d'analyse d'éléments finis: « COMSOL ». Nous avons choisi un module pour l'analyse thermomécanique qui sera le module mécanique des structures de COMSOL Multiphysics ; celui-ci repose essentiellement sur la résolution d'un problème de structure qui consiste à étudier trois champs vectoriels ainsi que leur relation : le champ de déplacement $u(x)$, le champ des déformations noté $\epsilon(x)$ et le champ des contraintes $\sigma(x)$.

1) *Méthode de résolution sous « COMSOL »*

Les étapes suivies pour la résolution d'un problème thermomécanique par la méthode des éléments finis sous le logiciel « COMSOL » sont présentées :

- Création de la géométrie;
- Définition des propriétés physiques des matériaux ;
- Définition des conditions aux limites;
- Etape de Maillage;
- Résolution du problème;
- Visualisation des résultats.

➤ Géométrie

Pour ces simulations on utilise un modèle basé sur une géométrie 2D de détecteur en GaAs ou InP de 700 μm d'épaisseur connecté à un substrat de silicium de 650 μm d'épaisseur par des microbilles d'Indium, les plots d'interconnexions sont constitués par une métallisation titane, platine et or, leur épaisseur étant très faible devant la hauteur des billes d'indium, ils

n'ont pas été modélisées. On réalise un modèle 2D (**Figure 30**); ce dernier est facile à concevoir, permet également d'affiner le maillage de certaines zones qui constituent l'interface entre l'indium et les deux composants à hybrider. Cette technique convient très bien pour étudier l'influence de différents paramètres [6].

Nous supposons dans cette étude une adhésion parfaite entre les couches de matériaux et des conditions isothermiques dans tout le composant. Pour des raisons de symétrie par rapport à l'axe neutre de dilatation, seulement la moitié d'une section en coupe est considérée. On impose que le déplacement des nœuds appartenant à cet axe soit nul suivant l'axe horizontal.

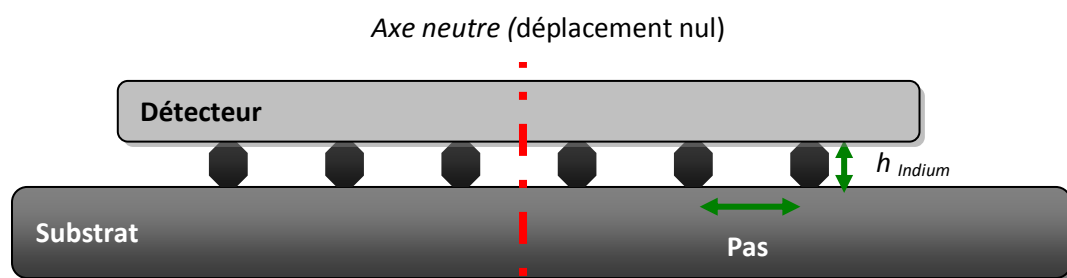


Figure 30 : Géométrie du modèle 2D utilisé pour les calculs par éléments finis

➤ Définition des propriétés des matériaux

Pour chaque matériau ou sous domaine, on sélectionne les propriétés thermomécaniques des composants, constantes ou variables. Nous avons le choix de définir nos propres paramètres ou d'utiliser une bibliothèque de matériaux intégrés dans ce logiciel. Le **Tableau 5** récapitule les propriétés physiques des matériaux à température ambiante. Le comportement élasto-plastique de l'indium est défini par des courbes qui montrent l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation subie par le matériau pour différentes températures (**Figure 17**).

➤ Définition des conditions aux limites

On définit les conditions aux limites sur chaque frontière du domaine dessiné. Ces conditions prises en compte sont le déplacement et la température. On définit une symétrie et un déplacement nul selon l'axe y, on impose une température homogène sur toute la structure de 430K et on simule une descente à la température ambiante 300K.

➤ Stratégie de maillage

Le logiciel « COMSOL » propose plusieurs types de maillage de différentes finesses, de l'extrêmement fin à l'extrêmement grossier avec la possibilité d'affiner le maillage selon la géométrie du modèle et des zones étudiées.

Le maillage utilisé pour discrétiser la géométrie étudiée est de type Triangulaire avec remaillage fin dans la zone interface joint de brasure puce et substrat. Ceci a pour but d'améliorer la précision des calculs dans cette zone très importante (**Figure 31**).

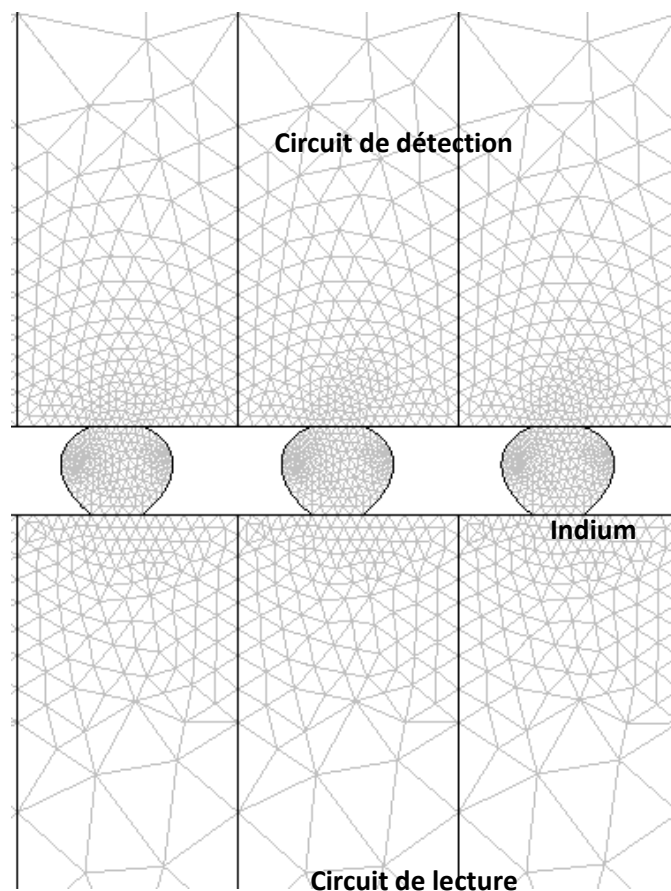


Figure 31 : Schéma illustrant le type de maillage triangulaire progressif utilisé.

2) Résultats et interprétations

Le chargement utilisé est composé d'une descente en température de 430 K à jusqu'à 300 K (cycle thermique de fabrication) ou de 77 K à 300 K (cycle thermique de fonctionnement pour les QWIPs).

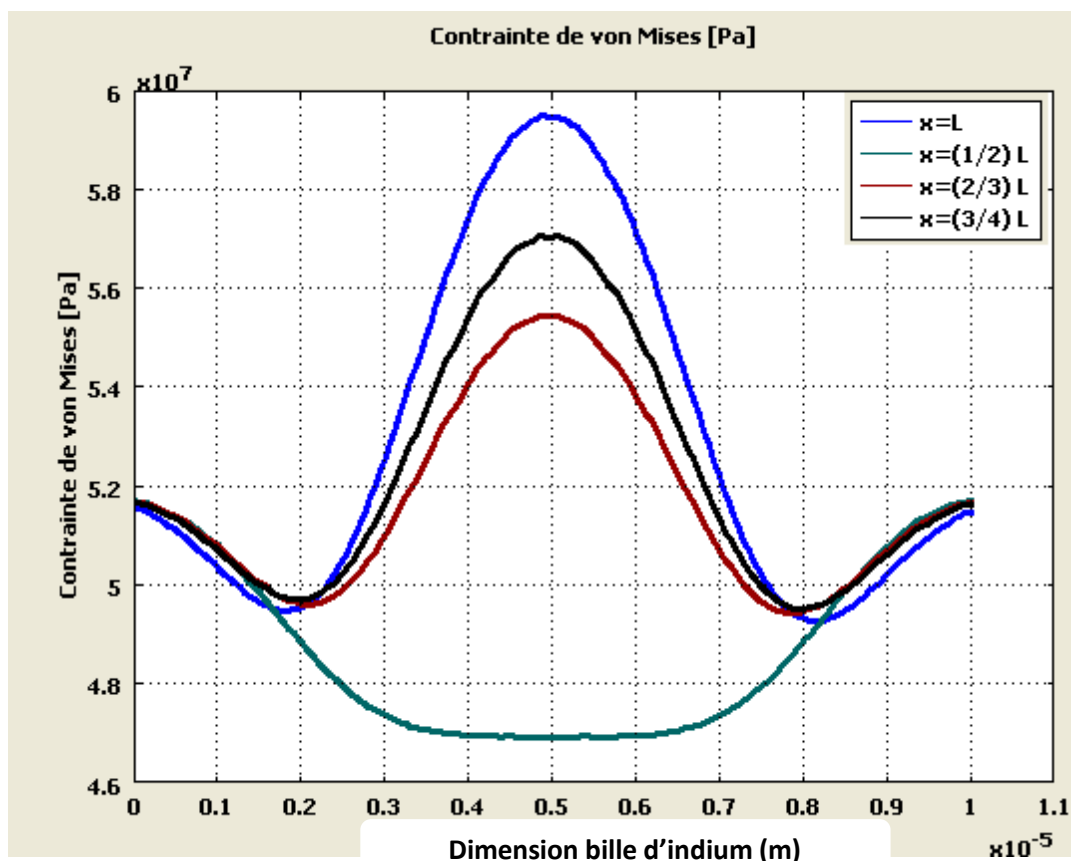


Figure 32 : Répartition de la contrainte moyenne de Von Mises au sein des billes d'indium en fonction de leur position dans une structure hybride à $x=L$, $(1/2)L$, $(2/3)L$ et $(3/4)L$, avec L la taille de la structure simulée (simulation de 137 pixels au pas de $15 \mu\text{m}$).

La Figure 32 illustre la distribution moyenne des contraintes Von Mises dans les billes d'indium après l'étape de solidification, selon quatre zones distinctes : $x= (3/4)L$, $x=(2/3)L$, $x=(1/2)L$ et le bord de la matrice ($x=L$), L est la taille de la structure simulée. On constate ainsi une concentration importante de ces contraintes dans les billes les plus au bord. En effet, la déformation augmente à mesure que l'on s'éloigne de l'axe neutre de dilatation. Les billes périphériques seront donc naturellement le lieu de déformation les plus élevées, et seront par conséquent les premières à céder. On constate également que le détecteur et le substrat sont soumis à de fortes contraintes au niveau de la jonction (interfaces) avec les microbilles (Figure 33).

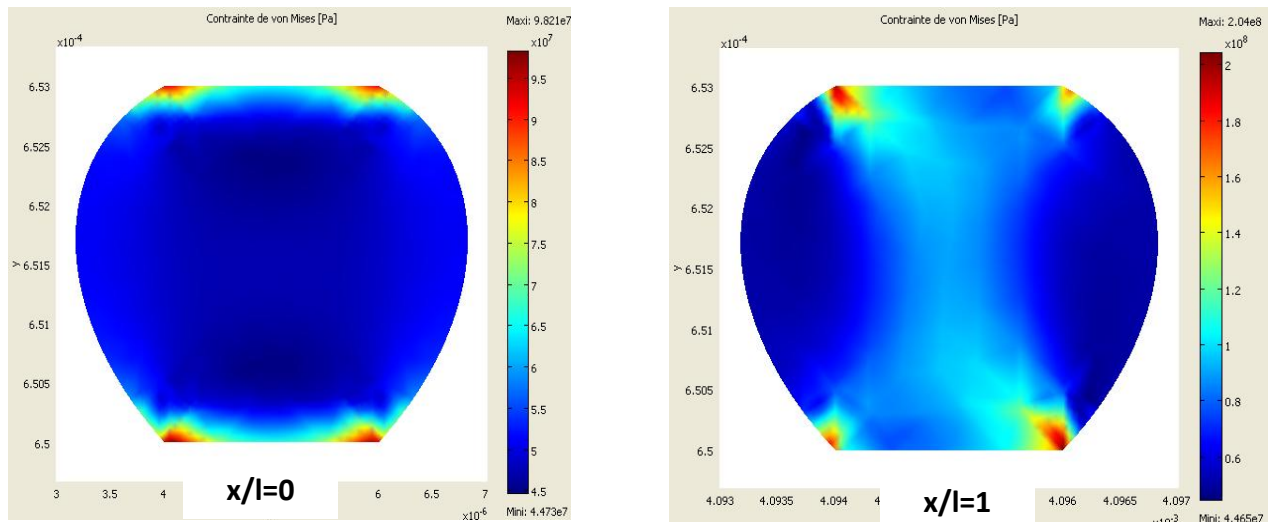


Figure 33 : Evolution des contraintes en fonction de la position des billes dans l'hybride 640*512 pixels au pas de 15µm.

a. Influence de la réduction du pas et de l'augmentation de la taille du plan focal

Dans cette partie, nous avons réalisé des séries de calculs pour différentes valeurs de pas (10, 15, 25, 30, 100 et 500µm) et différentes tailles de structure hybride ($L_0=0.5$ cm, 1 cm, 1.5 cm, et 3 cm). Les dimensions des billes changent en fonction de la géométrie de l'hybride (pas et gap) comme illustré dans la **Figure 34**, le rapport (gap/pas) varie entre 45 et 50 % pour les structures, en revanche la longueur (L_0) des matrices reste constante pour chaque pas considéré. Dans cette partie on s'intéressera plus particulièrement à l'évolution de la flèche en fonction de la taille du détecteur, et aux contraintes de déformation en fonction du pas. Les résultats extraits du logiciel « COMSOL » sont représentés dans le **Tableau 9**, et dans la **Figure 35** et la **Figure 36** sous forme des schémas de la structure simulée et des courbes représentant la flèche dans les matériaux semi-conducteurs Silicium et GaAs et aux interfaces de ces matériaux et la couche d'interconnexion (billes d'indium).

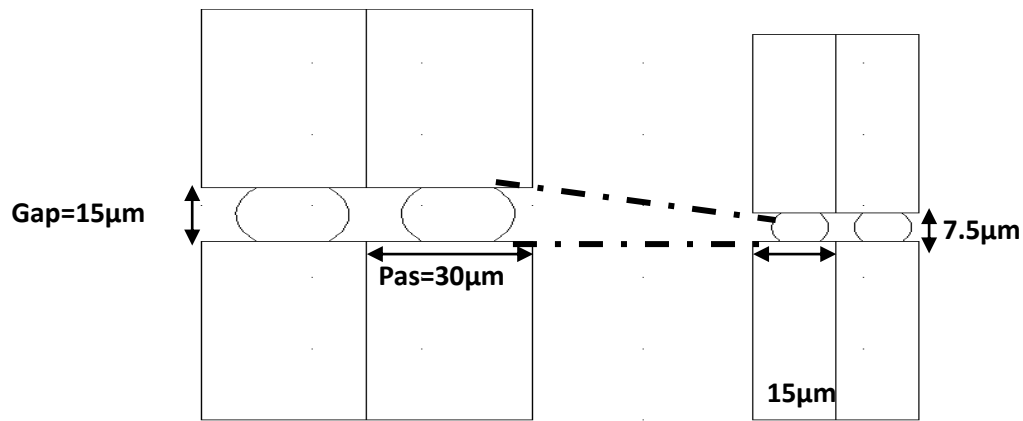


Figure 34 : Dimension des billes d'indiums (pixel) considérée pour ces calculs en fonction du pas de la matrice.

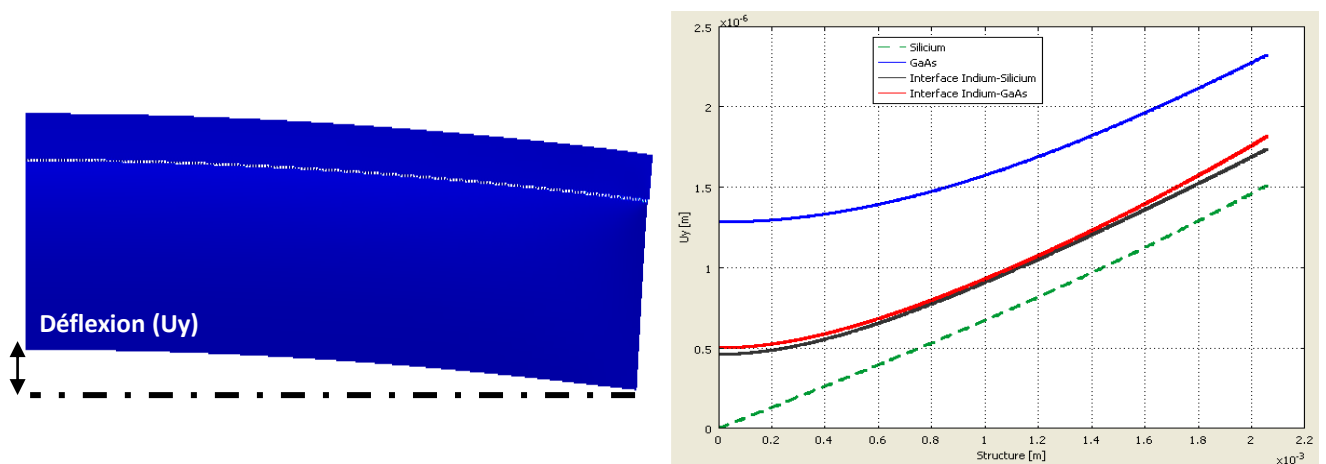


Figure 35 : Principe de mesure de la déflexion.

Taille matrice (cm)	Pas (μm)					
	10	15	30	50	100	500
0.5	1,50	1,50	1,50	1,50	1,54	1,40
1.0	3,80	3,75	3,70	3,74	3,80	3,25
1.5	12,00	11,90	11,90	12,00	12,20	10,30
3.0	33,80	33,00	33,10	33,00	33,80	30,00

Tableau 9 : Flèche U_y (μm) calculée en fonction de la surface et le pas des hybrides, $e(\text{GaAs})=700 \mu\text{m}$, $e(\text{Si})=650 \mu\text{m}$.

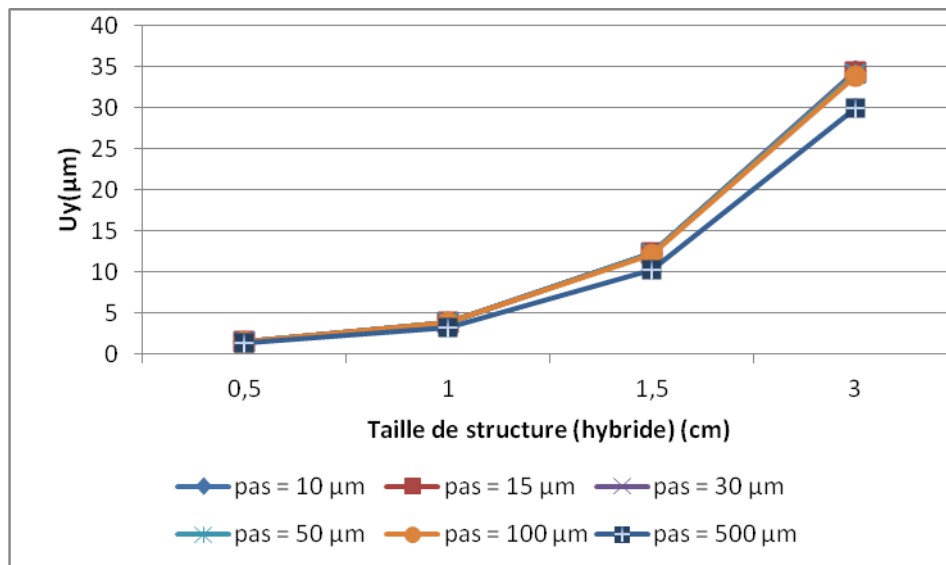


Figure 36 : Evolution du déplacement en cisaillement (μm) en fonction du pas et de la taille du composant.

La Figure 36, montre une forte augmentation de la déflexion (μm) en fonction de la surface du plan focal.

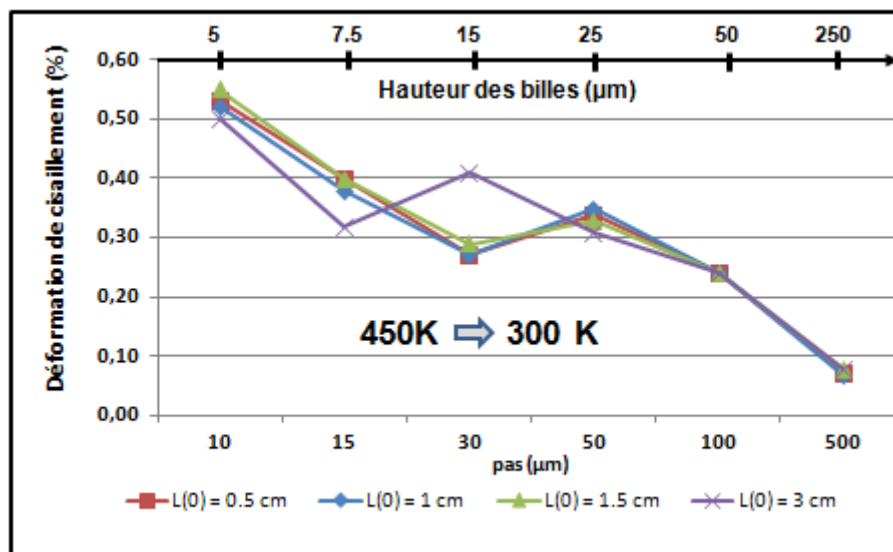


Figure 37 : Déformation de cisaillement $\varepsilon(\%)$ dans la couche de brasure en fonction du pas et la taille (L_0) du composant Hybride, $e(\text{GaAs})=700 \mu\text{m}$, $e(\text{Si})=650 \mu\text{m}$.

La Figure 37, qui représente l'évolution de la déformation de cisaillement (%) en fonction du pas et la hauteur des billes, montre une évolution considérable avec la réduction du pas (μm) : plus on diminue le pas / la hauteur des billes d'indium et plus on augmente le nombre

de pixels pour une même dimension et plus on augmente les contraintes. Ce phénomène de déformation devient très critique lorsque la valeur dépasse les 0.5% de déformation.

Flèche d'un assemblage de matériau sous l'effet de la température

La mesure de la flèche d'un assemblage des matériaux est un moyen très utilisé en microélectronique pour caractériser les propriétés thermomécaniques des matériaux. Afin de valider un modèle thermomécanique fiable, les résultats de simulation sont comparés aux mesures expérimentales. La **Figure 38** représente les résultats de cette comparaison. La comparaison est réalisée pour 2 pas différents et deux formats de plan focal. Les deux composants présentent la même surface puisque le pas de 15 μm est associé à un format de 640x512 et le pas de 30 μm à un format de 320x256 pixels.

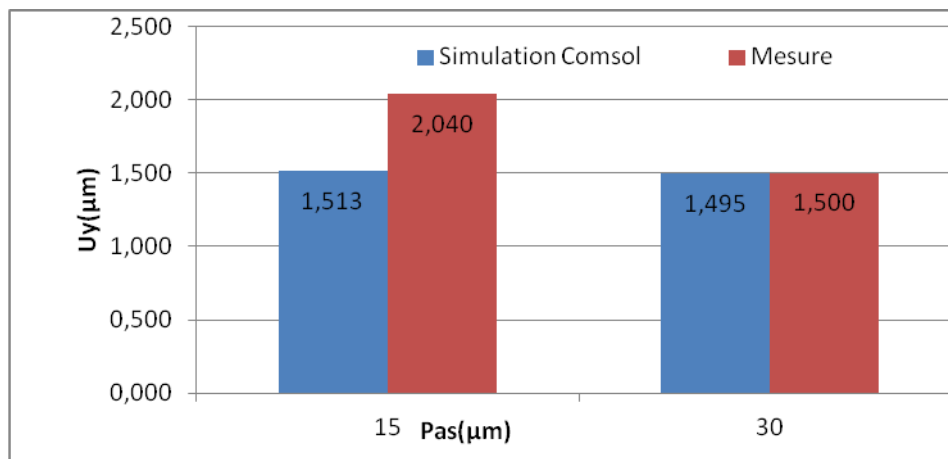


Figure 38 : Comparaison simulation « Comsol »/mesure expérimentale

L'écart observé de 500 nm entre les prédictions et les mesures pour le pas de 15 μm provient certainement d'une structure de la couche d'indium supposée homogène, et la prise en compte de contacts aux interfaces considérés parfaits. Cet écart peut être également expliqué par les effets des composants intermétalliques. Tous ces paramètres ainsi que d'autres doivent être pris en compte pour avoir un modèle représentatif et fiable. Cependant, notre objectif ici était d'identifier qualitativement l'influence des paramètres tels que la réduction du pas et l'augmentation du plan focal.

Généralement, la déformation mécanique est liée à un accroissement du couplage mécanique entre le détecteur et le circuit de lecture. En dessous de 50 μm , la réduction du pas entraîne la diminution des dimensions des billes. Ceci a pour effet d'augmenter leur

déformation. **M.Fendler et al [16]**, du laboratoire CEA-LETI avaient déjà prédit ce résultat en 2009 (**Figure 39**) lors d'une étude thermomécanique réalisée sur les détecteurs d'imagerie infrarouge MCT (*Tellure de mercure-cadmium*) de plan focal 1024*1024 pixels au pas de 15 μm . Dans cette étude on constate l'augmentation de la déformation de la structure hybride avec la diminution du pas. Mais nous avons souhaité valider notre modèle et l'appliquer à nos matériaux.

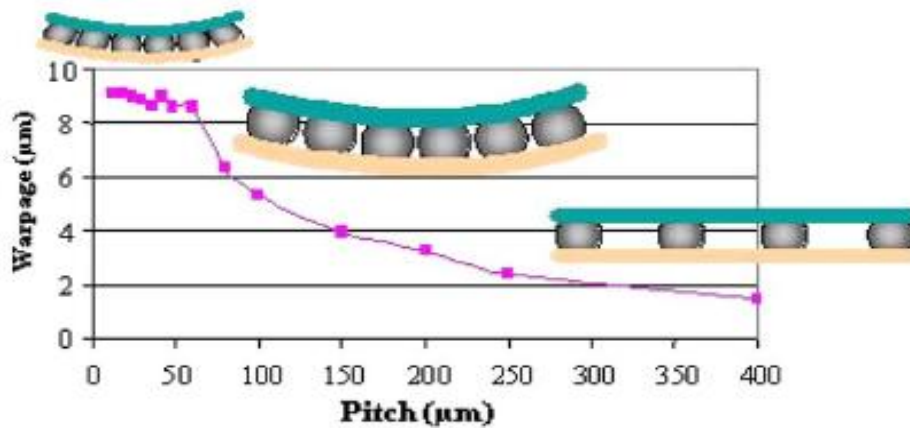


Figure 39 : Evolution de la flèche en fonction du pas (pitch) [16],

Les tolérances d'alignement de l'équipement d'hybridation (FC150) sont de l'ordre de 2-3 μm . Dans le cas de l'hybridation au pas de 15 μm , ces tolérances ont imposé une dimension minimale des pastilles d'interconnexion côté circuit de détection ($\approx 5 \mu\text{m}$). Afin d'optimiser le rendement de connexion pixel, nous avons fixé les limites de la méthode d'hybridation par refus en fonction de ces paramètres technologiques et thermomécaniques. Pour cela nous fixons comme critère de validité : une déflexion U_y deux fois inférieure au pas (pitch).

Taille matrice (cm)	Pas (μm)					
	10	15	30	50	100	500
0.5	X	X	X	X	X	X
1.0	X	X	X	X	X	X
1.5	OX	X	X	X	X	X
3.0	O	O	O	O	X	X

Tableau 10 : Limites de la méthode d'hybridation par refusion (X : réalisable, O : non réalisable).

Ce modèle numérique a permis de faire évaluer la validité de la méthode d'assemblage flip chip par refusion, le tableau 10 qui montre les limites de cette méthode en fonction de la taille de la structure à hybrider et le paramètre pas (pitch), valide l'assemblage d'un plan focal 640*512 pixels au pas de 15µm, en revanche cette méthode ne permet pas l'assemblage d'un plan focal supérieur de 1500*1500 pixels avec un pas inférieur à 15 µm. Nous verrons par la suite quels sont les verrous de cette méthode pour hybrider des matrices de grand nombre de pixels et de petit pas.

b. Influence de l'amincissement et de l'enrobage

L'enrobage (underfill) est une opération qui consiste à combler l'espace interstitiel entre les billes par injection d'une résine époxy à faible viscosité. Cet enrobage a une double fonction : il permet d'une part d'éviter l'insertion d'impuretés (poussières), et d'autre part, il renforce la cohésion mécanique de la structure hybridée (**Figure 40**).

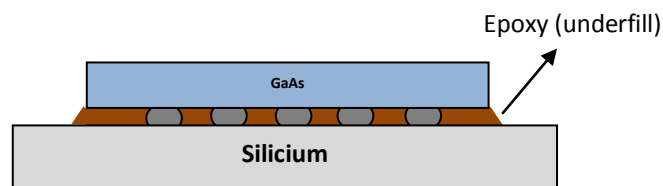


Figure 40 : Hybride après l'étape d'enrobage

Dans la partie "influence de la réduction du pas et augmentation du plan focal", nous avons constaté qu'à l'issue de l'hybridation, la structure assemblée présente une flèche due à l'écart de dilatation thermique entre le silicium et GaAs ou InP. Dans le but de réduire ces contraintes, on a recours à l'amincissement du détecteur.

Après l'étape d'hybridation et l'underfill, le détecteur est aminci dans un premier temps par polissage mécanique, ensuite par voie chimique par des produits spécifiques à ce type de matériau. Nous montrons dans cette partie l'effet de l'amincissement du détecteur et de l'enrobage sur ces contraintes thermomécaniques. Les résultats de ces simulations sont représentés dans le Tableau 11 et le Tableau 12 et présentés dans la **Figure 41** et la **Figure 42**.

	Avec Underfill (Epoxy)				
	$L(0) = 0.5 \text{ cm}; E(\text{Si})=650\mu\text{m}; 77-293\text{K}$				
E (GaAs) (μm)	50	100	200	400	650
Déformation de Cisaillement(%)	0.2	0.23	0.24	0.25	0.24
Déflexion Max (μm)	2,37	2,40	2,46	2,5	2,50

Tableau 11 : Déformation de cisaillement et la déflexion en fonction de l'épaisseur du détecteur (GaAs) avec Underfill.

	Sans Underfill (Epoxy)				
	$L(0) = 0.5 \text{ cm}; E(\text{Si})=650\mu\text{m}; 77-293\text{K}$				
E (GaAs) (μm)	50	100	200	400	650
Déformation de Cisaillement(%)	0.66	0.8	0.87	0.91	0.92
Déflexion Max (μm)	2.37	2,4	2.45	2.5	2.5

Tableau 12 : Déformation de cisaillement et la déflexion en fonction de l'épaisseur du détecteur (GaAs) sans Underfill

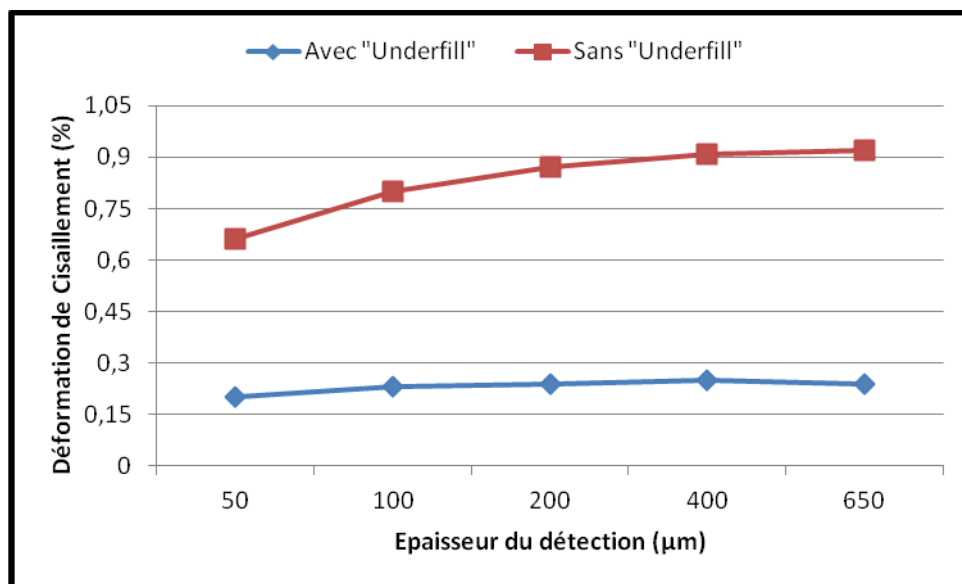


Figure 41 : Déformation de cisaillement (%) dans les micro-billes excentrées de l'hybride avec et sans l'underfill, Taille de structure hybride $L(0) = 0.5 \text{ cm}$.

Cette modélisation, montre que dans le cas d'une structure sans Underfill, une variation de température de 77 K à 300 K induit des contraintes significatives au sein du composant. En revanche ces contraintes restent invariantes et plus faibles dans une structure avec Underfill.

La courbe de la **Figure 42** montre l'évolution de la flèche simulée en fonction de l'épaisseur du détecteur.

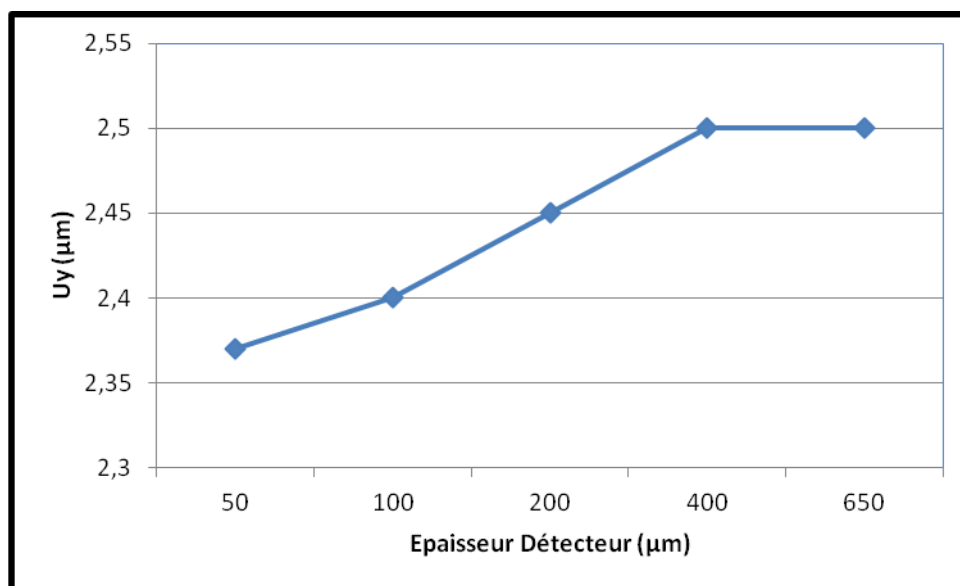


Figure 42 : Variation de la déflexion U_y (μm) maximum en fonction de l'épaisseur du détecteur GaAs, Taille de structure hybride $L(0) = 0.5$ cm.

On note une diminution significative de la déflexion avec la diminution de l'épaisseur du détecteur (**Figure 42**). Ces résultats montrent que l'amincissement minimise la déformation des billes donc protège la couche de connexion. En effet, l'amincissement du détecteur va entraîner une diminution de sa rigidité. On compte alors sur l'élasticité du détecteur en GaAs ou InP pour suivre la déformation du circuit de lecture en silicium (la rigidité du détecteur est le produit de son épaisseur par son module d'Young ($R = (1/\lambda) = e \cdot E$, (e : épaisseur du détecteur et E son module d'Young))).

Une étude réalisée par Scott **F** [9] sur la fiabilité de l'interconnexion, montre que la durée de vie du composant varie en fonction de sa surface, et en fonction de la dimension du joint de brasure, et ce pour deux cas de figure avec et sans l'underfill. La **Figure 43** illustre une augmentation de la durée de vie avec l'amincissement de l'hybride. Le rôle de l'underfill a été identifié dans beaucoup d'études, son rôle principal est de relaxer les contraintes et d'améliorer la fiabilité des composants.

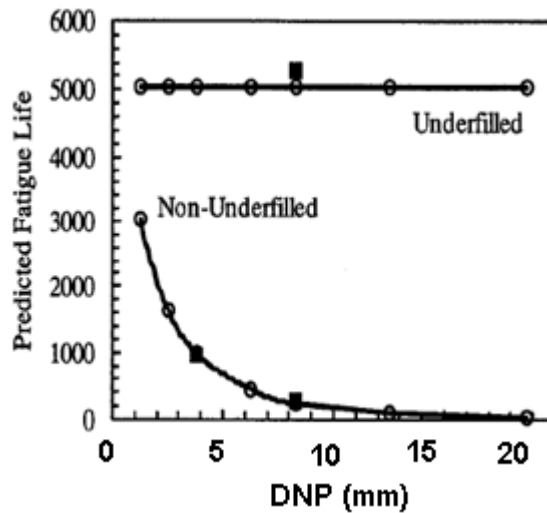


Figure 43 : Evolution de la durée de vie en heures en fonction de la surface du composant (DNP distance entre le centre du composant et le bord) avec et sans underfill (Epoxy) pour la brasure 63SnPb. [9]

A l'issue de cette étude, nous avons mis en évidence les contraintes thermomécaniques induites par la réduction du pas et l'augmentation de la taille des plans focaux, pendant la fabrication et en fonctionnement. Dans le cas des détecteurs QWIP, les résultats montrent que les étapes Enrobage et Amincissement permettent de protéger, et de fiabiliser ces détecteurs. Cependant, ces étapes interviennent après l'hybridation alors que notre objectif est d'optimiser une procédure d'hybridation minimisant ces contraintes pendant la fabrication. Ces résultats ont été confirmés par plusieurs études de simulation réalisées sur la fiabilité du joint de brasure [13] [14] [15]. Par ailleurs, ces simulations nous permettront de cibler nos études ainsi que d'éviter certains essais d'hybridation par refusion et donc de diminuer le coût et le temps de la conception d'un détecteur avec un grand plan focal.

III Etat de l'art des méthodes d'hybridation

A l'issue de cette modélisation thermomécanique, nous nous sommes intéressés à quelques méthodes d'assemblage qui peuvent être des alternatives pour réduire ces contraintes permettant ainsi de réaliser des hybrides de grande taille et de petit pas. Un brevet déposé par le laboratoire CEA_LETI consiste à utiliser cette méthode d'assemblage à chaud pour réaliser des composants de grand format. L'idée présentée dans ce brevet [20] consiste à anticiper le décalage thermique dans la conception du masque de telle sorte qu'à l'étape de brasage les deux plots d'interconnexion se retrouvent face à face (**Figure 44**).

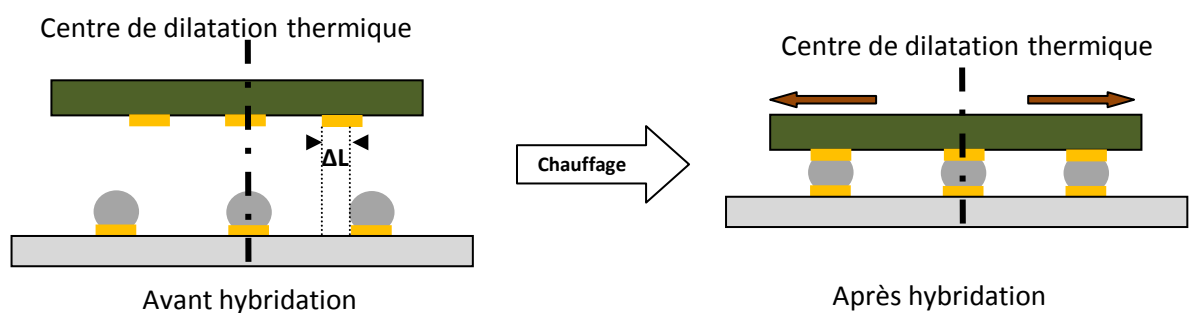


Figure 44 : Assemblage Flip-chip par compensation [20]

Cette technique n'est valable que pour les matrices de taille inférieure à 1000*1000 pixels. L'état de surface des plots d'interconnexion (UBM) dans une matrice de grand format va être moins parfaite et régulière, favorisant ainsi la création des points d'accroches. Pour des plus grands formats, le laboratoire propose de mettre en place des cales (**Figure 45 –motif 6**) sous forme de matrices positionnées au centre du composant, ces cales présentent trois formes ou tailles différentes. Il s'agit de connecter dans un premier temps ces motifs ainsi on définit le centre de l'hybride comme point d'accroche avant de connecter l'ensemble des pixels, le principe est représenté dans la **Figure 45**.

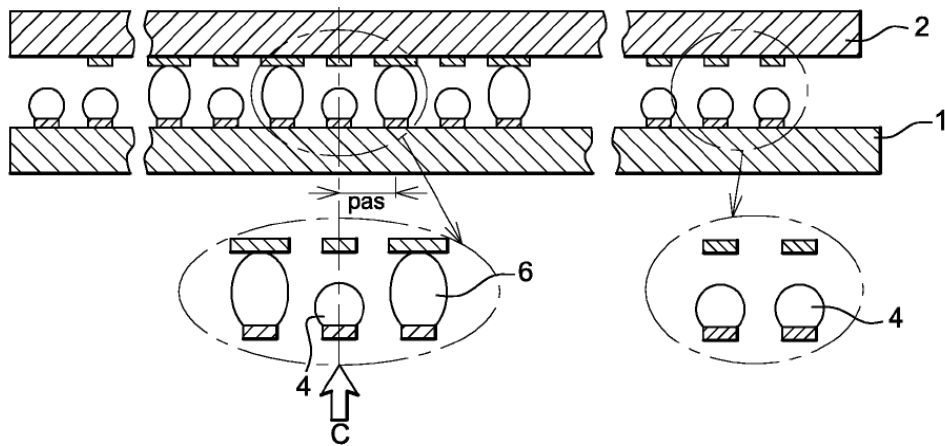


Figure 45 : Principe d'hybridation par refusion avec l'utilisation des microbilles d'indium de taille différentes, Brevet EP 1 764 828 A1 2007. [23]

Valable uniquement pour l'assemblage à chaud, cette idée permet d'après des calculs numériques précédents de réduire le décalage dû à la réduction du pas. Cette technique nécessite, par contre une très grande maîtrise de la technologie de fabrication des billes de tailles variées, ces derniers sont définis d'une part, par la surface des plots (UBM) côté circuit de lecture et circuit de détection, et enfin par le volume de l'indium déposé.

➤ **Hybridation à température ambiante : Double procédure Indium**

Pour remédier à ces problèmes thermiques, une solution très prometteuse consiste à réaliser l'hybridation par pression à température ambiante. Dans cette technique, on utilise une couche de métal ayant une faible température de fusion (l'indium par exemple) déposée sur les deux surfaces à assembler. Des pressions produisant des déformations de 35% à 90% sont nécessaires pour rompre la couche d'oxyde d'indium formée à l'issue de l'étape de billage et mettre les métaux en contact (**Figure 46**).

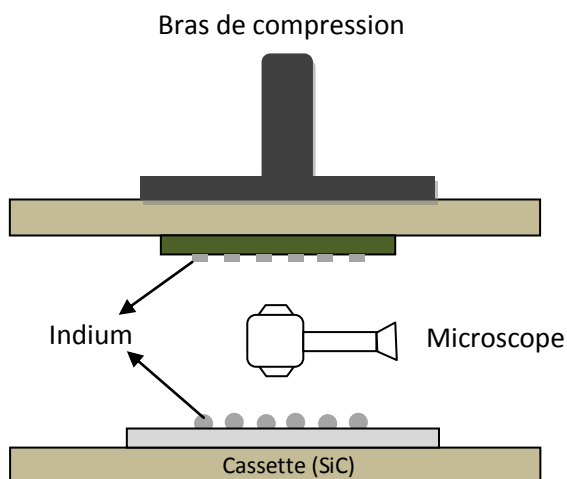


Figure 46 : Principe d'hybridation par pression à température ambiante.

La présence de l'indium à la fois sur le circuit de lecture sous forme des billes sphériques et sous forme d'une couche sur le circuit de détecteur, rend l'assemblage entre les deux circuits possible par l'application d'une force comme montré sur la **figure 47**. Cette force va permettre la formation de l'intermétallique, créant ainsi la liaison métallique entre le circuit de lecture et son détecteur.

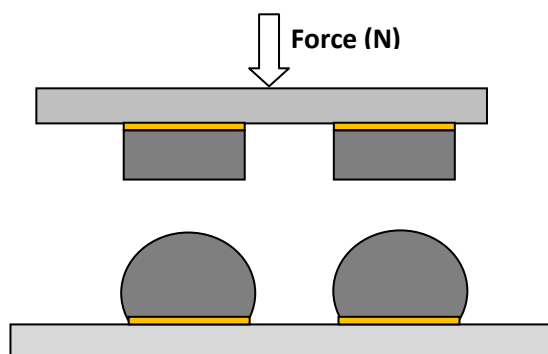


Figure 47 : Schéma illustrant la technologie d'assemblage par pression à température ambiante.

Etant réalisé à température ambiante, le désalignement entre les plots d'interconnexion du circuit de lecture et de détection induit par la dilatation thermique des deux composants à lier, lors de l'étape de refusion à 170°C, est nul. De plus, il n'y a pas besoin de flux, et donc pas de nettoyage après l'étape d'hybridation. Du point de vue thermique cette solution est très avantageuse. Cependant, cette procédure ajoute une étape technologique supplémentaire qui consiste à réaliser des plots d'indium sur le circuit de détection. Aussi, elle nécessite un investissement important au niveau de la machine d'assemblage, que ce soit au niveau du parallélisme ou de la précision.

Nous préconisons cette technique à froid pour la fabrication des plans focaux Mega_pixels. D'ailleurs cette technique est largement utilisée aux Etats-Unis où il y existe des imageurs infrarouge avec des formats 2000*2000 pixels.

CONCLUSION

Ce chapitre nous a tout d'abord permis d'évaluer l'hybridation par refusion qui impose l'assemblage de matériaux hétérogènes. Ces matériaux présentent des propriétés thermomécaniques très variées, en particulier des coefficients de dilatation thermique (α (GaAs/Si) ≈ 2). A l'issue de cette étude nous constatons que le point clef de l'assemblage hétérogène réside dans la gestion des écarts de dilatation. Que ce soit pendant l'étape d'hybridation, ou pendant l'utilisation finale, toute variation de température provoquera l'apparition de contraintes mécaniques à l'interface de l'hybride et au sein même de la connectique et des composants infrarouge. Ces contraintes peuvent entraîner la destruction d'un des éléments, ainsi que la réduction de la durée de vie de l'ensemble. Au cours de ces calculs, nous avons montré l'évolution du phénomène de déformation (flèche) en fonction du pas (pitch) et de la surface de la matrice active (nombre de pixels), nous avons étudié le rôle de l'enrobage et de l'amincissement pour réduire ces contraintes induites pendant le fonctionnement des détecteurs QWIP. Ces derniers sont destinés à fonctionner à très basses températures (autour de 77 K).

A travers ces calculs, nous avons pu également fixer les limites de la technique d'hybridation par refusion dans l'objectif d'augmenter la taille du plan focal et de diminuer le pas entre les pixels actuellement fixé à $30\mu\text{m}$ pour un détecteur InGaAs avec un plan focal de 320×256 pixels. En effet, ces limites pour la machine et la méthode utilisée au III-V Lab sont d'un pas inférieur à $15\mu\text{m}$ pour un plan focal qui ne dépasse pas 2000×2000 pixels. Sachant que notre objectif est de réaliser l'hybridation d'un détecteur de format TV 640-512 au pas de $15\mu\text{m}$, voir un format plus grand.

Nous avons également étudié quelques situations d'assemblage qui peuvent être considérées comme des solutions potentielles pour minimiser ce phénomène le décalage, à l'image de la technique d'hybridation avec des cales, qui complique davantage la procédure d'hybridation, que ce soit dans la fabrication des microbilles de tailles différentes ou pendant le report. Nous avons porté nos efforts de modélisation sur la technique d'hybridation à chaud car celle-ci est maîtrisée au laboratoire. En revanche nous préconisons la technologie à froid pour le passage en production de très grands formats avec connectique microbilles d'indium.

REFERENCES

- [1] USCHITSKY M., SUHIR E, "Moisture diffusion in epoxy molding compounds filled with particles" Transactions of the ASME, Journal of Electronic Packaging, volume 123 n° 1 March 2001, p47-51.
- [2] T.K. Sham, M. I. Perlman, et al., "Electronic behavior in alloys: Gold-non transition-metal intermetallics", Physical Review B, vol. 19, n°2, Janvier 1979.
- [3] Y.M.Liu et al, "Interfacial Reactions between Liquid Indium and Au-Deposited Substrates", Journal of ELECTRONICS MATERIALS, Vol 29 , No 8, 2000.
- [4] Chin C. Lee et al., "Au-In Bonding Below the Eutectic Temperature", IEEE TRANSACTIONS ON COMPONENTS, HYBRIDS, AND MANUFACTURING TECHNOLOGY, VOL. 16, NO. 3, MAY 1993.
- [5] A. Kubaschewski and F. Weibke, "The alloys of Indium With Gold," Z.Elektrochem., Vol. 44, p.870 (1938).
- [6] Degryse D et al., "Simulation of solder joint reliability for CBGA packages", IMAPS 2001, Strasbourg, France, 2001
- [7] C. Davoine et al., "Impact of Pitch Reduction over Residual Strain of Flip-chip Solder Bump after Reflow". Proceeding of the 7th International Conference on, 24-26 April 2006, Pages: 1-5
- [8] C. Davoine, M. Fendler, F. Marion, C. Luis, R. Fortunier, G. Destefanis, " Low temperature fluxless technology for ultra-fin pitch flip-chip bonding" Electronics Packaging Technology Conference, 2005. EPTC 2005. Singapore, Proceedings of 7th, 7-9 Dec. 2005, Pages : 639-645.
- [9] F. Scott, et al., "A Parametric Study of Flip-chip Reliability Based on Solder Fatigue Modelling" Delco Electronics Corporation Kokomo, Indiana 46904-9005-1997.
- [10] K. Sudook, H Ledbetter, "Low temperature Elastic Coefficient of Polycrystalline Indium" Material Science and Engineering, A252 (1998), Pages: 139-143.
- [11] W.T. Chen, C.W. Nelson, "Thermal stress in Bonded Joints", IBM Journal of research and development, Volume: 23, N°2, March 1979, Pages: 179-188.
- [12] C. Davoine « Densification des connexions flip-chip grande surface: Analyse de l'assemblage d'un détecteur infrarouge et mise au point d'une technologie innovante », thèse de doctorat de l'école nationale supérieure des mines de Saint-Etienne, 2006.
- [13] Rui .Wu and F. Patrick McCluskey., "Reliability of indium solder for cold temperature packaging", Proceedings of the ASME InterPack Conference 2007.
- [14] Rui Wu and F. Patrick McCluskey., "Constitutive relations of indium solder joint in cold temperature electronic packaging based on Anand model", IEEE 2008.
- [15] R. DARVEAUX and I. TURLIK "Shear Deformation of Indium Solder Joints", IEEE Transactions on components,Hybrids, and manufacturing technology, Vol 13, N 4, Decembre 1990.
- [16] Manuel Fendler et al, "A Fluxless and Low-Temperature Flip-chip Process Based on Insertion Technique" , IEEE TRANSACTIONS ON COMPONENTS AND PACKAGING TECHNOLOGIES, VOL. 32, NO. 1, MARCH 2009.

- [17] X. Cheng , C et al., “Numerical analysis of thermo-mechanical behavior of indium micro-joint at cryogenic temperatures”, *Comput. Mater. Sci.* (2011).
- [18] S.C. Chena, Y.C. Lin a, C.H. Chengb “The numerical analysis of strain behavior at the solder joint and interface in a flip-chip package”, *Journal of Materials Processing Technology* 171 (2006) 125–131.
- [19] M.D. Brown et al., “Thermal and mechanical analysis of high-power GaAs flip-chips on CVD diamond substrates” *Diamond and Related Materials*, Volume 8, Number 10, October 1999 , pp. 1927-1935(9).
- [20] F Marion et al “System of components to be hybridized and hybridization process allowing for thermal expansions” US6170155, 2001-01-09, source : Europe Patrent Office.
- [21] K. N. Tu et al., “Electromigration in Solder Joints and Lines” Dept. of Materials Science &Engineering, UCLA Los Angeles, CA 90095-1595
- [22] H. Cease, P.F. Derwent, H.T. Diehl, et al., « Measurement of mechanical properties of three epoxy adhesives at cryogenic temperatures for CCD construction” Fermi National Accelerator Laboratory Batavia IL 60510 November 6, 2006.
- [23] François Marion “Method for hybridizing two devices using solder balls of different size and device resulting therefrom » EP1764828A1, CEA-LETI 2007.

CHAPITRE 3

REALISATIONS TECHNOLOGIQUES

I. Introduction

Dans ce chapitre, nous nous intéressons à l'étape de réalisation technologique de ces détecteurs d'imagerie infrarouge avec la technologie flip-chip par brasure. Les dispositifs étudiés et fabriqués au cours de ce travail sont basés sur l'utilisation de la photolithographie Ultra-violet (une introduction générale sur le principe de la lithographie UV ainsi que les différentes techniques de transfert des motifs (Exposition, Insolation, Développement, Gravure) est donnée en **Annexe 3**). On rappelle que le détecteur matriciel format TV au pas de 15 μm a été commercialisé par la société Sofradir en 2010. Cependant, la technologie ainsi que la procédure d'assemblage restent à ce jour très confidentielles.

Dans cette partie on s'intéressera en détail aux étapes technologiques clés qui nous ont permis de valider notre étude concernant la mise en place d'une procédure d'hybridation par refusion d'un plan focal de format 640*512 au pas de 15 μm validé auparavant par des calculs par éléments finis (Tableau 11).

II. Contexte de l'étude

Ce travail s'inscrit dans le cadre de deux projets, *PEA Intense* (Projet d'Etude Amont (DGA), et *2Wide sense* (Programme FPA Européen). Ces projets ont pour objectif la réalisation d'une camera équipée d'un détecteur InGaAs Vis-SWIR (Visible - Short Wave InfraRed) avec une extension dans le visible, dans un premier temps au format 640*512 pixels au pas de 15 μm , puis au format 1280*1024 pixels au pas de 10 μm . Ils visent des applications dans divers domaines à savoir militaire dans le cas de *PEA Intense*, et civil notamment dans l'automobile pour *2Wide Sense*. Ce dernier vise des applications telles que la reconnaissance des panneaux routiers (TSR -Traffic Sign Recognition) de jour et de nuit, la détection de nuit de personnes vulnérables (VRU, Vulnerable Road Users), la détection des conditions de surface (neige, verglas, humidité), le signalement de dépassement de lignes (LDW, Lane Departure Warning), et la détection d'autres véhicules comme illustré dans la **Figure 48**. Les partenaires de ce projet sont : III-V Lab, France; le Centre de Recherche Fiat, Italie; New Imaging Technologies, France; Raptor Photonics Ltd, Royaume-Uni; Optec, Italie; Adasens, Allemagne et l'Université de Parme, VisLab, Italie.

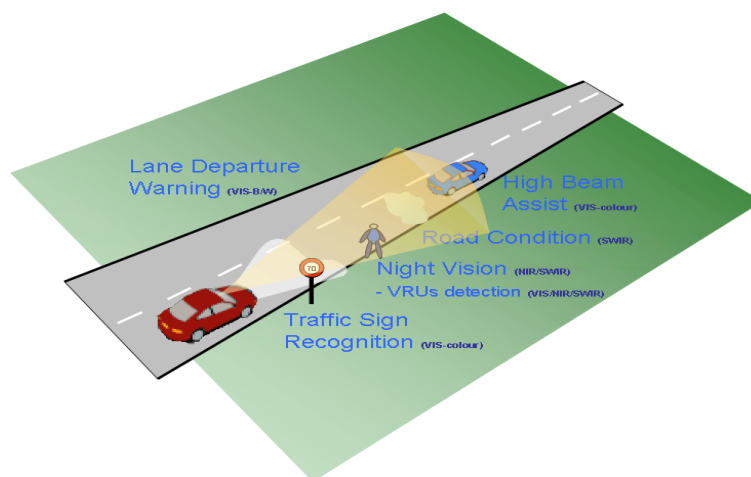


Figure 48 : Quelques applications visées par le projet 2Widesens et Intense, (VRU, Vulnerable Road Users et. TSR -Traffic Sign Recognition)

Le projet *PEA Intense* vise des applications telles que le pilotage des appareils dans l'aéronautique, la sécurité civile, l'observation à bas niveau de lumière. L'ensemble de ces applications utilise actuellement une technologie basée sur les tubes à intensification de lumière dont le principe est de convertir par effet photoémissif un rayonnement lumineux en signal électrique. Cette technologie offre de bonnes performances mais ne donne qu'une vision directe de l'image intensifiée, sans sortie de signal numérique. De plus, elle nécessite une technologie ultraviolette des tubes (enceinte sous vide), qui reste « lourde » à mettre en œuvre.

III. Procédures d'hybridation pour les détecteurs Infrarouge

Dans cette partie du manuscrit, nous allons dans un premier temps décrire les différentes étapes technologiques de réalisation d'un détecteur d'imagerie infrarouge InGaAs SWIR et les étapes process réalisées sur le circuit de lecture ROIC. Une deuxième partie concerne l'étude d'hybridation en vue de mettre en place une procédure de report pour un plan focal de format TV 640*512 pixels au pas de 15µm, et enfin une dernière partie décrira les préparations et les caractérisations électro-mécaniques des hybrides.

1. Procédures technologiques

La réalisation technologique des composants à hybrider, à savoir le photodétecteur (circuit de détection) et le circuit de lecture (ROIC), nécessite plusieurs étapes. Pour les photo-détecteurs on compte dix étapes technologiques [1]:

➤ **1^{ère} étape : Epitaxie**

La structure présentée schématiquement sur la **Figure 49** est obtenue par épitaxie MOVPE (Metal Organic Vapor Phase Epitaxy) sur un substrat d'InP de 3 pouces. Elle est composée d'une zone d'absorption photonique en InGaAs de 3µm faiblement dopée permettant de générer les photocourants. Cette couche permet aussi la diffusion des porteurs vers deux contacts (InP n- et InP n+) plus fortement dopés.

InP	n-	1000nm
InGaAs	n-	3000nm
InP	n+	200nm
Couche d'arrêt de gravure InGaAs		
Substrat InP		

Figure 49 : Structure de l'épitaxie de type Vis_SWIR

Cette structure est le point de départ pour les étapes de fabrication de la matrice InGaAs :

➤ **2^{ème} étape : Gravure du mesa**

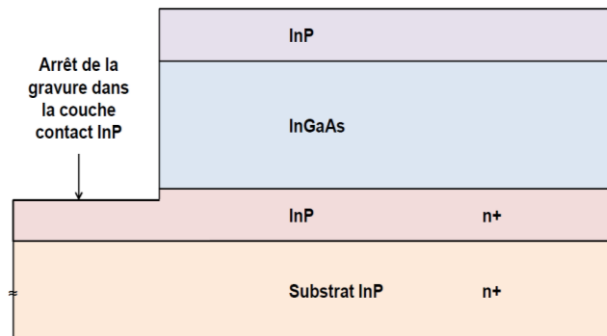


Figure 50 : Gravure du mesa

La gravure du mesa est la gravure permettant d'arriver à la couche InP n+ (**Figure 50**), elle servira à prendre le contact N qui est commun à toutes les photodiodes. Cette gravure est effectuée à l'aide d'un réacteur à gravure ICP (Inductively Coupled Plasma), en utilisant un masque de nitrure de silicium préalablement déposé par PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) et ouvert par gravure RIE (Reactive Ion Etching).

➤ **3^{ème} étape : Passivation (couche de nitrure de silicium)**

Le nitrure de silicium déposé par PECVD pleine plaque est utilisé comme diélectrique de passivation de surface. C'est une étape importante pour le bon fonctionnement du détecteur.

Le terme passivation englobe au moins deux concepts différents : il s'agit d'une part, de protéger les composants et d'autre part, d'assurer leur fiabilité à court et à long terme. Dans notre cas la passivation est utilisée pour assurer la fiabilité à long terme, l'isolation électrique entre pixels et pour corriger les défauts de l'InP liés à la gravure du mesa. Ces défauts génèrent des paires électrons /trous dans le matériau et contribuent au courant d'obscurité de la photodiode.

➤ **4^{ème} étape : Diffusion localisée de Zinc**

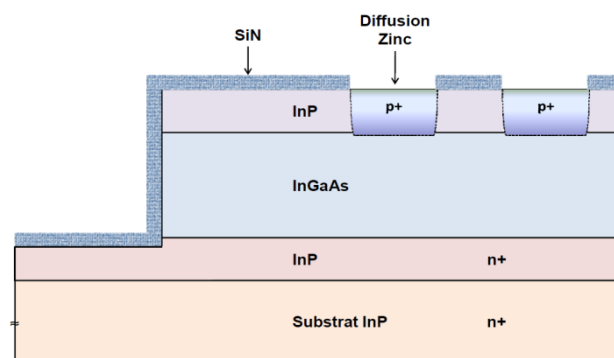


Figure 51 : Passivation et diffusion Zinc

A l'aide d'une résine et d'un réacteur RIE, l'ouverture de la couche de nitrure de silicium est accomplie. La réalisation de la diffusion de zinc est effectuée à l'aide d'un bâti d'épitaxie MOVPE. Cette diffusion permet de doper p l'InP et d'augmenter sa densité en trous. Ce dopage sert à obtenir les jonctions PIN de chaque photodiode de chaque pixel (**Figure 51**).

➤ **5^{ème} étape : Métallisation du contact P**

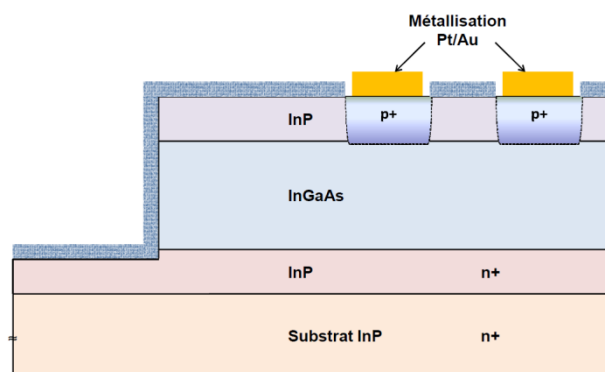


Figure 52 : Métallisation du contact P

Afin de récupérer les porteurs (les trous) dans la zone diffusée, on doit réaliser le contact à l'aide d'une métallisation. Les métallisations du contact p sont déposées au niveau de la zone diffusée. La métallisation est un dépôt de platine et d'or obtenu par évaporation. Les autres parties de nitrure de silicium sont protégées par le biais d'une résine qui a été ouverte par photolithographie optique. Après nettoyage par des solvants, les parties métallisées où il y a de la résine sont éliminées. Il ne reste plus que la métallisation dans les zones diffusées. C'est une technique de dépôt par lift-off (partie 2-b) (Figure 52).

➤ 6^{ème} étape : Métallisation du contact n

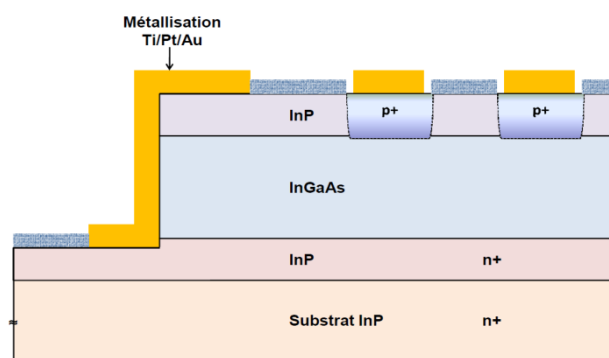


Figure 53 : Métallisation du contact N

Le contact n qui est commun à toutes les photodiodes permet de collecter les électrons dans la couche d'InP dopée n. Concernant la réalisation, dans un premier temps on définit les ouvertures par photolithographie du nitrure du silicium puis nous le gravons par RIE. Le dépôt métallique est fait par évaporation de titane, platine et or. Le dépôt est localisé par le biais d'un masque de résine (Figure 53).

➤ 7^{ème} étape : Ouverture des vias

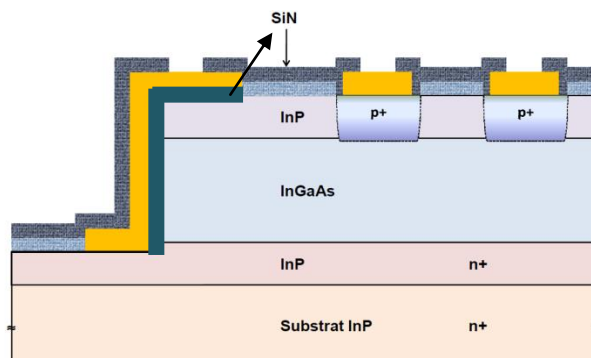


Figure 54 : Ouverture des vias

Cette étape consiste à déposer par PECVD une seconde couche de passivation (nitrure de silicium) permettant de recouvrir les métallisations n et p de chaque diode pour les isoler du niveau d'interconnexion. Ce nitrure est ouvert par gravure RIE au niveau de chaque pixel. Cette ouverture accueillera plus tard les plots d'interconnexion (**Figure 54**).

➤ **8^{ème} étape : Métallisation des plots d'interconnexion**

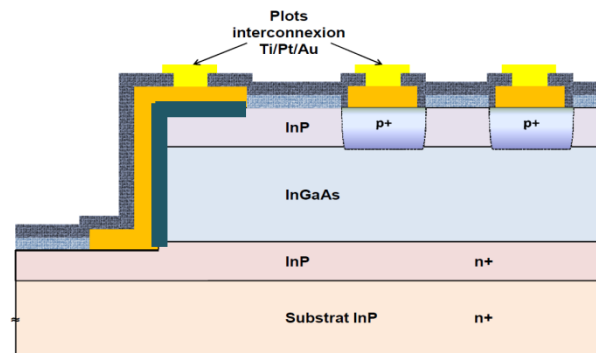


Figure 55 : Métallisation des plots d'interconnexion

Les plots d'interconnexion permettent de reprendre les contacts p et n et de faire la connexion avec le circuit de lecture par l'intermédiaire des billes d'indium. Ils sont déposés par pulvérisation de titane platine et or et localisés par lift-off au-dessus des vias. Ces plots accueilleront les billes d'indium réalisées sur le circuit de lecture (**Figure 55**).

➤ **9^{ème} étape : Polissage de la plaque**

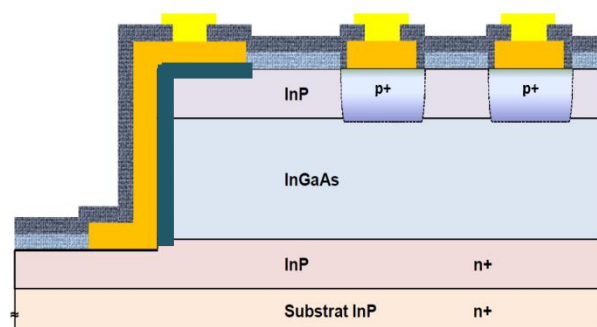


Figure 56 : Amincissement mécanique du substrat

La face arrière (substrat InP) est amincie de 300µm et polie optiquement. La technique employée est le polissage mécanique avec des pâtes diamantées de 3 µm à 1 µm suivi d'un polissage mécano-chimique avec une pâte composée d'alumine en suspension de 0,02 µm afin d'affiner le polissage. Cela permet d'enlever toute rayure qui diminuerait la transmission de la lumière (**Figure 56**).

➤ **10^{ème} étape : Dépôt anti-reflet**

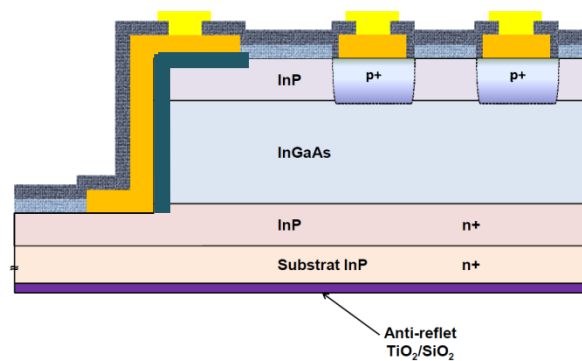


Figure 57 : Dépôt de la couche anti-reflet

Ce dépôt est déposé sur la face arrière de la plaque, il est composé d'une bicouche TiO₂/SiO₂. Cet anti reflet permet d'obtenir un minimum de réflexion dans la zone de détectivité (**Figure 57**).

Pour les circuits de lecture, on ne compte que deux niveaux :

- Métallisation des plots d'interconnexion UBM (Under Bump Metallurgy).
- Le niveau indium (couche d'interconnexion).

Dans un premier temps, nous n'avons pas jugé nécessaire de réaliser toutes ces étapes, il s'agit de mettre en place une procédure d'hybridation d'un composant de plan focal 640*512 pixels au pas de 15µm. L'obstacle majeur est d'origine thermomécanique, ainsi nous ne prenons en compte que les derniers niveaux à savoir les niveaux interconnexion pour la puce et le substrat, et le niveau indium pour l'étape de billage. Ces niveaux seront réalisés sur des substrats mécaniques (non épitaxiés). Donc nous procéderons dans un premier temps à une validation mécanique du report, les résultats et les constatations de cette pré-étude seront ensuite investis pour réaliser des hybrides fonctionnels.

2. Etude préliminaire : Réalisation technologique du réseau de billes sur circuit de lecture et de détection sur des substrats mécaniques (Silicium et InP)

a. Masque de photolithographie

Afin de mettre en œuvre une brique technologique adaptée aux grands plans focaux et petit pas, nous avons défini un cahier des charges. Il s'agit de définir les paramètres du jeu de masques de photolithographie. Par rapport à la technologie du détecteur appelée «CACTUS » 320*256 pixels au pas de 30 µm, nous réduisons la taille du pixel de 15 µm et nous augmentons la densité d'interconnexion.

Pour cela nous avons étudié l'influence de quelques paramètres tels que les dimensions des plots d'interconnexion, ainsi que celle de la taille d'ouverture d'indium (caisson) sur la morphologie des billes d'indium. Un premier masque d'étude avec des matrices 640*512 pixels au pas de 15 µm a été réalisé, ce masque intègre 4 diamètres de pastilles d'interconnexion, 8.6 ; 9 ; 9.4 ; et 10 µm. Ces dimensions dépendent essentiellement de la distance entre les pixels (pas) et des phénomènes de

diffraction. La largeur minimum de résine choisie est entre 3 et 4 μm . Les résultats de cette étude sont présentés dans le paragraphe d de cette **partie 2**.

Un masque de photolithographie est un support en verre ou en quartz sur lequel nous avons intégré des motifs opaques en chrome. Ces masques sont réalisés à l'aide d'un logiciel dédié pour cette application (L Edit) (**Figure 58**).

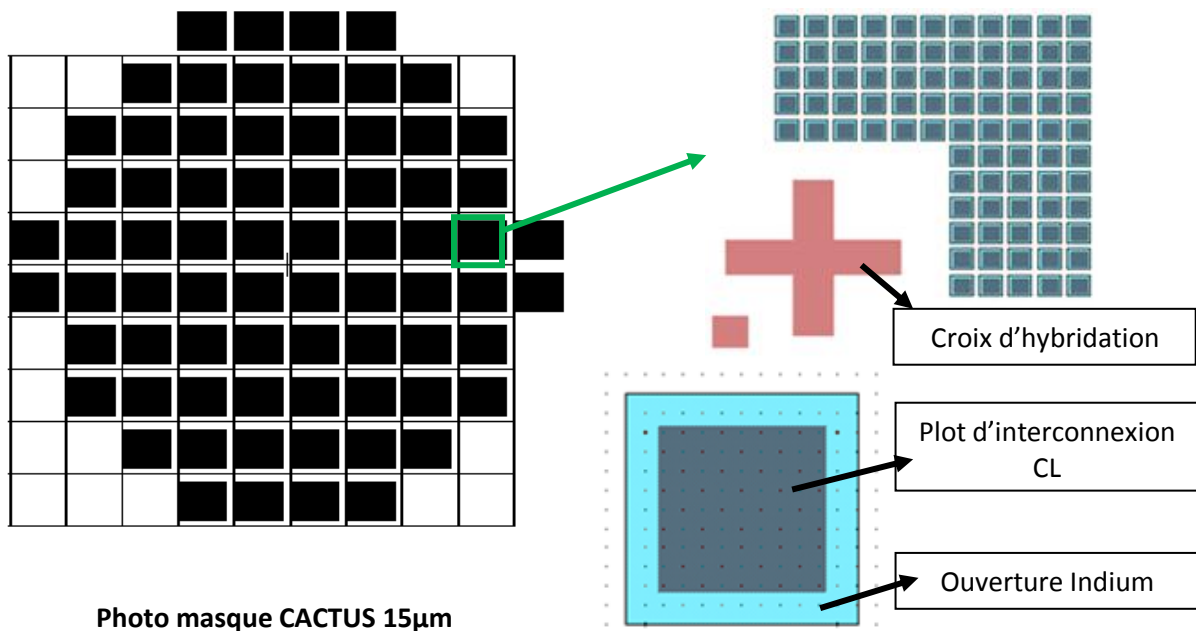


Figure 58 : Jeu de masque CACTUS-CL_V1 640*512 pixels au pas de 15 μm (Niveau Interconnexion et ouverture d'indium).

b. Plots d'interconnexion et le niveau indium

L'assemblage par brasure consiste à réaliser des microbilles d'indium sous forme matricielle sur le circuit de lecture, avec des pistes métalliques en aluminium recouvertes partiellement d'une couche de passivation. C'est un procédé technologique à trois étapes : la fabrication des plots d'interconnexion (UBM), le dépôt de la couche de brasure et l'étape de formation des microbilles d'indium.

➤ **Plots d'interconnexion UBM sur matrice détecteur**

Il s'agit d'une couche métallique souvent responsable de défaillance de l'interconnexion, car elle constitue l'interface la plus contrainte dans la structure hybride. Les caractéristiques physico-chimiques de cette couche ont une influence directe sur la qualité de l'assemblage. UBM est constitué de 3 couches métalliques, qui ont chacune une fonction bien précise sur substrat InP [4]:

- Une couche d'accroche en Titane qui forme des liaisons fortes avec la plupart des métaux, oxydes et nitrures; cette couche assure le bon passage du courant électrique entre les deux interfaces puce/billes et billes/substrat. Ce métal doit avoir une bonne conductivité électrique et une grande résistance à l'oxydation. Cependant, une étude menée sur ce bicouche Ti/Au, a

montré une diffusion de titane à travers l'or en fonction de la température [2] Elle a également démontré que le platine était une barrière de diffusion plus efficace que le nickel, mais que l'empilement $\text{SiO}_2/\text{Ti}/\text{Au}$ 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'or est suffisante [3].

- Une couche barrière de diffusion pour éviter la diffusion des atomes d'indium et d'or dans les deux composants à haute température et, le cas échéant, la formation des microstructures gênant ainsi le bon fonctionnement du détecteur et la création d'une structure cassante.
- Une couche de mouillabilité (or) : cette couche assure une bonne mouillabilité de l'indium sur la surface du plot d'interconnexion. Le diagramme de phase entre ces deux métaux présente un eutectique sous forme de l'intermétallique Au/In. Cette couche agit également en tant que barrière de diffusion en plus de sa résistance à l'oxydation. Cet intermétallique assure l'adhérence entre la bille d'indium et l'UBM disposé sur les plots d'aluminium coté circuit de lecture et sur le contact p côté circuit de détection.

Le dépôt de ces trois couches est réalisé sous vide soit par la méthode de pulvérisation cathodique (PVD) soit par l'évaporation thermique assistée par faisceau d'ions (I.B.A.D. Ion Beam Assisted Deposition). Le faisceau d'ions bombarde la couche en cours de croissance et a pour but d'améliorer la qualité des dépôts. La **Figure 59** récapitule les étapes technologiques pour réaliser l'UBM (Pad).

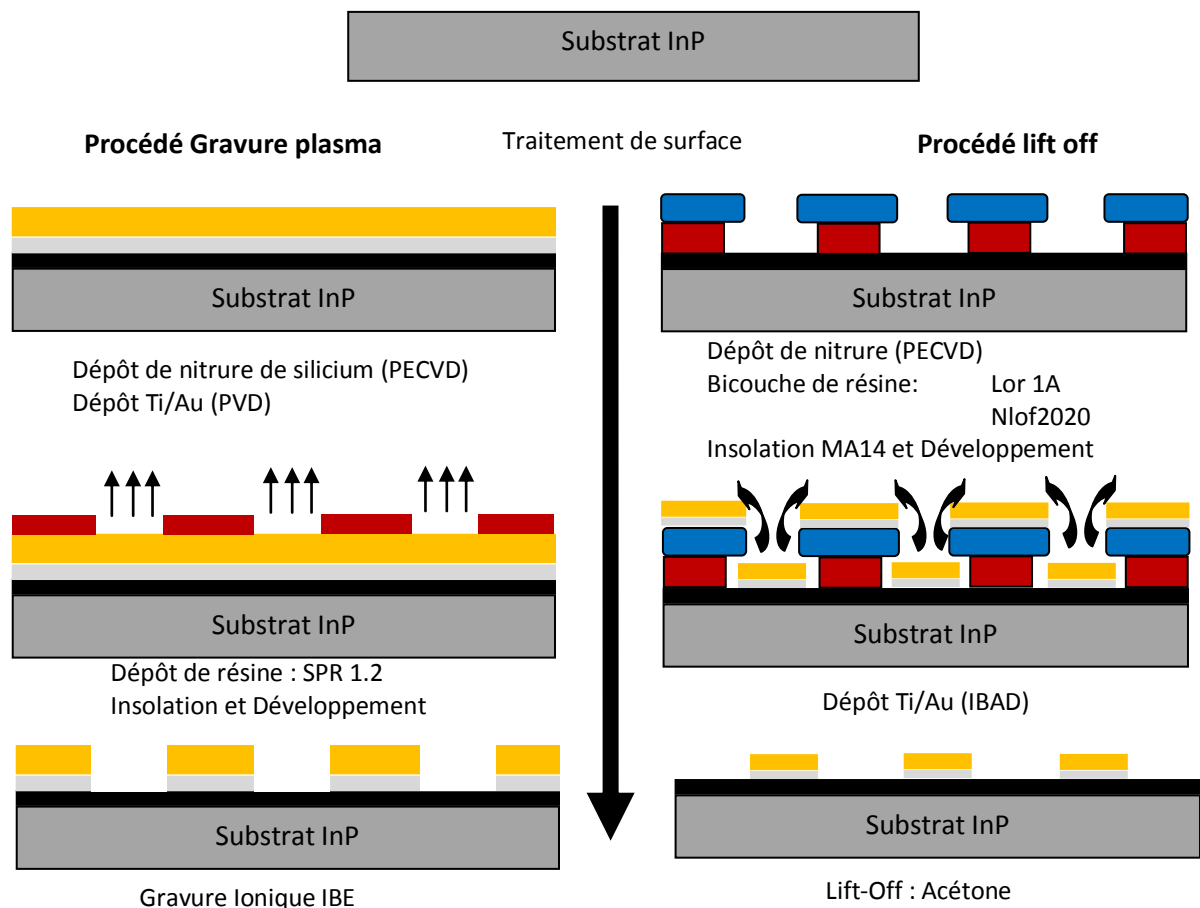


Figure 59 : Etapes technologiques de l'UBM.

➤ **Procédure technologique pour la réalisation du niveau interconnexion pour le circuit de lecture et de détection par gravure IBE :**

Après une désoxydation et nettoyage EDI du substrat InP et juste avant le dépôt UBM par pulvérisation cathodique, on dépose une couche de 200 nm de nitrure de silicium par PECVD. Puis on procède à une étape de déshydratation du substrat à 150°C pendant quelques minutes.

Nous avons recours, avant de commencer l'étape de l'enduction, à un promoteur d'adhérence afin d'améliorer l'adhérence de la résine SPR 1.2 au substrat silicium. Il s'agit de l'Héxaméthylsilazane (HMDS), dont nous déposons 3 à 5 ml à la tournette en dynamique (vitesse: 3000 rpm/min,) pendant 30 secondes. Ce dépôt sera suivi d'un recuit d'une minute à 105 °C.

Le dépôt de SPR 1.2 est effectué à la tournette RC8 avec capot fermé. Celui-ci permet de confiner l'air et les solvants dégagés par le polymère, ce qui aboutit à des dépôts uniformes, plans et d'épaisseur contrôlée et minimise les effets de bord sur les plaques. L'épaisseur de SPR obtenue dépend de la vitesse de rotation de la tournette, la plaque est soumise à un recuit à 105°C pendant 5 minutes afin d'éliminer les solvants résiduels.

Après l'enduction, la résine est insolée à travers le masque de photolithographie. Les motifs sont alors révélés par un produit chimique commercial « MF 319 » pendant 1 minute. Après rinçage, un recuit durcit la résine qui peut alors résister à l'étape de gravure par IBE. La gravure attaque les couches du métal non protégé par la résine. La résine est ensuite ôtée avec de l'acétone suivie d'un plasma d'oxygène.

➤ Niveau Indium

Le procédé « lift-off » est l'opération inverse d'une gravure. Au lieu de déposer un film continu sur toute la surface et l'éliminer par attaque chimique, on dépose tout d'abord la résine que l'on réticule via un masque. Ce dernier nous permet de couvrir les parties que l'on désire éliminer à l'aide d'une résine et les parties que l'on souhaite garder sans résine par-dessus. Ensuite on dépose la couche de métal sur toute la surface. Puis on plonge l'ensemble dans un bain d'acétone et on laisse reposer le temps qu'il faut jusqu'à ce que toute la partie couverte de résine se décolle (plusieurs heures).

Pour ce faire, il faut avoir un dépôt métallique discontinu sur le bord des motifs de résine, condition initiale pour que le solvant puisse être en contact avec celle-ci et la dissoudre (on doit en général respecter un rapport de l'ordre de 1 à 3 entre l'épaisseur de la couche métallique et celle de la résine). Un autre point important mais qui ne nous concerne pas, est le profil de la résine dans le cas d'une simple couche, celle-ci doit être suffisamment inclinée pour avoir une couche discontinue du métal déposé. Dans ce cas de figure on utilise une résine avec une polarité négative. La **Figure 60** illustre un schéma représentant le profil de la résine en fonction de sa polarisation. Dans le cas d'une résine positive, le matériau recouvre les flans de la résine, et constitue une barrière qui empêche l'acétone d'atteindre celle-ci. Dans le cas d'une résine rentrante, le solvant atteint la résine, mais la largeur des pistes déposées à la surface du substrat est plus grande que celle initialement prévue.



Figure 60 : Profil de la résine après l'étape de développement en fonction de leur polarité

Ces profils peuvent être expliqués par la dose reçue par les résines, il existe une variation d'absorption entre la surface et le fond de la résine, la durée de contact avec le solvant (développeur) peut également justifier ces profils.

Pour remédier à ces obstacles, nous utilisons au III-V Lab, un procédé de lift-off avec deux couches de résine sacrificielles. Dans ce procédé les résines doivent avoir la même polarité mais avec

une sensibilité différente. Dans le cas d'une bicouche « positive », lors de l'étape d'insolation, le nombre des scissions des chaînes constituant le polymère sera plus grand dans la couche la plus sensible que dans la couche de moindre sensibilité. Lors du développement de la résine, la largeur des zones dissoutes sera différente pour chaque couche. A la fin de cette procédure on retrouvera un profil ayant une forme de casquette si la couche la plus sensible est déposée en premier. Avec cette configuration on obtient un dépôt métallique qui sera discontinu, facilitant ainsi le passage du solvant vers les résines et donc le lift-off. La **Figure 61** récapitule les étapes nécessaires pour réaliser le niveau ouverture indium.

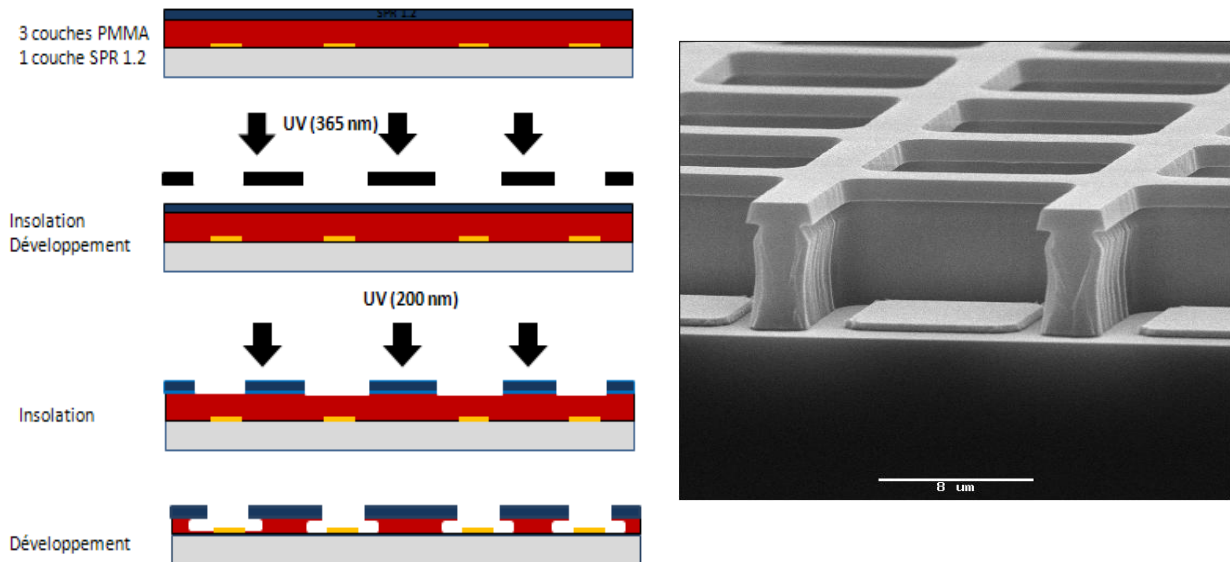


Figure 61 : Etapes technologiques niveau ouverture indium, cliché MEB à droite illustrant l'étape finale.

Après une étape de déshydratation, 5 à 10 minutes sur une plaque chauffante à 150°C, on dépose à l'aide d'une tournette la résine de PMMA 9% (résine positive) suivie d'un recuit à 180°C à l'air. Pour respecter le rapport 1:3 entre la couche de résine et la couche métallique, on dépose 3 couches de PMMA, chacune fait 3µm d'épaisseur. Ensuite on dépose la deuxième résine SPR 700 1.2. Après un recuit à 105°C à l'air pendant 5 minutes, on procède à une première exposition de la résine SPR 1.2 (avec la machine lithographie MA 14) sous la lumière ultra-violette 365nm à 14 mW.cm⁻² avec le masque niveau indium pendant 8 secondes. On développe 1 minute dans MF 319, ensuite on effectue une seconde insolation sans masque photolithographie sous les rayonnements UV 200 nm, pendant 17 minutes. L'étape de développement est effectuée dans le chlorobenzène pendant 75 secondes suivie de 3 minutes de plasma oxygène.

c. Dépôt de la couche de brasure : Evaporation thermique

La technique exploitée au laboratoire pour déposer la couche d'interconnexion (couche d'indium) est l'évaporation thermique. Cette méthode de dépôt thermique sous vide, ainsi que d'autres

techniques (l'électrodéposition et la sérigraphie) permettent la réalisation de structures de grande pureté. Dans ce chapitre on va s'intéresser à la méthode par effet Joule.

Principe de la méthode :

L'évaporation thermique est une technique très utilisée pour déposer des matériaux en couches minces. Elle consiste à évaporer sous vide un matériau à déposer (In, Al,...), en le chauffant à haute température à l'aide d'une résistance (effet Joule), et avec un vide de l'ordre de 10^{-6} Torr (1 torr = 1 mm de mercure = 133,3 Pa). La condensation des particules conduit à la formation d'une couche mince sur un substrat. L'épaisseur de cette couche peut varier entre 3 et $4.5\mu\text{m}$ en fonction du pas. La vitesse moyenne de dépôt est de l'ordre de 19 à $20 \text{ \AA} / \text{s}$ (**Figure 62**).

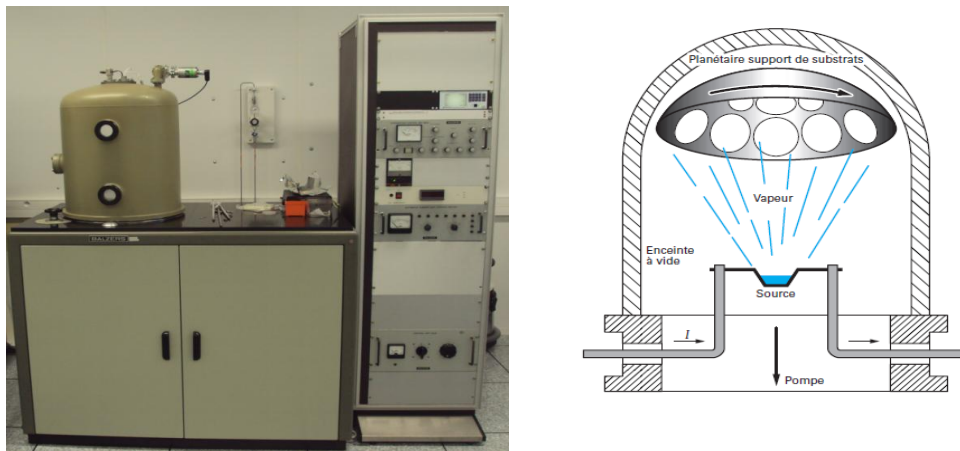


Figure 62 : Principe de dépôt sous vide par évaporation thermique.

Cette méthode est adaptée pour le dépôt de l'indium sur des substrats de 3 à 4 pouces. On utilise une microbalance à quartz pour mesurer en temps réel l'épaisseur de la couche d'indium déposée.

Pour avoir une meilleure homogénéité de dépôt, nous avons opté pour un système de dépôt à basse température. En effet, une étude réalisée en interne montre une croissance colonnaire de l'indium à température ambiante (**Figure 63**). La morphologie des films déposés par évaporation thermique est définie principalement par le rapport entre la température du substrat T_s et la température de fusion T_f du matériau à déposer.

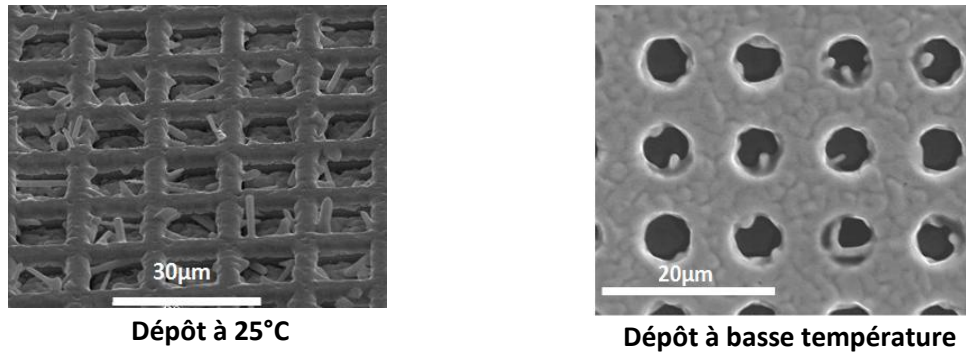


Figure 63 : Morphologie de dépôt d'indium en fonction de la température.

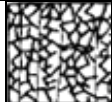



Zone		Structure de la couche mince	
I	$T_s/T_f < 0,1$	Poreuse, aux grains fins	
T	$0,1 < T_s/T_f < 0,3$		
II	$0,3 < T_s/T_f < 0,5$	Colonnaire	
III	$0,5 < T_s/T_f < 0,7$	Aux grains rugueux	

Tableau 13 : Microstructure d'une couche mince déposée par évaporation thermique [5].

Sachant que la température de fusion T_s de l'indium est de l'ordre de 430K, un dépôt par évaporation thermique de ce métal à température ambiante aura comme conséquence une structure colonnaire ou de grains rugueux. Le **Tableau 13** illustre un classement par zone en fonction du rapport (T_s/T_f) [5]. Cela induit la formation de ponts entre l'indium déposé sur la résine et celui déposé directement sur le plot d'interconnexion, réalisant ainsi une couche continue qui empêche l'étape de lift-off, nous avons essayé de faciliter le lift off par l'utilisation d'ultrason (5 secondes à 20%). Cette technique s'est révélée moins efficace et inadaptée pour des motifs inférieurs à 15µm, car la vibration peut dégrader la résine PMMA qui entoure les pixels et qui empêche le court circuit. Cette solution avec l'ultrason mène également à une inhomogénéité dans la hauteur des billes qui peut se traduire par une diminution du taux de connexion des pixels, augmentant ainsi le nombre des points noirs sur une image ou une vidéo. La **Figure 64** illustre un exemple de ce phénomène. En solution à ce problème, nous avons mis en place un système permettant un dépôt à basse température pour avoir une couche métallique avec une structure de grains fins.

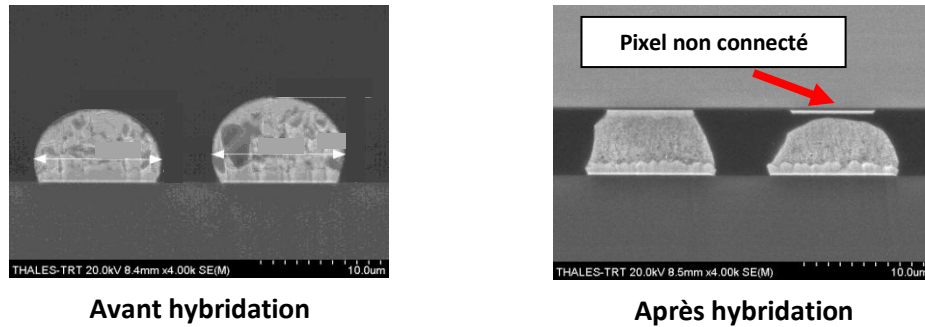
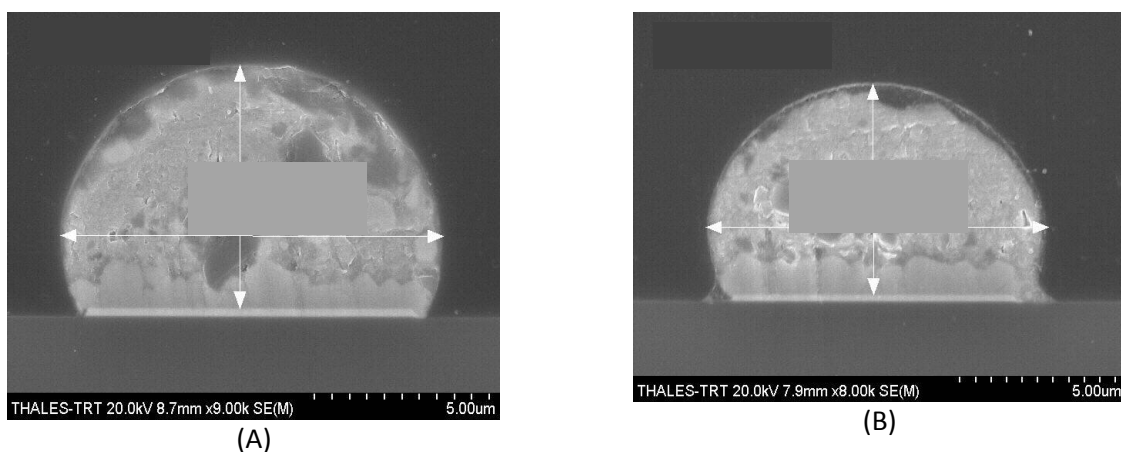


Figure 64 : Cliché MEB illustrant deux billes d'indium de hauteur différente à l'issue d'un dépôt par évaporation thermique à température ambiante (vue en coupe) avant (à gauche) et après l'étape de report (à droit).

d. Morphologie des billes d'indium en fonction des plots UBM et de l'ouverture d'indium

Dans cette partie des travaux, nous avons réalisé une étude quantitative sur l'influence de la dimension du plot d'interconnexion (UBM) sur le profil et la taille de la bille d'indium. D'une manière générale, le profil d'une bille va être défini d'une part, par la surface de la pastille, la taille de l'ouverture Indium, la forme géométrique de celles-ci, et d'autre part par le volume d'indium déposé. En gardant le volume d'indium déposé constant, nous avons fait varier deux paramètres : la dimension de la pastille d'interconnexion et l'ouverture Indium. Nous avons opté dans cette étude pour une géométrie carrée pour les plots d'interconnexion et l'ouverture indium comme il est illustré dans la **Figure 58**. Les résultats de cette étude sont illustrés dans la **Figure 65**.

A travers les résultats de cette pré-étude, on constate une légère variation au niveau de la taille des billes d'indium en fonction de l'ouverture d'indium (Image A et B). Le troisième paramètre qui peut influencer sur la morphologie des billes d'indium est le volume d'indium déposé, cependant celui-ci est resté constant dans cette étude. Sur ces clichés MEB (**Figure 65**) on constate également que plus la pastille d'interconnexion est large, plus la bille d'indium est aplatie (Image C et D).



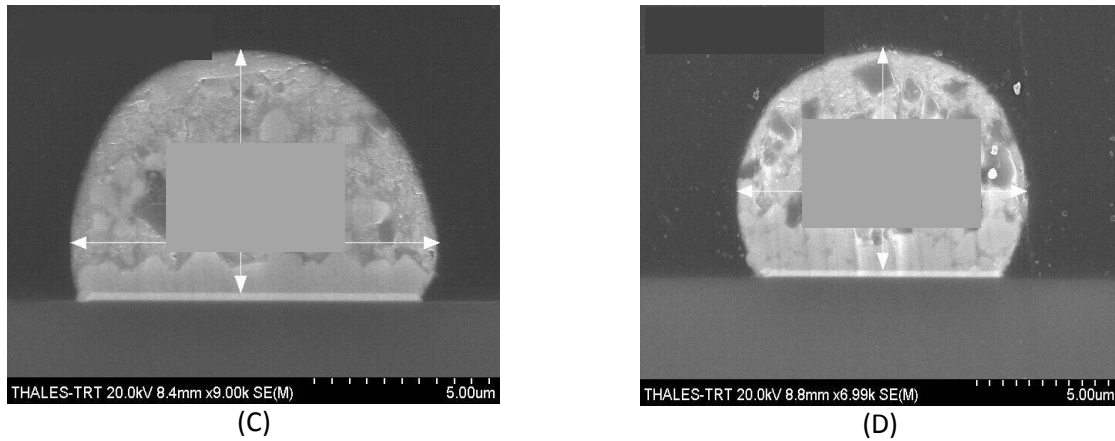


Figure 65 : Influence de la dimension de l'UMB sur le profil des billes d'indium

A l'issue de ces résultats, nous avons sélectionné deux cas de figure qui peuvent être exploités dans cette étude : A et D. Notre choix a été basé également sur des raisons technologiques liées principalement au temps nécessaire à l'étape de lift-off (élimination du métal déposé sur la résine), il s'est avéré que ce dernier est beaucoup plus important dans le cas des matrices avec une ouverture 12 µm. En ce qui concerne le circuit de détection, le masque d'étude de départ intègre des plots d'interconnexion de diamètre de 2 ; 3 ; 5 et 7 µm.

e. Le flux

Le flux est un produit chimique dont la fonction est adaptée à l'élimination de la couche d'oxyde formée sur la surface des billes d'indium, ce flux contenant un agent tensio-actif possède trois fonctionnalités:

- chimique: éliminer l'oxyde d'indium et protéger les surfaces à assembler de l'oxydation lors de l'étape de refusion;
- thermique: favoriser le transfert thermique entre les parties à assembler;
- physique: la présence du flux réduit la tension superficielle existant entre la couche de brasure et le métal (UBM) et favorise le contact entre la phase liquide et les métaux à réunir grâce à des substances miscibles.

Cependant, la colophane fondue qui mouille le métal laisse en refroidissement un résidu dur, non corrosif sur la surface et autour des pixels. Dans le cas d'une matrice à petit pas, l'usage du flux s'avère problématique pour des raisons liées à l'étape de nettoyage pour éliminer ces résidus. Ces derniers peuvent gêner la fonctionnalité du détecteur (consommation de l'indium par un phénomène électrochimique), faire obstacle à la propagation de la colle de protection (Underfill). Cette étape de nettoyage basée sur la propagation d'un liquide par capillarité, va être de plus en plus délicate en particulier pour les matrices de grand format et de petit pas. La **Figure 66** présente des traces de flux carboné autour des billes d'indium

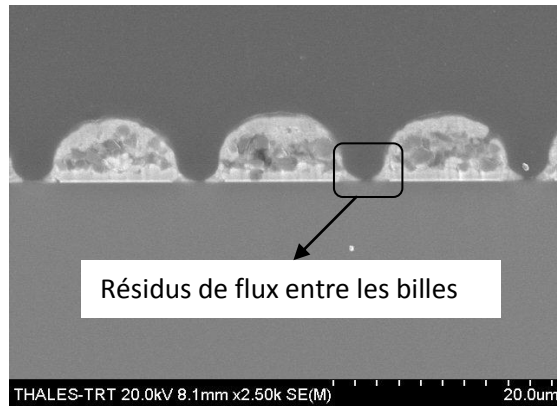


Figure 66 : Billes d'indium avec des traces de flux carboné

Une solution consiste à réaliser le brasage sous flux gazeux, des flux gazeux peuvent être utilisés pour assurer le brasage tendre. Parmi les flux gazeux connus, on trouve l'acide formique. Nous ne disposons pas de l'équipement spécifique pour contrôler ce flux gazeux, néanmoins nous préconisons son emploi pour toute production de grands plans focaux, et petits pas. La société SET propose cette option qui commence à être largement exploitée dans le domaine.

f. Formation des billes

Une fine couche d'indium (épaisseur $4.5\mu\text{m}$), déposée sur une matrice de plots métalliques réalisés sur un diélectrique (nitrure de silicium), se transforme instantanément en une matrice de billes si l'on élève la température à la température de fusion de l'Indium. Après fusion, le film se répartit par capillarité sur les surfaces métalliques (10 à $14\ \mu\text{m}^2$). Si le volume de métal initial est suffisant, il se forme des sphères sur chaque plot de la matrice. Cette opération exige l'utilisation de flux qui élimine l'oxyde d'indium formée instantanément après le dépôt d'indium (Paragraphe 2_f).

La **Figure 67** illustre l'obtention d'une matrice de bille d'indium avec une très bonne uniformité grâce à un meilleur contrôle de la qualité de dépôt d'indium et une meilleure maîtrise de la procédure de billage.

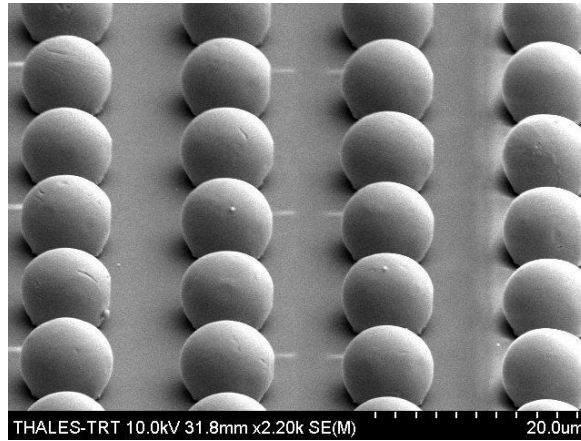


Figure 67 : Cliché MEB illustrant un réseau de billes d'indium.

3. Hybridation flip-chip

a. Importance du réglage et de la calibration de la machine FC150

Un des obstacles que nous avons rencontré pour mettre au point l'hybridation à petit pas, concerne l'homogénéité de la taille des microbilles sur toute la surface de la matrice. Cependant, grâce à notre procédure de billage nous avons pu éviter tout problème lié à ce phénomène, que je vous rappelle peut générer des courts circuits et des manques de connexion (Paragraphe 2-f). L'autre difficulté d'assemblage réside dans la précision de l'alignement et la reproductibilité de la machine FC150. En effet, avec une précision d'alignement de l'ordre de $2\ \mu\text{m}$, l'hybridation pour des pas inférieurs à $15\ \mu\text{m}$ devient une tâche particulièrement difficile à réaliser. Pour cela nous avons défini une procédure qui a rendu cette tâche d'hybridation des grands plans focaux et petits pas réalisable, en améliorant les performances de la machine d'hybridation.

L'objectif est de corriger le problème de parallélisme et d'anticiper le décalage mécanique induit par le déplacement du système mécanique de la machine FC150 pendant l'étape de refusion (bras et support substrat) de telle sorte que pendant cette étape les deux puces se retrouvent parfaitement superposées.

L'idée consiste à utiliser des puces en quartz, l'une à la place du circuit de lecture sur le chuck (support substrat) et l'autre à la place du circuit de détection sur le bras de refusion. Ces puces en quartz n'intègrent que des motifs sous forme de croix d'alignement qui peuvent être superposées pour assurer un bon alignement pendant l'étape d'assemblage. Deux étapes de correction sont réalisées : la première à température ambiante et la seconde à la même température définie auparavant pour réaliser les détecteurs. L'utilisation de ces puces en quartz permet :

- d'éviter les problèmes de dilatation thermique dus à l'assemblage hétérogène,

- la transparence, pour voir au travers et vérifier l'état des pixels directement après l'assemblage ; ces puces intègrent des croix d'alignement et des mires dédiées à cette opération (**Figure 68**, **Figure 69**).

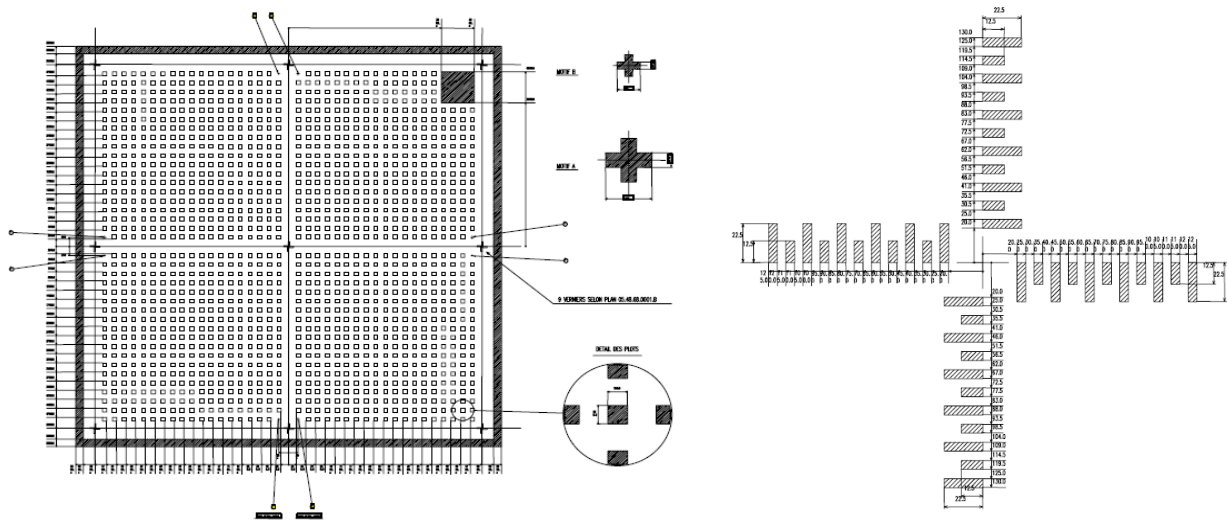


Figure 68 : Puce quartz et croix d'alignement

Après la calibration de la machine. On procède à une série de tests avant hybridation avec les puces en quartz.

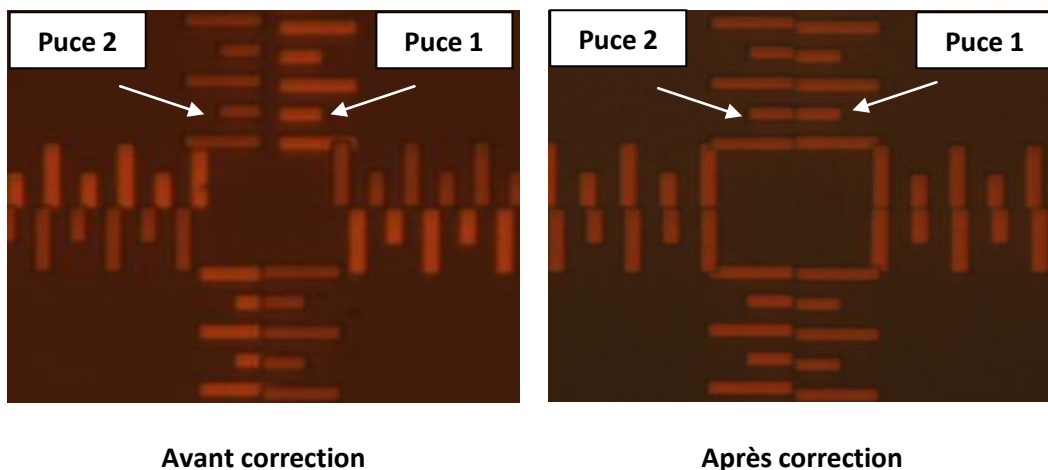


Figure 69 : Etat des mires de calibration des deux puces avant et après correction de la machine FC150.

Cette étape de réglage est généralement répétée plusieurs fois pour assurer une reproductibilité qui donne une meilleure qualité d'hybridation. Cette méthode nous a permis d'améliorer le taux de connexion des pixels comme nous allons le constater par la suite.

Un exemple qui reflète l'efficacité de cette méthode de calibration est représenté dans la **Figure 70**. Nous constatons que sans la calibration les plots d'interconnexion sont complètement en décalage par rapport aux billes d'indium (photo à gauche), en revanche avec la calibration nous avons réussi à

corriger ce décalage et ainsi à améliorer la qualité d'hybridation (et donc à augmenter le taux de connexion des pixels).

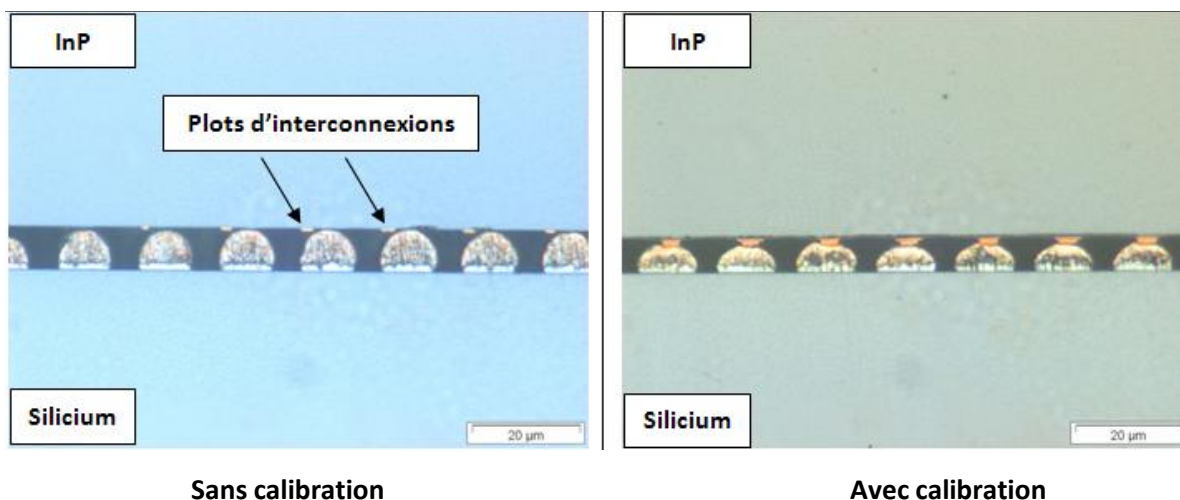


Figure 70 : L'effet de la calibration de la machine FC150 sur le taux de connexion des pixels (vues en coupe après micro section et polissage).

b. Les techniques d'hybridation par refusion

L'hybridation par refusion consiste à assembler une puce avec son substrat, en utilisant des microbilles d'Indium. Ces dernières fondent quand la température de l'ensemble (puce, substrat et bille d'indium) est au-dessus du point de fusion de l'indium (156°C). A cet effet, deux techniques différentes peuvent être utilisées : Brasage par refusion auto-alignement et Joint de brasage généré par la refusion (Joint Shaping solder reflow).

➤ Brasage par refusion auto-alignement

Cette technique consiste à aligner les deux composants à lier, puis braser par refusion en appliquant un cycle thermique (**Figure 71**). Les forces de tension de surface dues à la fusion des billes d'indium résultent d'une particularité de l'auto-alignement, lequel réduit la nécessité de précision du positionnement des puces. Dans ce cas de figure, l'alignement d'un tiers des plots d'interconnexion est en général suffisant.

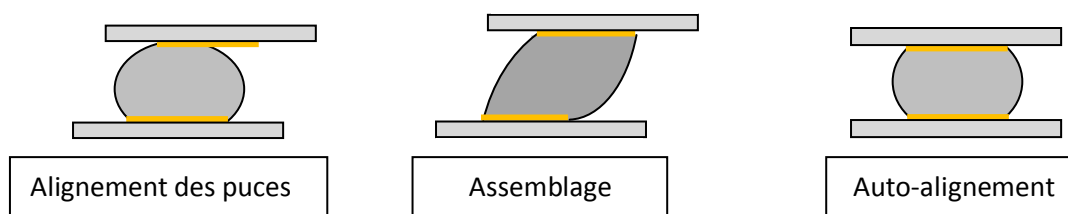


Figure 71 : Principe Brasage par refusion auto-alignement

Par conséquent, cette technique est moins adaptée pour nos travaux ou plutôt complémentaire à la technique de brasure par « joint shaping. Avec des plots d'interconnexion de quelques micromètres de diamètre (5 à 8 μm), nous sommes dans l'obligation d'appliquer une procédure d'alignement très stricte. Cette méthode a l'avantage de pouvoir améliorer la qualité de l'assemblage pendant l'étape de refusion et après la procédure d'hybridation. Si le test électrique sous pointes montre des zones non connectées, nous procédons dans ce cas à un recuit, à la même température du cycle thermique pendant quelques minutes dans une étuve, ce recuit permet d'évacuer les contraintes dues à l'étape de report et élimine en même temps les traces de flux qui peuvent éventuellement être un obstacle pour le test électrique. La **Figure 72** montre une zone des pixels non connectés après l'étape d'hybridation (points noirs). Un recuit à 180°C pendant quelques minutes nous a permis de reconnecter plus de 2700 de ces pixels.

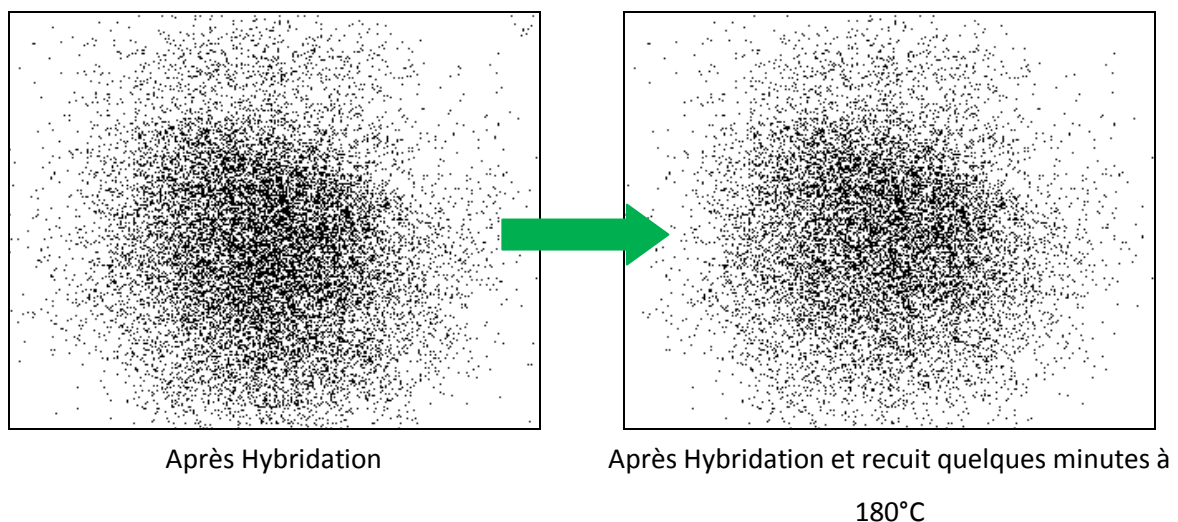


Figure 72 : L'effet de l'étape de recuit sur le taux de connexion des pixels, les points noirs correspondent à des pixels non connectés.

➤ **Joint de brasure généré par la refusion**

Par rapport à la première technique, le joint shaping dont le principe est illustré dans la **Figure 73** donne lieu à des brasures (billes indium) généralement cylindrique et étirées à l'issue de l'étape de solidification.

Après l'alignement des deux puces, et pendant l'étape de préchauffage, on applique un déplacement du bras de la machine FC150 selon l'axe Z. L'objectif consiste d'abord à connecter tous les pixels avec leurs plots d'interconnexion, y compris ceux qui ont une bille de taille plus petite, ensuite à avoir des billes étirées ce qui améliore la qualité de l'assemblage.

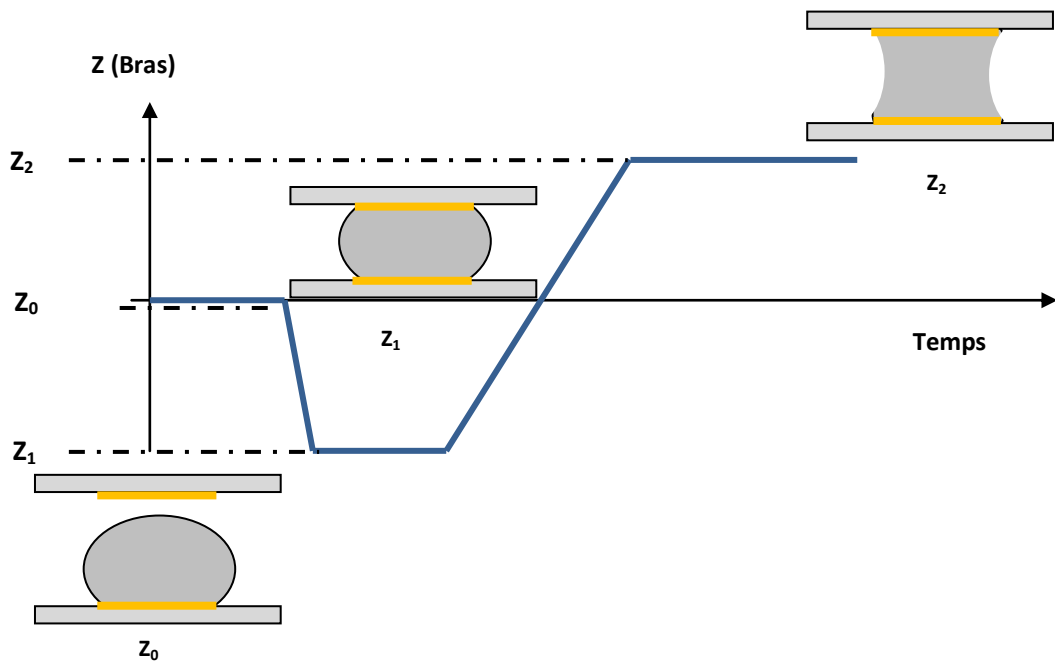


Figure 73 : Joint de brasure généré par la refusion (profil en Z)

Cette technique d'hybridation a été choisie pour hybrider le circuit de lecture et son détecteur pour le détecteur InGaAs Vis SWIR de format 640*512 pixels au pas de 15 μ m. Dans ce cas, il est nécessaire de contrôler précisément les six degrés de liberté pour positionner la puce par rapport au substrat (rotations (Rx, Ry et Rz) et translation Tx, Ty, et Tz)). Le contrôle des degrés de libertés est effectué à l'aide des puces en quartz (**Figure 68**).

c. Cycle thermique de refusion

Dans la partie caractérisations et critères d'une brasure, nous avons vu que le point de fusion est très important. Celui-ci doit être plus bas que celui des composants à assembler. La conséquence de ce bas point de fusion des brasures est une forte réactivité aux basses températures vis à vis des métaux précieux qui constituent les couches de métallisation de l'UBM. De ce fait, la formation de composés intermétalliques est observée à la température de fabrication des hybrides (**Figure 23**).

Il est donc nécessaire de connaître la nature des phases formées au cours de l'étape d'hybridation. Dans l'assemblage par brasure à chaud, il est très important de maîtriser le cycle thermique de refusion, défini comme la relation entre la température et la durée, ce profil est généralement constitué de trois phases : le préchauffage, la refusion et le refroidissement. La **Figure 74** présente le profil standard défini selon les normes JEDEC /IPC J-STD-020.

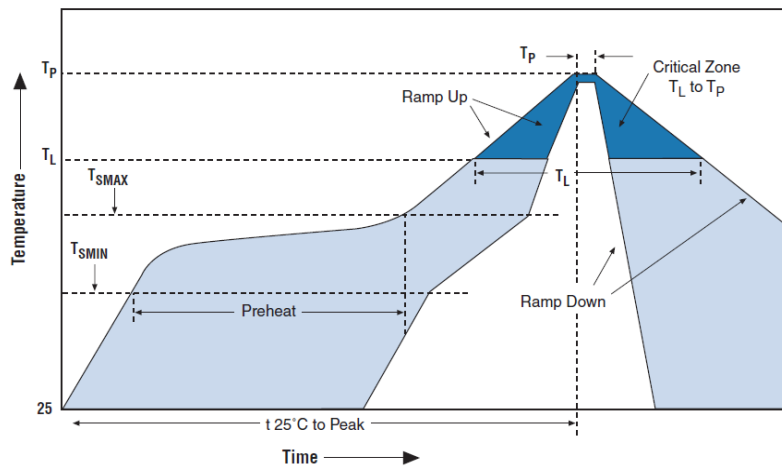


Figure 74 : Profil de refusion selon la norme JEDEC/IPC J-STD 020.

✓ **Le préchauffage : $80^{\circ}\text{C} \leq T \leq 100^{\circ}\text{C}$**

Cette étape consiste à chauffer les deux composants de façon régulière et lente, afin de diminuer les chocs thermiques engendrés par une dilatation trop rapide des matériaux. Elle contribue également à l'activation de l'agent tensioactif du flux. Cette étape demeure très critique car une évolution lente de la température risque de ne pas activer le flux qui élimine la couche d'oxyde; même constat avec un palier à température élevée, qui risque cette fois-ci d'évaporer le flux avant la phase de refusion. Le profil utilisé pour nos reports est d'une pente de 1 à 3°C/s, de l'ambiante jusqu'à la température de fusion de l'indium avec une rampe de 2 secondes sous forme d'un pseudo palier.

✓ **La refusion : $170^{\circ}\text{C} \leq T \leq 200^{\circ}\text{C}$**

Sert à répartir uniformément la chaleur sur toute la surface des composants et à dégazer les billes d'indium. Cette phase ne doit durer qu'un court instant. Une température de refusion excessive peut entraîner une importante déformation de l'hybride. Cette étape a pour but également d'activer le flux et d'éliminer les oxydes formés à haute température. La température de refusion est définie comme la température de fusion de l'indium dépassée de 15 à 50°C. La durée de cette étape doit être entre 30 à 40s pour avoir une bonne homogénéisation de la fusion et d'éliminer les traces de flux restantes pour former l'intermétallique or/In qui assurera un bon assemblage entre la puce et le substrat.

✓ **Refroidissement : $100^{\circ}\text{C} \geq T$**

Déterminante dans la procédure par brasure, elle se doit d'être plus rapide afin de former une structure à grain fin et éviter les brasures cassantes; on utilise une pente de 4°C/s.

d. Etude de cycle thermique

Comme cela a été expliqué dans la partie cycle thermique, celui-ci est défini comme la relation entre la durée et la température pour avoir un bon mouillage et un accrochage des billes d'indium sans polymérisation et carbonisation du flux. Dans l'objectif d'optimiser ce cycle, nous avons réalisé une étude paramétrique. Plusieurs cycles ont été testés, nos efforts se sont surtout concentrés sur les étapes de préchauffage et de chauffage. Parmi les paramètres qui ont guidé cette étude :

- Durée nécessaire de préchauffage : Eviter le choc thermique, ainsi que l'évaporation des solvants.
- Température d'activation du tensioactif.
- Refusion et enfin, une solidification rapide pour éviter d'obtenir des gros grains de brasure, néfastes pour les propriétés mécaniques.

De nombreux essais ont été réalisés afin de trouver le profil optimum. Nous présentons ici les résultats les plus significatifs.

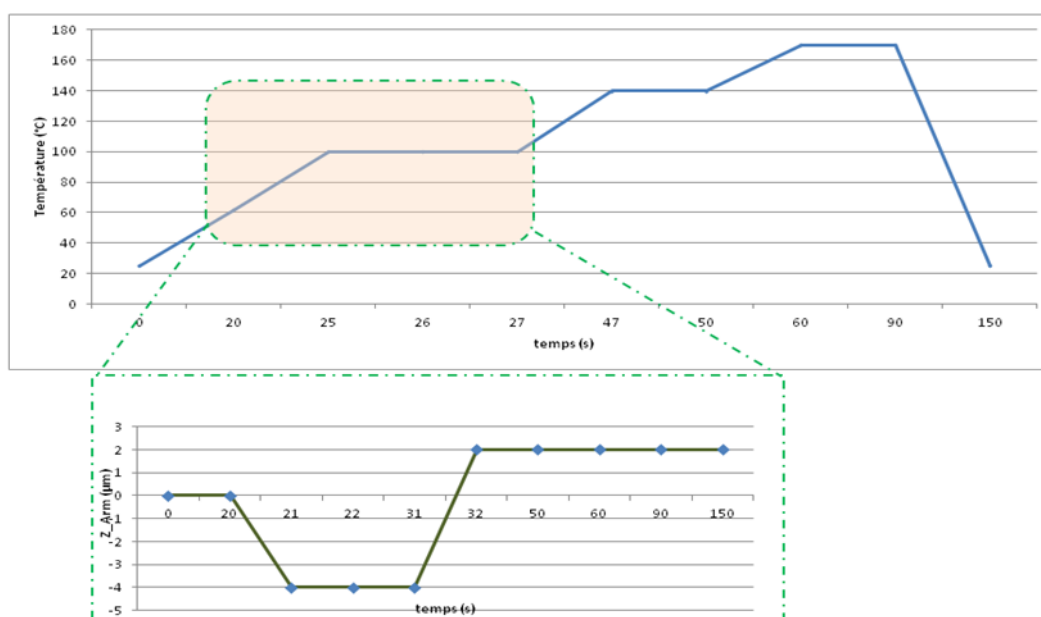
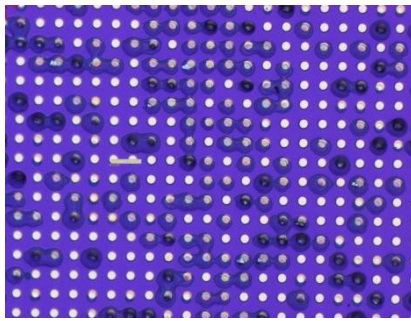


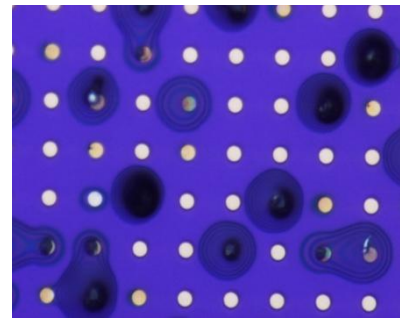
Figure 75 : Cycle thermique Incactus_A_1 avec le déplacement du bras de refusion en axe Z

Une série de quatre hybrides a été réalisée en appliquant le cycle thermique présenté sur la **Figure 75**. Les observations microscopiques de ces échantillons ont montré une mauvaise mouillabilité (**Figure 76**). Aucune trace d'indium n'a été observée sur la surface des plots cotés circuit de détection, en revanche, coté circuit de lecture, on remarque la déformation et la présence des traces d'indium par endroit sur les plots d'interconnexions, ce qui exclut l'hypothèse d'un mauvais alignement entre les composants à assembler. Ces résultats peuvent donc être expliqués, soit par l'évaporation de flux avant l'étape de refusion soit par la viscosité très faible du flux (on rappelle que sécher le flux en volatilisant

ses solvants tout en chauffant uniformément la puce fait augmenter la viscosité du flux). Avec une viscosité trop faible, le flux est chassé par la brasure en fusion et le mouillage devient insuffisant.



Plaque : Q49 CD_7µm_InP



Plaque : Q49 CD_5µm_InP

Figure 76 : Photos des circuits de détection après le test d'adhérence, plots d'interconnexion : 7µm (à gauche) et 5µm (à droite), CD (circuit de détection).

Dans cet autre cycle thermique **Figure 77**, nous avons diminué la durée de l'étape de préchauffage et celle du palier en augmentant celui de l'étape de chauffage, le profil en Z n'a été appliqué que durant les premières 20 secondes de cette étape de préchauffage comme montré dans cette figure. Les résultats sont représentés dans la **Figure 78**.

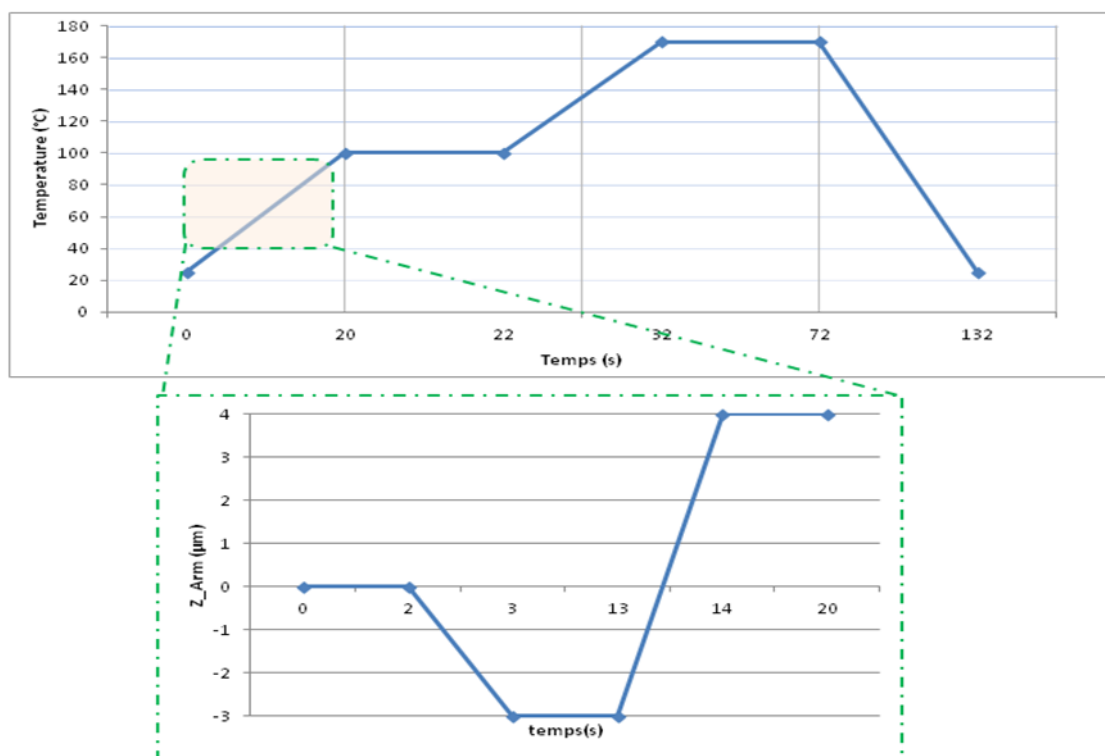


Figure 77 : Cycle thermique : Incactus_A_2 et le profil en Z.

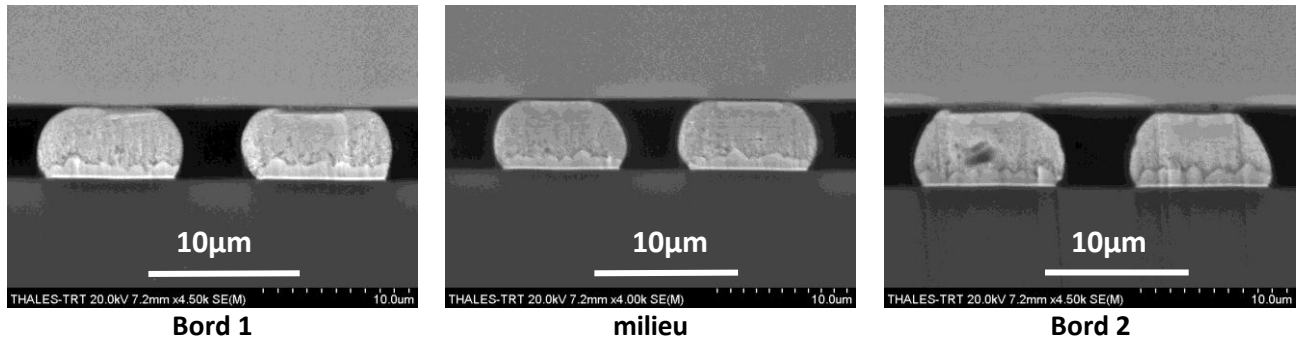


Figure 78 : Hybride Intense N°2

Sur le bord 2 de l'hybride N°2 on observe des billes légèrement étirées par rapport à celles du milieu et du bord 1. Au milieu et sur le bord gauche, on constate des billes d'allure homogène, avec un écrasement plus important au centre que sur le bord droit de l'hybride. En général la forme et l'écrasement des billes sont satisfaisants, les billes sont d'allure homogène.

La forme « trapézoïde » des billes aux bords droits, peut être expliquée par le mouvement du bras de refusion pendant l'étape de préchauffage. En effet, lors de cette étape le bras de reflow réalise un aller et retour comme représenté sur la **Figure 77**, ce qui correspond à un écrasement des billes de -3µm pendant quelques secondes avant de remonter au niveau +4 µm, (le niveau 0 correspond au niveau de contact entre les billes et le circuit de détection). Ce mouvement du bras a pour conséquence d'éviter une éventuelle inhomogénéité au niveau de la hauteur des billes, ainsi que d'augmenter le taux de connexion des pixels. Cependant, cette forme de bille est la conséquence d'un problème de parallélisme au niveau du bras de refusion, traduit par une différence de gap entre les deux bords de la structure hybride de 500 à 900 nm (**Figure 79**).

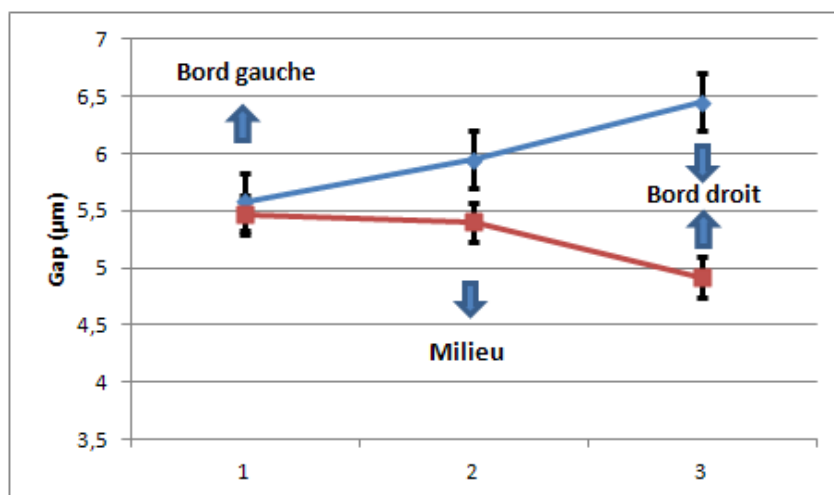


Figure 79 : L'évolution du gap entre le circuit de lecture et de détection, au milieu et aux bords de l'hybride.

Les résultats montrés dans la **Figure 80** viennent confirmer et valider l'adaptation de la procédure d'hybridation mise en place pour le pas de 15 μm , ainsi que la reproductibilité de celui-ci.

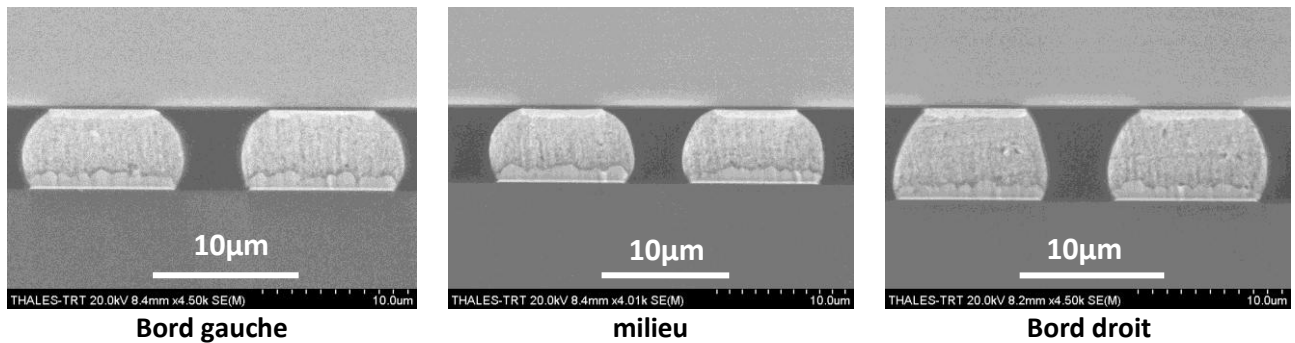


Figure 80 : Hybride 1_2

4. Nettoyage des hybrides

Après l'opération de brasage, la présence des résidus de flux à l'issue de l'étape d'hybridation s'avère très gênante dans le cas de composants pour lesquels de l'underfill est injecté entre les billes (ce dernier assure une bonne tenue mécanique du circuit de détection qui a été aminci pour atteindre une épaisseur de quelques microns). Le nettoyage systématique est fait pour enlever tous les résidus du flux qui a servi à améliorer le mouillage de la couche de brasure sur les plots d'interconnexions des composants, les graisses, les poussières. Le flux corrosif et laissé sur la puce risquerait de détériorer les joints de brasure de celle-ci; cela pourrait alors entraîner, dans le temps, un dysfonctionnement du composant infrarouge. Cette opération de nettoyage est rendue difficile à cause du faible gap entre les deux circuits et du pas.

Dans un premier temps, nous avons essayé un nettoyage avec un jet d'eau en utilisant un système de fixation adapté pour cet effet. Les clichés MEB de la **Figure 81** montrent une dégradation des billes d'indium situées principalement aux extrémités du composant après cette étape de nettoyage.

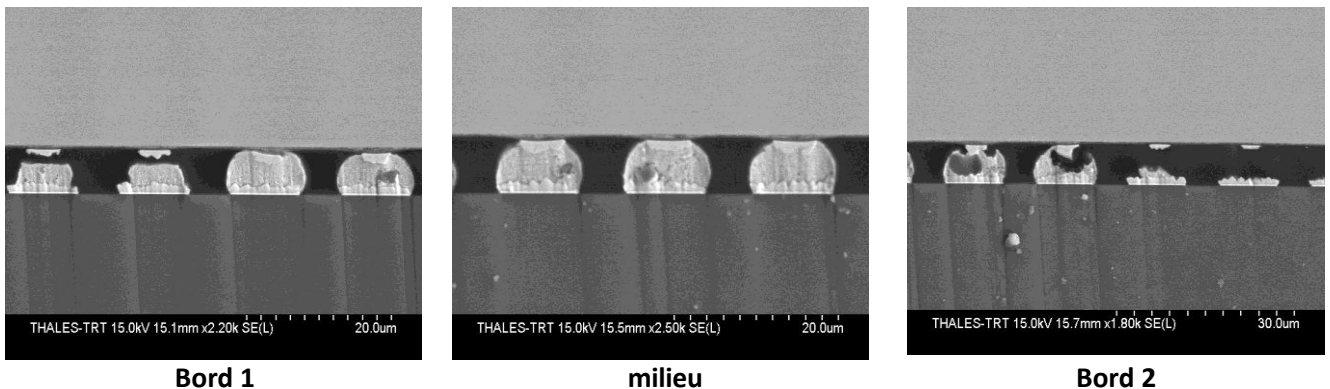


Figure 81 : CL_Q4, CD_Q54 : Pastille d'interconnexion : 7µm)

➤ **Méthode de nettoyage des hybrides :**

Un solvant occupe l'espace inter-billes par capillarité et est évacué par une opération de centrifugation, cette opération est répétée plusieurs fois pour assurer l'élimination des résidus de flux. Le cliché MEB de la **Figure 82** montre une vue en coupe d'un hybride qui permet d'observer l'état des connexions entre le circuit de lecture et le circuit de détection par l'intermédiaire des billes d'Indium après l'étape de nettoyage et underfill (voir partie 4). Sur ce cliché on ne constate aucune présence de résidus de flux, l'underfill a comblé tout espace libre entre les microbilles d'indium. Cette vue valide également le bon déroulement de la procédure d'hybridation au pas de 15µm.

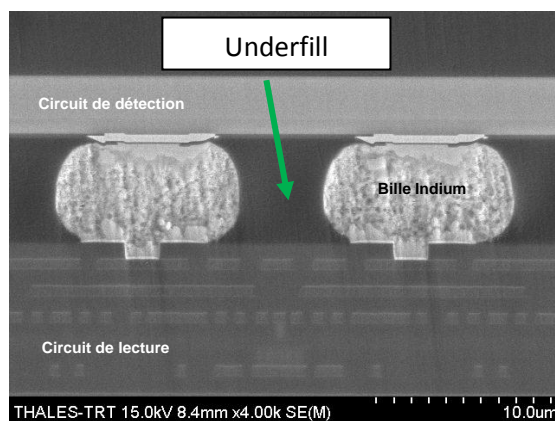


Figure 82 : Cliché MEB d'une micro-section d'un hybride Intense avec billes d'Indium au pas de 15µm.

5. Underfill

L'assemblage par "flip-chip" nécessite dans la plupart des cas, l'ajout d'une résine (underfill) à l'interface (gap) puce/support afin de protéger cette zone et de relaxer les contraintes thermomécaniques qui s'exercent à l'interface. La différence de coefficient d'expansion thermique entre le circuit de lecture en silicium (CTE Si=2.8 ppm/K) et le détecteur en InP ou GaAs (5 à 6ppm/K) induit une détérioration de la fiabilité de l'interconnexion comme cela a été démontré par les calculs numériques dans le chapitre 2. C'est pour minimiser cet effet qu'une résine époxy ou underfill a été introduite entre ces deux interfaces (**Figure 83**). L'underfill augmente la durée de vie de l'assemblage en diminuant les contraintes dues aux différences de température dans les billes.

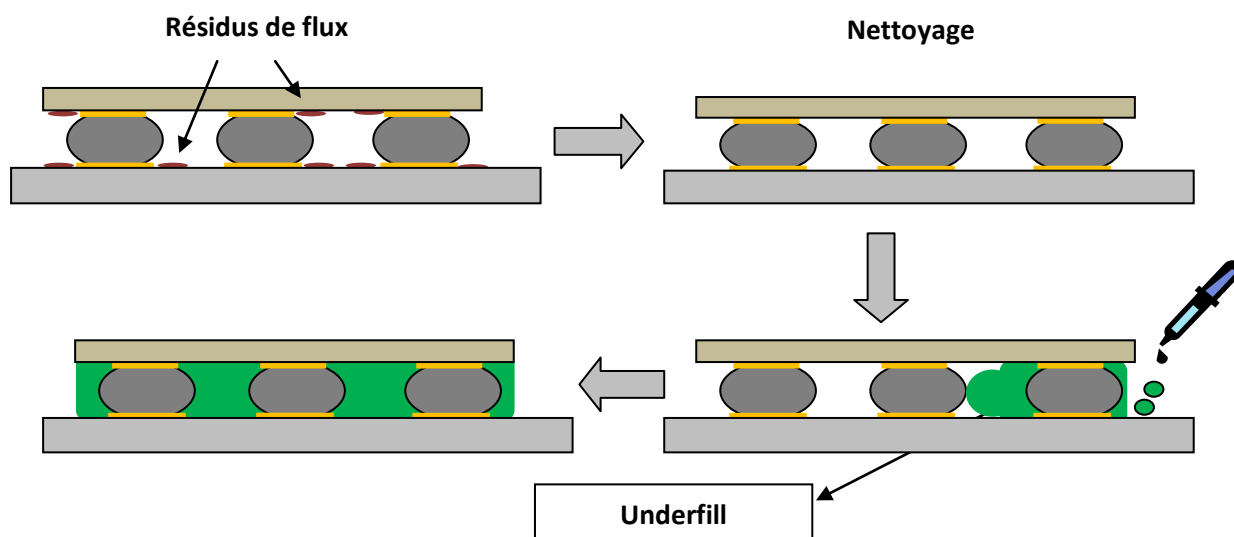


Figure 83 : Principe d'Underfill.

L'underfill est un matériau à base de polymère et d'adhésif. Dans le cas des détecteurs d'imagerie infrarouge ce produit est injecté par capillarité dans l'espace vide séparant la puce et le substrat. Ce matériau est caractérisé par la quantité de polymère avec ou sans charges (particules rigides appelées des « fillers » qui sont généralement des minéraux) entrant dans sa fabrication. Ces charges sont en général des grains de silice amorphe dédiés à la rigidification du polymère. Dans un hybride on utilise l'underfill principalement pour :

- Donner une meilleure résistance mécanique à l'assemblage vis-à-vis des chocs et des contraintes externes et protéger les connexions,
- Assurer une résistance à la formation de l'humidité interne en limitant la diffusion aux points sensibles à la corrosion,
- Réduire le risque de défaillance au niveau des billes de brasure par contrainte de cisaillement, et ainsi, augmenter la durée de vie du composant.

Cette encapsulation renforce la brasure, ce qui permet de diminuer les risques d'apparition de fissures, mais rend en même temps toute intervention ou réparation impossible en cas de problème.

Quelques caractéristiques de l'underfill utilisé au laboratoire [26], [27] (Tableau 14)

	Température (K)	295	250	200	150	100
Underfill	Module d'Young (GPa)	3.7	4.1	4.5	5.75	7
	Coefficient de poisson	0.358	0.365	0.349	0.334	0.350
	Contraintes max (MPa)	26	28	31	39	46
	CTE à 295 K	37 ppm/K				

Tableau 14 : caractéristiques de l'underfill utilisé au laboratoire [26], [27]

Mode de préparation de l'Underfill :

On procède à un mélange de deux produits avec :

- 65 % d'Epotek 301-2 Part A (105 g)
- 35 % d'Epotek 301-2 Part B (36.7 g)

Le mélange est ensuite déposé au bord de l'hybride comme montré à la **Figure 83**.

6. Préparation et caractérisation des échantillons

Deux techniques ont été choisies pour caractériser nos échantillons: le test de cisaillement ou d'adhérence et la micro-section. Dans un premier temps nous avons cherché à valider le cycle thermique le plus adapté pour le plan focal 640*512 au pas de 15µm, cela à été réalisé à travers le test d'adhérence entre le joint de brasure et les plots d'interconnexions. Nous avons mis en place un système mécanique de cisaillement, couramment utilisé pour évaluer la force de l'attachement des billes au substrat. Ce test est efficace, pratique et simple à mettre en œuvre. Il consiste à amener un outil contre le composant supérieur de la puce comme le montre la **Figure 84**. Deux cas de figures peuvent être observés :

- une rupture au niveau de l'interface Au/indium dont on peut observer et détecter (analyse EDX) des traces d'indium sur ces plots (**Figure 84 : A**), synonyme d'un assemblage validé.
- une rupture au niveau du plot métallique UBM avec l'absence de trace d'indium à la surface des plots d'interconnexion (**Figure 84 : B**), dans ce cas l'assemblage n'est pas validé.

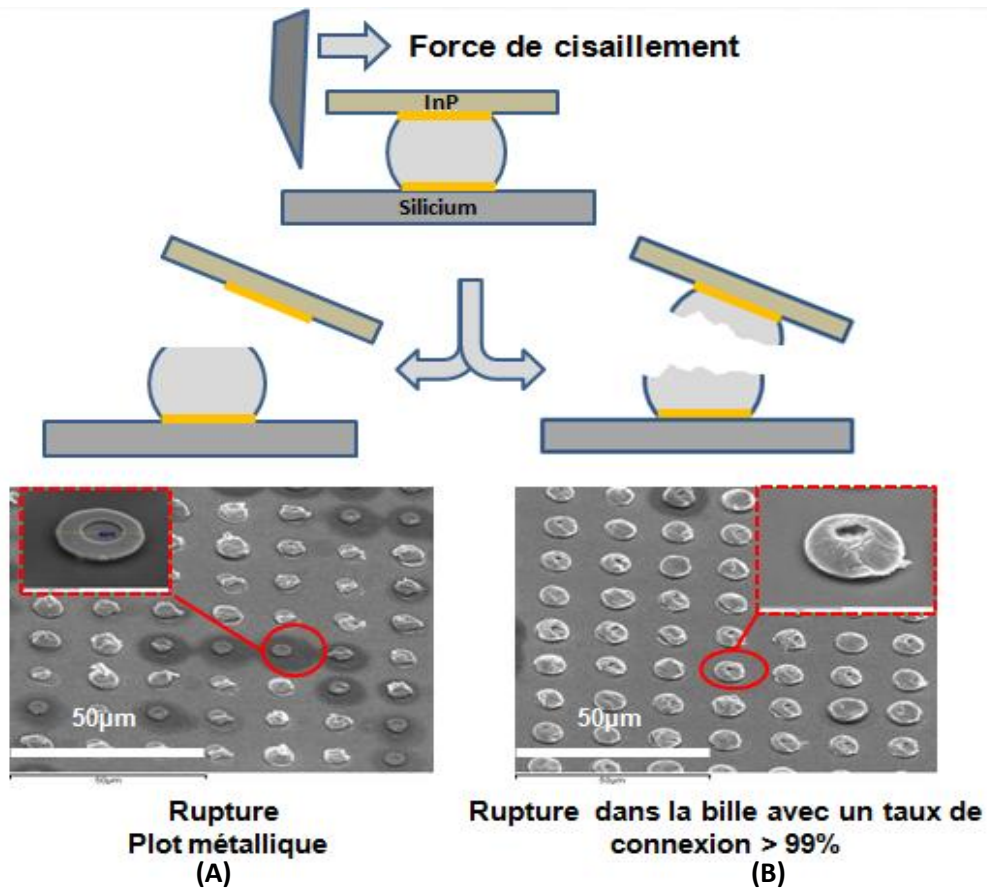


Figure 84 : Description de test de cisaillement

La seconde méthode consiste à réaliser une découpe à l'aide d'une scie à fil. L'échantillon est maintenu dans une résine (mélange de deux produits : 2 g d'EpoFix Hardener et 15 g d'EpoFix Resin) (**Figure 85**), il subit ensuite une série de polissage à l'aide des disques abrasifs de carbure de silicium de diamètres de grains de 30, 15, 5, 3 et 1 µm ou sur des disques spécifiques en utilisant un disque en verre avec des produits chimiques à base d'alumine de diamètres de grains variables également (12 et 9 µm).



Figure 85 : Illustration microscopique d'un hybride maintenu dans la résine pour des observations MEB en micro section.

La **Figure 86** représente le cycle de préparation et de caractérisation des échantillons après l'étape d'hybridation.

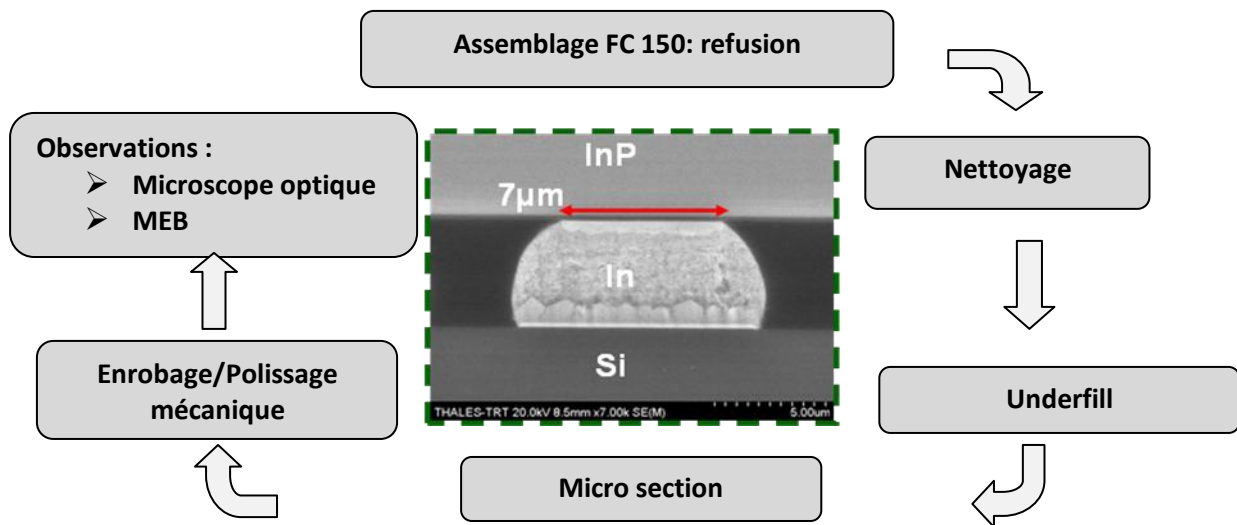


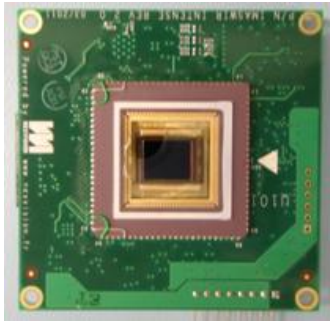
Figure 86 : Cycle de préparation et de caractérisation des hybrides.

Nous allons maintenant aborder l'étape de validation électrique. Les travaux de validation électrique ont été réalisés par le laboratoire Tests et caractérisations électroniques du III-V Lab en collaboration avec le laboratoire LETI à Grenoble. Après une brève introduction de quelques grandeurs physiques, nous allons vous présenter les performances électriques du de détecteur PEA Intense format 640*512 pixels au pas de 15 µm.

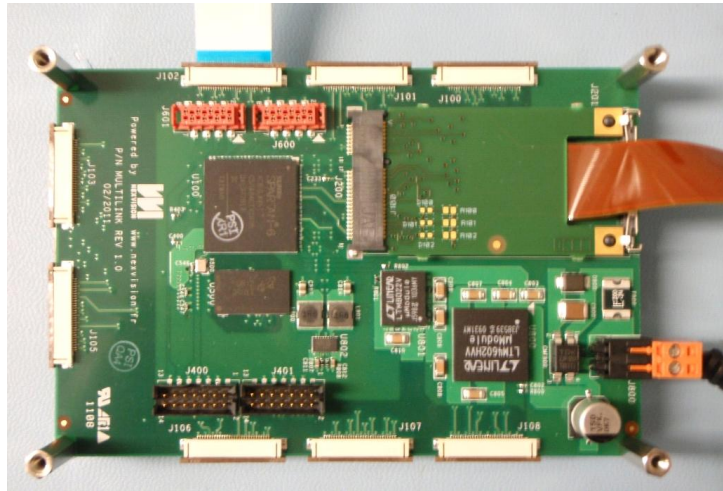
Cette opération a été réalisée à l'aide de la carte à pointes utilisée pour le tri des circuits. Le principe consiste à sélectionner et vérifier la fonctionnalité du composant infrarouge, une fois hybridé avec son circuit de lecture ROIC selon des spécifications fixées dans le cahier des charges (caractéristiques électro-optiques).

7. Validation électrique de la procédure hybridation en format TV

Une fois l'hybride packagé, il subit des tests avec l'électronique de proximité de Nexvision (**Figure 87**). Cette électronique se décompose en deux parties : une carte capteur et une carte multilink. La carte capteur contient les alimentations analogiques du circuit ainsi que les convertisseurs analogique-numérique. La carte multilink permet de générer les horloges du circuit, réalise les divers traitements d'images et permet le démultiplexage des données et l'interface vers l'utilisateur.



Carte capteur



Carte Multilink Nexvision

Figure 87 : Photos de l'électronique de proximité de Nexvision : carte capteur et carte multilink.

Il s'agit dans cette partie de mesurer le taux de connexion pixel à partir des cartographies de courant d'obscurité, à partir de ces cartographies, nous nous sommes intéressés principalement à trois paramètres :

➤ **Le taux de connexion pixel**

Le taux de connexion est caractérisé sur la cartographie du courant d'obscurité. Exprimé en pourcentage, correspond au nombre de pixels non connectés ou saturés sur le nombre total de pixels. On considère qu'un pixel est non connecté ou saturé si sa valeur est inférieure à 5% ou supérieure à 95% de la dynamique totale de l'image. Le **courant d'obscurité** est calculé par l'expression suivante :

$$I [A] = q[C] \times C_{\text{int}} [e] \times \frac{m[DL]}{D_{\text{sortie}}[DL] \times T_{\text{int}} [s]}$$

- I (A) : Courant (Ampère).
- q (C) : Charge électrique (Coulomb).
- T_{int} (s) : Temps d'intégration (seconde).
- D_{sortie} (DL) : Dynamique de sortie 16 bits.
- m (DL) : Moyenne de l'image à T_{int}.

➤ **Opérabilité pixels sous illumination uniforme**

Exprimée également en pourcentage, est une grandeur plus restrictive que le taux de connexion car elle exclut les pixels dont la valeur est en dehors de l'intervalle [moyenne-3σ ; moyenne+3σ] (σ est l'écart type). L'**opérabilité pixel** est calculée de la manière suivante :

$$Op[\%] = 100 \times \left(1 - \frac{N_{\text{pixels saturés}} + N_{\text{pixels nc}}}{N_{\text{pixels total}}} \right)$$

Critère pour les pixels morts : tous les pixels ayant un niveau de sortie supérieur à $3x \sigma_{\text{spatial}}$ de la valeur moyenne (Sat : saturés) ou inférieur à $3x \sigma_{\text{spatial}}$ de la valeur moyenne (NC : Non connectés)

Op (%) : Opérabilité pixels en %

N_{pixels saturés} : Nombre de pixels dont la valeur de sortie est supérieure à 30 % de la valeur moyenne.

N_{pixels nc} : Nombre de pixels dont la valeur de sortie est inférieure à 30 % de la valeur moyenne.

N_{pixels total} : Nombre total de pixels (640*512).

Les valeurs statistiques moyenne et écart type seront calculées en écartant les pixels aberrants c'est-à-dire à que l'on prend uniquement en compte les pixels dont le niveau moyen est compris entre +/-80% de la moyenne soit [1638 ; 14746] à mi-dynamique.

➤ **L'efficacité quantique**

Les mesures d'efficacité quantique sont faites avec un monochromateur IHR320 (**Figure 88**). Le monochromateur contient deux réseaux de diffraction qui permettent d'adresser une gamme de longueurs d'onde de 300nm à 2000nm. La sortie du monochromateur est couplée à une sphère intégratrice qui illumine le détecteur à tester de manière uniforme. Cet éclairage uniforme nous permet également de faire des cartographies de réponse.

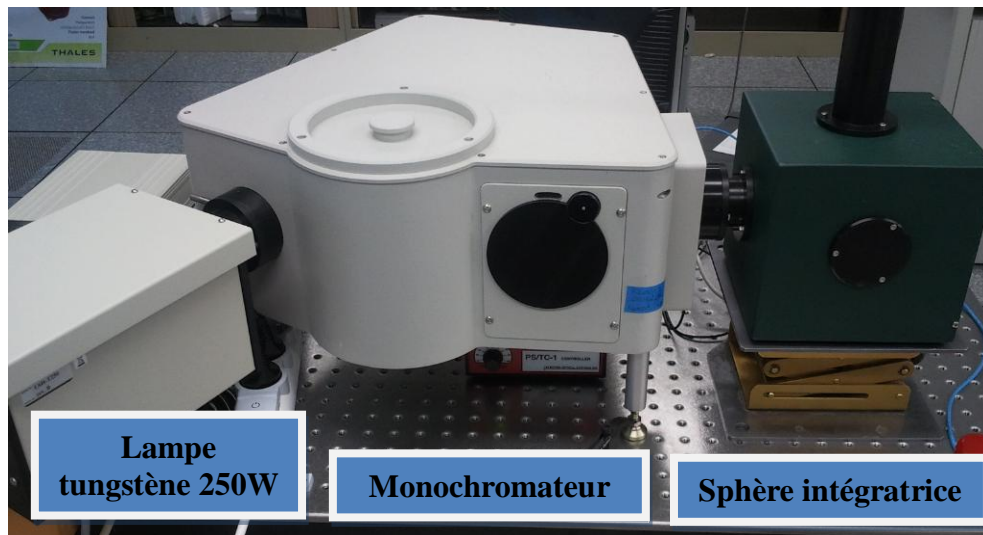


Figure 88 : Système de mesure d'efficacité quantique au III-V Lab.

L'efficacité quantique (EQ) est mesurée pour plusieurs longueurs d'onde de 400nm à 1800nm par pas de 100nm avec une résolution spectrale de 20nm. Le nombre de photons reçus sur le composant testé en fonction de la longueur d'onde est mesuré à l'aide du capteur calibré du monochromateur.

$$EQ[\%] = \frac{nb_e[e/s]}{nb_ph[e/s]} = \frac{m[DL] \times C_{int}[e]}{T_{int}[s]} \quad \begin{array}{l} EQ(\%) : \text{ Efficacité quantique} \\ Nb_e(e/s) : \text{ Nombre d'électrons générés.} \\ Nb_ph(e/s) : \text{ Nombre de photons reçus.} \end{array}$$

8. Résultats des caractérisations électriques

Après les étapes d'hybridation et de traitement antireflet, les hybrides fonctionnels ont été montés en module puis soudés sur des cartes capteur Nexvision. Les mesures ont été réalisées dans les conditions suivantes :

- V_BLOOMING = 0,9V
- V_DIODE = 2,4V soit 0,1V de ddp sur la photodiode
- High Gain
- Mode CDS on
- 60Hz
- $T_{int} = 16,168\text{ms}$

Les modules testés sont : Hybride N°026, N°027, et N°033

Les cartographies sont affichées en niveau de gris seuillées à $\pm 3 \sigma_{\text{spatial}}$.

La colorisation des pixels défectueux :

rouge : zone centrale/4 160x128 centrée

vert : zone centrale/2 320x256 centrée (sans la zone1)

bleu : reste de l'image 640x512 (sans zone1, zone2)

a. Courant d'obscurité

Les résultats des mesures de courant d'obscurité en fonction de la température pour les trois modules testés sont illustrés dans la **Figure 89**.

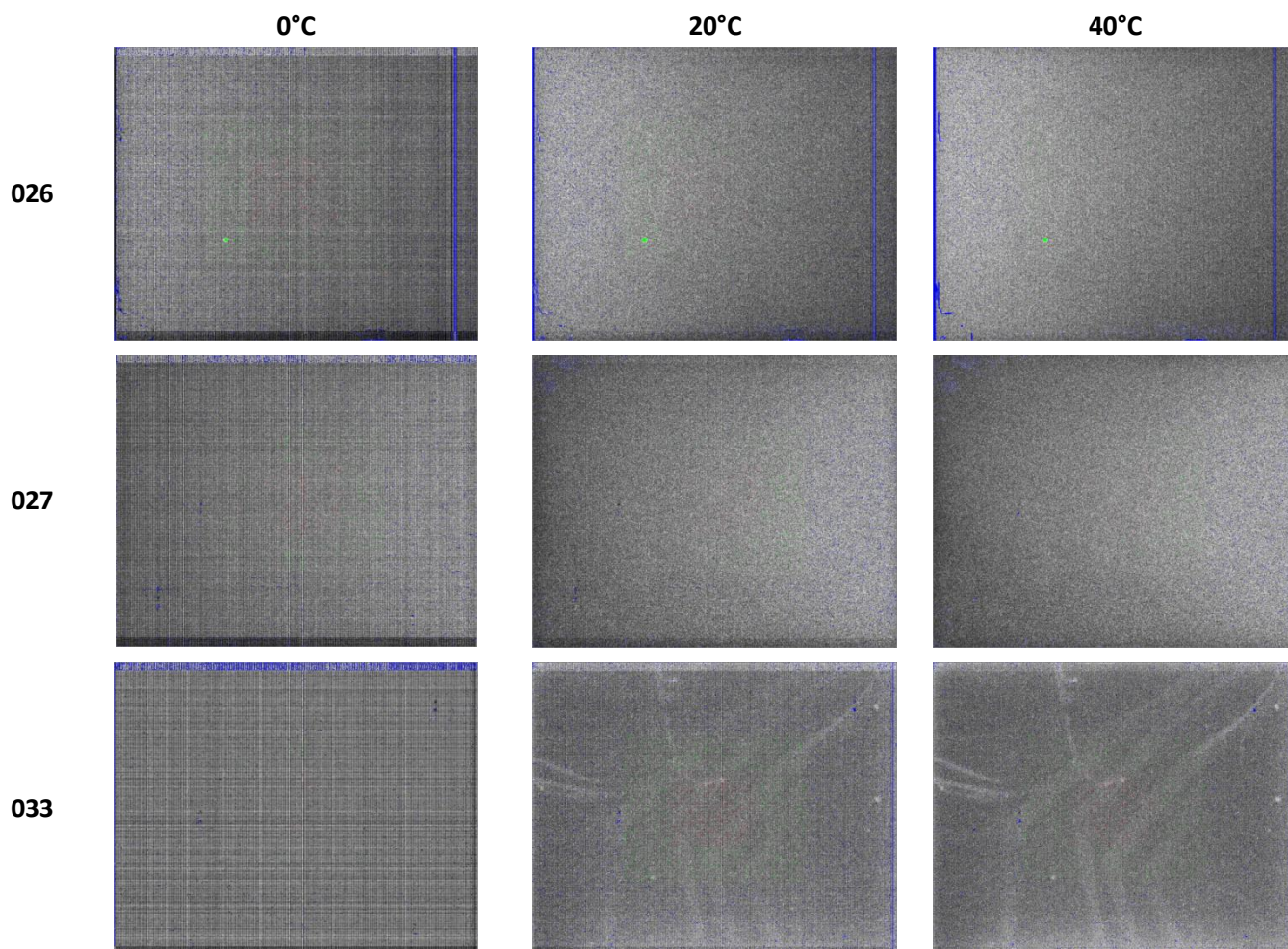


Figure 89 : Cartographies de courant d'obscurité en fonction de la température.

Les résultats de niveau de courant d'obscurité calculés à partir de ces cartographies de courant d'obscurité sont présentés dans le **Tableau 15**.

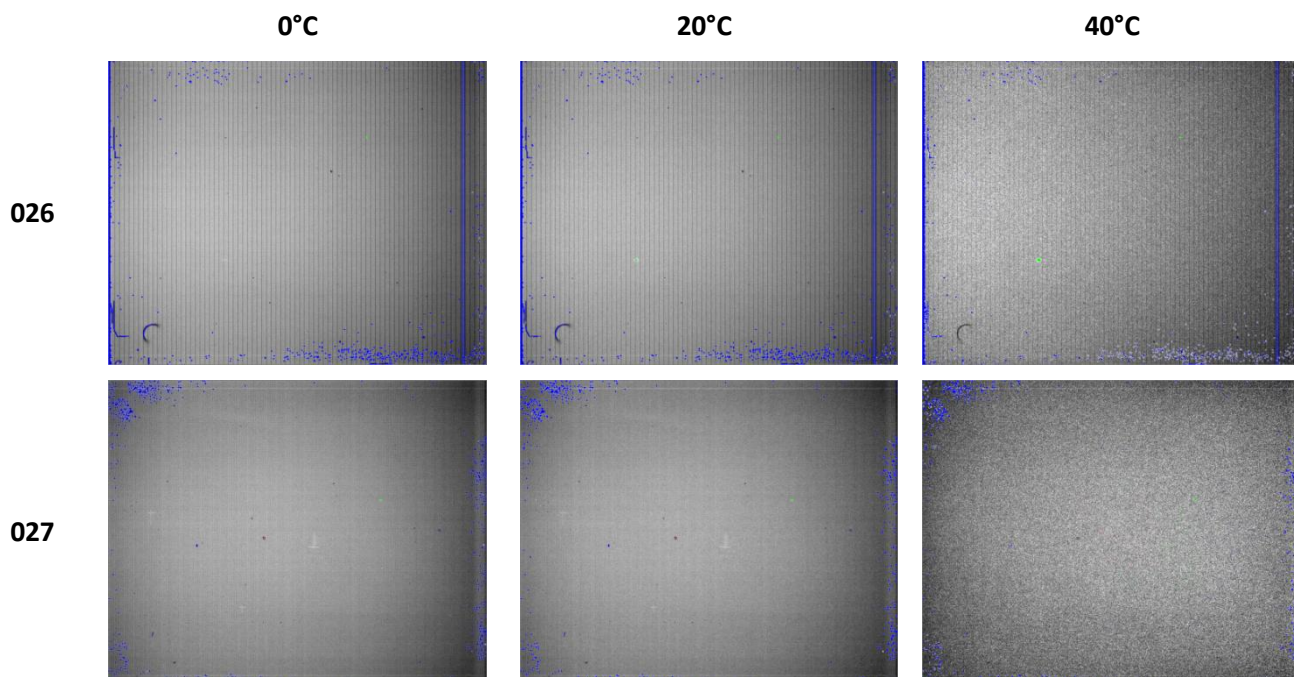
<i>Courant d'obscurité (fA)</i>	<i>0°C</i>	<i>20°C</i>	<i>40°C</i>
Engagement	-	$\leq 50\text{nA/cm}^2$ $\leq 112\text{fA}$	-
<i>Intense 26</i>	$0,66\text{ nA/cm}^2$ $1,5\text{fA}$	$18,6\text{ nA/cm}^2$ 42fA	$55,5\text{ nA/cm}^2$ 125fA
<i>Intense 27</i>	$0,75\text{ nA/cm}^2$ $1,7\text{fA}$	$25,3\text{ nA/cm}^2$ 57fA	$65,7\text{ nA/cm}^2$ 148fA
<i>Intense 33</i>	$0,31\text{ nA/cm}^2$ $0,71\text{fA}$	$4,9\text{ nA/cm}^2$ 11fA	$13,3\text{ nA/cm}^2$ 30fA

Tableau 15 : Résultats Courant d'obscurité en (fA) à -0.1V

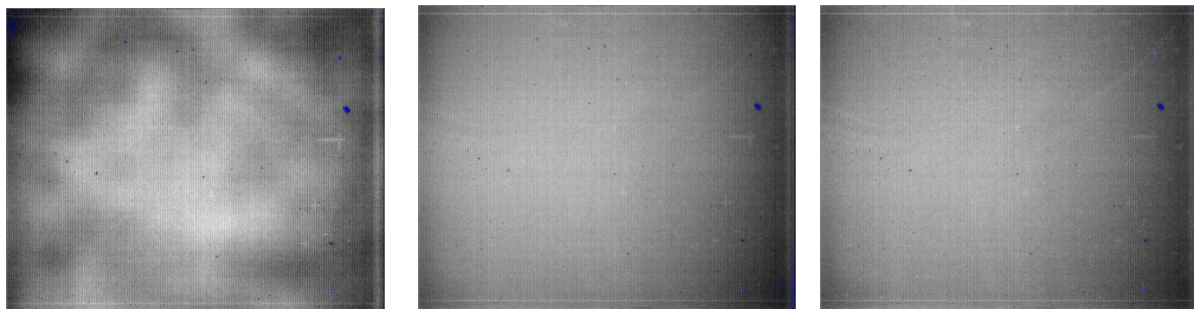
Par rapport aux engagements fixés dans le cahier de charge, nous constatons que les performances en termes de niveau de courant d'obscurité sont validées pour les modules réalisés.

b. Réponse sous illumination

Les résultats des mesures de réponse sous illumination uniforme en fonction de la température pour ces modules sont présentés dans la **Figure 90**.



033



Les marbrures viennent d'un gradient de température lié aux conditions de mesure (problème de pâte thermique)

Figure 90 : Cartographies de réponse sous illumination en fonction de la température.

Les résultats d'opérabilité pixel calculés à partir de ces cartographies de réponse sous illumination sont présentés dans le **Tableau 16**.

Opérabilité pixel (%)	0°C	20°C	40°C
Engagement	-	≥ 98,5%	-
Intense 26	98,8	99,4	98,6
Intense 27	99,2	99,2	99,2
Intense 33	99,9	99,8	99,8

Tableau 16 : Résultats Opérabilité pixel en (%)

On constate également que les résultats de l'opérabilité pixel atteignent largement les engagements fixés pour cette étude.

c. Efficacité quantique et réponse spectrale

Le résultat des mesures d'efficacité quantique en fonction de la longueur d'onde est présenté sur le graphe de la **Figure 91**.

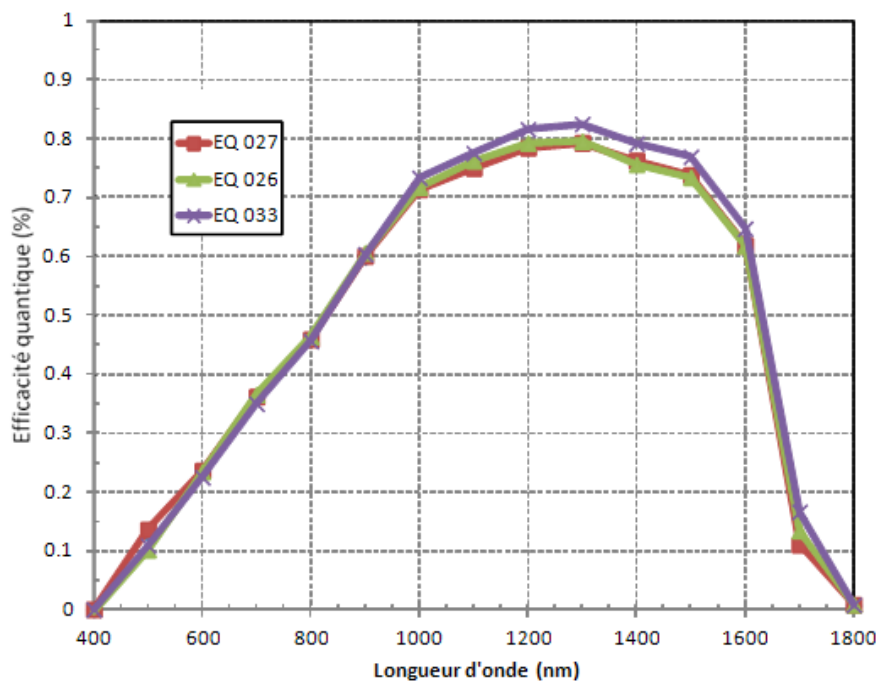


Figure 91 : Efficacité quantique (%) en fonction de la longueur d'onde.

Le **Tableau 17** récapitule les valeurs cibles des longueurs d'onde fixées dans le cahier de charge.

<i>Efficacité quantique (%)</i>	<i>500nm</i>	<i>700nm</i>	<i>900-1500nm</i>
Engagement	10%	35%	70%
<i>Intense 26</i>	10%	37%	74%
<i>Intense 27</i>	14%	36%	73%
<i>Intense 33</i>	11%	35%	76%

Tableau 17 : Résultats Efficacité quantique en (%)

d. Conclusion

Le tableau suivant récapitule l'ensemble des performances mesurées à 20°C sur les trois modules et les compare aux engagements fixés dans le cadre de cette étude.

<i>Caractéristique</i>	<i>Engagements</i>	<i>Intense 26</i>	<i>Intense 27</i>	<i>Intense 33</i>
<i>Courant d'obscurité</i>	$\leq 50\text{nA/cm}^2 ; 112\text{fA}$	$18,6 \text{ nA/cm}^2 ; 42\text{fA}$	$25,3 \text{ nA/cm}^2 ; 57\text{fA}$	$4,8 \text{ nA/cm}^2 ; 11\text{fA}$
<i>Opérabilité</i>	$\geq 98.5\%$	99,4	99,2	99,8
<i>Bruit (e-)</i>	-	121	135	108
<i>EQ @500nm</i>	10%	10%	14%	11%
<i>EQ @700nm</i>	35%	37%	36%	35%
<i>EQ [900nm-1500nm]</i>	70%	74%	73%	76%

Tableau 18 : Bilan des performances électriques des hybrides « Intense » format 640*512 pixels au pas de 15 μm .

Les modules réalisés répondent aux spécifications de l'étude. Pour l'ensemble de ces hybrides, le taux de connexion entre le circuit de lecture et le circuit de détection est compris entre à 99,70% et 100 % ce qui valide électriquement la procédure d'hybridation au pas de 15 μm .

IV. Hybridation d'un détecteur de 1280*1024 pixels au pas de 10µm

Dans cette partie du manuscrit, nous avons cherché à vérifier les limites de notre procédé technologique mis en place pour l'hybridation au pas de 15µm pour un plan focal plus grand. L'objectif est d'hybrider un détecteur de format 1280*1024 pixels au pas de 10µm.

1. Réalisation du circuit de lecture et de détection d'un plan focal 1280*1024 pixels au pas de 10 µm

Dans cet exercice, la difficulté a d'abord été de pouvoir adapter la taille des billes d'indium (du pixel) au pas de la matrice (10µm). Comme pour l'étude précédente, nous avons réalisé un jeu de masque photolithographie avec les niveaux d'interconnexion et le niveau indium (**Figure 92**).

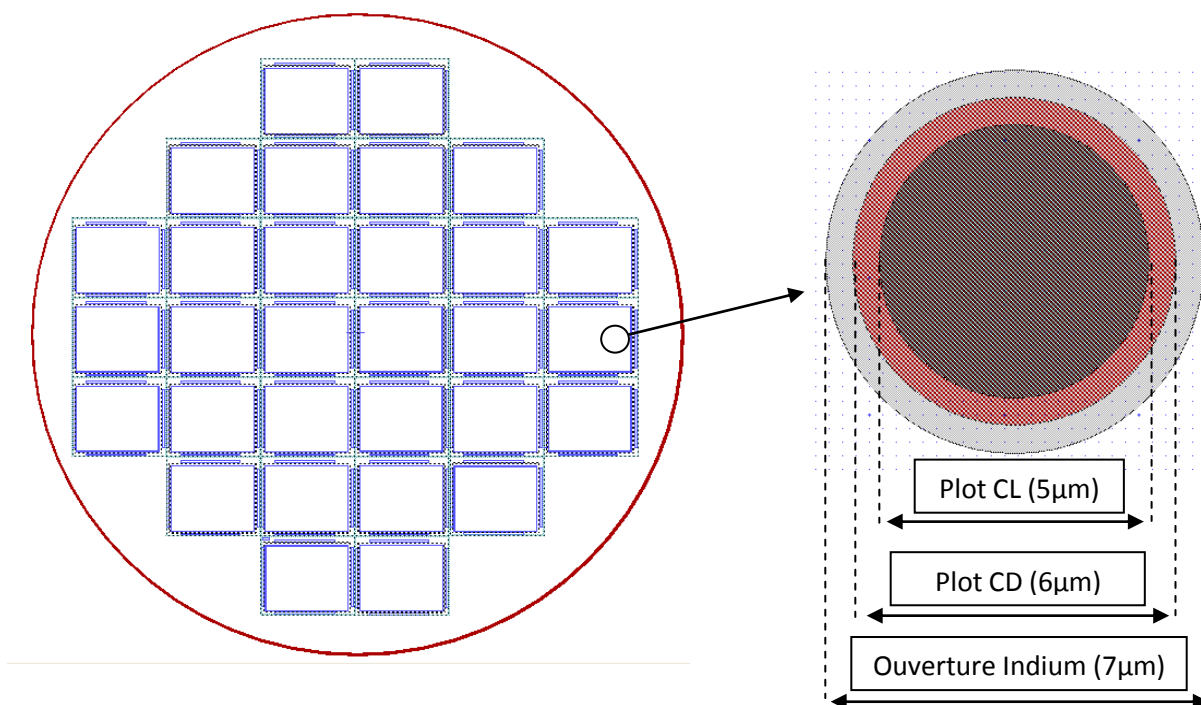


Figure 92 : Photo du jeu de masque Elan IV (à gauche), représentation des trois niveaux de ce jeu de masque (plot du circuit de lecture CL, plot de circuit de détection et le niveau ouverture indium).

La **Figure 93** montre deux clichés MEB de la réalisation du niveau plots d'interconnexion sur le circuit de détection (InP) et les deux niveaux, plots d'interconnexions et le niveau Indium sur le circuit de lecture (Silicium), Sur ces clichés MEB, on observe des billes d'indium avec une taille qui ne dépasse pas les 5 µm.

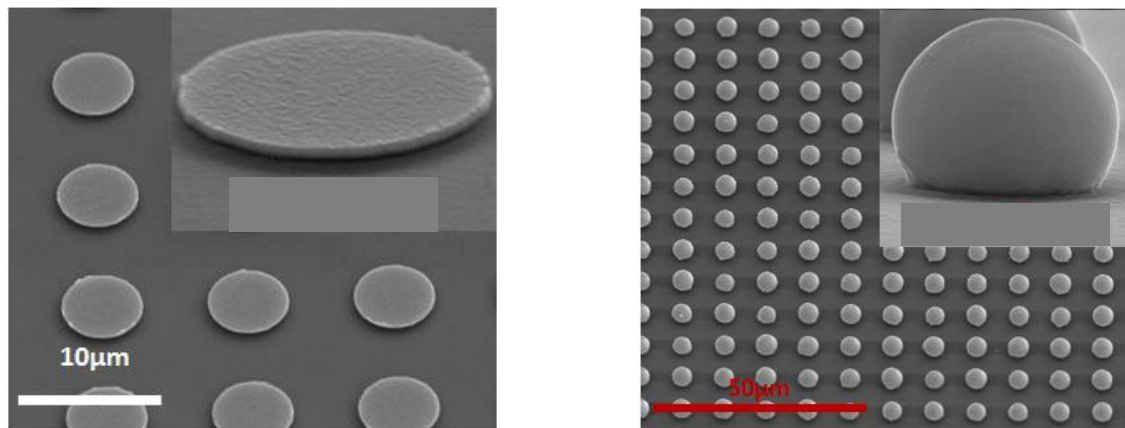


Figure 93 : Clichés MEB des deux composants nécessaires à l'étape d'hybridation : le circuit de lecture en Silicium avec des billes d'indium (à droite) et le circuit de détection en InP (à gauche) pour un plan focal 1280*1024 pixels au pas de 10 µm.

2. Essais d'hybridation au pas de 10µm

Pour les essais d'hybridation, nous avons appliqué un cycle thermique en respectant les critères et les conditions qui ont été mises en place précédemment.

Nous avons dans un premier temps validé notre procédure par des essais de cisaillement (voir III-6). La **Figure 94** montre un exemple d'hybride après l'essai d'arrachement. On constate une rupture au niveau de l'interface Au/Indium avec la présence de l'Indium sur toutes les pastilles d'interconnexion côté circuit de détection. Pour rappel, les billes d'indium ont été réalisées seulement sur la partie du circuit de lecture.

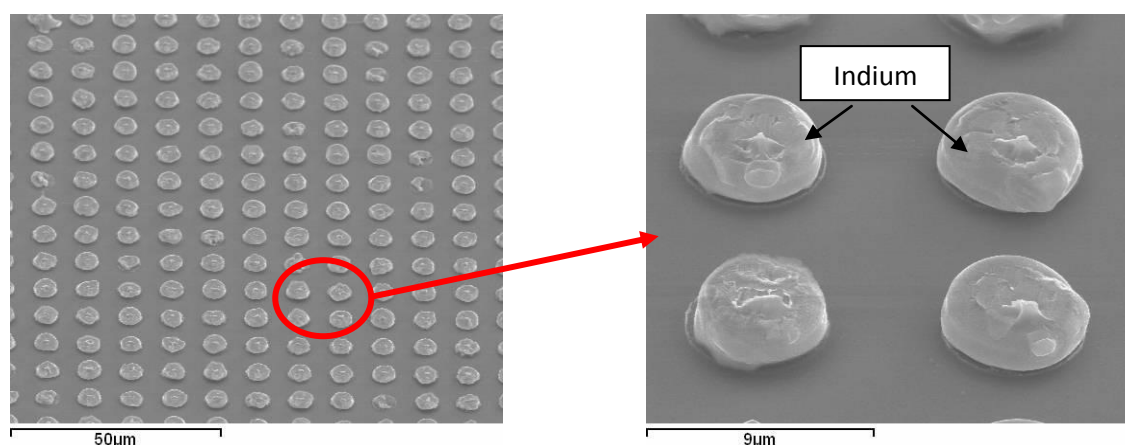


Figure 94 : Clichés MEB montrant la présence de l'indium sur le circuit de détection après le test de cisaillement.

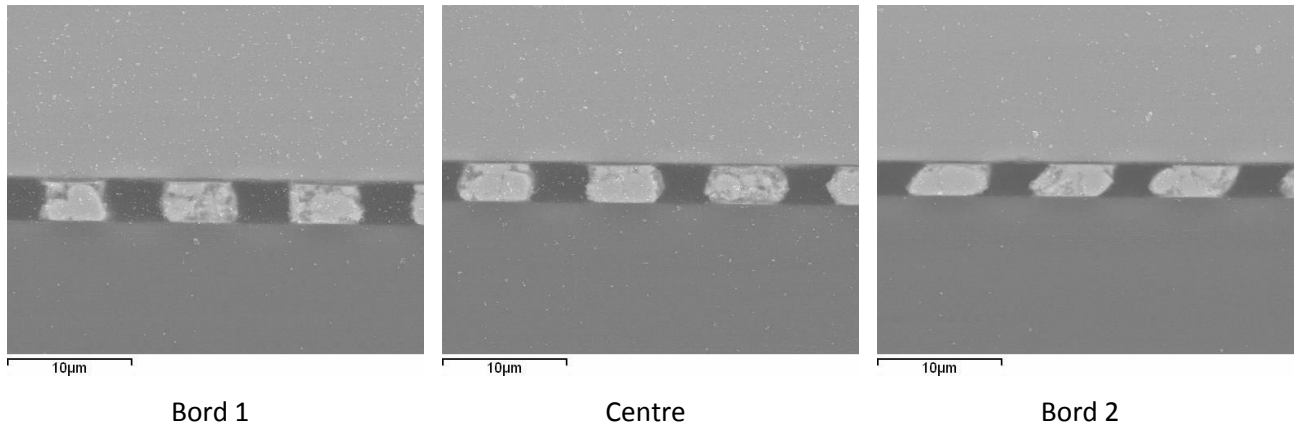


Figure 95 : Clichés MEB illustrant l'état des billes d'indium (pixels) après l'étape d'hybridation des deux composants InP (circuit de détection) et Silicium (circuit de lecture) au centre et aux bords de l'hybride.

Les illustrations MEB de la Figure 95 montrent deux zones différentes. Au centre et sur le bord 1 on constate des billes d'indium sans déformation avec un taux d'écrasement constant sur toute cette zone du composant (gap constant de 4 µm). Sur le bord 2 les billes sont plus déformées, avec un taux d'écrasement plus important que la zone du centre et du bord 1, le gap mesure 3.3 µm. sur ces images MEB on constate également l'augmentation de l'épaisseur de la couche intermétallique In2Au par rapport à l'hybridation au pas de 15 µm. Cette couche qui assure la liaison mécanique nécessaire à la rigidité de l'assemblage risque de nuire à la tenue mécanique des joints de brasage, son épaisseur doit être maîtrisée par un cycle thermique adapté.

Ces premiers essais d'hybridation au pas de 10 µm avec un plan focal de 1280*1024 pixels, prouvent que notre procédé d'hybridation développé dans le cadre de l'hybridation au pas de 15 µm, peut être appliqué également pour l'hybridation au pas de 10µm. Cependant, les difficultés liées aux procédures de nettoyage des hybrides ainsi que l'étape d'underfill risquent d'être beaucoup plus compliqués avec un gap très réduit (5µm). La **Figure 96** montre l'absence de l'Underfill par endroit. Ce manque de résine d'époxy est dû à la présence des résidus de flux malgré le nettoyage.

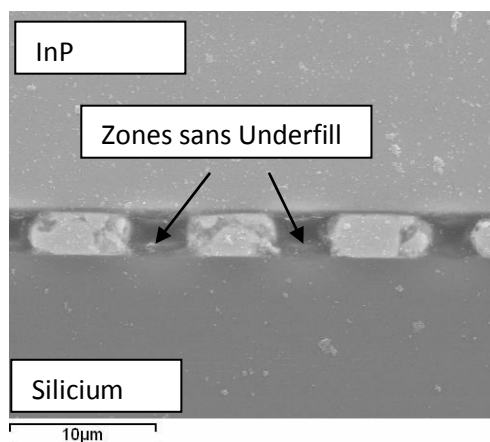


Figure 96 : Illustration d'une vue en micro section d'un hybride montre une zone des pixels sans Underfill.

CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différentes étapes technologiques de réalisation des détecteurs d'imagerie infrarouge InGaAs. Nous avons ensuite détaillé les procédés de réalisation des matrices de billes d'indium au pas de 15 μ m.

Dans ce procédé de fabrication qui a été réalisé, certaines étapes ont nécessité une mise au point plus approfondie :

- La maîtrise de la procédure technologique « Lift off-casquette » pour une matrice plus dense, procédure qui consiste à fabriquer des micro-billes d'indium en évitant les courts circuits par la présence de murs de PMMA après l'étape de billage.
- Le dépôt de l'indium par évaporation à basse température a permis le dépôt d'une couche d'indium à grains fins et la réalisation des microbilles d'indium de taille homogène.

L'hybridation au pas de 15 μ m a été établie grâce à la mise au point d'étapes technologiques clés telles que l'influence des dimensions des plots d'interconnexion sur le profil et la taille des billes d'indium, la maîtrise du mode de fonctionnement de la machine d'assemblage FC150. Nous avons également étudié et défini un profil thermique pour la refusion des billes adapté à ce format de plan focal, qui demeure un point critique dans le domaine de la brasure en microélectronique. Cette étape a nécessité plusieurs essais pour déterminer la durée et la température optimale de chaque palier du profil thermique, que ce soit pendant le préchauffage, la refusion ou la solidification. Cette étude nous a permis de conclure qu'une température de palier entre 30 et 100°C pendant le préchauffage et de 100°C à 180°C pour l'étape de refusion, avec un palier de 30 à 40 secondes, permet d'activer le flux, d'éviter l'évaporation de celui-ci, d'éliminer la couche d'oxyde d'indium et d'améliorer la qualité de l'assemblage. L'étape de solidification reste quant à elle, une étape critique car c'est pendant celle-ci qu'on génère des contraintes dues à l'étape de fabrication. Nous avons opté dans cette étude pour une solidification ou refroidissement rapide avec une vitesse de 4°C/s. Ce profil thermique a été validé dans un premier temps par les tests d'adhérence. Les micro-sections ont montré une structure hybride quasi-parfaite. Des tests électriques réalisés en collaboration entre le III-V Lab, CEA-LETI et Nexvision, ont validé la procédure d'hybridation. Les caractérisations photo-électriques répondent largement aux spécifications du cahier des charges défini dans cette étude et établissent aujourd'hui l'état de l'art.

Au cours de cette étude, nous avons mis en place également un système spécifique, permettant le nettoyage des hybrides de grands plans focaux et petits pas, étape essentielle pour le bon déroulement et le bon fonctionnement de ces composants. En effet, cette étape de nettoyage permet d'éliminer les résidus de flux utilisé pour supprimer la couche d'oxyde d'indium formée à haute température après l'étape de billage. Cette étape facilite la propagation de la résine époxy entre les pixels (bille d'indium) et donc assure une protection thermomécanique.

Ce savoir-faire a été appliqué par la suite pour réaliser l'hybridation d'un format plus grand 1280*1024 pixels au pas de 10 μm . Les premiers résultats encourageants montrés dans ce chapitre, donnent espoir pour la faisabilité de l'assemblage par refusion malgré les verrous technologiques (étape de nettoyage et Underfill) et thermomécaniques identifiés et traités dans le **chapitre 2**.

Au-delà de ces résultats qui ont permis au III-V Lab de rivaliser avec les spécialistes dans le domaine de l'imagerie infrarouge et d'établir l'état de l'art en termes de rendement de connectique et de performances électro-optiques dans la bande SWIR, notre objectif était de pousser aux limites la technologie d'assemblage par refusion. Or, durant ces travaux, nous avons rencontré des difficultés comme le diamètre des plots d'interconnexions du circuit de détecteur ; sur les 4 valeurs (2, 3, 5 et 7 μm) qui ont été retenue nous ne sommes parvenus à hybrider que ceux qui ont un diamètre minimum de 5 μm . L'élimination des résidus de flux après l'assemblage est de plus en plus difficile avec un gap de plus en plus petit comme nous l'avons vu avec le format 1280*1024 pixels au pas de 10 μm . Ces obstacles technologiques et thermomécaniques exigent une nouvelle transition technologique pour pouvoir répondre aux exigences du marché en terme de performance, et de fiabilité. C'est l'objectif du chapitre suivant. A travers cette dernière partie du manuscrit, nous proposons d'exploiter des technologies alternatives à l'assemblage par brasure, basées sur l'utilisation des nanostructures.

REFERENCES

- [1] Maxime POZZI « Réalisation technologique de plans focaux pour le proche Infra Rouge » stage Master1_2010.
- [2] 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.
- [3] 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.
- [4] Se Young, JANG, et al Proceedings “UBM study for Pb-free electroplating bumping” - *Electronic Components Conference, 2002* P1213-1220
- [5] C. Grovenor et al, “The development of grain structure during growth of metallic films”, *Acta Metall*, 32, (1984), 773–781
- [6] R. ASCHENBRENNER, S. FIEDLER, T. LOHER, B. PAHL, K. F. BECKER, H. REICHIL, « Development of a nano-structure based interconnection technology », *Nanotech in Northern Europe* 2006.
- [7] J. Wei, K. P. Yung, and B. K. Tay « Formation of CNT bumps for interconnection applications »
- [8] T. IWAI, Y. AWANO, « Carbone Nanotube Bumps for Thermal and Electric Conduction in Transistor », *FUJITSU SCI. TECH. J.* p 508 – 515 (Octobre 2007).
- [9] Scott F « A Parametric Study of Flip-chip Reliability 'Based on Solder Fatigue Modelling ». Popelar Delco Electronics Corporation Kokomo, Indiana 46904-9005.
- [10] Mauro Ciappa « Selected failure mechanisms of modern power modules »
- [11] H. Akay, H. Zhang, N. Paydar, “Experimental correlations of an energy-based fatigue life prediction method for solder joints”, *ASME* , 1997
- [12] L. Zhang, R. Sitaraman*, V. Patwardhan, L. Nguyen, and N. Kelkar « Solder Joint Reliability Model with Modified Darveaux’s Equations for the micro SMD Wafer Level-Chip Scale Package Family »
- [13] R. Darveaux, “Effect of Simulation Methodology on Solder Joint Crack Growth Correlation”, *Proceeding of the Electronic Components and Technology Conference, 2000*.
- [14] John H. Lau and Stephen H. Pan “Creep Behaviors of Flip-chip on Board With 96.5Sn-3.5Ag and 100In Lead-Free Solder Joints” *Agilent Technologies, Inc.* 350 W.
- [15] USCHITSKY M., SUHIR E., “Moisture diffusion in epoxy molding compounds filled with particles, *Transactions of the ASME, Journal of Electronic Packaging*, volume 123 n° 1 March 2001, p47-51 “,
- [16] Sudook Kim, Hassel Ledbetter « Low-temperature elastic coefficients of polycrystalline indium»
- [17] KOZO Shimizu, TERU Nakanishi, KAZUAKI Karasawa, KAORU Hashimoto, and KOICHI Niwa “Solder Joint Reliability of Indium-Alloy Interconnection”.
- [18] WOO LEE, RAN JI, ULRICH GO” SELE AND KORNELIUS NIELSCH “Fast fabrication of long-range ordered porous alumina membranes by hard anodization”
- [19] M.P. Rodriguez, N.Y.A. Shamma, “Finit element simulation of thermal fatigue in multilayer structures: thermal and mechanical approach”, *Microelectronics Reliability*, vol.41, pp.517-523, 2001.

- [20] M. Thoben, W. Staiger, J. Wilde, "Modelling and Experimental Investigations on Degradation of Microcomponents in Power Cycling", International Congress on Advanced Materials, Germany, pp. 25-28, 2000
- [21] Eric D. Perfecto, Brian Sundlof, Kamalesh Srivastava and Minhua Lu "Chip to Carrier C4 Technology Challenges with Pb-free Solders" IBM Systems & Technology Group (STG)
- [22] A. Fiore et al., Strained InGaAs/AlGaAs quantum well infrared detectors at 4.5 μm , Appl. Phys. Lett. Vol 64(4) (1994).
- [23] E.COSTARD « Optimisation et Réalisation de Détecteurs Infrarouge à base de Puits Quantiques GaAs / AlGaAs », thèse de doctorat de l'université Paris Sud, 2001
- [24] Laurent DUPONT « Contribution a l'étude de la durée de vie des assemblages de puissance dans des environnements haute température et avec des cycles thermiques de grande amplitude » thèse de doctorat de L'Ecole Normale Supérieure de CACHAN
- [25] Chuan Li, C. J. Han, George Skidmore "Overview of DRS uncooled VOx infrared detector development" DRS Reconnaissance Surveillance & Target Acquisition Dallas, Texas 75243
- [26] <http://kremer-pigmente.de/shopint/PublishedFiles/97240e.pdf>
- [27] H. Cease, P.F. Derwent, H.T. Diehl, J. Fast, D. Finley "Measurement of mechanical properties of three epoxy adhesives at cryogenic temperatures for CCD construction" Fermi National Accelerator Laboratory Batavia IL 60510.
- [28] Reflow Soldering Guidelines for Lead-Free Packages "<http://microblog.routed.net/wp-content/uploads/2007/10/an353.pdf>
- [29] S. IIJIMA, HELICAL, "Microtubules of graphitic carbon", Nature, 354 p. 56 (1991).
- [30] Franz Kreupl, Andrew P. Graham, Maik Liebau, Georg S. Duesberg, Robert Seidel, Eugen Unger Carbon Nanotubes for Interconnect Applications, Infineon Technologies AG, Corporate Research,
- [31] J. Wei, K. P. Yung, and B. K. Tay « Formation of CNT bumps for interconnection applications »
- [32] T. IWAI, Y. AWANO, « Carbone Nanotube Bumps for Thermal and Electric Conduction in Transistor », FUJITSU SCI. TECH. J. p 508 – 515 (Octobre 2007).
- [33] H. Masuda, M. Satoh, "Fabrication of gold nanodot array using anodic porous alumina as an evaporation mask", Jpn J. Appl. Phys., Vol. 35, Part. 2, No. 1B, L126-L129, 1996

CHAPITRE 4

INTERCONNEXION ET ASSEMBLAGE SANS BRASURE

I. Introduction

L'étude des propriétés physiques des matériaux de taille nanométrique ou nanostructures, présente un grand intérêt pour la communauté scientifique et industrielle. En effet, lorsque l'on diminue la taille d'un objet pour atteindre une taille nanométrique, les propriétés physiques s'en trouvent modifiées. La synthèse de nano-systèmes est également un enjeu majeur au niveau industriel, où la course à la miniaturisation des systèmes fait rage. Du point de vue technologique, les applications possibles de ces nano-objets sont très nombreuses et surtout, appartiennent à des domaines très variés. Un des secteurs les plus demandeurs de miniaturisation et qui vient tout de suite à l'esprit est la microélectronique.

Il s'agit dans ce chapitre d'étudier la possibilité d'introduire ces nano-objets et de présenter le contexte dans lequel nous avons engagé nos travaux sur l'hybridation sans brasure comme alternative possible à celle par refusion. A partir de l'état de l'art actuel, que nous décrirons et qui concerne l'intégration de nanostructures dans une technologie d'hybridation, nous présenterons notre approche en essayant d'en souligner les avantages potentiels pour la réalisation de détecteurs infrarouges à grand plan focal.

II. Principe et état de l'art

Le principe consiste à déposer sur chaque pixel des circuits de détection et de lecture « un tapis brosse » de nano fils métalliques qui se feront face un à un lors de l'assemblage du type flip-chip (**Figure 97**). L'interpénétration des « tapis » en vis-à-vis (on dit aussi nano-velcro, nano-lawn, nano-scratch) doit assurer à la fois la liaison mécanique nécessaire à la rigidité de l'assemblage et à la connexion électrique entre les pixels de détection et ceux de lecture. C'est aussi un procédé d'assemblage à froid qui pallie les inconvénients et limitations de l'assemblage par brasure pour les composants hétérogènes de grande surface, comme nous l'avons vu au **chapitre 2**.

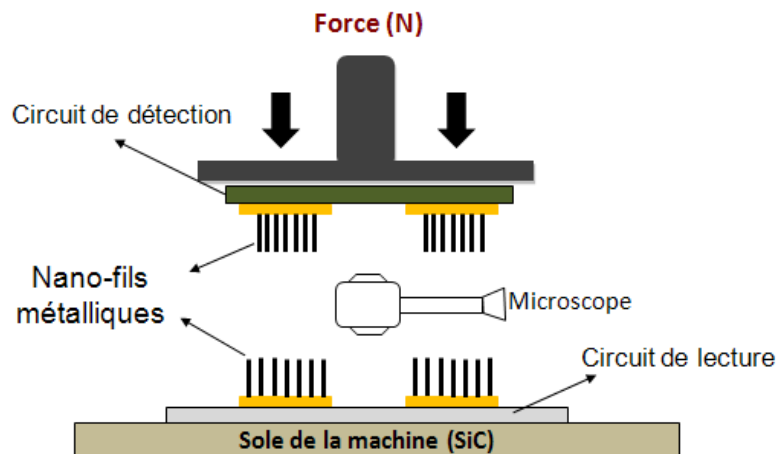


Figure 97 : Procédure d'assemblage par nano-scratch à l'aide des nano-fils métalliques.

L'idée d'utiliser des nano structures métalliques ou semi conductrices pour de la « connectique » ne date pas d'aujourd'hui : elle est née de la découverte et du développement de la synthèse des fullérènes suivie par celle des nanotubes de carbone (CNT) au début des années 90 [1]. Depuis lors, le fort potentiel de ces nouveaux nanomatériaux a conduit des industriels majeurs comme IBM, Infineon ou encore Motorola à investir et à déployer des moyens importants pour être à la pointe du progrès dans le domaine de la connectique.

Outre qu'elles réunissent parfois des propriétés physiques assez exceptionnelles comme celles des CNTs (**Tableau 19**), les nanostructures, dont il est question ici, apparaissent comme une des clés pour les perspectives d'évolution future de la microélectronique, notamment face au problème de la densification des connexions avec et entre des composants de plus en plus « micro ». La **Figure 98** illustre ainsi l'évolution des technologies d'interconnexion vers les nano technologies [2].

A ce titre, on retiendra deux « familles » de nano structures pour l'hybridation de composants hétérogènes et donc pour les détecteurs infrarouge de grand plan focal : les nanotubes de carbone et les nano-fils métalliques.

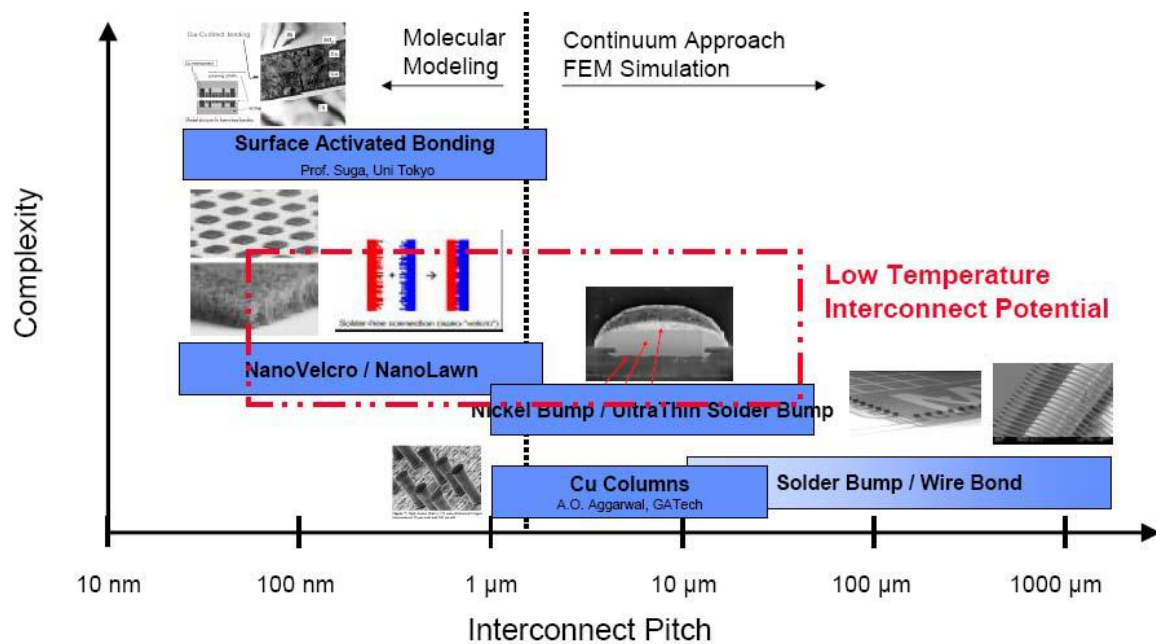


Figure 98 : Evolution des technologies d'interconnexion vers l'échelle Nano.

1. Nanotube de carbone (CNT)

Un nanotube de carbone résulte de l'auto-enroulement d'au moins un plan monoatomique de carbone de structure hexagonale. Le cylindre ainsi formé de diamètre nanométrique et de longueur submillimétrique se caractérise par un module d'Young gigantesque (1 TPa) et une dureté supérieure à celle du diamant. Le **Tableau 19** compare quelques caractéristiques des CNTs avec des matériaux connus.

Il existe deux méthodes « classiques » pour obtenir des CNTs : à très haute température au moyen d'un arc électrique entre deux électrodes de carbone créant un plasma de l'ordre de 6000 K [3] ou par ablation d'un substrat de carbone par l'intermédiaire d'un faisceau laser pulsé (Nd, YAG ou CO₂) à une température de l'ordre de 4000 K [4].

Grandeurs physiques	CNT	Autres matériaux
Limite d'élasticité (MPa)	45000	2000 (alliage acier)
Densité de courant (A/cm ²)	10 ⁹	10 ⁶ (cuivre)
Conductivité thermique (W.m ⁻¹ K ⁻¹)	6000	3320 (diamant)

Tableau 19 : les propriétés thermomécaniques des CNTs.

Toutefois, la synthèse de CNT peut être réalisée à plus basse température, entre 800 et 1000 K, par des méthodes comme le dépôt chimique en phase vapeur (CVD) ou le dépôt chimique en phase

vapeur assisté par plasma (PECVD). La **Figure 99** et la **Figure 100** présentent schématiquement les étapes d'un procédé suivi avant la croissance des CNTs sur des « pixels » métalliques [5] puis de l'hybridation [6].

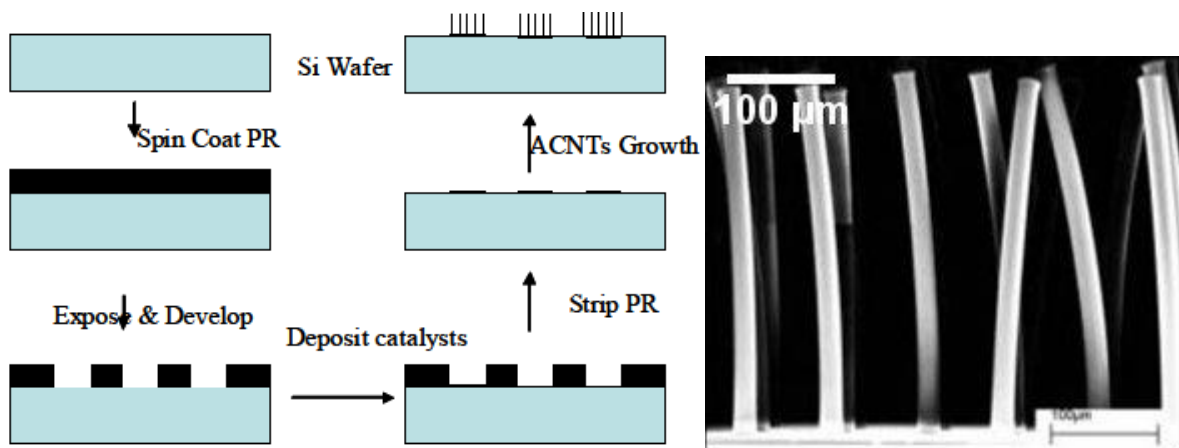


Figure 99 : Procédure de croissance des CNTs sur substrat silicium par PECVD (Plasma-enhanced chemical vapor deposition) à 970 K [5].

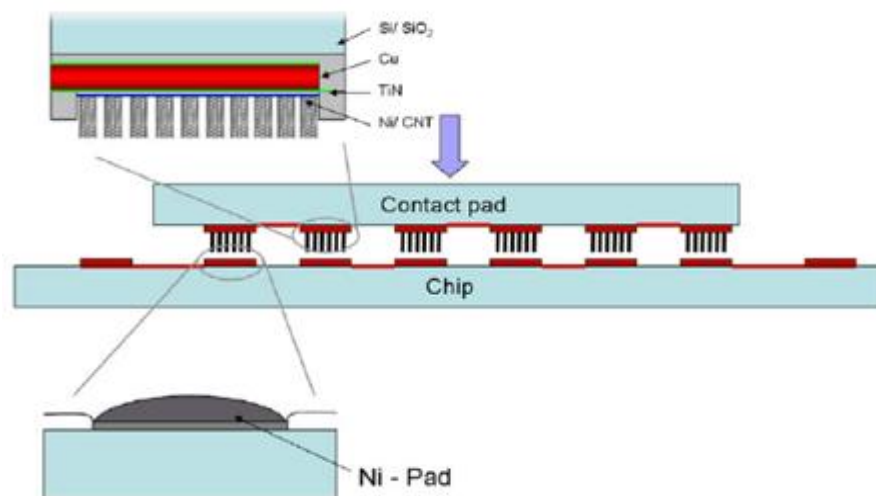


Figure 100 : Exemple de l'intégration des CNTs dans l'interconnexion microélectronique [6].

J. Wei et al [7] ont réalisé l'assemblage mutuel de deux tapis de CNT de 15 μm de hauteur et 200 nm de diamètre. Les nanotubes de carbone sont déposés par le procédé CVD à 1075 K, verticalement sur les deux substrats recouverts d'une couche de nickel jouant le rôle de catalyseur. L'assemblage est réalisé par pression sous une force variant de 0.03 à 3 Kg (**Figure 101**). Les résultats montrent que ce type d'interconnexion ne peut être réalisable sans un contrôle de la densité des CNTs sur les substrats. Les mesures de la résistance de contact révèlent une résistance de contact plus faible que celle d'un

contact par colle d'argent. En revanche, l'étude ne fournit pas d'informations sur la tenue mécanique de l'assemblage.

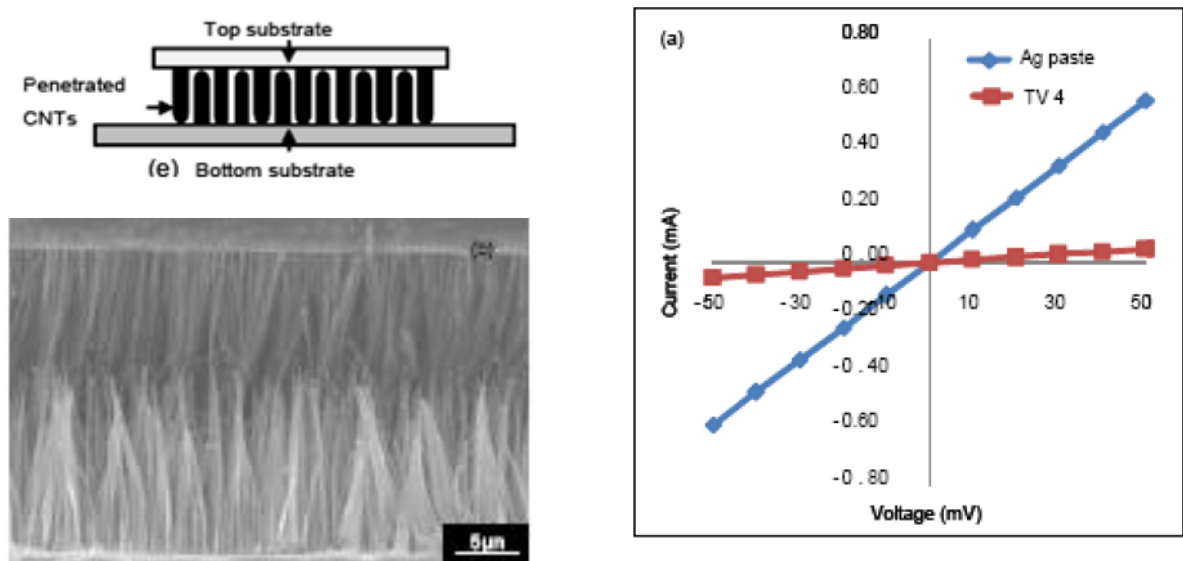


Figure 101 : Clichés MEB montrant un assemblage puce – substrat avec des CNT sous une force de 0.03 à 3 Kg; à droite, comparaison des résultats des mesures de résistance de contact entre un assemblage par les CNTs et par une colle d'argent [7].

Une équipe de Fujitsu SCI Tech [8] a étudié le remplacement des billes d'interconnexion par des CNTs multi-feuillets de 10 nm de diamètre et 15 μm de hauteur. L'assemblage flip-chip est réalisé par thermo compression (Figure 102).

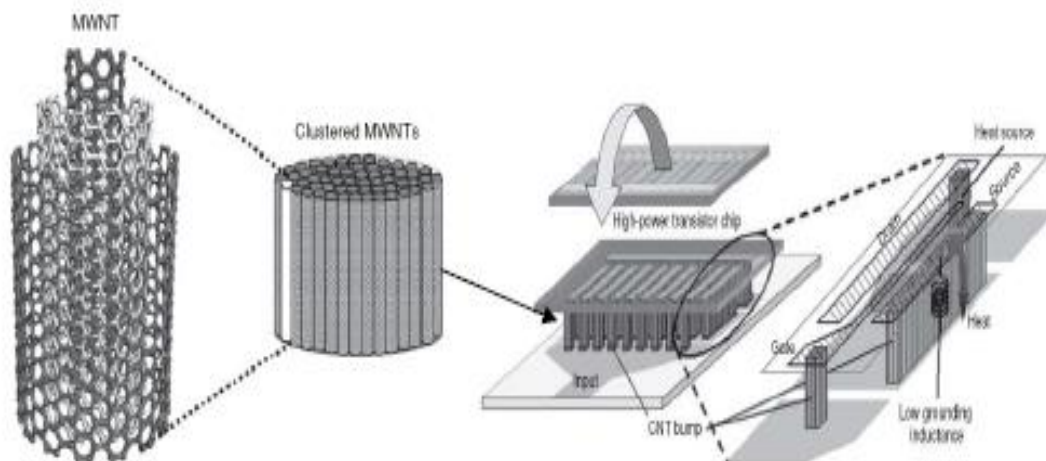


Figure 102 : Fabrication des CNTs bumps par FUJITSU [8].

Toutefois, l'intégration des CNTs pour l'interconnexion en micro électronique met à jour de sérieuses difficultés technologiques : la croissance des « tapis brosse » CNT perpendiculairement à leur plot (pixel) n'est pas toujours acquise, ce qui peut nuire gravement à l'assemblage ou à son homogénéité. La gamme de température requise pour la synthèse des CNTs (de 800 à 6000 K selon le

procédé) peut dégrader sévèrement les composants électroniques intégrés dans le circuit de lecture (transistors, pistes d'interconnexion) et le capteur lui-même (dans le cas qui nous concerne).

Une autre voie moins agressive, thermiquement parlant, s'est développée pour la réalisation des ces nano brosses : elle utilise un moule nano-poreux pour y faire croître des nanofils métalliques.

2. Nano-fils

Dans cette approche, une couche d'aluminium est déposée sur les composants (métallisés) à assembler. Elle est ensuite nano-structurée électro chimiquement pour devenir de l'alumine (Al_2O_3) nano poreuse puis l'ensemble est micro-structuré pour isoler les pixels. Enfin, une croissance électrolytique d'un métal peut avoir lieu dans les pores parallèles entre eux et débouchant de la membrane d'alumine. Après l'élimination chimique de celle-ci, chaque pixel des composants se trouve revêtu de son nano « tapis brosse ». La **Figure 103** montre très schématiquement le déroulement de ce procédé.

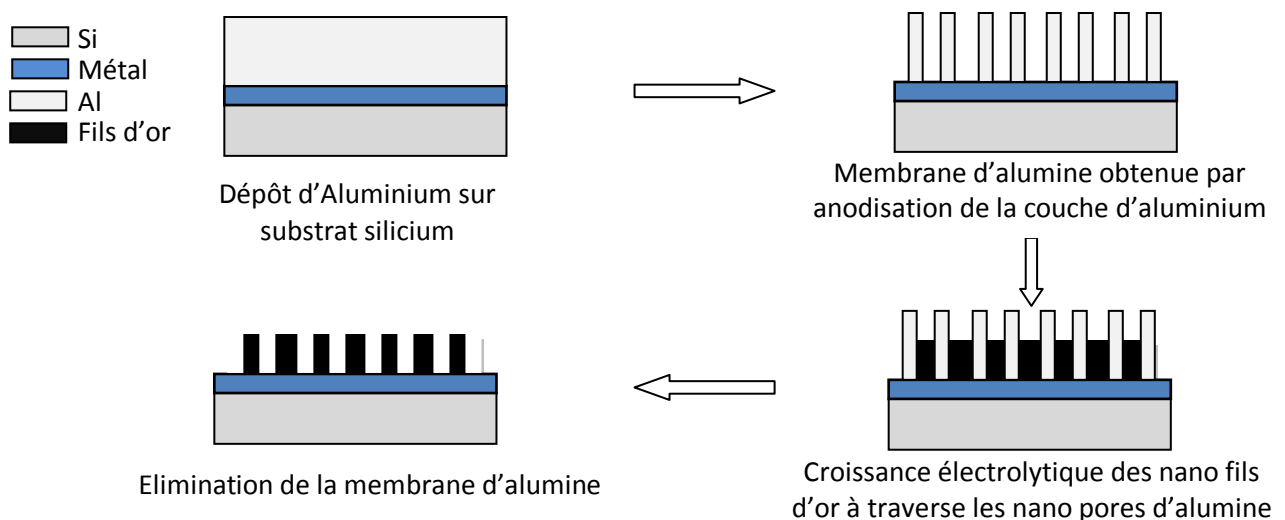


Figure 103 : Procédure de fabrication des nano fils métalliques à travers une membrane d'alumine.

La littérature scientifique « nano » récente déborde d'exemples de réalisations [9] [10] et d'utilisations de ces membranes nano poreuses. En fait, ces membranes dites AAO (anodic aluminium oxide) ont été développées et utilisées industriellement depuis bien longtemps comme composant pour toutes sortes de filtrations (osmose inverse, ultrafiltration, diffusion, séparation de gaz, ...). Elles sont préparées selon une méthode dite de double anodisation d'une couche d'aluminium de haute pureté [11]. En fonction de la préparation de la surface et des conditions d'anodisation (solution chimique, tension, densité de courant, température, durée) des pores d'alumine se développent perpendiculairement à la surface au détriment de la matrice d'aluminium avec des dimensions et une organisation spatiale a priori contrôlables (diamètre des pores, longueur, densité, arrangement).

L'anodisation de la membrane d'aluminium est réalisée dans une solution d'acide oxalique ou d'acide sulfurique. La **Figure 104** est un exemple illustrant pour le même bain d'acide et la même concentration ($H_2C_2O_4$ 0.3M (1 °C)), l'influence de la tension appliquée sur la distance inter pores et leur diamètre (HA : hard anodization (120-150 V, D_{int} : 220-300 nm) et MA : mild anodization (40 V, D_{int} : 100 nm)) [10]

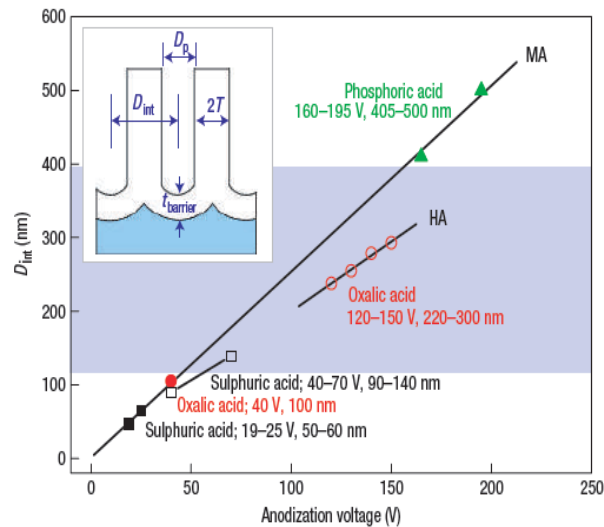
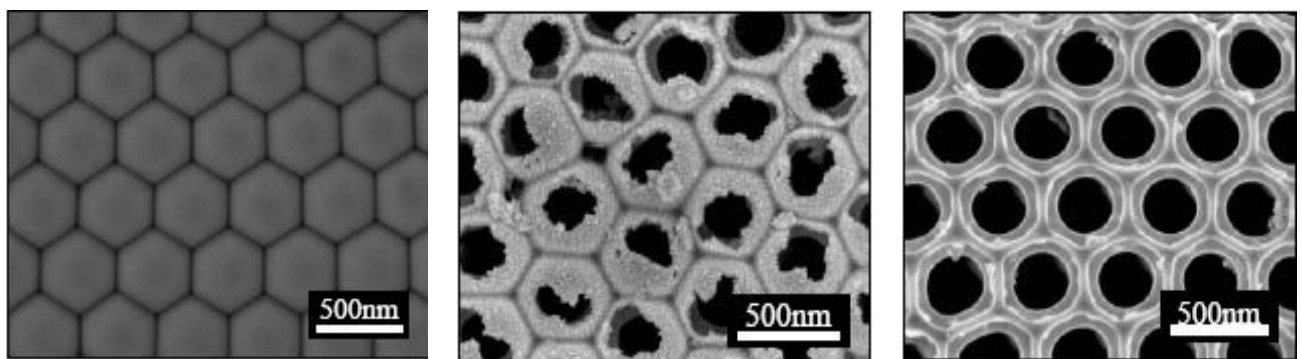


Figure 104 : Evolution de la distance inter-pores en fonction de la tension appliquée, la concentration et la solution utilisée [10].

Comme il est indiqué sur cette **Figure 105**, il reste une fine couche barrière en fin d'anodisation qui obstrue le fond des pores et qui interdit la croissance ultérieure d'un métal dans le bain électrolytique. F. Le Coz a montré au cours de son travail de thèse [12] sur l'élaboration de membranes d'alumine que l'élimination de la couche barrière résiduelle pouvait être réalisée dans les mêmes conditions de température et de concentration du bain d'anodisation, avec une durée de 20 à 30 minutes dans l'acide phosphorique (30 V / 50 Hz).



Couche barrière

Couche barrière après 20 minutes dans le bain d'acide phosphorique

Couche barrière après 30 minutes dans le bain d'acide phosphorique

Figure 105 : Morphologie de la couche barrière en fonction de la durée d'attaque chimique dans un bain d'acide phosphorique, tension alternative de 30V / 50Hz.

Après l'étape de croissance électrolytique, la membrane d'alumine est dissoute (dans une solution de soude) et les deux composants munis de leurs tapis brosse métalliques respectifs peuvent être assemblés.

Bien que cette voie d'hybridation « par nano fils métalliques » constitue une deuxième alternative intéressante à l'assemblage flip-chip par brasure, elle présente aussi des difficultés technologiques et certains inconvénients pour les composants de nos détecteurs IR :

- un paramètre important qui n'a pas encore été souligné ici est celui qui concerne le contrôle de la porosité de la membrane d'alumine et donc ultérieurement du taux de remplissage d'un pixel en « poteaux métalliques » qui peut s'avérer préjudiciable à leur enchevêtrement lors de l'assemblage. La **Figure 106** illustre bien l'impossibilité de l'interpénétration des nano tapis du fait d'un trop grand taux de remplissage de nano fils en vis-à-vis (diamètre de pores 200 nm, densité 25 à 50%) [14].

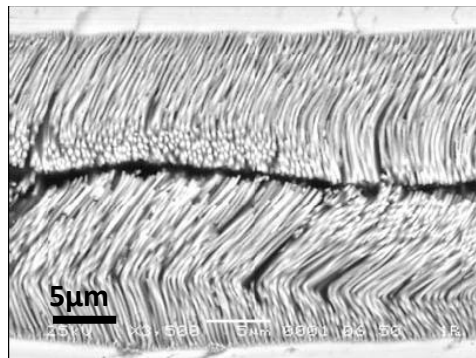


Figure 106 : Image MEB d'un essai d'assemblage par compression (100 MPa) des nano-fils réalisés par électrodéposition à travers une membrane d'alumine.

Quelques caractéristiques morphologiques des membranes que l'on peut trouver sur le marché sont représentées dans la figure suivante.

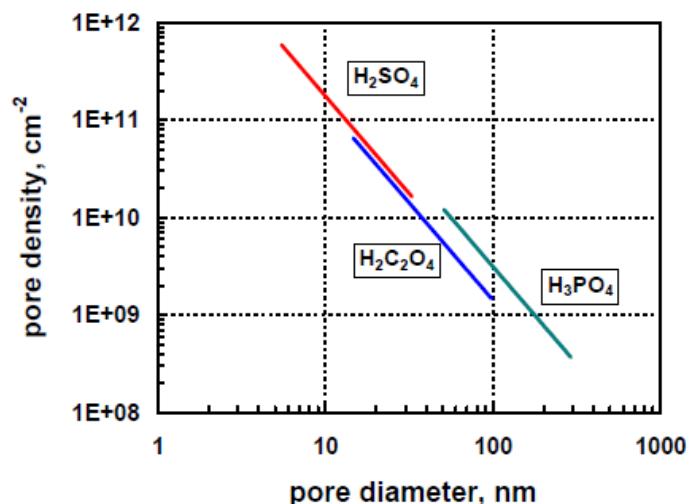


Figure 107 : Densité (cm⁻²) en fonction de diamètre de pore (nm) pour trois électrolytes pour fabriquer les AAO.

La **Figure 107** indique le domaine de variation de d/p où d est le diamètre des pores et p la distance de répétition des pores, il est essentiel pour nous d'avoir un rapport $d/p < 1/2$ c'est à dire. un taux de remplissage $\sim (d/p)^2 < 1/4$; pour avoir un meilleur compromis taux de remplissage/adhérence.

- pour nos applications, une épaisseur du dépôt d'aluminium d'une dizaine de micromètres est nécessaire. Cette couche épaisse peut poser des problèmes lors de sa réalisation par pulvérisation cathodique triode.

On sent bien que cette approche n'est pas plus envisageable que la précédente pour l'hybridation de nos composants hétérogènes et fragiles. On va toutefois retenir les points très positifs des deux voies d'assemblage sans brasure et nous en servir pour proposer une autre alternative qui pourra convenir à notre application.

III. « Nano brosses » métalliques par lithographie X

De ce qui précède on retient :

- 1) le principe de mettre en vis-à-vis, sur chaque pixel du détecteur et de l'électronique de lecture, un tapis brosse de nano fils métalliques d'une dizaine de micromètres de hauteur, de diamètre et compacité à définir ;
- 2) l'assemblage à froid par compression qui évite le problème de dilatation différentielle préjudiciable pour l'hybridation de composants hétérogènes de grande surface, tout au moins pour l'utilisation ultérieure au voisinage de la température ambiante ;
- 3) l'utilisation d'une membrane d'alumine nano poreuse compatible avec les caractéristiques des nano fils métalliques désirés ;
- 4) tant qu'il est possible, minimiser toute agressivité dommageable aux composants du détecteur IR via l'utilisation de produits chimiques, de températures élevées.

Les points 1 et 2 ne nécessitent pas de commentaire à ce stade, ce sont des points forts. Le point 3 est ce que l'on pourrait appeler de la « lithographie solide » qui remplacerait à la fois la résine photosensible et le masque de lithographie dans un procédé classique de microélectronique, mais la comparaison s'arrête là.

1. L'approche par la lithographie

Il est clair que l'on aurait tout à gagner à suivre la méthode douce et industrielle de la lithographie UV : réaliser un masque, même de grande dimension, reproduisant l'image des pixels du détecteur avec les nano brosses est envisageable, c'est une question de coût mais il est réutilisable à souhait. L'enduction de résine photosensible sur les composants ne pose pas non plus de problème. Celui-ci arrive avec le transfert d'image des nano structures du masque dans la résine épaisse (celle-ci est de l'ordre de 10 μm). Le transfert d'image est sévèrement limité par la diffraction et les interférences ; il est illusoire de transférer un réseau dont les motifs sont de la dimension de la longueur d'onde de la source UV.

A titre d'exemple, la **Figure 108** représente l'image de diffraction de 3 fentes de 0.2 μm de large, distantes de 0.5 μm les unes des autres (simulant 3 nano pores), à 5 μm du plan des fentes et éclairées par une source UV à 0.3 μm (simulation de l'image aérienne des fentes à 5 μm dans l'épaisseur de la résine), l'image des fentes a disparu, les dimensions ne sont pas conservées et varient dans l'épaisseur

de la résine (il n'y a pas de profondeur de champ), les effets de réseau sont bien présents : la scène est dominée par la diffraction et les interférences. Evidemment le transfert est raté.

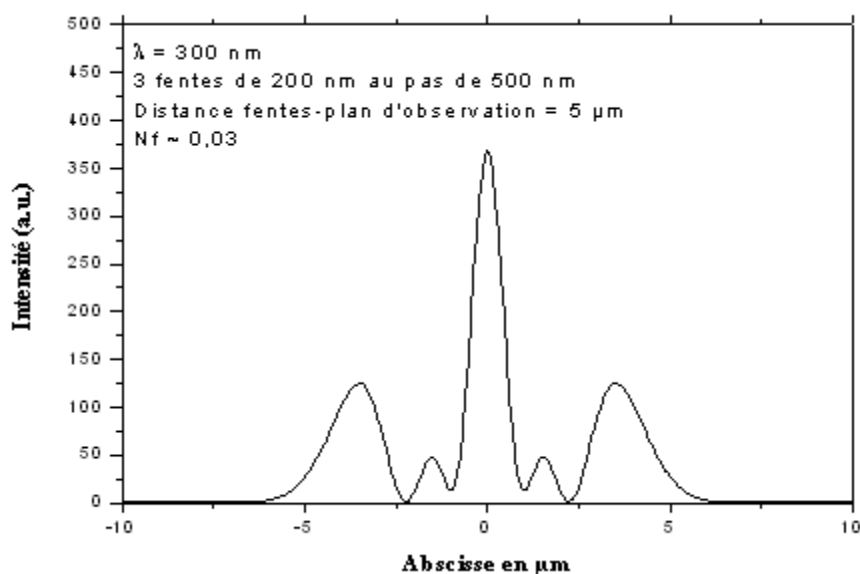


Figure 108 : L'image de diffraction de 3 fentes de 0.2 µm de large, distantes de 0.5 µm les unes des autres (simulant 3 nano pores) à 5 µm du plan des fentes et éclairées par une source UV à 0.3 µm.

« Un simple » changement vers de plus courtes longueurs d'onde permet d'éviter cet écueil rédhibitoire... . Eu égard à la dimension des pores et à l'épaisseur de résine requises, ce sont des rayons X durs qui apporteront la profondeur de champ suffisante pour transférer sans déformation l'image du « réseau » de nano pores du masque ; la **Figure 109** en témoigne : la longueur d'onde utilisée dans ce calcul est de 0.0003 µm (0.3 nm). Autrement dit, c'est le prix à payer pour que, dans ces conditions, on reste dans le domaine optique du champ très proche depuis la surface jusqu'au fond de la résine : on respecte en fait le critère de Fresnel qui demande que $N_f > 1$ ($N_f = a^2 / (h \cdot \lambda)$ où (**a**) est la largeur d'une fente, (**h**) la distance entre la fente et le plan d'observation et (**λ**) la longueur d'onde du rayonnement utilisé). Dans notre exemple, avec $a = 0.2 \text{ µm}$, $h = 10 \text{ µm}$, N_f est bien de l'ordre de grandeur requis (> 10) pour $\lambda = 0.0003 \text{ µm}$ et évidemment pas pour $\lambda = 0.3 \text{ µm}$ ($N_f \ll 1$ est le domaine du champ lointain où domine la diffraction dite de Fraunhofer qui ne conserve pas l'image projetée des fentes).

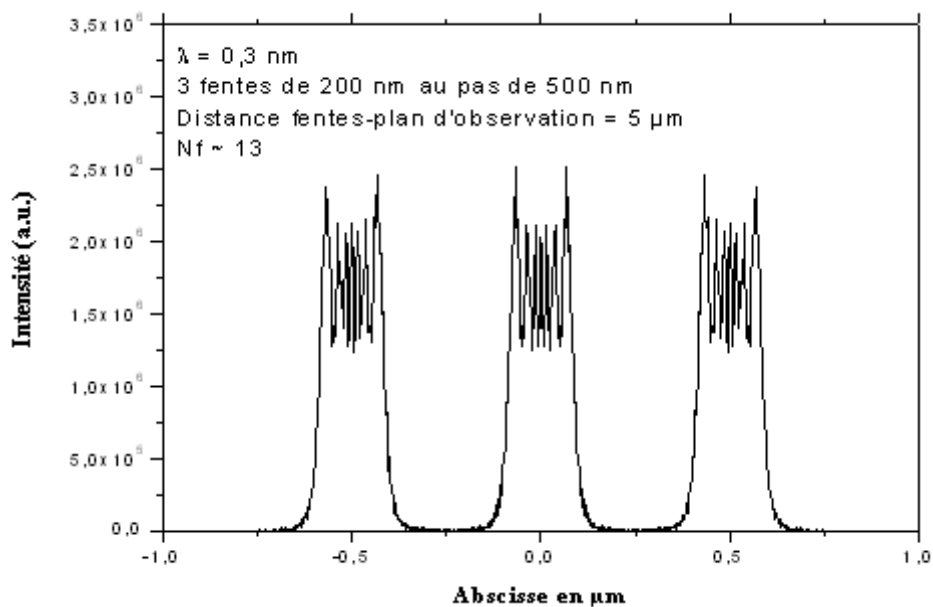


Figure 109 : Image de diffraction de 3 fentes de 0.2 μm de large, distantes de 0.5 μm les unes des autres (simulant 3 nano pores) à 5 μm du plan des fentes et éclairées par une source RX à 0.0003 μm .

Par ailleurs, il y a nécessité que la source délivre un faisceau de rayons X le moins divergent possible afin d'éviter les effets de parallaxe qui sont tout à fait nuisibles au transfert dans une résine épaisse : les sources X conventionnelles (tubes scellés, anodes tournantes) ou à plasma assisté par laser sont malheureusement des sources divergentes. Associées à certaines optiques, elles peuvent délivrer un faisceau suffisamment parallèle mais au détriment soit du flux de photon soit de la largeur spectrale, voire des deux à la fois. En plus, ces optiques limitent fortement la section du faisceau émergent et donc la surface éclairée du masque de lithographie et de la résine que l'on devra alors déplacer dans leur plan commun devant ce « spot de lumière » pour en couvrir toute la surface.

Ces difficultés sont résolues par l'utilisation d'une source de rayonnement X synchrotron (**Annexe 1**) qui offre d'un même coup :

- un faisceau extrêmement peu divergent,
- un grand domaine de longueur d'onde accessible (des rayons X durs jusqu'à l'Infrarouge selon l'énergie de la machine),
- une grande intensité (un grand nombre de photons par unité de temps et par unité de longueur d'onde),
- une grande stabilité spatiale et temporelle.

Parmi les diverses propriétés du rayonnement synchrotron, ce sont celles-ci qui intéressent directement la lithographie X.

La nécessité de recourir aux rayons X durs (de l'ordre du nanomètre) engendre un nouveau problème : le masque micro et nano structuré envisagé plus haut pour le rayonnement UV n'est pas du tout adapté pour les rayons X.

Habituellement, un masque de travail pour la lithographie X est constitué d'une membrane transparente aux rayons X (Béryllium, Graphite par exemple) recouverte par une couche absorbante micro structurée d'épaisseur très largement micrométrique (de 10 à 20-30 μm d'or) : les masques UV ont une couche absorbante de chrome d'une épaisseur de $\sim 0.1 \mu\text{m}$ qui est adaptée au rayonnement UV mais qui est complètement transparente aux rayons X de courte longueur d'onde. Comme on le verra plus en détail par la suite, même pour le cas d'une couche relativement mince de résine ($\sim 10 \mu\text{m}$), il faut disposer de structures absorbantes d'au moins quelques micromètres d'épaisseur d'or pour assurer des conditions d'exposition et de développement satisfaisantes.

Actuellement, on ne sait pas encore vraiment réaliser de tels masques de lithographie X nano structurés :

- à partir d'un masque UV mère, le transfert d'image dans une résine même mince ($h \sim 1 \mu\text{m}$) est déjà limité par la diffraction, comme on l'a vu auparavant,
- à partir de l'écriture électronique directe (non limitée par la diffraction pour les nano motifs envisagés ici) dans une résine mince ($< 2 \mu\text{m}$) suivie d'une croissance d'or, on peut réaliser un pré-masque qu'il faudra transférer dans un masque de travail par duplication aux rayons-X mous. Ce n'est pas impossible mais cette voie aux multiples étapes est technologiquement lourde et il faut dire que nous ne la possédons pas encore au laboratoire.

Pour pallier ce nouvel écueil, comme les membranes AAO nano structurées sont réalisables (point N°3) et exploitables pour la croissance de nano fils métalliques, nous nous proposons de les utiliser pour réaliser un masque de lithographie-X.

Ayant ce masque X, les étapes suivantes sont la lithographie-X, directement sur les deux composants du détecteur recouverts de résine photosensible, le développement chimique des images latentes, la croissance des nanofils métalliques dans les moules polymères et enfin l'élimination de cette matrice polymère. En bref, ces étapes sont celles du procédé LIGA où l'assemblage flip-chip remplace le moulage : le LIGA est un acronyme allemand pour lithographie par rayons X, électroformage (Galvanoformung) et moulage (Abformung).

A la suite de tout cela, le capteur et son électronique de lecture munis de leurs « pixels poilus » sont prêts pour l'assemblage à froid (**Figure 110**).



Figure 110 : Schéma de deux pixels de circuit de lecture et de détection munis des nano fils d'or

Cette nouvelle approche nous permettrait alors de disposer d'une technologie d'hybridation flip-chip sans brasure, à température ambiante et sans les inconvénients de mise en œuvre des procédés précédents (point N°4) :

- Pas de haute température,
- Pas de produits chimiques agressifs.

Pour mettre en œuvre cette nouvelle approche et tester sa faisabilité, il faut réaliser un masque de lithographie-X nano structuré. On va d'abord essayer d'utiliser une simple membrane nano-poreuse AAO pour les premiers essais et y faire croître des nano fils métalliques qui constitueront l'absorbant pour les rayons-X. La hauteur de ceux-ci dépend des conditions d'exposition de la résine dans laquelle on doit transférer l'image des nano pores.

Par ailleurs, dans la lithographie profonde, la précision du transfert des motifs du masque dans la résine peut être influencée par quelques facteurs, tels que la qualité structurale de ces membranes nano-poreuses, la diffraction des rayons-X par le bord des motifs du masque, et principalement l'exposition des photoélectrons. Parmi ces trois facteurs, le problème de la diffraction est négligeable.

Par la suite, nous allons nous intéresser à l'influence de la microstructure des membranes utilisées dans cette étude, et nous regarderons également l'effet des photoélectrons sur la qualité du transfert des motifs de taille submicroniques. Ces deux facteurs seront étudiés à la suite des essais d'irradiations dans des centres de rayonnements synchrotrons à SOLEIL (Gif sur Yvette) ou au centre ANKA (Allemagne).

2. Exposition de la résine : Rappel

La résine ou polymère est le matériau photosensible que l'on dissout sélectivement après exposition à un rayonnement. Pour la lithographie-X profonde, les résines doivent répondre à certains critères :

- Un minimum de gonflement des résines pour assurer la précision de la duplication.
- Une bonne qualité mécanique pour avoir la possibilité de réaliser des hauts facteurs de forme.

On rappelle que l'épaisseur finale des tapis de nano brosse doit être de l'ordre de la dizaine de micromètres. La résine photosensible aura donc une épaisseur comparable.

Deux types de résine sont utilisées pour la lithographie profonde, ces résines sont stables chimiquement, avec une bonne tenue mécanique, une haute résolution et une excellente qualité optique :

- Une résine « positive », le PMMA (poly-méthyle méthacrylate $[C_5H_8O_2]_n$) où l'effet radiochimique principal est la scission des chaînes moléculaires résultant en une diminution de la masse moléculaire et donc une augmentation de la solubilité des parties exposées comparativement aux parties non exposées
- Une résine « négative », SU-8 où l'effet radiochimique est inverse : polymérisation, réticulation.

En bref, après développement chimique, les parties exposées apparaîtront en creux pour une résine positive et en relief pour une résine négative.

3. Masque pour la lithographie-X

Un masque lithographie-X est constitué d'un absorbant pour le rayonnement utilisé et d'une membrane qui doit être transparente à ce même rayonnement sur laquelle adhère l'absorbant. Dans cette partie du manuscrit, nous décrivons les propriétés auxquelles doivent satisfaire ces deux matériaux.

a. Membrane

Propriétés physico-chimiques de la membrane d'alumine AAO

Nous avons utilisé deux types de membranes d'alumine :

- Des membranes « Whatman » de 25 mm de diamètre, de 60 μm d'épaisseur couvrant une gamme de diamètres de pore de 0.02 à 0.2 μm avec une porosité (P) entre 15 et 50 %; la densité de pores est de l'ordre de 10^9 cm^{-2} ,
- Des membranes de l'Institut Max Planck de Physique des Microstructures Hambourg en Allemagne (MPI), de 14.5 mm de diamètre, 60 et 65 μm d'épaisseur, avec une distance inter-pore entre 300 et 490 nm et un diamètre de pores entre 100 et 200nm.

La **Figure 111** montre deux illustrations MEB de ces deux membranes nano poreuses.

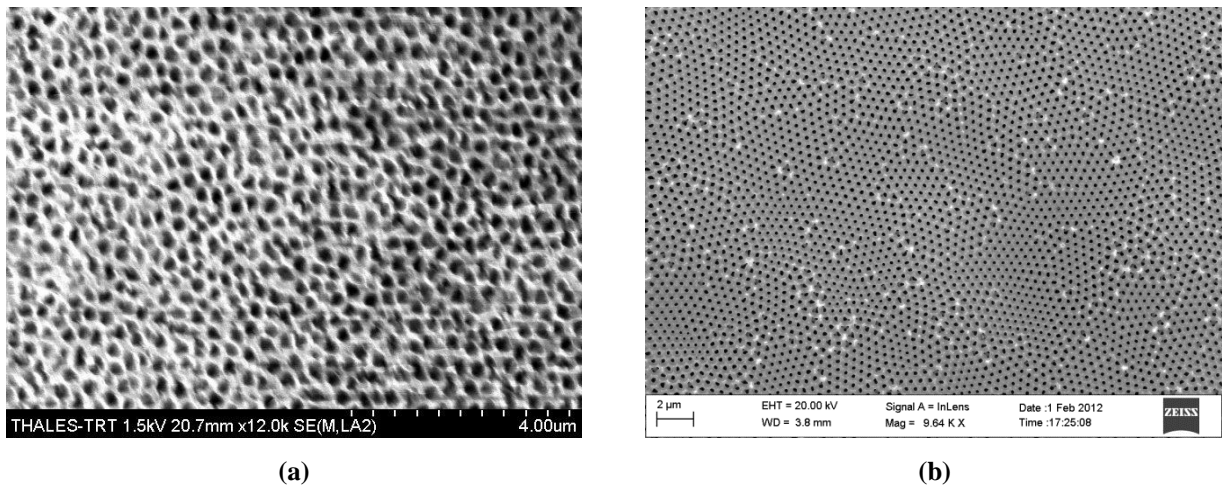


Figure 111 : Cliché MEB d'une vue de dessus des deux membranes : « Whatman » (a) et « MPI » (b).

Le masque de lithographie est composé d'un support sur lequel est imprimé ou déposé le motif à transférer. Les matériaux utilisés pour fabriquer ces deux composants sont adaptés au type de rayonnement utilisé. Le motif, quant à lui, est formé à partir d'éléments très absorbants. Les motifs (nano-fils d'or) sont réalisés par la méthode de croissance électrolytique. Le masque et le matériau absorbant jouent le rôle le plus important dans cette approche d'assemblage sans brasure, car la taille des éléments à transférer dans la résine exige des critères spécifiques. Concernant la membrane AAO (alumine Al_2O_3) :

- Une transparence suffisante aux rayons-X, pour avoir un grand contraste, les matériaux transparents aux rayons-X, typiquement dans la gamme de longueur d'onde entre 2 et 5 Å sont à privilégier.
- Une bonne stabilité physique et chimique à l'exposition aux rayons X.
- Une haute conductivité thermique, un haut module d'Young, une grande résistance mécanique et un bas coefficient de dilatation pour éviter tout problème lié à l'échauffement pendant l'insolation.
- Une bonne planéité, la qualité de la surface de la membrane influe sur la précision du transfert des motifs.

La **Figure 112** représente la longueur d'atténuation dans la gamme de longueur d'onde de 0.1 à 0.6 nm du tungstène, du tantale, de l'or et de l'alumine. L'alumine qui constitue la membrane présente une faible absorption vis-à-vis des rayons-X dans la gamme de longueur d'onde utilisée pour la lithographie profonde. Cette absorption n'est cependant pas négligeable.

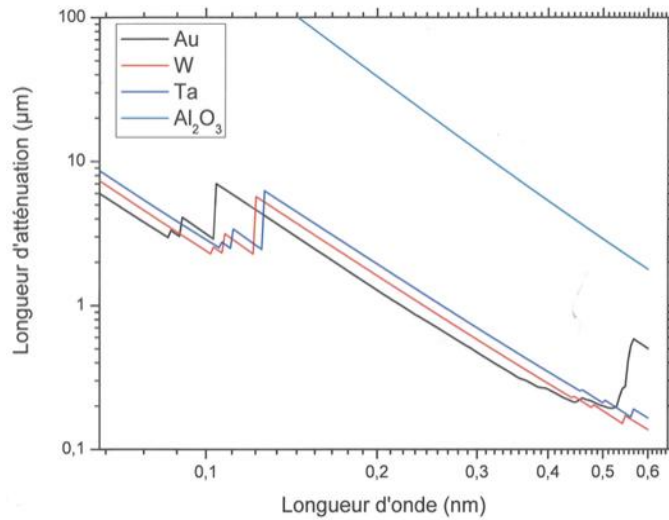
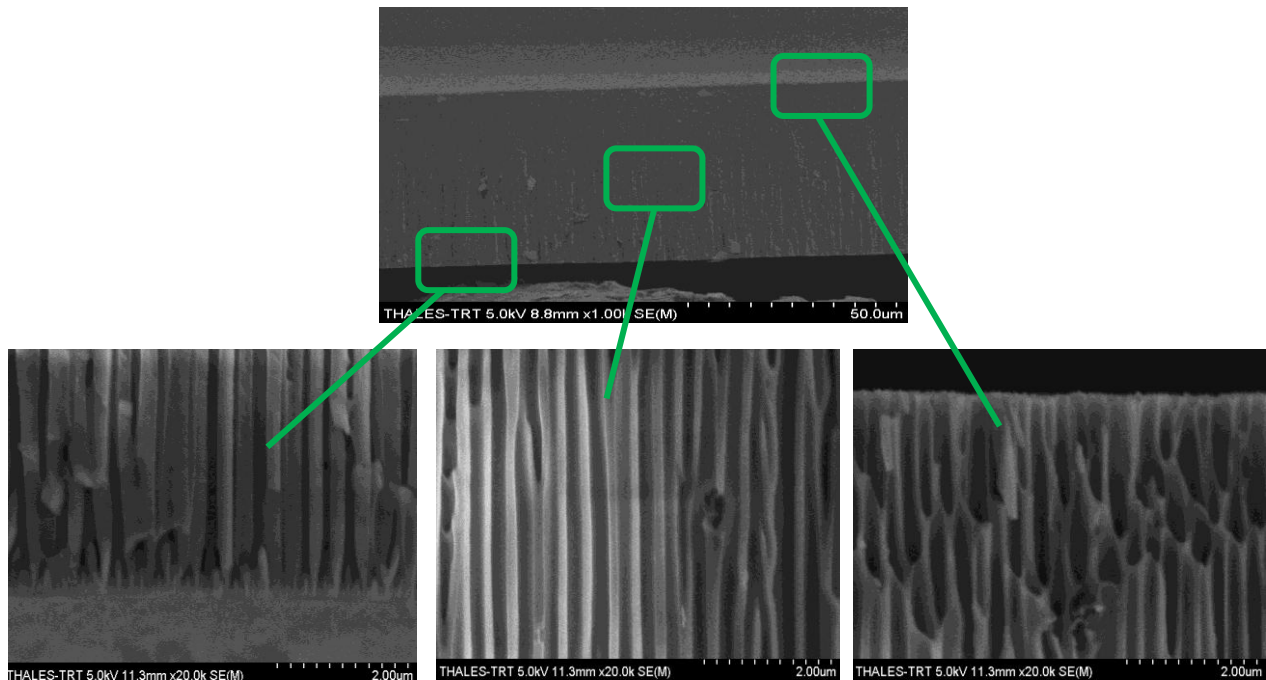


Figure 112 : la longueur d'atténuation de l'or, W, Ta et de l'alumine en fonction de la longueur d'onde (nm).

Propriétés structurelles de la membrane commercialisée par « Whatman »

Les images MEB (Figure 113) illustrent une vue en coupe des membranes d'alumine. Ces dernières sont réputées par leur morphologie des pores bien ordonnées, perpendiculaires au plan de la membrane.



D = 150 nm ; d_{int_p} = 240 nm

D = 230 nm ; d_{int_p} = 170 nm

D = 250 nm ; d_{int_p} = 80 nm

Figure 113 : Morphologie de la membrane d'alumine « Whatman » 20 (Vue en coupe), d_{int_p} (distance inter pores), D (diamètre des pores)

Toutefois, ces observations MEB qui ont été réalisées sur trois zones : milieu, face supérieure et face inférieure, montrent que ces membranes sont fortement asymétriques, on observe une forte variation dans le diamètre et la distance inter pore dans les membranes. Cette morphologie semble due à l'existence des pores rectilignes possédant une extrémité sous forme de branches aux pieds des nanopores comme il est montré sur la **Figure 114**. Cette arborescence est le résidu de l'élimination de la couche barrière d'alumine.

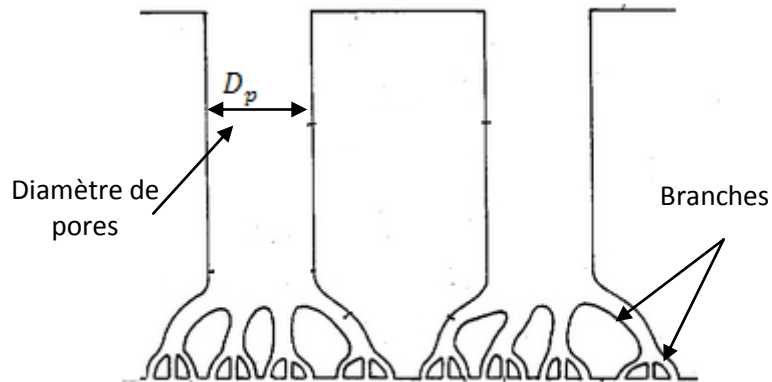


Figure 114 : Formation des petits pores à l'issue de la procédure d'élimination de la couche barrière.

b. Absorbant

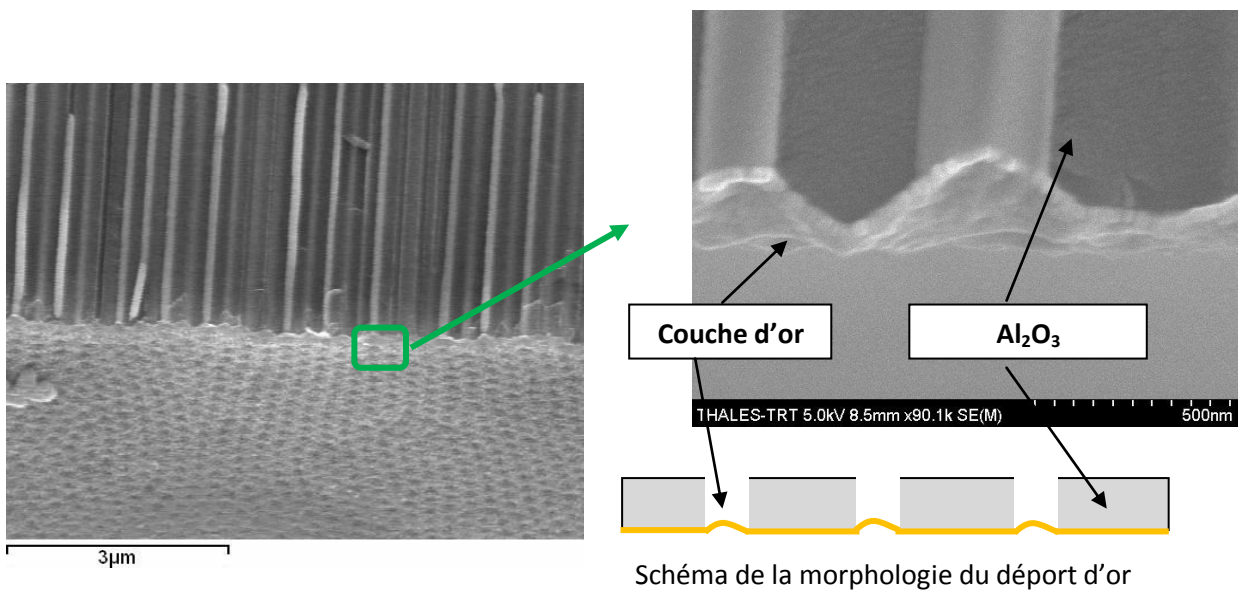
Les motifs du masque définis par les microstructures à transférer, les nano-pores, doivent jouer le rôle d'absorbant pour les rayons-X. L'utilisation de matériaux avec un grand numéro atomique est nécessaire pour assurer une forte absorption dans la gamme des rayons-X durs. A cet égard, l'or présente les meilleures qualités en comparaison avec les autres matériaux tels que le tungstène ou le tantale, en ce qui concerne la capacité d'absorption (**Figure 112**), le contrôle des contraintes et la définition des motifs par électrodéposition.

La fabrication de l'absorbant nécessite deux étapes. La première consiste à métalliser la face arrière de la membrane (face B), et ensuite à faire croître un réseau de motif (nano-fils) dans cette membrane nano-poreuse. Pour cela, une fine couche d'or (flash d'or) est déposée par pulvérisation cathodique. La croissance des nano-fils est réalisée par croissance électrolytique. Le dépôt se fait à une température de l'ordre de 320K. La température de dépôt joue un rôle non négligeable sur le rendement Faradique (**Annexe 5**) et les contraintes de dépôt. Plus la température est élevée plus le rendement est important et plus les contraintes diminuent. La densité de courant est de 2.5 mA/cm². La **Figure 116** montre le montage ainsi que la cellule de croissance d'or. Les nanostructures doivent avoir une hauteur minimale de 10 µm.

➤ Etape de métallisation face arrière : couche de base conductrice

Pour la croissance des nano-fils d'or à travers les nano-pores des membranes, la face arrière doit avoir le rôle d'une électrode de travail, c'est-à-dire que le fond des pores doit déboucher sur un substrat conducteur, d'où la nécessité de métalliser une des faces de ces membranes.

Dans cette étape, il a été question de déterminer l'épaisseur nécessaire de la couche d'accroche d'or. Après quelques essais de dépôt en faisant varier l'épaisseur de la couche d'or, nous avons constaté qu'avec une couche épaisse de 0.15 à 0.3 μm , la membrane d'alumine change de propriétés, elle devient plus cassante et difficile à manipuler à cause des contraintes introduites lors du dépôt. A l'issue de ces constatations nous avons décidé de minimiser ces contraintes en procédant à un dépôt moins important de l'ordre de 30 à 50 nm. Nous avons testé la conductivité de ce dépôt à l'aide d'un voltmètre et des observations MEB (**Figure 115** après dépôt d'or) qui ont confirmé l'obtention d'un film d'or continu malgré la topographie discontinue de la surface de dépôt.



Vue de dessus après le dépôt de la couche d'accroche d'or

Zoom

Figure 115 : Clichés MEB montrant la morphologie de la membrane d'alumine (MPI Max Planck Institute_ Allemagne) après le dépôt de la couche d'accroche d'or par pulvérisation cathodique (50 nm).

➤ Etape de la croissance des motifs (nano-fils d'or)

Cette étape est utilisée pour réaliser les absorbants (nano-fils). La membrane métallisée est fixée à l'aide d'un support fabriqué à cet effet (**Figure 116**), nous avons utilisé une pastille de cuivre dorée contre la surface dorée de la membrane. La pastille et la membrane métallisée sont en contact électrique avec un fil électrique permettant de connecter l'ensemble aux bornes d'un potentiostat. Cet ensemble est alors immergé dans une cellule thermostatée contenant l'électrolyte d'or. Ce dispositif est équipé d'un système permettant une agitation de l'échantillon pendant la croissance.

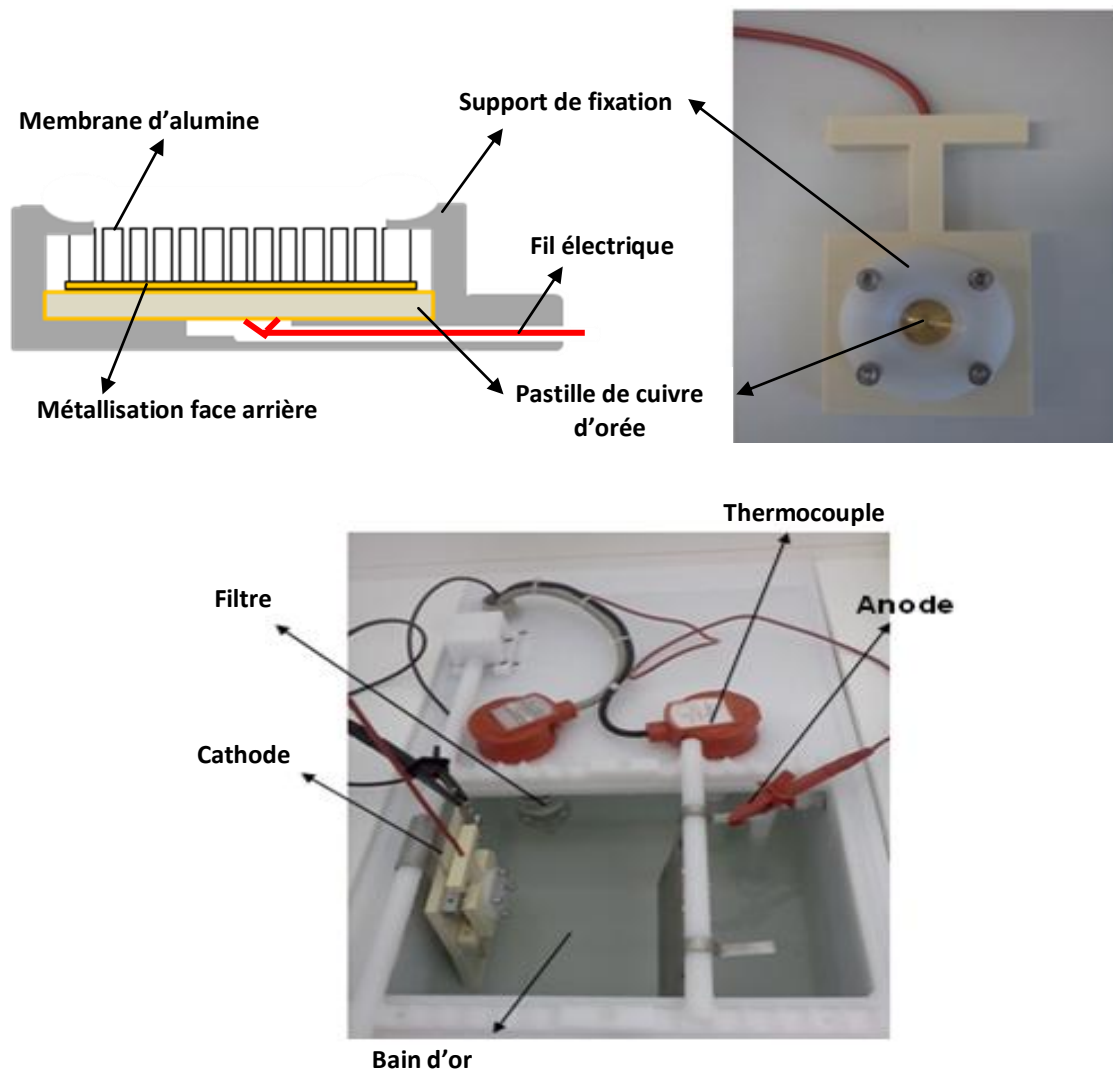


Figure 116 : Schéma et photo du porte échantillon utilisé pour réaliser la croissance électrolytique des nano-fils d'or et la cellule de dépôt (plate forme TRT)

Dépôt d'or : Principe et conditions

Sous l'effet du champ électrique, les ions d'or migrent par diffusion via les nano-pores et se déposent sur la cathode, la **Figure 117** montre un schéma d'une membrane d'alumine avant et après croissance des nano-fils d'or. Le dépôt d'or par voie électrolytique peut être effectué par l'intermédiaire de deux types de solution électrolytique : solution sulfurique ou bain cyanuré, ce dernier est installé sur la plateforme TRT à Palaiseau.

Composition du bain et conditions opératoires :

- Composition : 99.99% d'or sous forme de poudre
- pH : entre 5 et 6
- Densité : 2.5 mA/cm²
- Anode : grille de titane platiné
- Filtration en continu

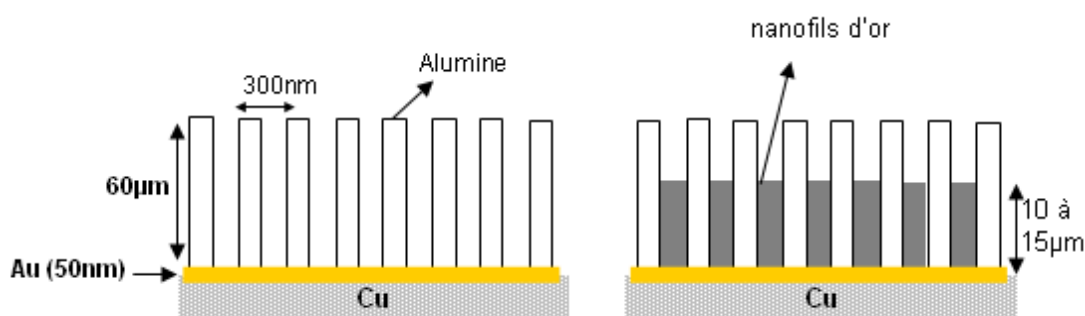


Figure 117 : Principe de fabrication d'un réseau de nano-fils

Quelques paramètres influençant l'électrodéposition :

Les propriétés des microstructures obtenues par électrodéposition telles que l'adhérence, les contraintes internes, la densité, sont influencées par les nombreux paramètres du procédé :

- Densité de courant, la vitesse de croissance dépend de la densité de courant, celle-ci augmente au fur et à mesure de l'augmentation du potentiel appliqué. Une densité de courant optimisée améliore la densité et qualité de dépôt.
- Température, une élévation de la température abaisse la viscosité du liquide et fait croître la mobilité des ions, elle favorise donc l'échange entre la couche de diffusion (interface solution-électrode) et le reste du bain.

Après électrodéposition, l'échantillon est sorti de l'électrolyte puis trempé dans une solution de soude molaire à 80 °C pendant 30s et dans l'acide sulfurique H₂SO₄ pendant 10s pour dissoudre la

membrane d'alumine et pouvoir observer la morphologie ainsi que vérifier la densité de ces nanostructures.

Résultats de la croissance électrolytique : membrane « Whatman »

Les essais d'irradiation ont commencé dans un premier temps avec les seules membranes type « **Whatman** ». Nous donnons les résultats obtenus avec celles-ci. Une deuxième partie concernera les résultats obtenus avec les membranes MPI.

Les résultats de la croissance de l'absorbant (nano-fils d'or), montrent que la croissance de ces dispositifs à travers ces membranes n'influence en aucun cas ces nanostructures, c'est-à-dire pas de déformation des parois, le diamètre des pores ainsi que la distance intercellulaire restent constants. Cependant, nous avons constaté que la croissance des nano-fils se fait également dans les branches créées par l'élimination de la barrière résiduelle d'alumine. Ce phénomène peut avoir des conséquences néfastes sur l'étape de transfert, dès que cette arborescence s'étend sur une hauteur appréciable de l'ordre de 1 à 2 μm , la **Figure 118** illustre ce phénomène de croissance (Images MEB A2, A3 et A4).

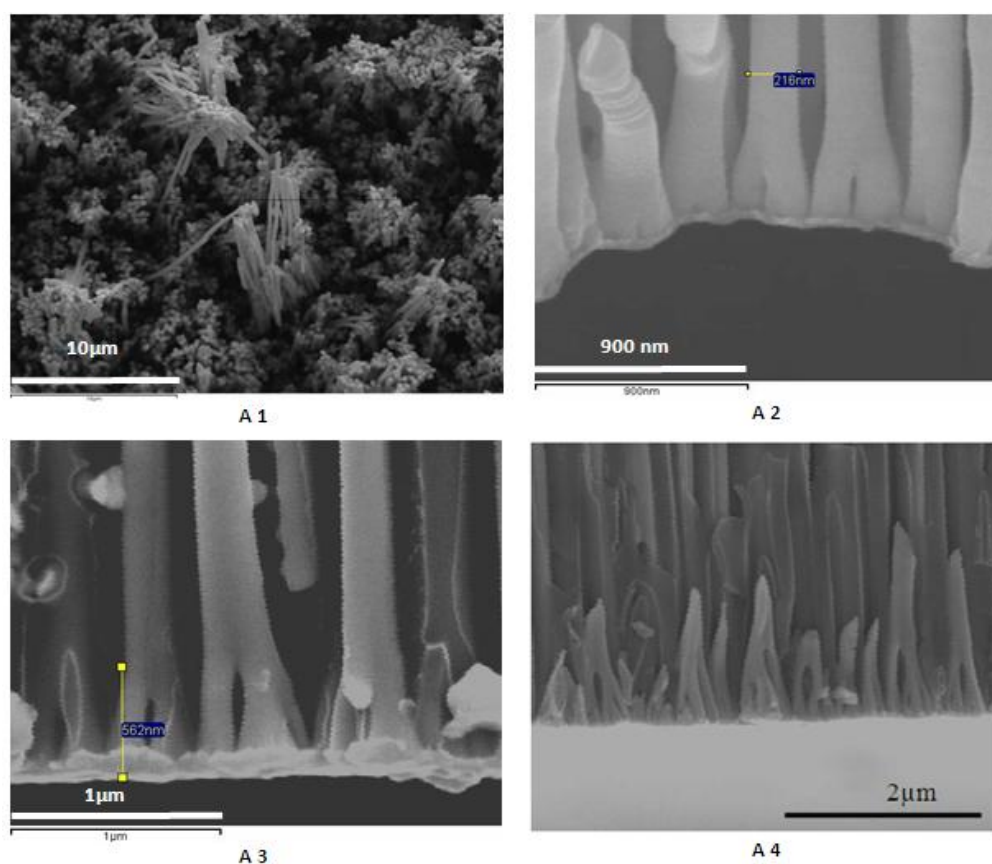


Figure 118 : Clichés MEB illustrant l'agglomération des nano fils après l'élimination de la membrane Whatman (A1) et le phénomène d'arborescence aux pieds de ces nano-fils d'or (A2, A3, et A4).

Les nano-fils d'or font 8 à 15 μm de hauteur pour un temps de croissance de 30 à 90 min. Les observations (MEB) montrent que les nano fils s'agglomèrent et forment des paquets au-delà d'une certaine hauteur après l'élimination de l'alumine (cliché A1), cette structure en amas fera obstacle pour l'étape d'assemblage, en effet, il n'y aura pas d'interpénétration des nano-fils d'or. Pour éviter ce phénomène, il suffit de diminuer le temps de croissance pour avoir des fils plus courts (5 à 8 μm).

4. Transfert de l'image du masque dans la résine PMMA

L'étape suivante de transfert a pour but de reporter des motifs générés sur ce masque dans une résine. Cette étape est présentée dans la **Figure 124** : le substrat, sur lequel aura été déposée au préalable une couche de résine photosensible, est exposé aux rayons-X au travers d'un masque définissant les motifs à reproduire. Les zones de la résine qui sont soumises à ce rayonnement subissent ainsi une transformation. Suivant le type de résine utilisée (positive ou négative), le solvant dans lequel va être plongé le substrat élimine les zones insolées dans le cas d'une résine dite positive ou les zones non insolées dans le cas d'une résine négative.

➤ Montage expérimental :

Un montage spécifique a été conçu, dont un schéma est représenté dans la **Figure 119**. Un cache de protection en cuivre de 2mm a été ajouté à la suite des essais (**Figure 120**). L'objectif est de protéger le bord de la résine, qui se trouve exposée directement aux rayons X en l'absence de tout absorbant. Cette résine non protégée se trouve surexposée et se déforme par apparition de bulles de gaz qui empêchent le masque de rester en contact avec la résine pendant l'étape d'irradiation.

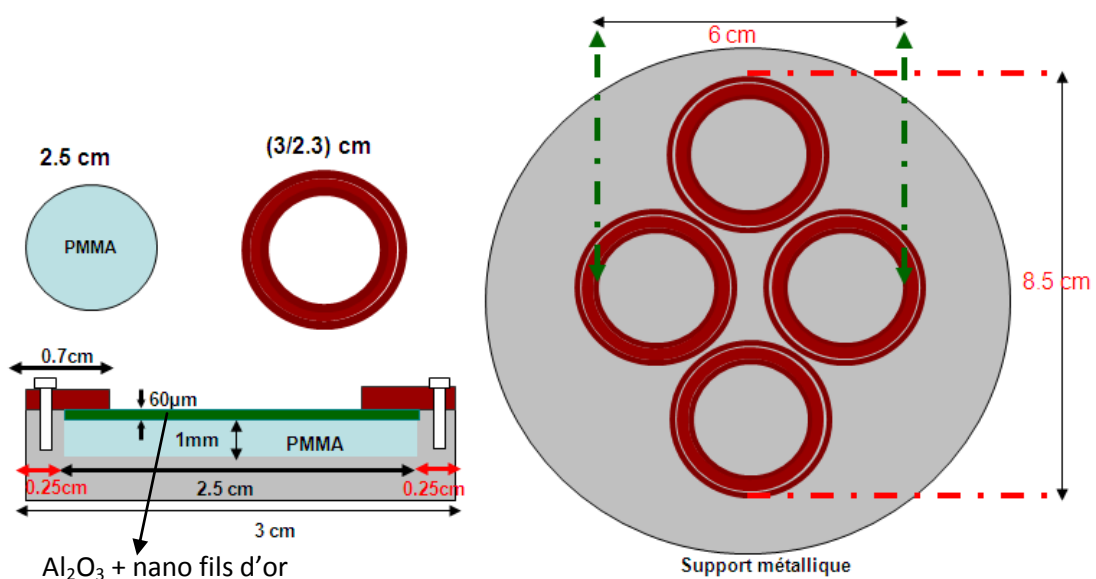


Figure 119 : Support pour les essais d'irradiation.

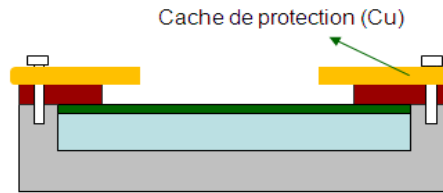


Figure 120 : Cache de protection en cuivre de 2 mm d'épaisseur

➤ **Préparation des échantillons**

Les tests d'irradiations ont été réalisés sur deux substrats différents : PMMA autosupporté et PMMA en couche minces (PMMA 2) déposée sur un substrat de graphite de 400 μm d'épaisseur. Le PMMA autosupporté a subi un traitement thermique pour diminuer les contraintes internes dues aux différents usinages, (ces contraintes résiduelles peuvent dégrader la qualité des microstructures). Un recuit thermique est effectué dans un four programmable. La température de recuit est un peu en-dessous de la température de transition vitreuse de la résine PMMA, le recuit dure une heure à 110°C avec une vitesse de 0.3°C/min et une descente de 0.2 °C/min jusqu'à la température ambiante.

Le dépôt de PMMA 2. est effectué à l'aide d'une tournette en utilisant une vitesse de rotation de 1500 rpm pendant 30 s. On dépose trois couches; pour chacune des couches, un recuit a été effectué pendant 60, 75 et 300 s sur une plaque chauffante à 180 °C. On vise une épaisseur de 10 à 12 μm (**Figure 121**).

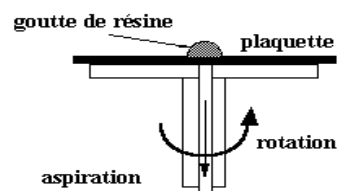


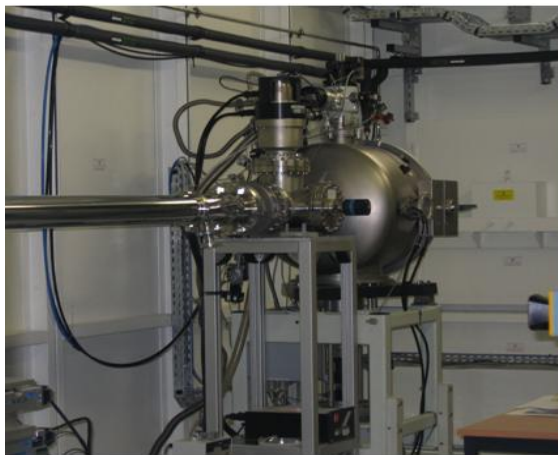
Figure 121 : Schéma de principe spin-coating.

Nous avons utilisé des filtres en kapton de 25 μm entre la résine et le masque dont le but est d'éviter que le masque ne colle à la résine. Des substrats en graphite de 400 μm d'épaisseur, du même diamètre que la membrane d'alumine ont été utilisés devant les masques pour assurer un contact parfait à l'aide du support de fixation, entre le masque et la résine à insoler.

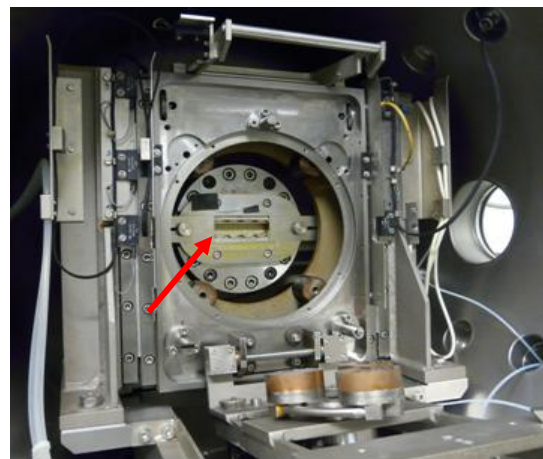
➤ **Irradiation par rayons X de la résine à travers la membrane nanostructurée,**

L'irradiation consiste à répliquer les motifs d'un masque dans une résine épaisse avec la meilleure précision et à l'échelle 1. La **Figure 122** montre le principe de la station de lithographie X. Le faisceau de rayon-X a une forme en éventail dans le plan de l'orbite des particules et une faible divergence dans le plan vertical. On récupère une partie du faisceau dans la ligne de lumière jusqu'à la station expérimentale de lithographie. Des fenêtres et des absorbants sont installés dans la ligne de lumière afin de filtrer les longueurs d'ondes de basse énergie. Le spectre est optimisé pour exposer les résines épaisses. La gamme de longueurs d'ondes s'étend de 1 à 5 Å.

L'exposition est effectuée dans une chambre remplie d'une atmosphère d'Hélium (100 mbar), pour faciliter les échanges thermiques pendant cette opération. L'ensemble échantillon et support maintenu à température constante (20°C) par l'intermédiaire de son substrat refroidi, est ajusté perpendiculairement au faisceau de rayon-X avec un mouvement vertical de va et vient pour pouvoir insoler uniformément la surface entière de l'échantillon.



Equipement ligne métrologie (SOLEIL)



Intérieur du scanner avec la fenêtre de Béryllium

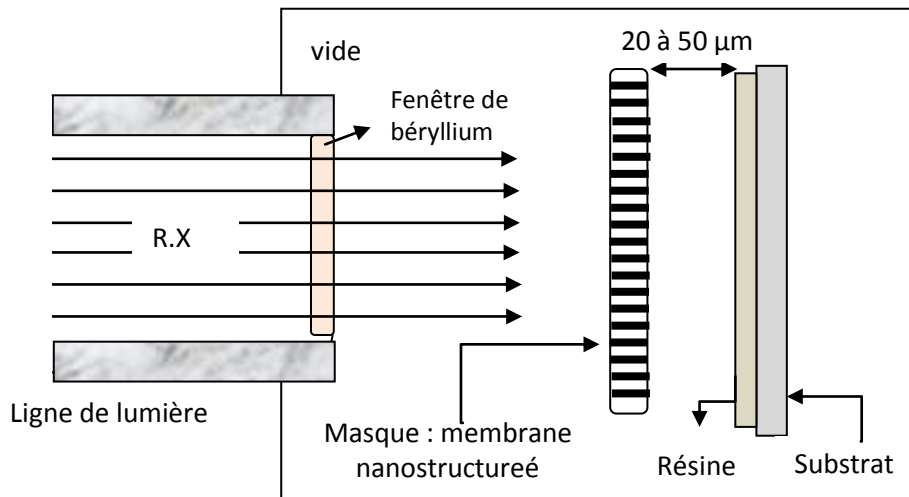


Figure 122 : Photos et principe de la station de lithographie X (vue de dessus).

Pour insoler une résine épaisse telle que le PMMA, on doit à la fois déposer sur l'interface résine-substrat une dose D_b de l'ordre de 3 kJ/cm^3 (dose nécessaire pour dissoudre complètement la résine irradiée) et limiter le dépôt de dose dans les parties ombrées D_a à moins de 100 J/cm^3 (pour éviter leur dissolution). De plus, la forte épaisseur des résines utilisées en lithographie profonde résulte en une distribution quasi-exponentielle de la dose déposée dans l'épaisseur de la résine que l'on ne peut pas négliger contrairement à la lithographie classique. La conséquence est que la dose déposée à la surface de la résine est largement supérieure à celle déposée au fond. Pour éviter d'endommager la résine, il faut que la dose maximale absorbée à la surface, D_s , soit inférieure à 20 kJ/cm^3 . La **Figure 123** montre la distribution de dose dans l'épaisseur de la résine PMMA (épaisseur totale $850 \mu\text{m}$) pour une dose au fond de 2.5 kJ/cm^3 au centre LURE DCI 1.85 GeV.

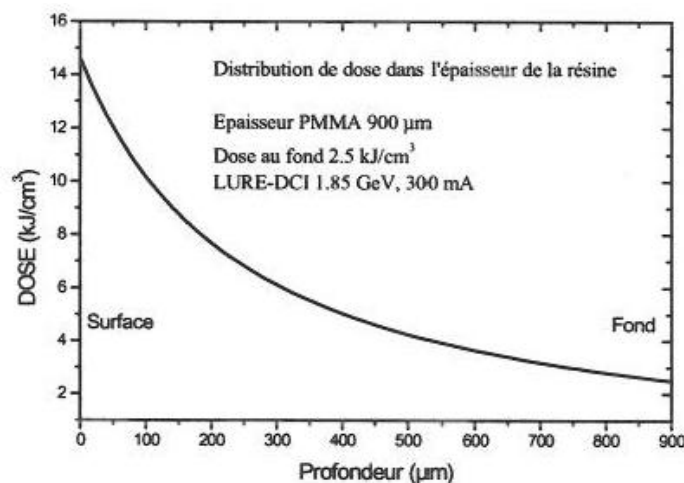


Figure 123 : Distribution de dose dans une résine épaisse PMMA.

1. Lignes de lumière utilisée pour les essais d'irradiation

Les campagnes d'irradiation ont été réalisées dans deux centres du rayonnement synchrotron ANKA (Karlsruhe Institute of Technology (KIT)) en Allemagne et au centre de rayonnement synchrotron SOLEIL à GIF-sur-YVETTE (ligne métrologie). En annexe 1, on donne les différents paramètres expérimentaux de chaque centre.

2. Développement de la résine :

Cette étape consiste à faire apparaître une image en relief obtenue par les différences de solubilité entre les zones de résine exposées et celles qui ne l'ont pas été, ce transfert de l'image du masque est effectué par le biais d'une dissolution chimique sélective entre ces zones en utilisant les développeurs :

- PMMA : GG (Ghia et Glashauser de Siemens)
 - 80 vol % 2-(2-butoxy ethoxy) éthanol, 20 vol % EDI
- SU-8
 - Un recuit de 10 min à 90°C puis développement dans 1-méthoxy -2 propyle) - acétate C₆H₁₂O₃

3. Croissance électrolytique des nano-fils d'or (à 50°C et 2.5 mA/cm²) :

A l'issue de l'étape précédente, on obtient un moule de polymère utilisé pour faire croître par électrodéposition des nano-fils d'or.

4. Elimination de la résine PMMA : Lift off

Le schéma de la **Figure 124** récapitule les différentes étapes technologiques utilisées pour réaliser le transfert du masque dans une résine photosensible.

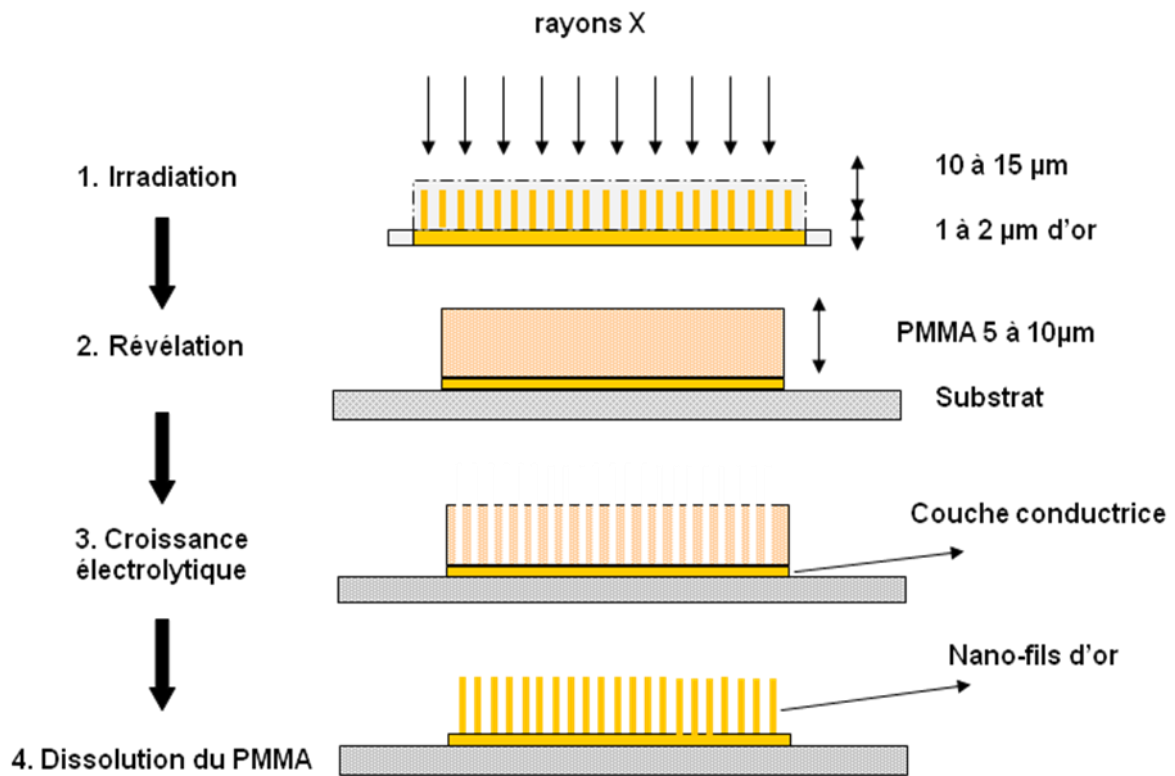


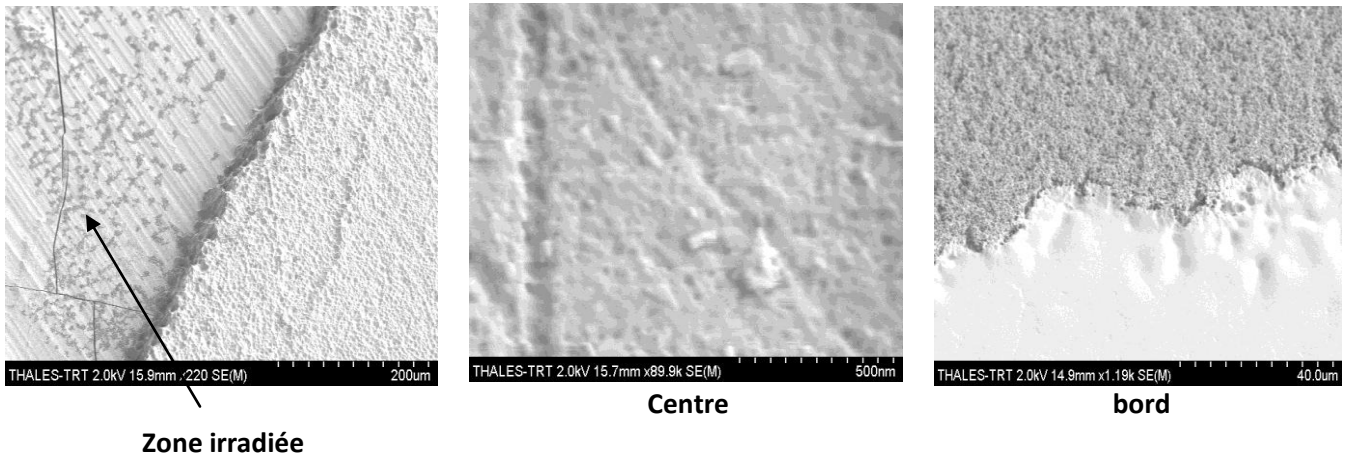
Figure 124 : Etape de transfert masque – résine.

Résultats et interprétations :

Les résultats exposés dans ce manuscrit concernent les derniers résultats obtenus. Les membranes microstructurées utilisées pour ces essais :

- Deux membranes de type « Whatman » ont été utilisées, avec 8 à 10 μm d'or (nano-fils) pour le masque rayon-X.
- Résine PMMA autosupportée, 1 mm d'épaisseur.
- Résine PMMA 2 déposé sur substrat en graphite (10 μm).

Essai2_0.1_90 min



Essai2_0.2_120 min

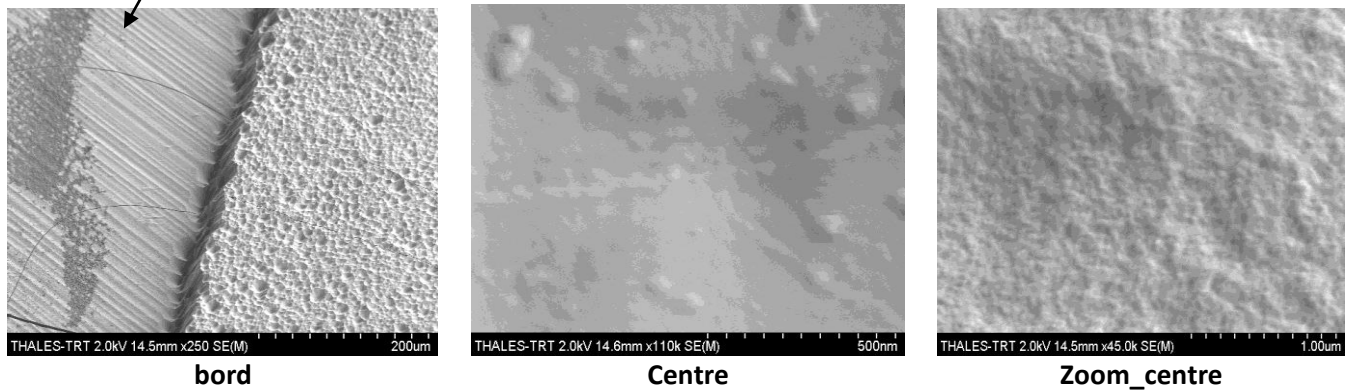


Figure 125 : Etat de surface des échantillons (pastilles autosupporté PMMA) après irradiation.

Après l'étape de développement, des observations topographique (MEB) sont réalisées sur les échantillons, la **Figure 125** montre les résultats obtenus sur deux échantillons « Essai2_0.1_90 min et Essai2_0.2_120 min », ces clichés MEB révèlent l'absence de tout transfert des nanofils.

Une vérification des membranes nano-structurées utilisées pour ces essais montre des nano-fils d'or (absorbant) de hauteur de 2 à 4 µm (**Figure 126**), alors que les calculs de dose à l'aide d'un logiciel dédié montrent qu'il fallait au moins 10 à 15 µm de hauteur des nano-fils. Nous avons donc décidé d'augmenter le temps de croissance pour avoir des nano-fils de plus grande hauteur pour la suite des essais.

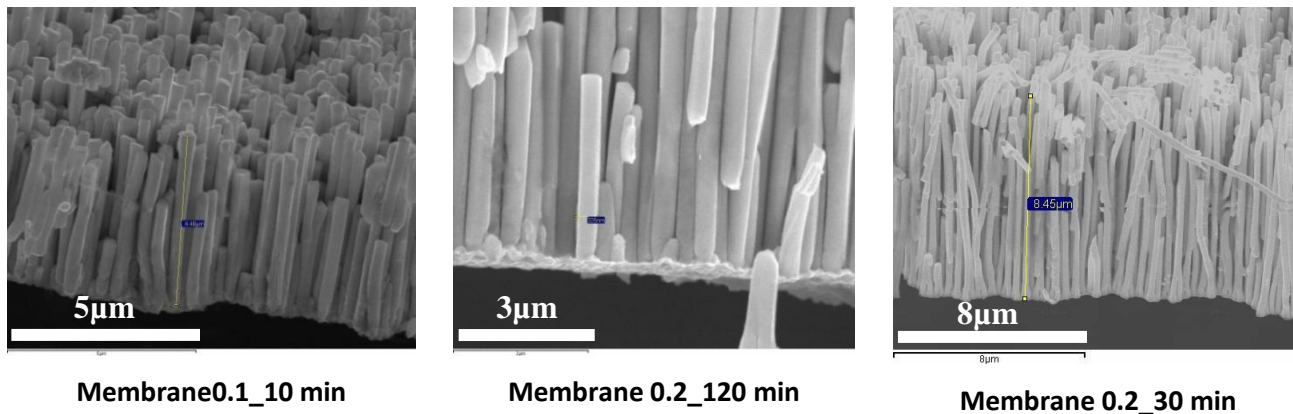


Figure 126 : Clichés MEB des nano-fils d’or après dissolution de la membrane AAO « Whatman ».

Par ailleurs, la densité trop importante des nano-fils d’or et leur enchevêtrement (non parallélisme des fils d’or) brouillent à l’excès leur image projetée dans la résine à irradier en constituant l’équivalent d’une zone absorbante « continue ». Une idée consiste alors à modifier la répartition des nano-pores pour avoir une distance inter-pores plus importante. Pour ce faire, nous avons utilisé la lithographie électronique ebeam, le schéma de la **Figure 127** récapitule les étapes technologiques nécessaires pour cet objectif.

5. Modification de la porosité des membranes d’alumine

Le principe consiste à diminuer le taux de porosité de ces membranes nano poreuses. Pour cela nous avons eu recours à la technique d’écriture par ebeam pour réduire la surface entrant en contact avec l’électrolyte et donc faire obstacle à la croissance des nano-fils dans des endroits comme illustré sur le schéma de la **Figure 127**.

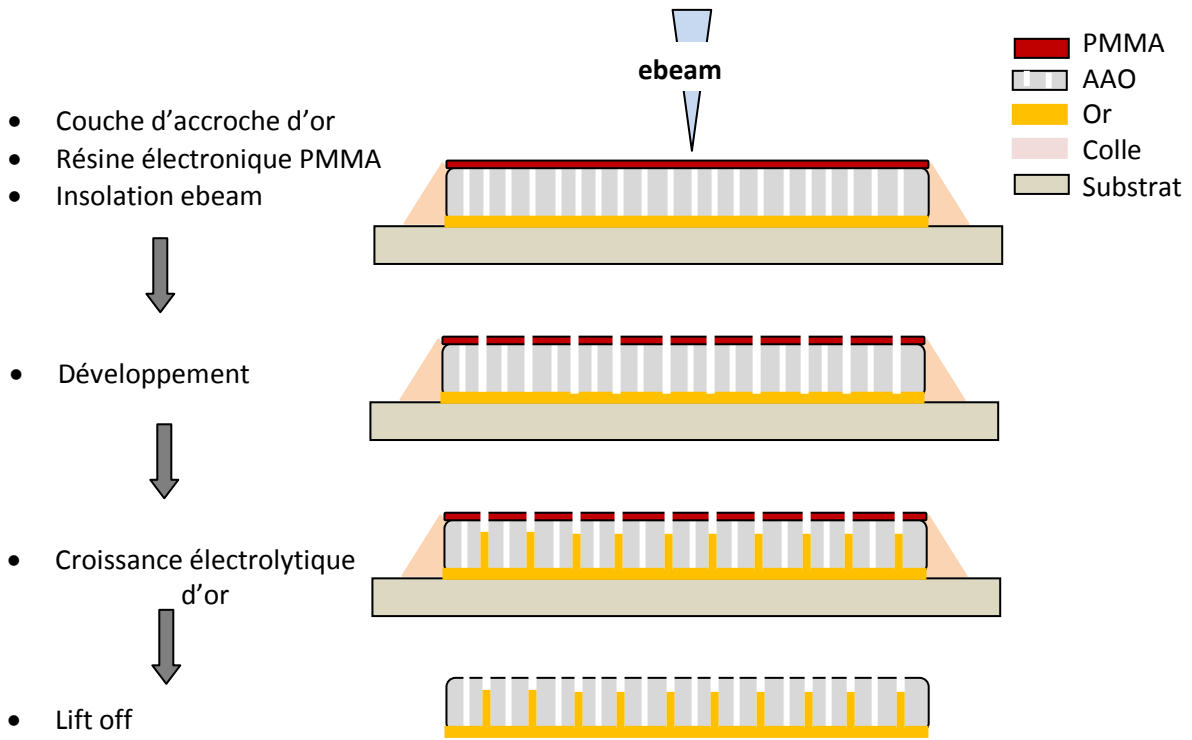


Figure 127 : Principe et étapes technologiques pour contrôler la porosité de la membrane d'alumine « Whatman » par lithographie électronique ebeam.

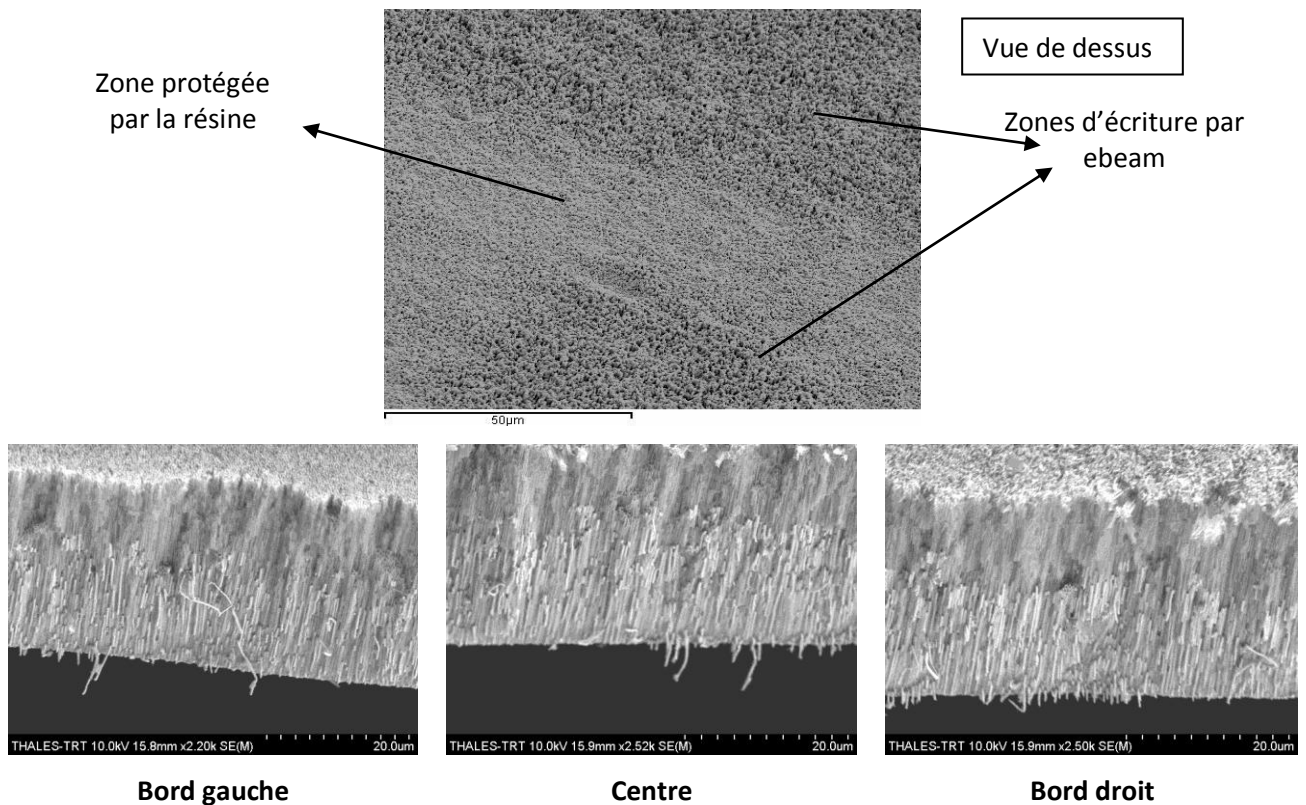


Figure 128 : Croissance des nano-fils d'or sur toute la surface de la membrane AAO « Whatman ».

On constate sur la **Figure 128** une croissance des nano-fils sur toute la surface de la membrane. Néanmoins, sur le cliché vue de dessus, on distingue la différence entre la zone d'écriture ebeam et celle protégée par la résine électronique. Deux hypothèses peuvent expliquer ces observations :

- La dose utilisée pour l'écriture ebeam est insuffisante.
- La qualité et les propriétés de la résine électronique ne sont pas adaptées pour ce type de surface nano poreuse.

6. Dépôt de la couche d'accroche face arrière de la membrane AAO

Pour mieux comprendre les résultats obtenus après les campagnes d'irradiations au rayonnement synchrotron, nous avons vérifié la structure des membranes d'alumine. Pour ce faire, dans un premier temps, nous avons procédé à des observations MEB réalisées sur trois zones de la membrane AAO: milieu, face avant et face arrière. Les résultats de ces observations sont représentés dans la **Figure 113**, ces clichés MEB présentent une structure asymétrique. Les membranes, présentent une forte variation dans le diamètre et la distance inter pore entre les deux faces de la membrane. Des observations topographiques ont été réalisées au microscope à force atomique (AFM pour atomic force microscope) (**Figure 129**), pour repérer et différencier les deux faces caractérisées par des diamètres de pores différents et des densités différentes

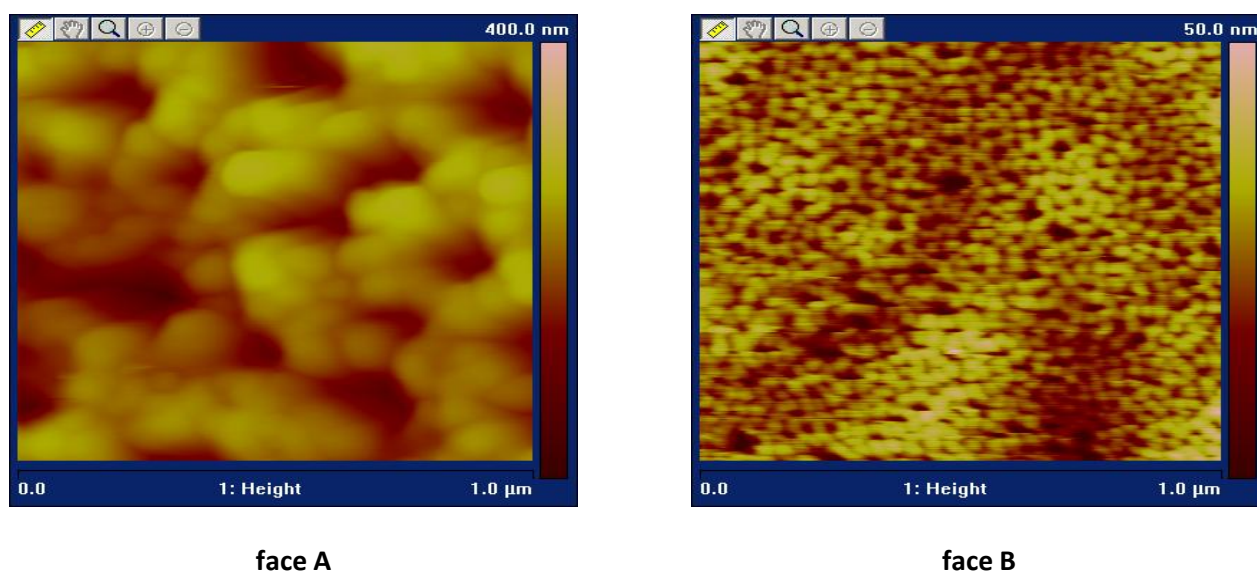


Figure 129 : Topographie de la surface de la membrane d'alumine 20 nm réalisée par le microscope à force atomique AFM (Laboratoire UMR_CNRS).

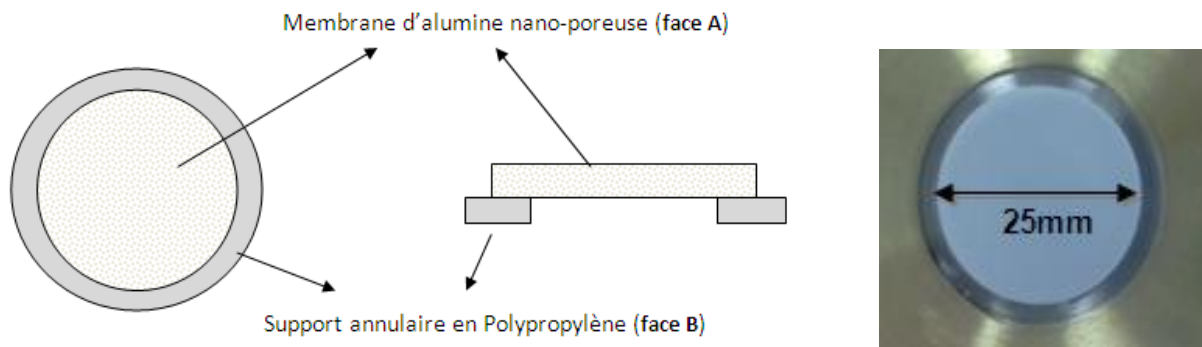


Figure 130 : Membrane d'alumine « Whatman », schéma illustrant les deux faces (A) et (B) à gauche, photo à droite.

Ces analyses topographiques, confirment les observations MEB précédentes. Sur une surface de $1 \mu\text{m}^2$, on observe une très grande différence de porosité entre les deux faces de la membrane.

A l'issue de ces constatations, nous avons décidé d'utiliser la face B (**Figure 130**) comme base pour la croissance de nos nano-fils d'or, car elle présente une porosité et une distance inter-pore qui peut être intéressante pour nos travaux. Les résultats sont représentés dans la **Figure 131**.

Le procédé utilise un bain électrolytique d'or avec un courant continu et une densité de courant de 2.5 mA/cm^2 pour une durée de 60 à 90 minutes. Pour homogénéiser le dépôt des nano fils d'or, la croissance est réalisée à 50°C .

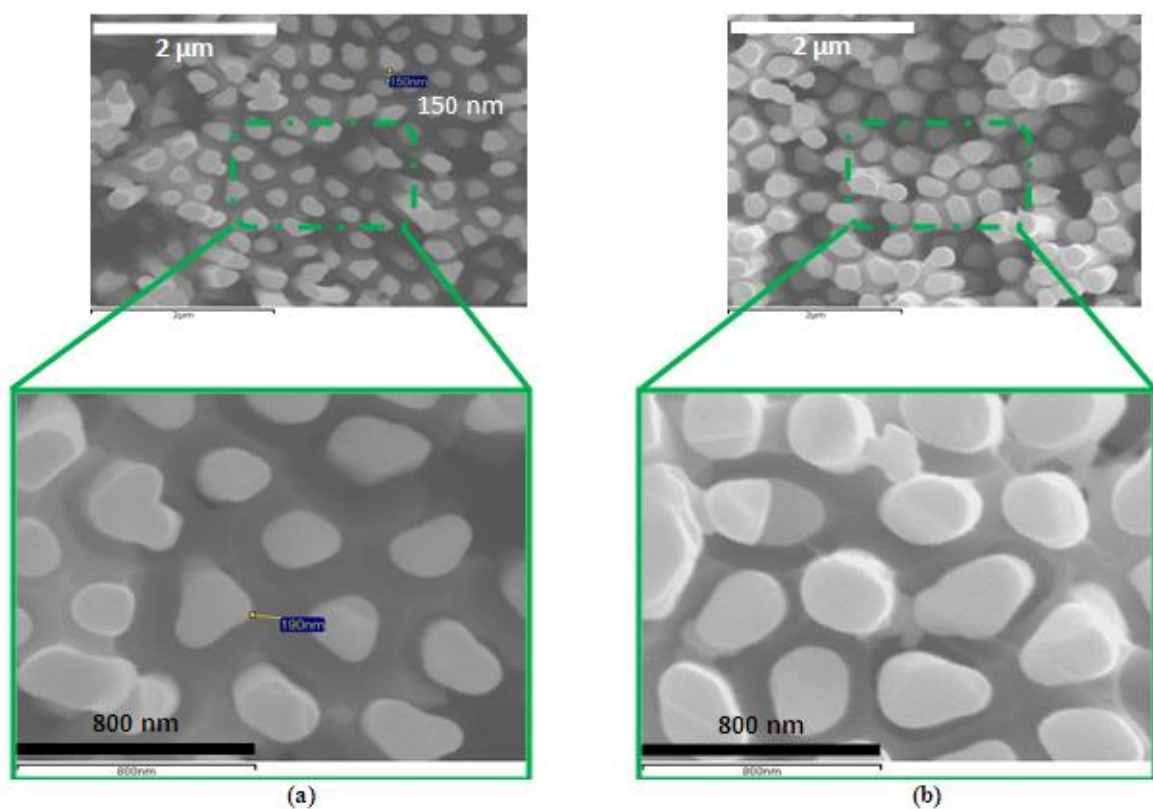


Figure 131 : Croissance électrolytique d'or à travers une membrane d'alumine « whatman » 20 (a) et 200 (b), temps de croissance 30 minutes, densité de courant 2.5 mA/cm^2 .

Cette **Figure 131** montre une vue du dessus des nano fils d'or après une élimination partielle de l'alumine. Les fils d'or ont pratiquement le même diamètre de 250 à 300 nm dans les deux cas de figure, par contre la distance inter pores varie de 100 à 160 nm pour la membrane (a) et de 90 à 130 nm pour la membrane (b).

Nous avons jugé ces caractéristiques suffisantes pour nos essais d'irradiations au rayonnement synchrotron. Deux campagnes d'essais ont été programmées dans les centres ANKA et SOLEIL, les conditions ainsi que les paramètres correspondant à chaque centre d'irradiation sont exposés dans **l'annexe 1**.

➤ **Lithographie-X à SOLEIL, ligne de Métrologie,**

Deux essais d'irradiation ont été réalisés, dans le premier essai (**Essai 111206**) nous avons utilisé 4 substrats de graphite avec une couche de PMMA de 10 μm déposée selon la procédure QWIPs et InGaAs, dans le second essai (**Essai 111204**), 4 substrats PMMA auto supporté, ces derniers ont subi un traitement thermique (1H à 110°C). Pour les deux essais, nous avons utilisé les mêmes masques (4 masques) avec des nano-fils de 15 μm de hauteur (obtenus par une croissance électrolytique).

➤ **Essai 111206 : PMMA auto supporté**

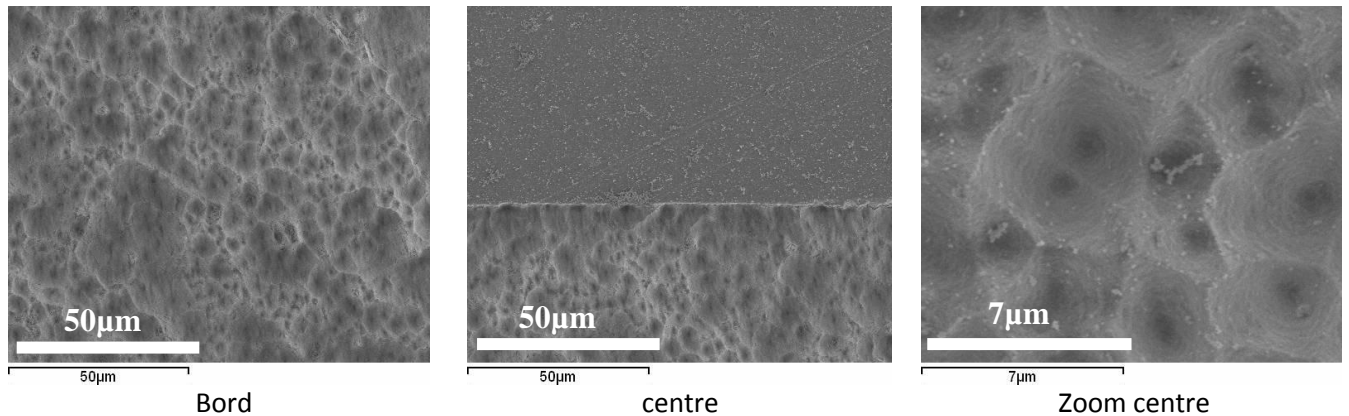


Figure 132 : Etat de surface des échantillons après l'étape de développement.

➤ **Essai 111204 : PMMA 2 sur graphite**

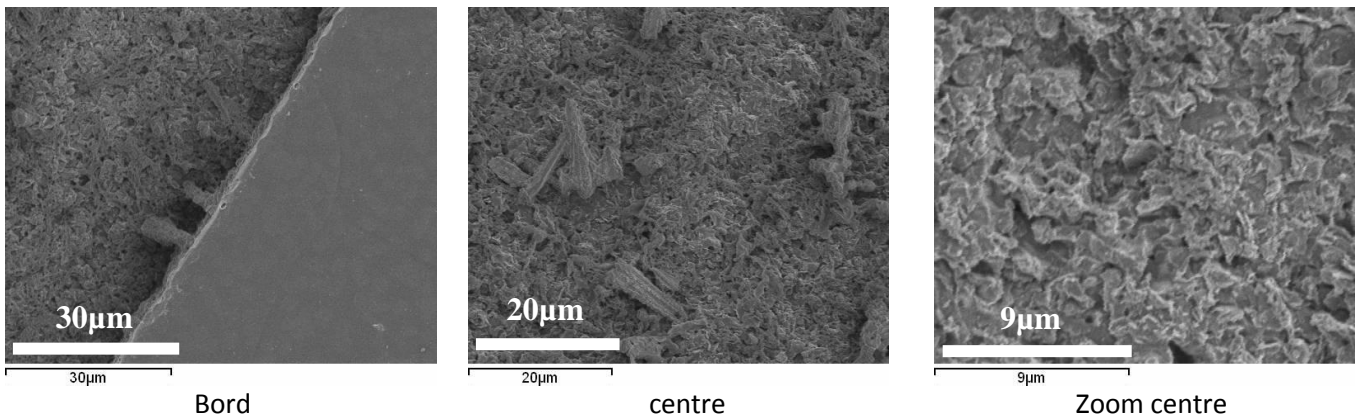


Figure 133 : Etat de surface des échantillons après l'étape de développement.

➤ ***Lithographie-X, ANKA, ligne de lumière Litho II***

Un essai d'irradiation a été réalisé sur deux substrats PMMA auto-supportés et deux substrats graphite avec une couche de PMMA de 10µm déposée selon la procédure QWIPs et InGaAs, les substrats PMMA auto-supportés ont subi un traitement thermique (1H à 110°C).

➤ **PMMA 2 sur graphite**

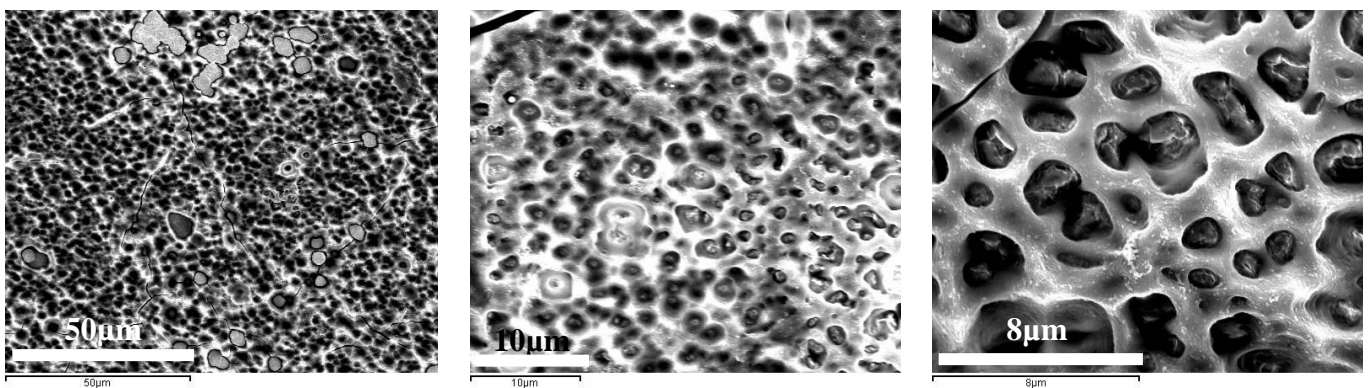


Figure 134 : Etat de surface des échantillons après l'étape de développement.

➤ **PMMA auto supporté**

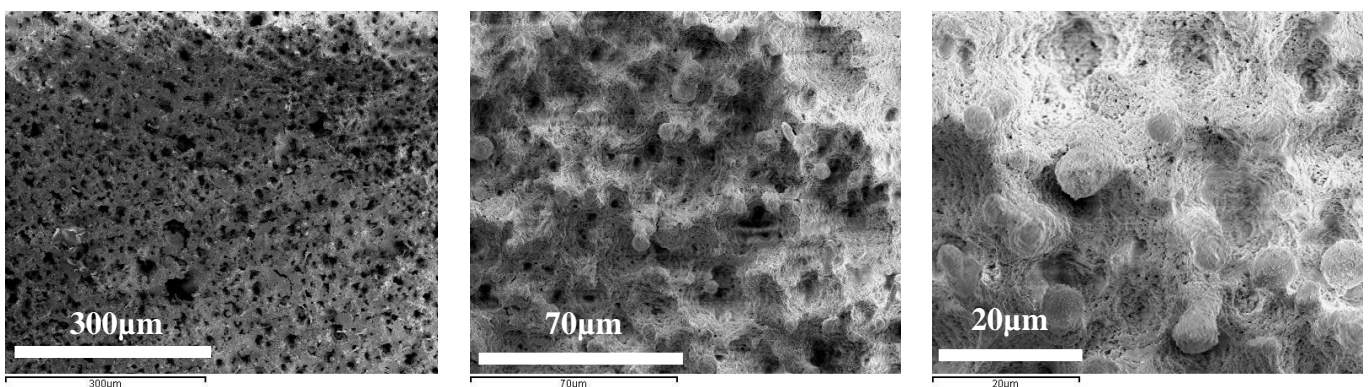


Figure 135 : Etat de surface des échantillons après l'étape de développement.

Au vu de ces résultats, on constate qu'il n'y a pas de transfert de l'image des nano fils de manière individuelle dans la résine, comme espéré, mais plutôt à un transfert de l'image d'amalgame de nano-fils donnant des formes plus ou moins grossière (Figure 133, Figure 134 et Figure 135, Figure 136).

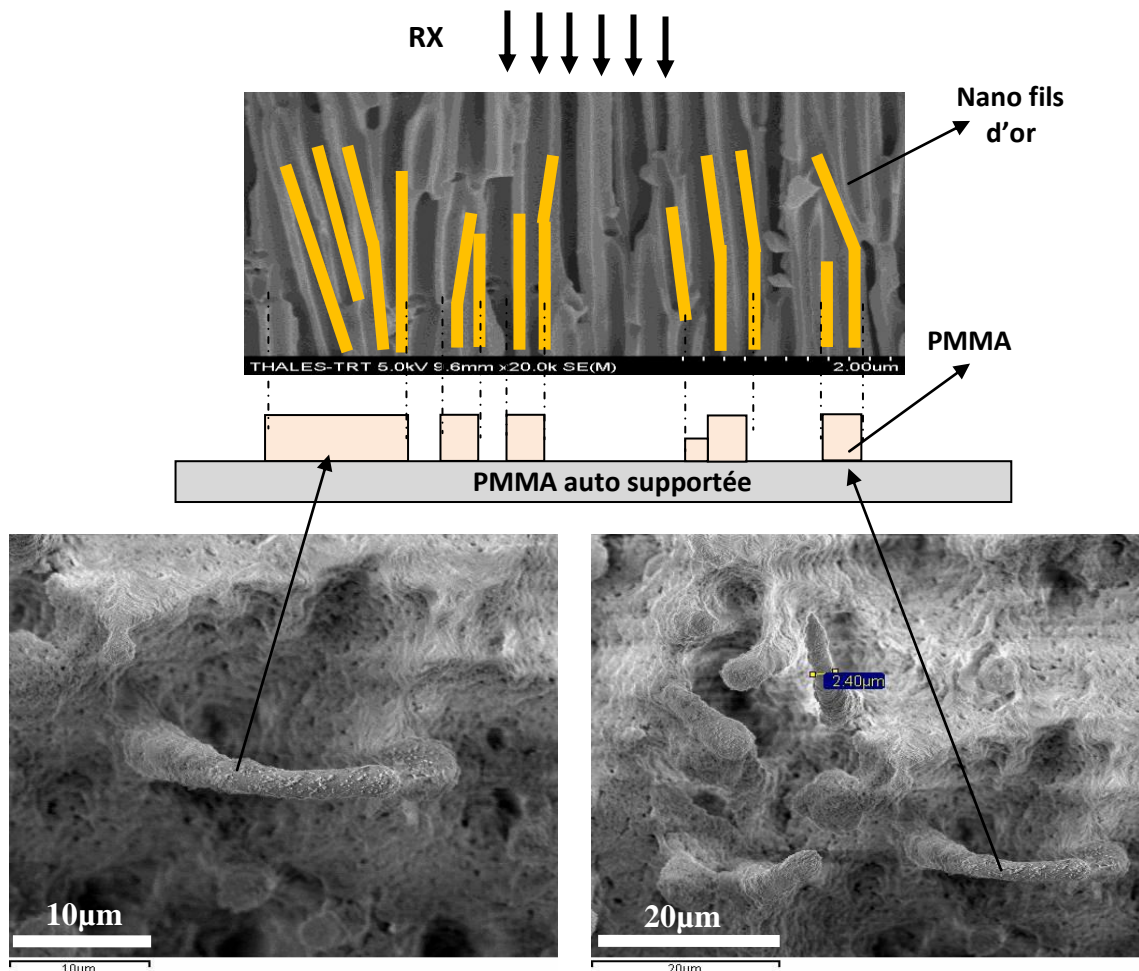


Figure 136 : Cliché MEB et schéma explicatif d'un transfert d'une image de groupement des nano-fils dans la résine.

Ces résultats montrent une fois de plus que les membranes d'alumine utilisées « Whatman » ne sont pas adaptées pour ces travaux de lithographie malgré les différentes améliorations apportées sur ces dispositifs (choix de la face la plus régulière en termes de porosité, bouchage de pores de manière périodique par lithographie électronique...). Un des premiers obstacles, est la densité de ces nano pores qui reste trop importante, ainsi que la distance inter-pores, très variable et insuffisante par endroit. Le deuxième facteur important est la morphologie et la structure de ces membranes: les pores ne sont pas parfaitement droits, et se caractérisent par des embranchements. Cette nano-structuration à elle seule, peut empêcher l'étape de transfert d'image.

7. Membrane d'alumine AAO MPI «Institut Max Planck »

Un deuxième type de membrane AAO de l'Institut Max Planck de physique des microstructures en Allemagne (MPI) (Figure 137) à été utilisé pour cette étude, ces membranes se caractérisent par une structure bien meilleure que les membranes « Whatman », notamment par une distance inter-pore plus grande, et une faible porosité (P(%)) de l'ordre de 10 à 15 % $P(\%) = (\pi/2\sqrt{3}) * (D_p/D_{int})^2$ (avec D_p le diamètre des pores et D_{int} la distance inter-pores).

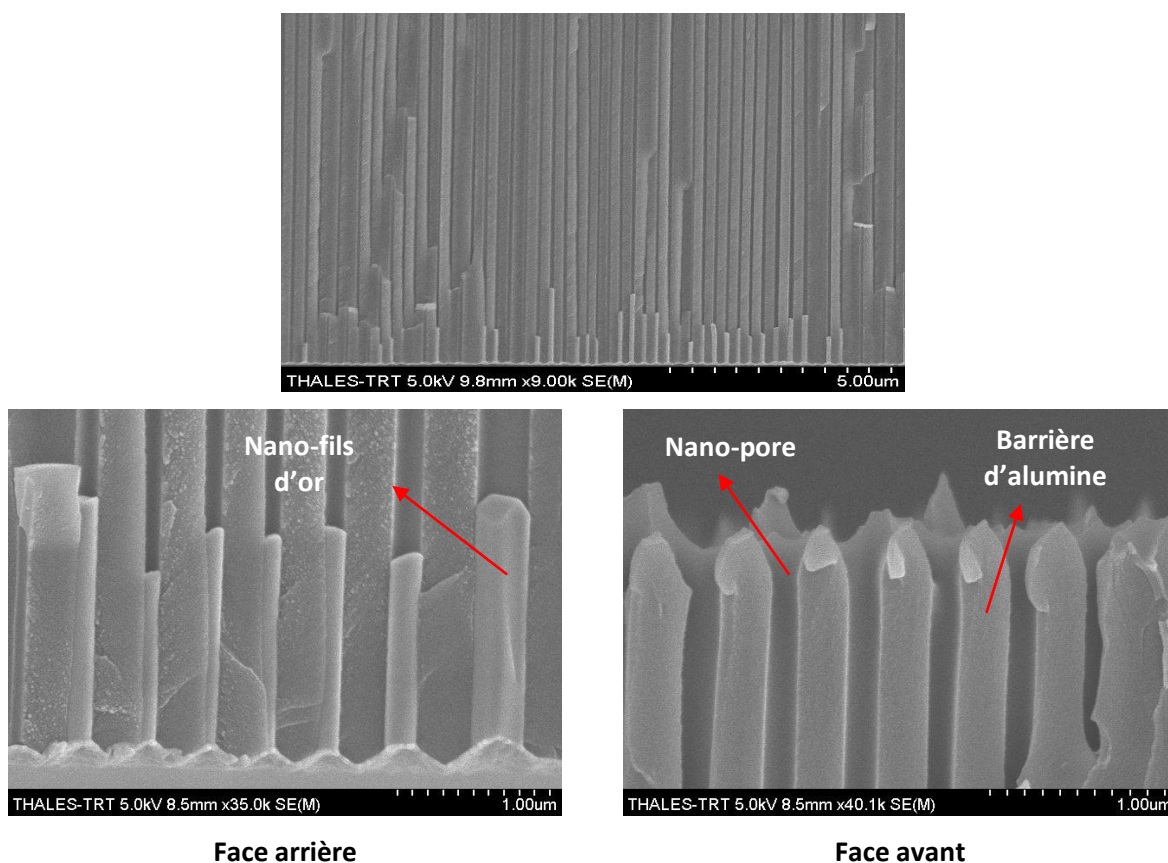


Figure 137 : Vue en coupe de la membrane AAO type MPI

Propriétés des membranes MPI :

- Diamètre : 14.5 mm,
- Epaisseur : 60 et 65 μm ,
- Distance inter pore : 300 et 490 nm,
- Diamètre des pores : 100 et 200 nm,

Ces nano-dispositifs ont subi les mêmes préparations que précédemment, c'est à dire, les étapes de métallisation face arrière, et la croissance électrolytique de l'absorbant. Nous avons utilisé également les mêmes résines (PMMA auto supportée et PMMA 9% déposée en couches minces par tournette sur des substrats en graphites).

Quatre masques (membranes AAO _MPI + nano-fils d'or) ont été utilisées dans cet essai. Conditions d'exposition : ligne de Métrologie (SOLEIL) 400 mA, 460 µm de fenêtre de béryllium, un filtre Aluminium (10µm) dans la chambre à filtres, 20 µm au moins d'absorbant d'or, pour 10 à 12 µm de PMMA 2 sur substrat graphite et 850 µm de PMMA autosupporté, 4 kJ/cm³ de dose au fond de la résine. Le **Tableau 20** récapitule les conditions d'irradiation aux rayons-X à SOLEIL (ligne de Métrologie)

Echantillons	Masque/Filtre	Dose: Fond/Surface	Dose (mA.mn/cm)	Remarques
4*PMMA 9% (12µm)	AAO_MPI/ Graphite400µm	4 kJ/cm ³	3975	Temps : ΔT=1h33
4*PMMA auto (850µm)	AAO_MPI/ Graphite400µm	4 kJ/cm ³	3975	Temps : ΔT=1h20
1*PMMA casting (30µm)	AAO_MPI/ Graphite400µm	4 kJ/cm ³	3975	Temps : ΔT=1h10

Tableau 20 : Lithographie-X SOLEIL ligne métrologie.

Résultats et interprétations

Les résultats des essais d'irradiation aux rayons-X avec ces nouvelles membranes d'alumine sont représentés dans les figures suivantes.

Membrane D :

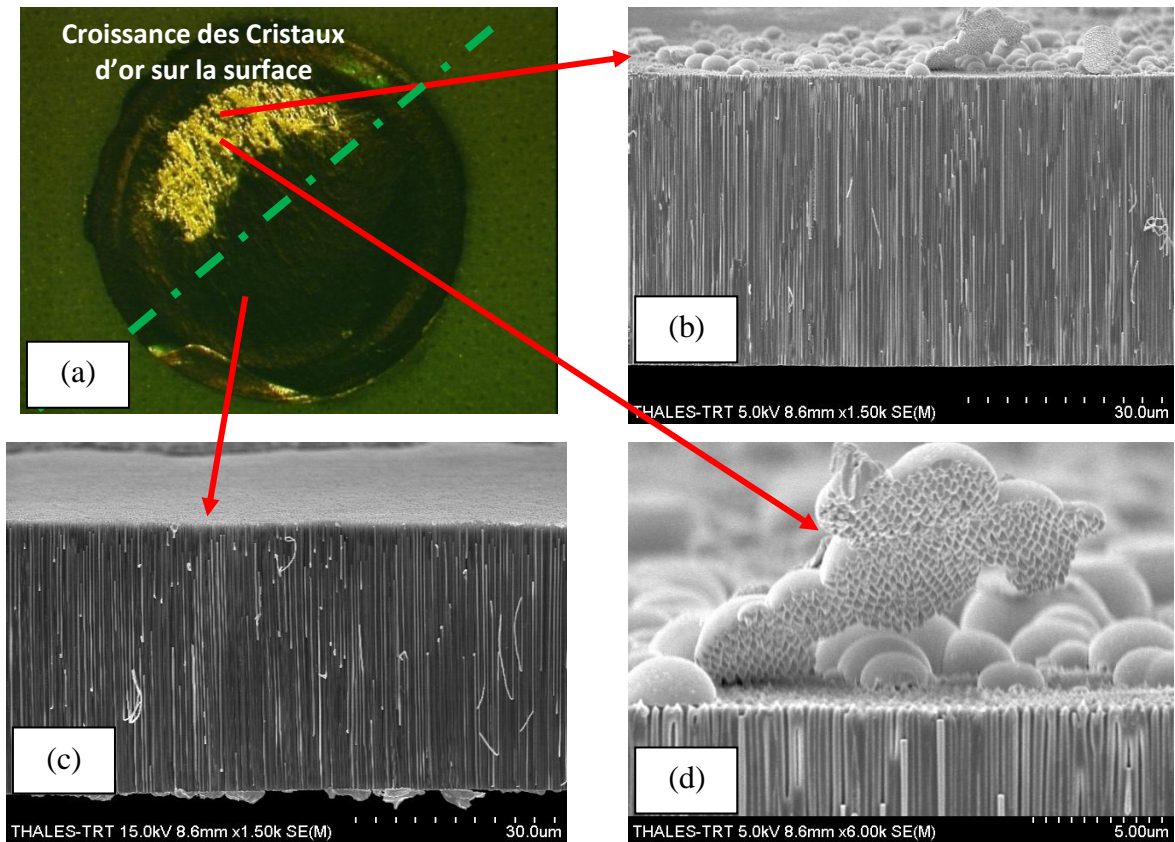


Figure 138 : (a) Photo de la membrane D, clichés MEB illustrant une vue en coupe de cette membrane après la croissance électrolytique de l'absorbant (nano-fils d'or) (c), et une croissance des cristaux d'or sur la surface de la membrane (b) (d).

La **Figure 138** montre un phénomène de croissance de cristaux d'or sur la surface libre de la membrane, celui-ci est induit par la croissance très rapide de quelques fils d'or ; une fois arrivés à la surface de la membrane, des cristaux d'or commencent à apparaitre avec une vitesse de croissance bien plus grande que celle dans les nano-pores.

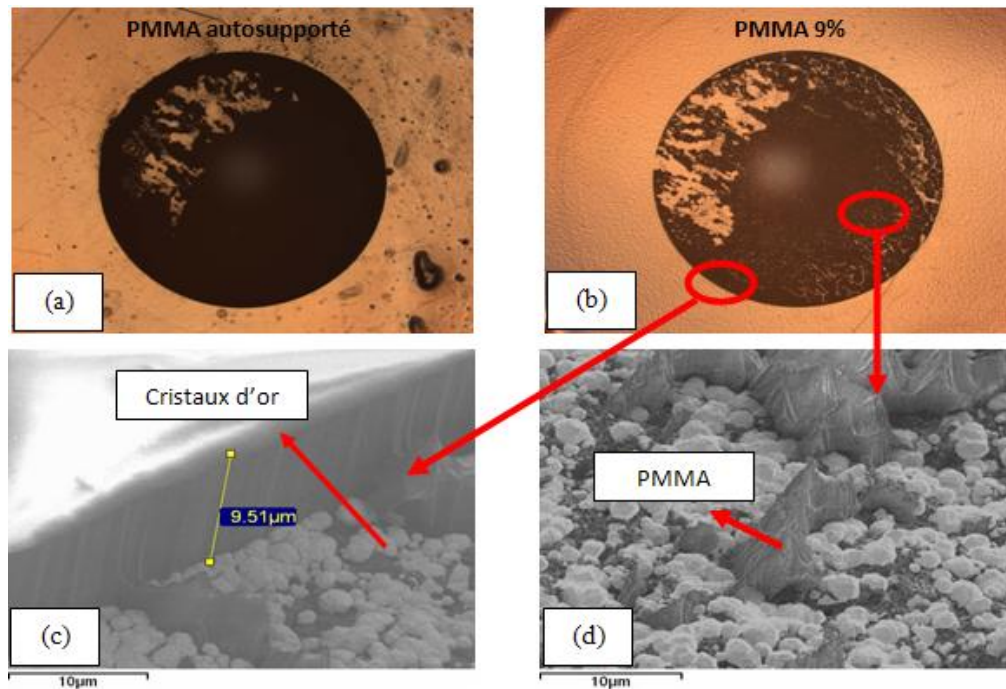


Figure 139 : Morphologie de la résine PMMA autosupporté (a) et PMMA 2 (b) après l'insolation et révélation dans le GG2, (c) et (d) montrent deux clichés MEB au bord et vers le centre de la pastille graphite.

Après irradiation et développement, on n'observe que des résidus de résine par endroit, sous forme conique, mais aucune nano-structuration sur la surface des échantillons (Figure 139).

Membrane A :

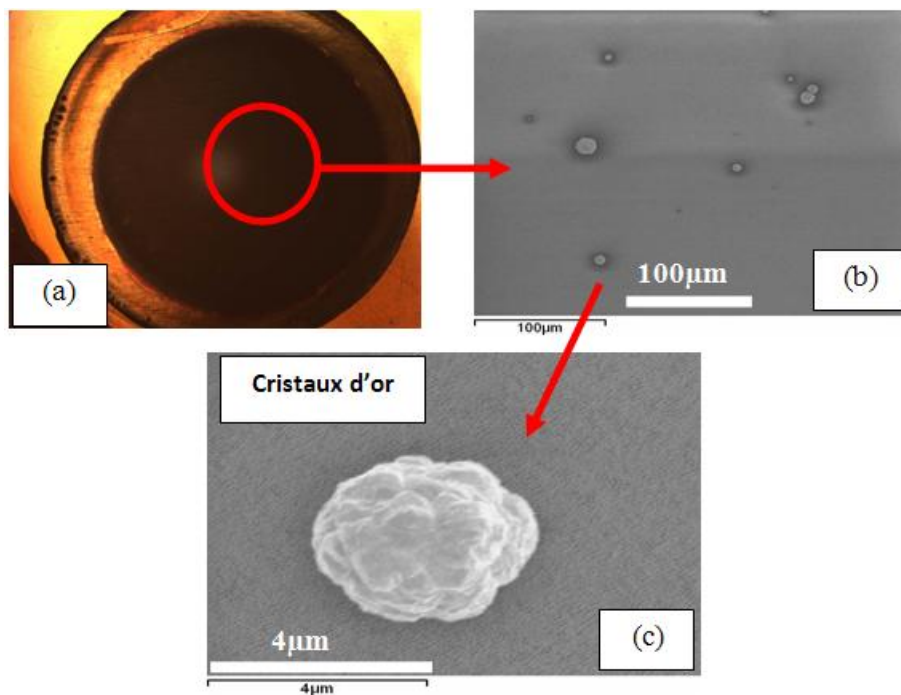


Figure 140 : Clichés MEB illustrant l'état de surface de la membrane A, (a) observation microscopique, (b) et (c) croissance des cristaux d'or à la surface de la membrane.

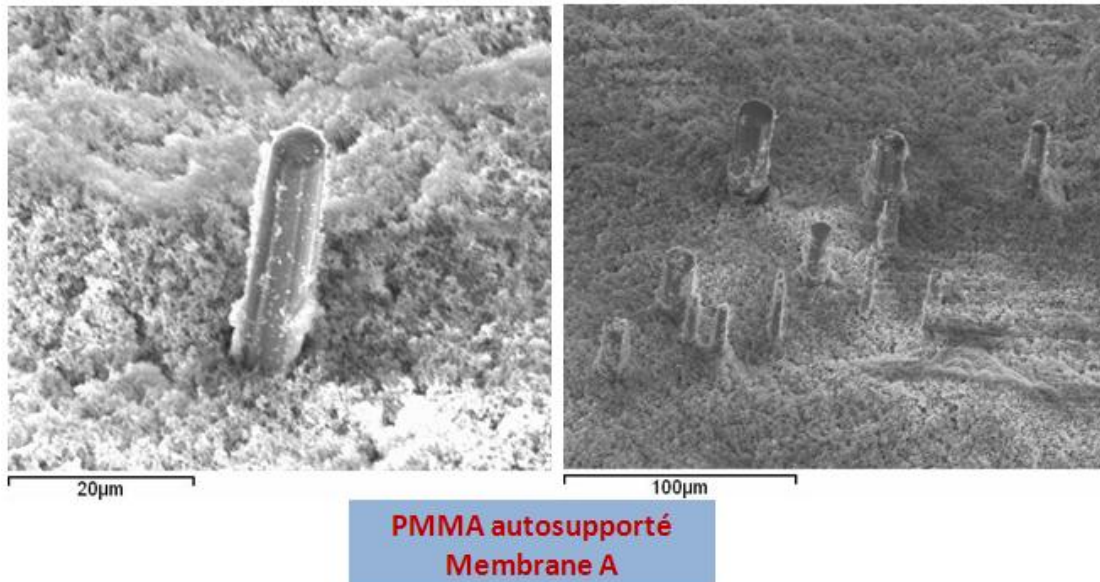


Figure 141 : Clichés MEB illustrant la présence des structures de taille macroscopique sur la surface de la résine PMMA autosupporté après l'étape de développement

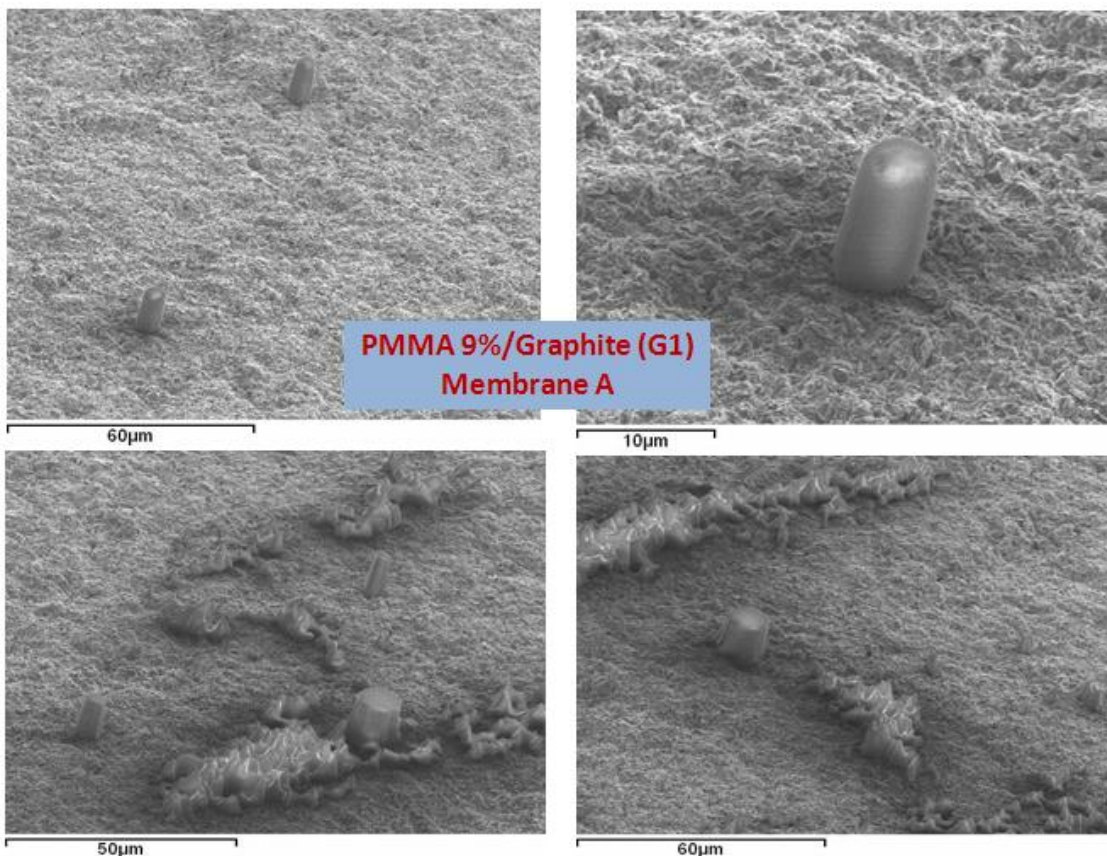


Figure 142 : Clichés MEB illustrant la présence de structures de taille macroscopique sur la surface de la résine PMMA 2 après l'étape de développement

La **Figure 141** et la **Figure 142** montrent la présence des structures de taille macroscopique sur la surface de l'échantillon PMMA autosupporté et de PMMA 2. La compatibilité au niveau de la taille de ces structures et les cristaux présents sur la surface du masque utilisé pour irradier ces résines, nous mène à conclure a un éventuel transfert de l'image de ces amas de cristaux dans les résines PMMA. Ces

structures n'ont pas été observées avec le masque D, car les cristaux ont formé une couche d'or assez épaisse qui a protégé la résine des rayons-X.

L'absence de structure de taille submicronique et la présence de celles de taille plus grande, peuvent s'expliquer par une éventuelle dégradation ou par un problème d'adhérence des nanostructures après l'étape de développement.

8. Dégradation de l'adhérence par les photoélectrons

On rappelle que le phénomène d'absorption des photons -X de moyenne énergie (quelques keV) est lié à l'effet photoélectrique. Un photon qui interagit avec un électron de cœur d'un atome cible disparaît (est absorbé) au profit de l'émission de cet électron qui est éjecté avec un maximum de probabilité parallèlement au vecteur champ électrique du photon incident (c'est-à-dire perpendiculairement au vecteur de propagation du photon). L'énergie cinétique de ce photoélectron vaut $E_e = E_{ph} - E_k$ ($E_{ph} = h\nu$ l'énergie du photon, E_k est l'énergie de liaison de l'électron de niveau de cœur k). Cet électron va interagir avec son environnement en cédant de l'énergie (qui servira à briser des liaisons chimiques de la résine) sur une distance dite de Grun (R_g) qui aura épuisé l'énergie cinétique qu'il possédait.

$$R_g (\mu\text{m}) = 0.046 * E_e^{1.75} * \rho^{-1} \text{ avec } \rho \text{ la densité (g/cm}^3\text{), } E \text{ est en KeV.}$$

Deux phénomènes nous intéressent alors, pour les résines :

- Les photoélectrons qui pénètrent dans les parties masquées par l'absorbant d'or.
- Les photoélectrons qui sont réémis par le substrat à l'interface résine / substrat dans ces mêmes parties masquées.

Ces phénomènes ont été largement étudiés par le passé [27], [28], [29]. Pour ce qui nous concerne, les distances d'interaction (R_g) des photoélectrons créés dans le PMMA varient de plusieurs micromètres à une centaine de nanomètres en fonction de l'énergie des photons incidents disponibles sur la station de lithographie X. Le **Tableau 21** récapitule la distance R_g de photoélectrons dans la résine PMMA.

Considérant que nos nanostructures sont en moyenne distantes d'environ 200 nm, il est clair que les parties masquées ont été exposées et ont pu recevoir une dose intégrée supérieure à la dose minimale requise pour une non dissolution. Il faut donc avoir recours à des dispositifs passe-bande pour rayons-X (filtres + miroirs au cœur du faisceau « mini beam-stop) pour éliminer les rayons-X les plus durs qui sont les plus préjudiciables à l'existence et la tenue de nos nanostructures.

Par ailleurs, mais ce n'est pas forcément un désavantage, il faut augmenter autant que faire se peut la distance inter-pore pour diminuer l'influence des photoélectrons. En tout cas, des expériences

calibrées et des modèles sont à envisager pour déterminer les dimensions minimales que l'on peut atteindre en fonction de l'ensemble des paramètres d'exposition aux rayons-X.

Il se peut alors qu'au final cette voie de lithographie X soit une impasse pour la réalisation de véritables nanostructures, tout au moins pour la gamme d'énergie que nous avons utilisée.

Longueur d'onde		1Å		2Å		3Å		4Å	
<i>Energie (KeV)</i>		12.4		6.2		4.13		3.1	
<i>Niveau excité</i>		<i>1s²C</i>	<i>1s²O</i>	<i>1s²C</i>	<i>1s²O</i>	<i>1s²C</i>	<i>1s²O</i>	<i>1s²C</i>	<i>1s²O</i>
<i>Photo- électron</i>	<i>E_g (KeV)</i>	12.12	11.87	5.92	5.67	3.85	3.60	2.82	2.57
	<i>R_g (µm)</i>	3.04	2.93	0.87	0.80	0.486	0.364	0.237	0.202

Tableau 21 : Distance Rg (µm) des photoélectrons dans la résine PMMA.

IV. Nano fils d'oxyde de Zinc (ZnO)

1. Introduction

Une autre voie très prometteuse, pour la réalisation de nano-brosses, consiste en une méthode chimique de croissance de nano-fils d'oxyde de zinc (ZnO). Une étude récente publiée en 2011 par Robert Erdelyi et al, montre une croissance de nanostructures par une méthode hydro-thermique à très basse température (85°C) avec un grand rapport de forme et un meilleur contrôle d'alignement [22].

Cette opportunité d'intégrer des nano dispositifs ZnO sur nos composants (circuits de lecture et de détection) s'inscrit dans la continuité des travaux menés dans la partie précédente sur les membranes d'alumines AAO, dont l'objectif final était le transfert de l'image d'un masque d'or constitué des nano-pores, dans une résine épaisse PMMA par lithographie profonde.

Nous dressons ci après les principaux avantages de cette solution technologique par rapport à celle basée sur l'utilisation d'une membrane d'alumine AAO ou des nanotubes de carbones :

- Croissance directe des nano-fils d'oxyde de zinc sur la surface des plots d'interconnexions, sans étape de transfert.
- Procédure de croissance chimique réalisée à très basse température (85°C), contrairement aux nanotubes de carbone (500 à 800 °C).

Les points communs des deux technologies restent la possibilité de miniaturiser les composants et d'autoriser une hybridation à température ambiante.

2. Intérêt et enjeux des nano-fils de ZnO

L'objectif principal de ce projet est l'intégration des nano-fils de ZnO dans les détecteurs d'imagerie infrarouge comme structure d'interconnexion. Une voie prometteuse consiste à utiliser des nano-fils d'oxyde de zinc (ZnO) dopés, comme alternative de la technologie d'hybridation par microbilles d'indium. C'est une technologie qui mène à une transition vers l'interconnexion submicronique.

Le ZnO est un semi-conducteur à conductivité de type n, due à un excès de Zinc interstitiel. Ses propriétés peuvent être largement modifiées par traitement thermique sous hydrogène ou par dopage approprié, en particulier par substitution cationique.

Le ZnO est aussi un oxyde transparent conducteur, largement utilisé dans l'industrie notamment pour des dispositifs de l'optoélectronique. Les excellentes propriétés optiques et électriques en font un matériau de choix pour la réalisation d'électrodes transparentes mais également de couches antireflet ou de protection antistatique. Ainsi, le ZnO est intégré dans la fabrication d'écrans plats, de plaques chauffantes transparentes, de vitrages antigel, de miroirs et fenêtres électrochromiques, d'écrans de contrôle tactiles, de fenêtres réfléchissant la chaleur pour les bâtiments et fours entre autres.

3. Principe et fabrication des nano-fils de ZnO

La croissance chimique des nano-fils ZnO nécessite la présence d'une couche tampon de ZnO, qui doit être de très bonne qualité cristalline. Celle-ci est déposée par Ablation Laser PLD (Pulsed *Laser* Deposition) [21]. Cette technique de dépôt consiste à focaliser un faisceau laser sur un matériau (cible) dont le but est de le vaporiser puis de condenser les particules ionisées sur un substrat chauffé à 200 °C. Cette opération est effectuée dans une enceinte sous vide secondaire. La pureté des dépôts ne dépend, dans ce cas, que de la qualité du vide et de la pureté de la cible utilisée.

D'autres méthodes peuvent aussi être utilisées pour ce dépôt, parmi lesquelles on citera le dépôt chimique en phase vapeur (CVD) [17], [18], le dépôt physique en phase vapeur (PVD) [19], et la pulvérisation cathodique [20]. Ces méthodes permettent de faire des dépôts de bonne qualité mais elles nécessitent un investissement important et nécessitent des températures de dépôt plus élevées qu'avec la PLD. Il a de plus été démontré que la qualité d'alignement des nano-fils de ZnO dépend fortement du type de méthode utilisée, la **Figure 143** présente l'avantage d'un dépôt de la couche tampon par PLD par rapport à la technique de pulvérisation magnétron réactive quant à la qualité et d'alignement et d'uniformité des nano-dispositifs.

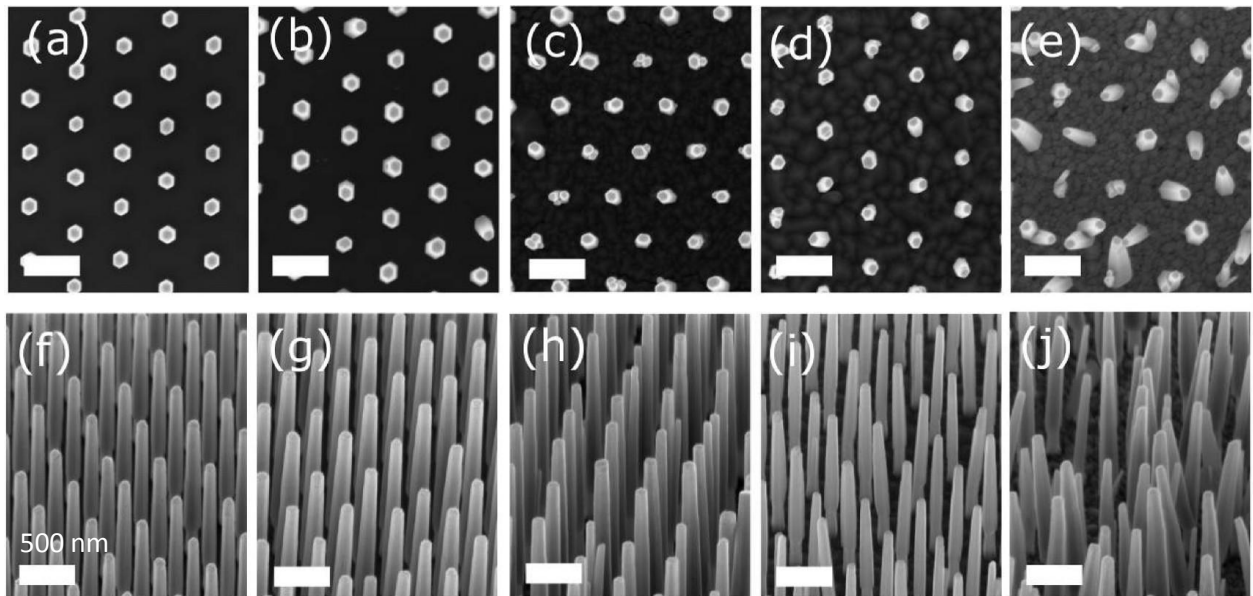


Figure 143 : Images MEB illustrant la qualité de la croissance chimique des nano-fils ZnO sur différents substrats avec une couche de nucléation de ZnO déposée par deux méthodes, PLD [(a, f), (b, g), (c, h), (d, i)] et par pulvérisation par magnétron réactive (e, j) [22].

Par la suite, nous allons présenter le principe et les étapes technologiques nécessaires à la croissance chimique des nano-fils ZnO sur des plots d'interconnexions (Pads ou UBM).

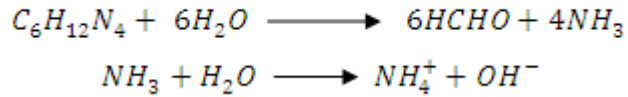
4. Croissance chimique des nano-fils de ZnO

Le principe est basé sur le dépôt d'une couche tampon de ZnO déposé sur les plots d'interconnexions, et par une méthode de croissance hydrothermique, on fait croître les nano-fils d'oxyde de zinc à travers des ouvertures nanométriques, celle-ci sont réalisées directement sur la surface des plots d'interconnexions par lithographie électronique (e-beam).

La présence et la qualité du dépôt de cette couche sont importantes pour la croissance mais également pour la qualité d'alignement de ces nano-fils. Cette couche tampon de ZnO ainsi que la croissance des nano-fils de ZnO, ont été réalisées respectivement par l'entreprise NANOVATION et l'Institut de recherche de physique technique et science des matériaux - MFA en Hongrie. Comme illustré dans la **Figure 144**, la croissance chimique des nano fils ZnO nécessite une étape de lithographie électronique e-beam. Une couche de PMMA de l'ordre de 200 nm est déposée sur la surface de la matrice, les motifs (ouvertures) seront réalisés par lithographie électronique e-beam avec des dimensions de 100 à 150 nm. Ensuite est réalisée l'étape de croissance chimique des nano fils ZnO, en utilisant une méthode chimique de décomposition hydrothermale de HMT ($((\text{CH}_2)_6\text{N}_4)$ hexaméthylène tetramine) et de nitrate de zinc hexahydrate ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) à basse température 85°C selon les équations suivantes [22] :

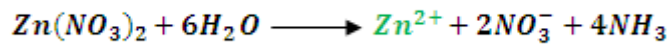
- Procédure de décomposition hydrothermale utilisée pour la croissance des nano-fils de ZnO [22] :

Décomposition hydro-thermique de HMT :

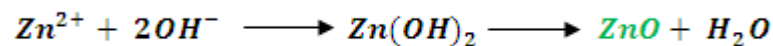


La décomposition thermique de HMT libère progressivement des ions (OH^-), l'hexamine se fixe sélectivement sur les faces non polaires, ainsi la croissance se fait le long de l'axe c de croissance.

Précipitation de ZnO à partir de solutions aqueuses



Croissance des nano-fils ZnO



5. Réalisation technologique

Notre objectif était dans un premier temps de réaliser des essais de croissance des nano-fils de ZnO sur des composants simples, pour cela nous avons défini 4 échantillons. La **Figure 145** représente les étapes technologiques nécessaires pour la croissance chimique des nano-fils de ZnO.

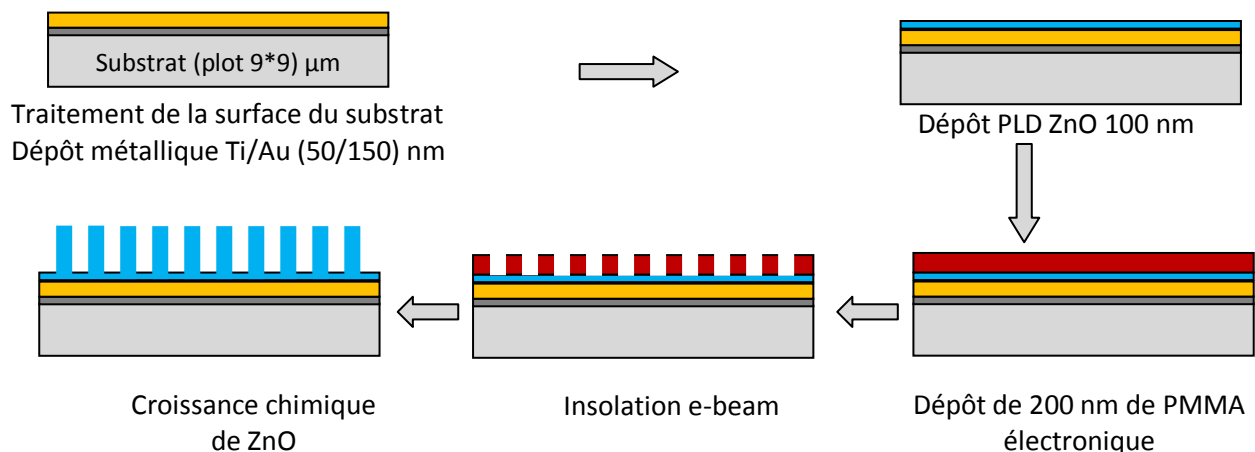


Figure 144 : Etapes technologiques nécessaires pour le dépôt des nano-fils ZnO
 Sur une surface d'un seul plot (UBM) de dimension (9*9) µm. Les plots sont disposés sur la surface du substrat avec une période de 15µm.

c. Essais de croissance des Nano-fils ZnO (campagne d'essais n°1)

Pour cette première campagne, nous avons préparé 4 types d'échantillons :

- 2 substrats Silicium de 2 pouces métallisés (Ti/Au 50/150 nm). Sur un de ces deux substrats, il est déposé une couche de ZnO. Ces échantillons serviront à étudier l'influence de la couche de nucléation sur la morphologie du réseau de nano-fils de ZnO (Figure 145).

Nous pourrions ainsi comparer la qualité des nano-fils en présence ou non de la couche de nucléation ZnO.

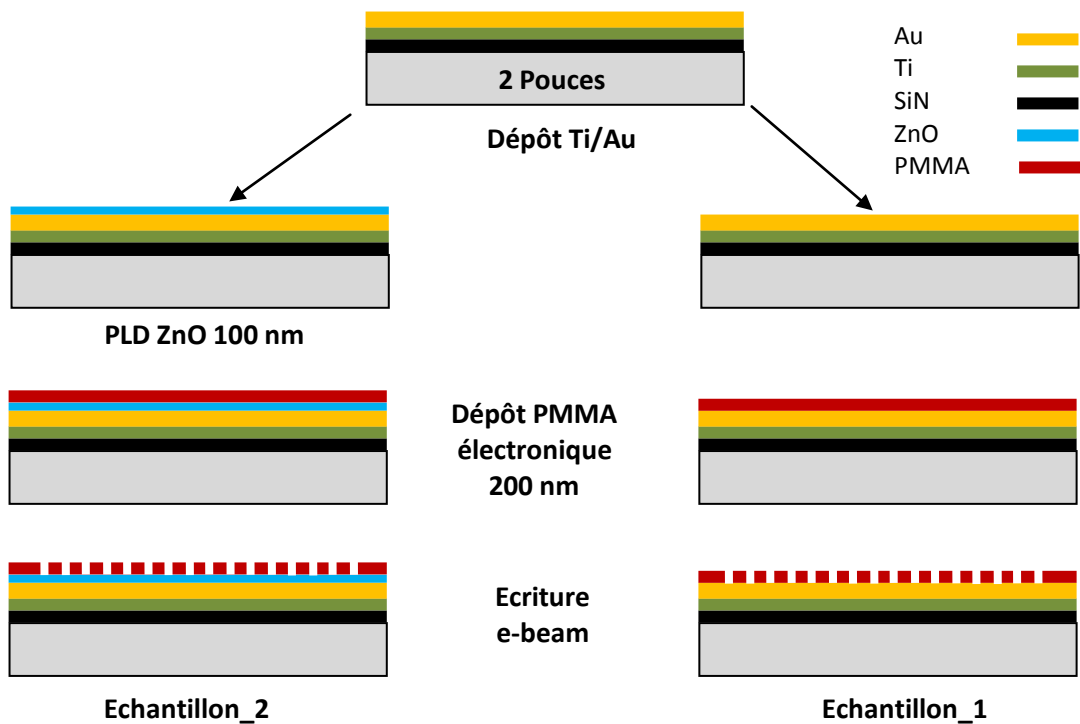
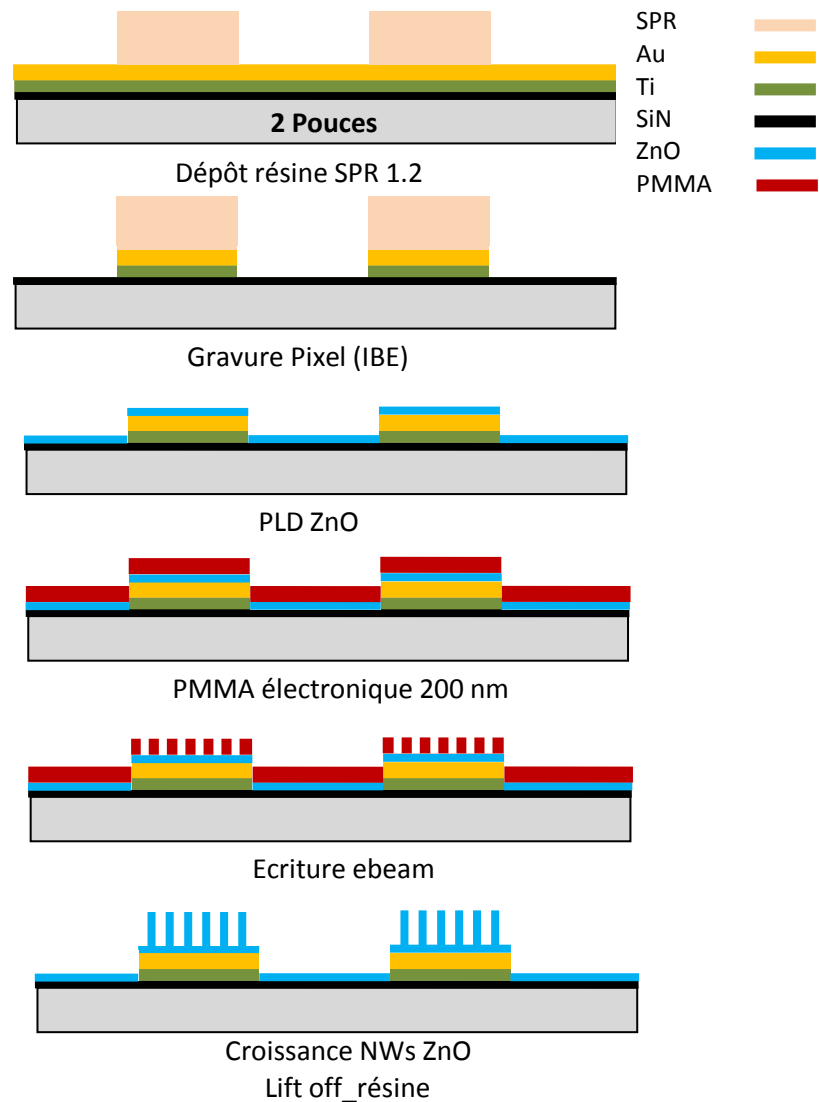


Figure 145 : Etapes technologiques de l'échantillon_1 et l'échantillon_2.

- Echantillon_3 : Un substrat avec microstructure avec le niveau d'interconnexions. Ce substrat contient 6 motifs de type matrices de 640*512 plots au pas de 15µm (**Figure 146**).



**Figure 146 : Etapes technologiques pour la croissance chimique des nano-fils ZnO
Procédure Lift off (Echantillon_3).**

Sur cet échantillon_3, nous déposons sur toute la surface de la matrice, après la définition du pixel, la couche tampon ZnO à une température de 200°C. La croissance chimique des nano-fils ZnO sera effectuée après une étape technologique. Celle-ci consiste à déposer une résine électronique PMMA de 200 nm, enfin, l'étape d'écriture par ebeam seulement sur plots d'interconnexions. La densité des nano-fils est contrôlée par le pas ou la distance entre deux insolations, généralement entre 100 et 200 nm. La

surface d'écriture a été choisie comme étant de 150*150 μm, qui correspond à 11*11 plots d'interconnexions.

- Echantillon_4 : Un substrat avec deux niveaux : Niveau interconnexions et le niveau ouverture pour le dépôt de la couche tampon ZnO (**Figure 147**).

Cet échantillon contient également 6 matrices de 640*512 au pas de 15μm. L'objectif de cet essai est de faciliter l'étape consistant à éliminer les résines et la couche de nucléation ZnO qui a servi à la croissance des nano-fils ZnO à l'issue de la croissance chimique, par Lift-off dans un solvant (Acétone), on suit les mêmes étapes que précédemment (échantillon 3) pour la croissance chimique, avec le même pas et la même surface d'écriture ebeam.

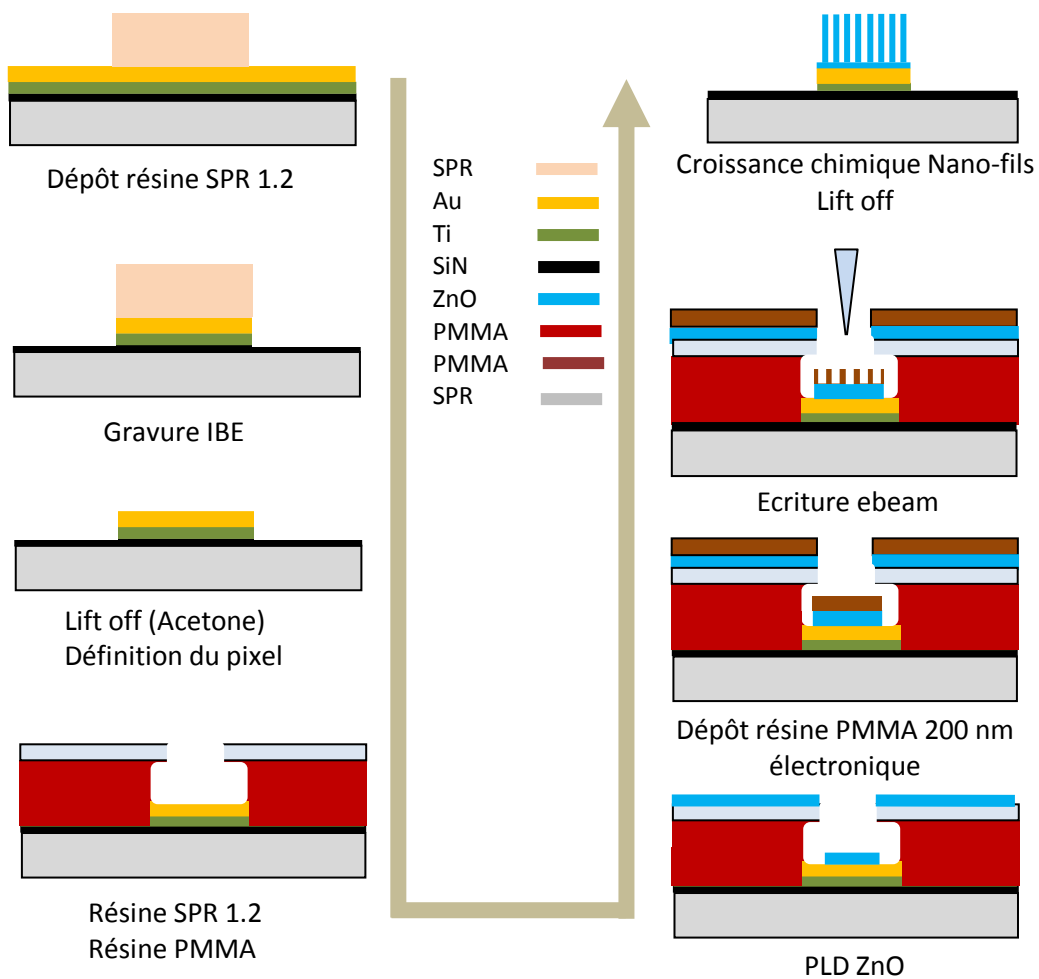


Figure 147 : Etapes technologiques pour la croissance chimique des nano-fils ZnO Procédure Lift off (Echantillon_4).

d. Résultats et commentaires

➤ **Echantillon 1 : substrat avec une simple électrode Ti/Au :**

Les résultats de la croissance sont montrés dans la **Figure 148**.

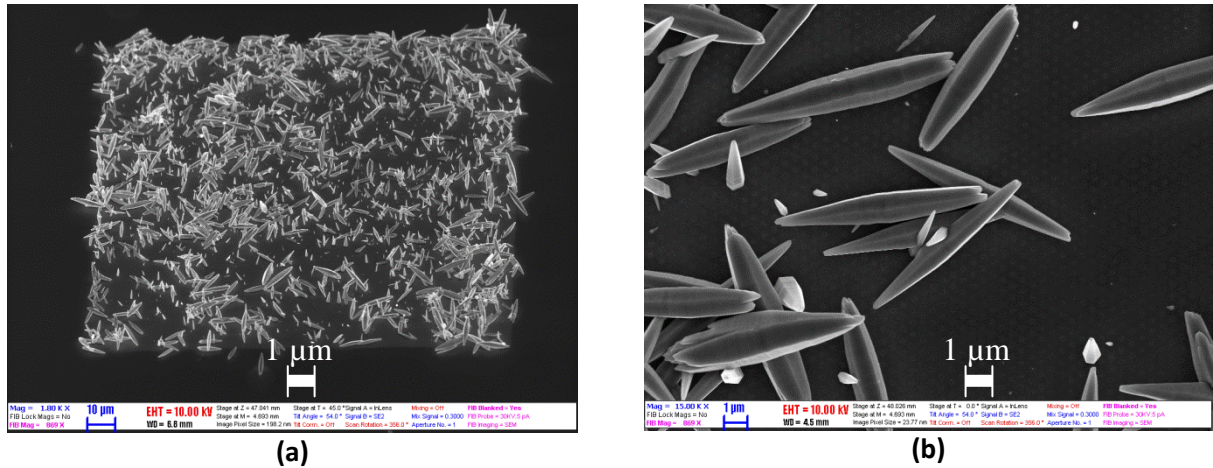
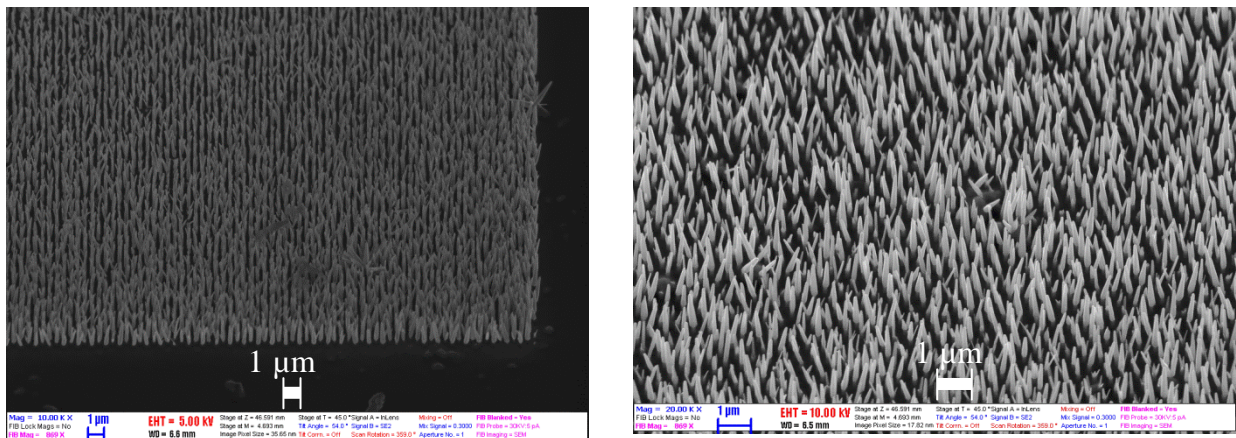


Figure 148 : Images MEB des réseaux libres de nano-fils du ZnO élaborés sans couche nucléation ZnO

Sur ces clichés on constate une croissance des nano-fils ZnO avec une mauvaise orientation (cliché MEB (a)). Ces nanostructures non pas résisté à l'étape classique de nettoyage (cliché MEB (b)).

➤ **Echantillon 2 : substrat avec une métallisation Ti/Au et la couche tampon ZnO :**



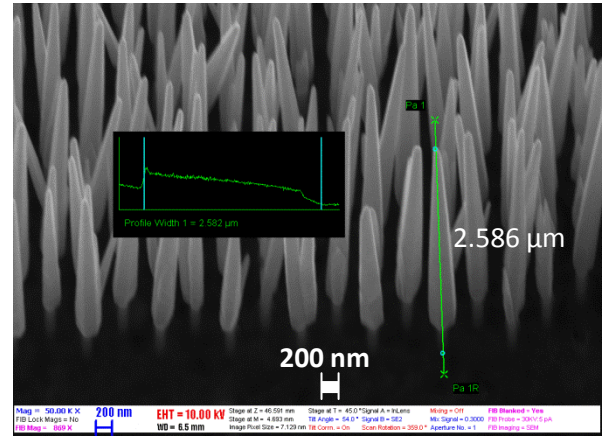
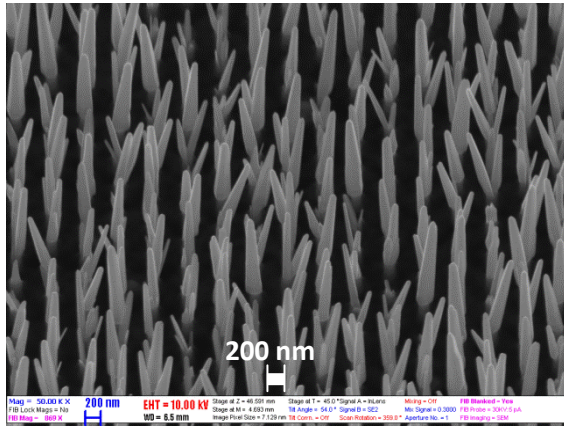
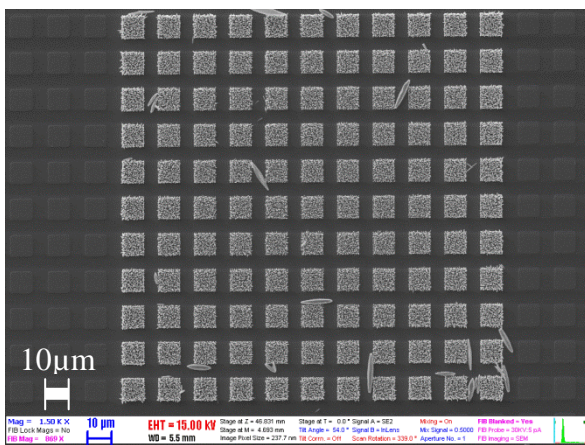


Figure 149 : Images MEB des réseaux libres de nano-fils du ZnO élaborés avec la couche nucléation ZnO (Echantillon_2).

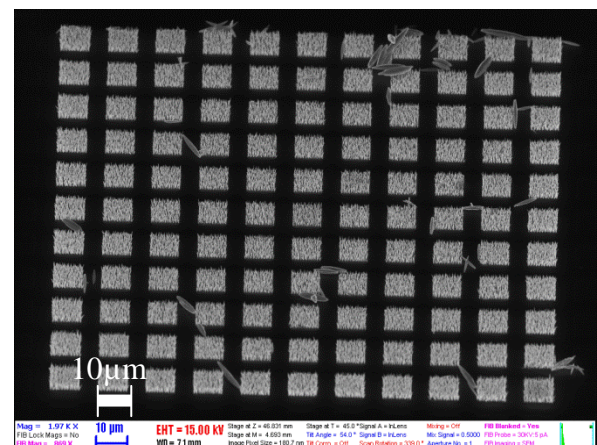
Les images MEB (**Figure 149**) montrent des champs de nano-fils verticaux avec une densité relativement uniforme. Ces nano-fils ont subi une étape de lift off de la résine PMMA électronique et un plasma O_2 pour éliminer les résidus qui restent de la résine PMMA. Les nano-fils présentent une section hexagonale, avec une forte dispersion en diamètre mais de hauteur homogène. Cet essai nous permet de conclure sur l'importance de la couche de nucléation ZnO pour la qualité et le degré d'alignement des nano-fils de ZnO. On constate également que leur diamètre moyen de 200 nm, est largement inférieur à ceux élaborés dans les mêmes conditions mais sans la couche de nucléation ($\approx 1 \mu m$) (**Figure 148 b**). Cette différence est due à la taille des grains constituant la surface de la couche de nucléation : en effet, la couche de nucléation déposée par PLD est constituée de grains de ZnO de taille nanométrique.

➤ **Echantillon 3 : substrat microstructuré avec des plots d'interconnexions :**

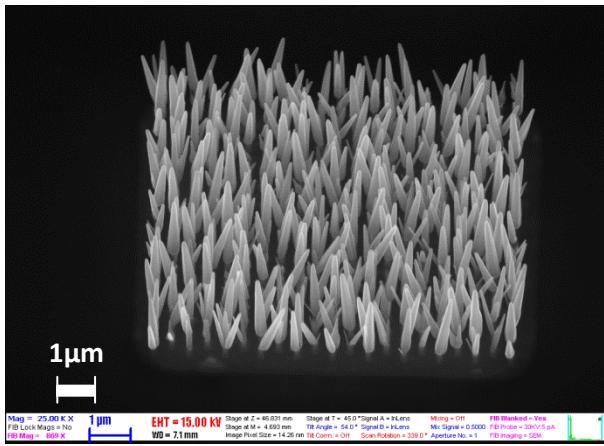
Ce troisième échantillon apporte la confirmation que la croissance des nano-fils de ZnO peut être contrôlée spatialement par l'intermédiaire de simples étapes de photolithographie électronique compatibles avec le procédé technologique pour la fabrication de dispositifs matriciels. Les résultats obtenus sur l'échantillon_2 sont confirmés, la croissance chimique est limitée aux zones métallisées comme attendu.



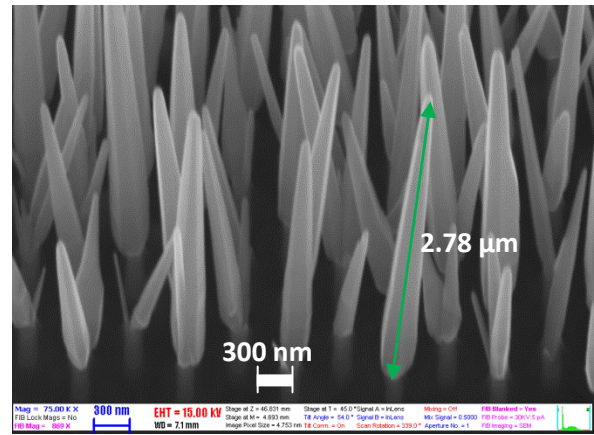
Vue de dessus (a)



Vue de dessus (b)



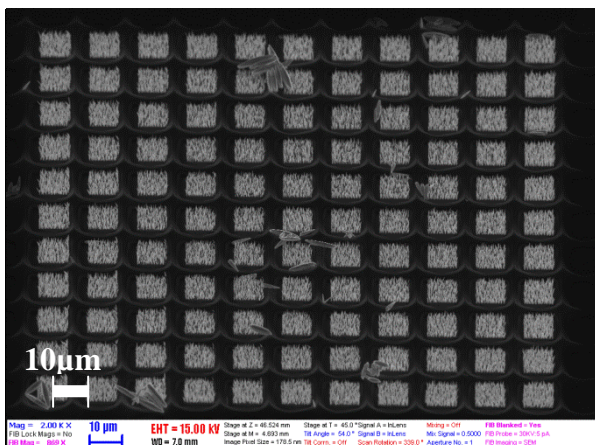
(c)



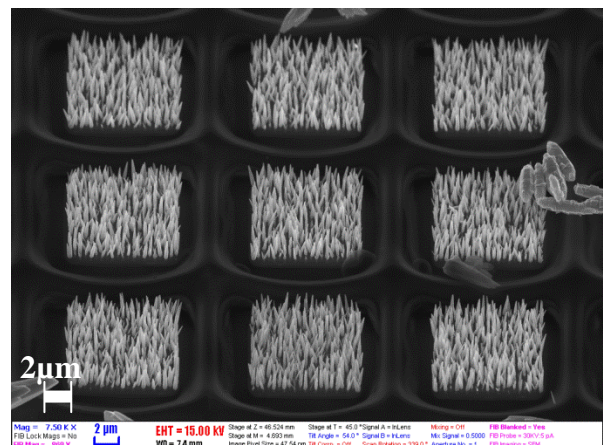
Vue de profil (d)

Figure 150 : Images MEB des réseaux libres de nano-fils du ZnO élaborés avec la couche nucléation ZnO, surface d'écriture (11*11) plots au pas de 15 μm (a) et (b), Croissance de ZnO sur un plot (UBM) (9*9) μm (c) et (d).

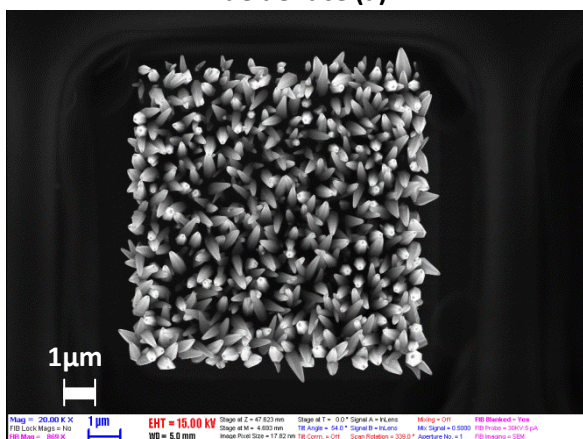
➤ Echantillon 4 : substrat microstructuré avec des plots d'interconnexions et l'ouverture pour la couche tampon :



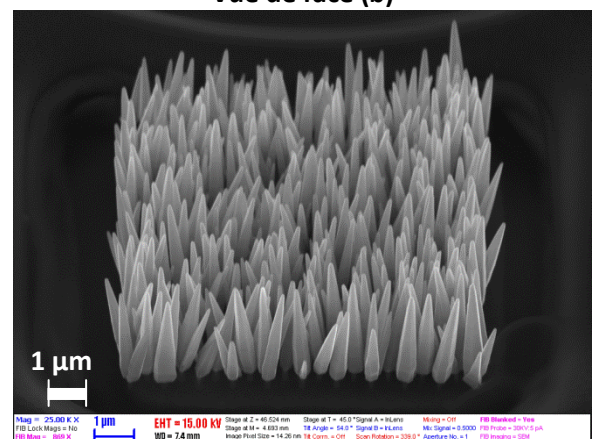
Vue de face (a)



Vue de face (b)



Vue de dessus (c)



(d)

Figure 151 : Images MEB des réseaux libres de nano-fils du ZnO élaborés avec la couche nucléation ZnO, surface d'écriture (11*11) plots au pas de 15 μm (a) et (b), Croissance de ZnO sur un plot (UBM) (9*9) μm (c) et (d).

Pour l'échantillon 4, nous avons choisi également, et comme décrit précédemment de localiser la germination et la croissance des nano-fils de ZnO directement sur les plots d'interconnexions. Les clichés MEB révèlent les résultats de ces essais. Des champs de nano-fils verticaux répartis selon le pas des plots d'interconnexions avec une densité assez importante, de section hexagonale avec une forme conique qui semble favorable pour un assemblage de type nano scratch.

A la réception des ces échantillons, nous avons procédé à l'étape de lift off pour pourvoir isoler les pixels, en éliminant les résines, la couche de nucléation déposée sur celui-ci et enfin aborder l'étape d'hybridation de ces nano-fils.

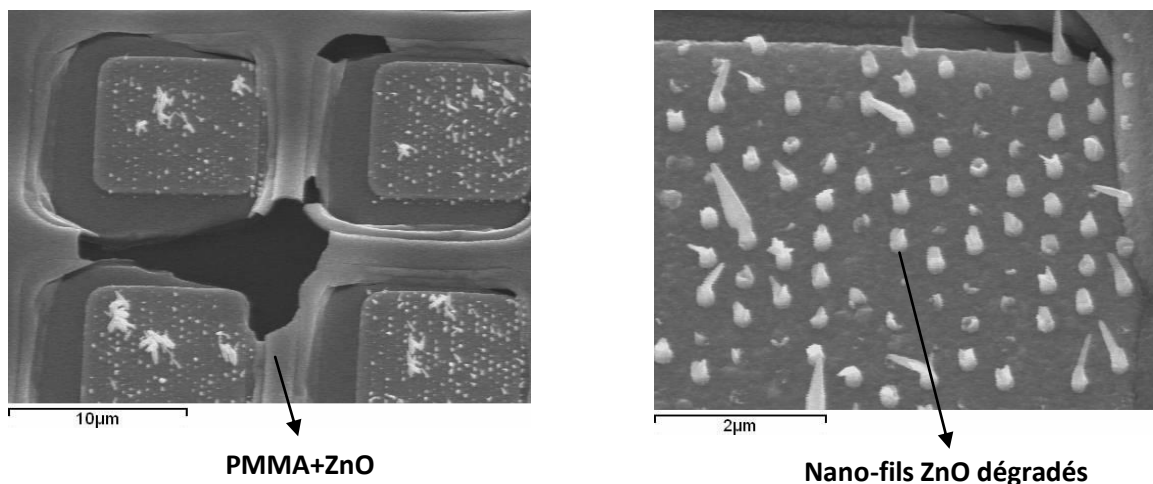


Figure 152 : Images MEB montrant la dégradation des nano-fils de ZnO après lift-off (Acétone +ultrason).

Ces images MEB (**Figure 152**), montrent une dégradation des nano-fils à l'issue de l'étape de Lift-off (Acétone + ultrason). Le recours ici à l'ultrason, qui est la cause principale de cette dégradation, était une solution imposée pour supprimer une résine PMMA réticulée à l'issue de la procédure de croissance des nano-fils. L'idée d'utiliser une procédure de gravure par Lift-off n'étant finalement pas une méthode compatible pour ces nanostructures, nous préférons donc graver la couche ZnO de nucléation et isoler les pixels avant de procéder à l'étape de croissance chimique des nano-fils ZnO, pour les prochains essais.

e. Conclusion et perspectives

Ces premiers essais et résultats, ont prouvé la faisabilité et la compatibilité de la méthode de croissance de ces nanostructures en ZnO avec la technologie d'imagerie infrarouge. Les prochains essais feront l'objet :

1. Amélioration de la qualité d'alignement des nano-fils ZnO.

- Réalisation du dépôt de la couche de nucléation par PLD à une température entre 300°C et 400°C au lieu de 200°C, dont le but est d'améliorer la qualité (uniformité) des nano-fils ZnO.
- Recours à la méthode de gravure par IBE pour isoler les pixels, cette étape interviendra juste après le dépôt de la couche de nucléation ZnO par PLD (**Figure 153**).

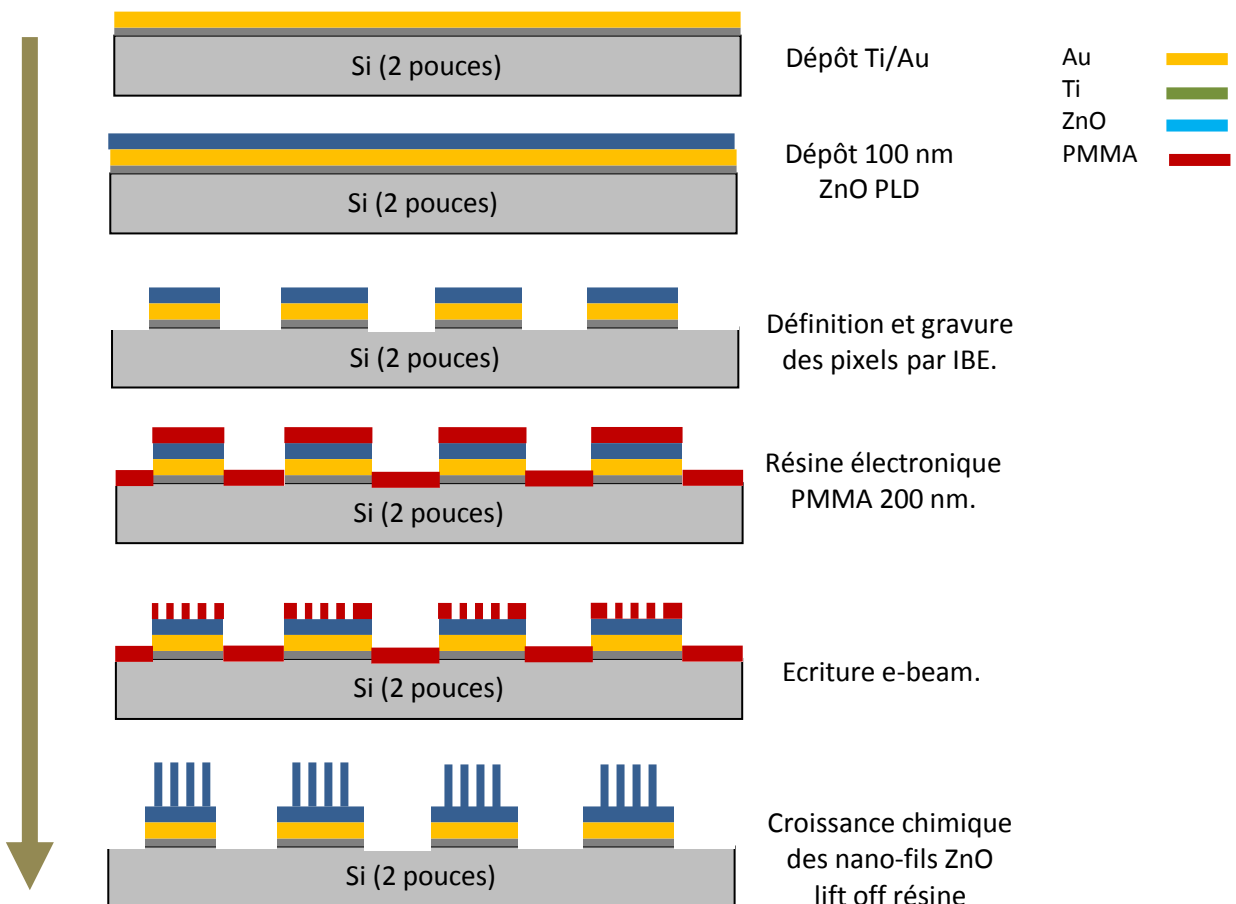


Figure 153 : Etapes technologiques pour la croissance chimique des nano-fils ZnO.

- Croissance des nano-fils ZnO avec une densité contrôlée et différente entre les deux surfaces à lier (circuits de lecture et de détection) pour éviter tout problème lié à la densité des nano-fils pour leur interpénétration mutuelle et afin d'obtenir une connectique performante.
2. Validation de l'étape d'assemblage par nano-scratch
- Hybridation « mécanique » à partir des substrats Silicium, avec la présence des nano-fils ZnO sur le circuit de lecture et sur le circuit de détection.

CONCLUSION

Dans cette partie nous avons introduit une technologie alternative à l'assemblage par brasure. La méthode par nano-scratch ou velcro est une méthode d'hybridation dont le principe est basé sur l'interpénétration des nanostructures réalisées sur chaque pixel du circuit de lecture et du circuit de détection par application d'une force à température ambiante.

Etant donné que l'étape d'assemblage est bien maîtrisée au III-V Lab, il a été question dans cette partie des travaux de mettre en place une technologie qui permet la conception et la réalisation de nano-fils métalliques. Deux voies ont été abordées pour atteindre cet objectif : d'une part une méthode par transfert, qui consiste à réaliser un masque LIGA métallique de structure submicronique à travers une membrane d'alumine nano poreuse. Pour des raisons liées à la morphologie de ces membranes, ainsi qu'aux problèmes d'irradiation de structures nanométriques (dose déposée sous les parties masquées trop importante c'est-à-dire irradiation latérale), nous avons échoué, pour l'instant, à réaliser le transfert de « nano-brosses » (pores non parallèles, connexions inter-pores, trop grande densité de nano-pores, tout au moins pour les membranes AAO de type « Whatman »). Des solutions ont été étudiées afin de diminuer le taux de porosité de ces membranes nano poreuses. Pour cela nous avons eu recours à la technique d'écriture par ebeam pour réduire la surface entrant en contact avec l'électrolyte et donc faire obstacle à la croissance des nano-fils dans certains endroits de la membrane. Etant donnée la morphologie asymétrique des nano-pores, nous avons également essayé d'utiliser la face qui présente une densité et une distance inter-pore les plus importantes, offrant ainsi un contrôle de la densité de pores. Pour palier à cette difficulté, un deuxième type de membrane « MFA » a été utilisé qui se caractérise par une morphologie symétrique des nano-pores et avec une densité et une distance inter pore plus importantes. Cependant, ces premiers essais ont donné des résultats non concluants (problème d'irradiation latérale).

D'autre part, nous avons étudié une deuxième méthode directe, basée sur le dépôt d'une couche de nucléation ZnO par Ablation laser directement sur les plots d'interconnexion et une méthode de croissance Hydro-thermique. Les réseaux des nano-fils ZnO sont réalisés à travers des ouvertures nanométriques effectuées par lithographie électronique ebeam. La première campagne d'essais a pu montrer l'obtention de nano-fils d'oxyde de zinc de quelques micromètres de hauteur (2 à 3 μm) à une température de croissance de 83°C avec une grande qualité d'alignement. Ce premier résultat positif valide ainsi cette voie.

CONCLUSION GENERALE

Augmenter la densité d'interconnexion, améliorer les performances optoélectroniques, diminuer le coût de production, tout en miniaturisant les composants ou le système, ce sont autant de défis qui illustrent les principaux objectifs de la microélectronique. L'hybridation ou flip-chip est la technologie d'assemblage des composants hétérogènes la plus adaptée et influente permettant d'accomplir ces objectifs.

Dans ce mémoire, nous avons présenté des études sur l'hybridation des détecteurs pour l'imagerie infrarouge. La principale avancée de ce travail concerne la mise en place d'une procédure technologique d'hybridation pour des détecteurs d'imagerie infrarouge de grands plans focaux et petits pas mais aussi la réalisation d'un démonstrateur InGaAs format 640*512 pixels au pas de 15 μm , et enfin, la validation d'une méthode de croissance chimique à très basse température (83°C) des nano-fils d'oxyde de zinc (ZnO).

Dans la première partie de ces travaux, nous avons tout d'abord réalisé une étude thermomécanique sur l'assemblage hétérogène. A travers des calculs par éléments finis, nous avons pu montrer l'influence de quelques paramètres tels que la réduction du pas et l'augmentation de la surface du plan focal. Cela se traduit par une augmentation des contraintes de cisaillement, et par la présence d'une flèche. Ces calculs ont permis de fixer les limites de la technique d'hybridation par refusion (reflow) avec un format de plan focal inférieur à 2K*2K pixels et un pas d'environ 10 μm .

L'hybridation au pas de 15 μm a été réussie grâce à la mise au point d'étapes technologiques clés :

- La réalisation d'une matrice de détection format TV 640*512 pixels au pas de 15 μm .
- La mise en place d'un profil thermique pour la refusion des billes adapté à ce format de plan focal, qui demeure un point critique dans le domaine de la brasure microélectronique.
- La réalisation d'un système spécifique, permettant le nettoyage des hybrides de grands plans focaux et petits pas, étape essentielle pour le bon déroulement et le bon fonctionnement de ces composants.

Ce procédé a également permis l'hybridation d'un format plus grand 1280*1024 pixels au pas de 10 μm . Les premiers résultats encourageants, donnent espoir pour la faisabilité de l'assemblage par refusion malgré les verrous technologiques (étape de nettoyage et Underfill) et thermomécaniques. Ces résultats ont permis au III-V Lab d'établir l'état de l'art en termes de rendement de connectique et de performances électro-optiques dans la bande SWIR.

La seconde partie de ma thèse a été consacrée à l'étude d'hybridation flip-chip sans brasure. Dans la continuité de ces travaux d'hybridation, nous avons étudié une technique d'hybridation sans

brasure par pression à température ambiante, appelée Nano-scratch. Nos recherches se sont concentrées dans un premier temps sur la mise en place d'une méthode de croissance des structures de taille submicronique, avant d'aborder la partie d'assemblage ou hybridation. Deux voies ont été explorées.

La première consiste en une méthode de transfert dont le principe consiste à

- Réaliser un masque LIGA d'or par l'intermédiaire d'une membrane AAO nano poreuse,
- Utilisation de ce masque pour irradier la résine et pouvoir faire croître des nano-fils d'or par électrodéposition, directement sur la surface des plots d'interconnexion.

Les résultats obtenus ont montré l'existence de quelques obstacles liés à la morphologie des membranes AAO de type « Whatman » et « MPI », principalement à la distance inter-pore très limitée et à la densité très forte des nano-pores, non compatibles avec les contraintes d'irradiation des nanostructures, et ceci malgré les solutions proposées que ce soit par une intervention directe pour modifier la structure de ces membranes ou par la mise en place d'un système mécanique adapté pour les essais d'irradiation (supports de fixation, protection des résines...). Dans le prolongement de ces travaux avec ces membranes AAO, il est possible d'envisager différents types d'études expérimentales et numériques :

- Avoir recours à des dispositifs passe bande pour rayons-X (filtres+miroirs, beam stop) pour pouvoir éliminer les rayons X les plus durs qui sont responsables de l'irradiation des parties masquées.
- Augmenter la distance inter-pore pour diminuer l'influence des photoélectrons générés par les Rayon X les plus durs.

La deuxième voie, plus directe, est basée sur une synthèse hydrothermale de nano-fils d'oxyde de zinc (ZnO) à très basse température (83°C) directement sur les plots d'interconnexion des diodes. Cette étude a été réalisée en deux étapes. Une première étude porte sur le dépôt par Ablation Laser (PLD) d'une couche tampon ZnO (étape effectuée par la société NANOVATION), les résultats obtenus sur la croissance des nano-fils ZnO nous ont permis de mettre en évidence la présence et la qualité cristalline de cette couche de ZnO. La deuxième étape consiste à synthétiser par une méthode hydrothermique les nano-fils ZnO en collaboration avec le laboratoire MFA en Hongrie. Des perspectives sont envisageables pour cette voie dans le prolongement de ces travaux, notamment de nombreuses études concernant l'aspect synthèse d'une part et l'aspect caractérisation de l'autre :

- Une optimisation des paramètres de synthèse des nano-fils ZnO, afin d'augmenter la hauteur de ces nanostructures pour éviter le problème de parallélisme de la machine d'hybridation FC 150.

- Une optimisation des paramètres de dopage de ces nano-fils ZnO, la structure électronique de bandes montre que le ZnO est un semi-conducteur à gap direct qui présente une bande interdite d'environ 3,3 eV. Il est possible de modifier les propriétés d'oxyde de zinc par dopage. Il est intéressant de noter que le dopage de ZnO avec l'aluminium fait diminuer la concentration de Zn en position interstitielle, réduisant de ce fait la rapidité d'oxydation du Zn.
- Enfin une caractérisation des propriétés électromécaniques de ces nano-fils, avant et après l'étape d'hybridation.

RÉFÉRENCES

- [1] S. Iijima, *Nature*, 354, 56–58, 1991.
- [2] R. ASCHENBRENNER, S. FIEDLER “Development of a nano-structure based interconnection technology” *Nanotech in Northern Europe* 2006.
- [3] D. Bethune, C. Kiang, M. de Vries, G. Gorman, R. Savoy, J. Vazquez et R. Beyers : *Nature*, 363, 605–607, 1993.
- [4] S. Arepalli et C. Scott : *Chem. Phys. Lett.*, 302, 139–145, 1999.
- [5] Lingbo Zhu, Yangyang Sun, “Aligned Carbon Nanotubes for Electrical Interconnect and Thermal Management”
- [6] S Hermann et al, “Carbon nanotubes for nanoscale low temperature flip-chip connections” *Microelectronic Engineering* (2009).
- [7] J. Wei et al. “Formation of CNT bumps for interconnection applications”, *SIMTech technical reports (STR_V10_N2_03_JTG)*, Volume 10 Number 2 Apr - Jun 2009.
- [8] T. IWAI, Y. AWANO, “Carbone Nanotube Bumps for Thermal and Electric Conduction in Transistor”, *FUJITSU SCI. TECH. J.* p 508 – 515 (Octobre 2007).
- [9] A.Santos, et al. “In situ electrochemical dissolution of the oxide barrier layer of porous anodic alumina fabricated by hard anodization” *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 2009.
- [10] WOO LEE, “Fast fabrication of long-range ordered porous alumina membranes by hard anodization” *Max Planck Institute of Microstructure Physics, Weinberg 2, D-06120 Halle, Germany*, 2006.
- [11] H. Masuda, K. Fukuda, “Ordered metal nanohole arrays made by a two-step replication of honeycomb structures of anodic alumina”, *Science*, Vol. 268, 1466-1468, 1995.
- [12] F. Le Coz, “Elaboration et caractérisations de films anodiques hautement ordonnés, obtenus à partir de substrats d’aluminium”, *DOCTORAT DE L’UNIVERSITE TOULOUSE III*.
- [13] Basavanhally, Nagesh H. Skillman, Cirelli, Raymond A. Hillsborough, Lopez, Omar Daniel Summit, “High density nano structured interconnection”, Date of publication 05.10.2005 *Bulletin 2005/40, EUROPEAN PATENT APPLICATION*.
- [14] Q. H. Luan, et al., "Nano copper wires interconnection for three-dimensional integration in power electronics", in *Power Electronics Specialists Conference, 2008. PESC 2008. IEEE, 2008*, pp. 278-281.
- [15] Erdelyi, Rogers, Teherani et al. *Cryst. Growth & Design* (2011).
- [16] Robert Erdelyi et al “Investigations into the Impact of the Template Layer on ZnO Nanowire Arrays Made Using Low Temperature Wet Chemical Growth” pubs.acs.org/crystal (2011).
- [17] M.D. Barankin, E. Gonzalez II, A.M. Ladwig, R.F. Hicks “Plasma-enhanced chemical vapor deposition of zinc oxide at atmospheric pressure and low temperature” *Solar Energy Materials & Solar Cells* 91 (2007) 924–930.
- [18] Hiroyuki Nishinaka and Yudai Kamaka “Mist CVD Growth of ZnO-Based Thin Films and Nanostructures “Toshiyuki Kawaharamura”, *Journal of the Korean Physical Society*, Vol. 53, No. 5, November 2008, pp. 2976_2980.

- [19] Sheng Xu, et al.; "Patterned Growth of Vertically Aligned ZnO Nanowire Arrays on Inorganic Substrates at Low Temperature without Catalyst" School of Material Science and Engineering, School of Physics, Georgia Institute of Technology, Atlanta, Georgia 30332.
- [20] Q.P. Wang et al.; "Photoluminescence of ZnO films prepared by r.f. sputtering on different substrates" Applied Surface Science 220 (2003) 12–18.
- [21] S. Christoulakis et al.; "ZnO Nanostructured transparent thin films by PLD" REV Adv. Mater . Sci. 10 (2005) 331-334.
- [22] Robert Erdelyi et al.; "Investigations into the Impact of the Template Layer on ZnO Nanowire Arrays Made Using Low Temperature Wet Chemical Growth". Research Institute for Technical Physics and Materials Science, 1121 Budapest, Konkoly Thege M. _ut 29-33, Hungary, 2011.
- [23] Schwinger J., "On the classical radiation of accelerated electrons", Phys. Rev. 75, N°12, 1949.
- [24] Henke B.L., Gulikson E.M., Davies J.C., Atomic data and nuclear tables 54 (2), 1993.
- [25] Cohen Tannoudji C., Dupont Roc J., Grynberg G., "Processus d'interaction entre photons et atomes", Editions du CNRS, 1988.
- [26] Edited by Wilson A.J.C., "International Tables for Crystallography", Vol. C, Kluwer Academic Publishers, 1992.
- [27] Kenji Murata, et al., IEEE transactions on electron devices, Vol ED – 32, No. 9, p.1694-1703 (1985).
- [28] Kenji Murata, et al., Appl. Phys. 52 (2), p.997-1003 (1981).
- [29] F.J. Pantenburg, et al., Microelectronic Engineering 23, p.223-226 (1994).

ETAT DES PUBLICATIONS

Communications avec actes (acceptées)

- Enhanced broadband (11-15 m) QWIP FPAs for space applications

Alexandru Nedelcu, Ybe Creten, Nadia Brère de l'Isle, Burak Okcan, Vincent Guériaux, Arnaud Berurier, Toufiq Bria, Jean-Patrick Truffer, and Eric Costard Proc. SPIE 7474, 747419 (2009)

- Enhanced broadband (11-15 m) QWIP FPAs for space applications

*Alexandru Nedelcu, Ybe Creten, Vincent Guériaux, Arnaud Berurier, **Toufiq Bria**, Nadia Brière de l'Isle, and Chris Van Hoof Proc. SPIE 7826, 78261K (2010).*

- Optimization of broadband (11-15 μ m) optical coupling in Quantum Well Infrared Photodetectors for space applications ",

A. Berurier, A. Nedelcu, V. Guériaux, T. Bria, A. de Rossi, X. Marcadet and P. Bois presented at QSIP 2010, to be published in Infrared. Phys. Technol, Volume 54, Issue 3, p. 182-188.

- InGaAs focal plane arrays developments at III-VLab

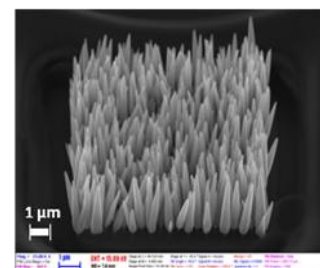
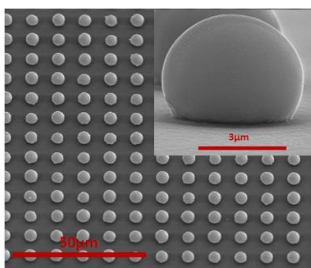
A. Rouvié, J.L. Reverchon, O. Huet, J.A. Robo, J.P. Truffer, T. Bria, J. Decobert, P. Bois, E. Costard SPIE 8353, Infrared Technology and Applications XXXVIII, 835308 (May 1, 2012);

Résumé

L'évolution de la microélectronique suit plusieurs axes notamment la miniaturisation des éléments actifs (réduction de taille des transistors), et l'augmentation de la densité d'interconnexion qui se traduit par la loi de Gordon Moore qui prédit que la densité d'intégration sur silicium doublerait tous les deux ans. Ces évolutions ont pour conséquence la réduction des prix et du poids des composants.

L'hybridation ou flip chip est une technologie qui s'inscrit dans cette évolution, elle consiste en l'assemblage de matériaux hétérogènes. Dans cette étude il s'agit d'un circuit de lecture Silicium et d'un circuit de détection InP ou GaAs assemblés par l'intermédiaire d'une matrice de billes d'indium. La connexion flip chip est basée sur l'utilisation d'une jonction par plots métalliques de faibles dimensions qui permet de diminuer les pertes électriques (faible inductance et faible bruit), une meilleure dissipation thermique, une bonne tenue mécanique. Enfin elle favorise la miniaturisation avec l'augmentation de la compacité et de la densité d'interconnexion.

Les travaux de thèse se concentrent sur deux axes principaux. Le premier concerne l'hybridation par brasure avec la technologie des billes d'indium par refusion, et le second concerne l'hybridation par pression à température ambiante (nano-scratch) par l'intermédiaire des nanostructures (Nano-fils d'or, Nano-fils ZnO). Ces travaux ont permis la réalisation d'un détecteur InGaAs avec extension visible de format TV 640*512 pixels au pas de 15 μm . Ces travaux ont également permis la validation mécanique de l'assemblage d'un composant de format double TV 1280*1024 pixels au pas de 10 μm . Pour l'axe hybridation à froid, nos travaux ont permis la validation d'une méthode de croissance des nano-fils ZnO par une voie hydrothermique à basse température (<90°C).



Abstract

Evolution of microelectronics follows several major roads, in particular the size decrease of active elements (reduction of size of transistors), better electrical performances, high I/O density and smaller size. This revolution has been predicted by Gordon Moore who suggested that integrated circuits would double in complexity every 24 months. As a consequence, this evolution induces both the reduction of prices and the weight of components.

The term flip chip describes the method of electrically connecting the die to the package substrate. Flip chip microelectronic assembly is the direct electrical connection of face-down (or flipped) integrated circuit (IC) chips onto substrates, circuit boards, or carriers, using conductive bumps on the chip bond pads. Flip chip offers the highest speed electrical performance, reduces the delaying inductance and capacitance of the connection, Smallest Size Greatest I/O Flexibility, Most Rugged, high I/O density and Lowest Cost.

This thesis work study concentrates on two main directions. The first one concerns hybridization by means of the technology of Indium bumps associated to a reflow process and the second one is about pressure induced hybridization at low temperature using nanostructures (Nano-scratch). In this work, we have developed a complete process to assemble a focal plane array format of 640 x 512 pixels with a pitch of 15 μm . These studies also allowed the mechanical validation of hybridization of a focal plane arrays 1280*1024 pixels with a pitch of 10 μm . Concerning alternative technologies to flip chip reflow, we introduced and demonstrate the relevance of a method of growth of ZnO nanorods using low temperature wet chemical growth and further hybridization at ambient temperature.

Key words

Smallest	hybridization	Rugged
active elements	flip chip	nano-scratch
Gordon Moore	nanorod	reflow
Bumps indium	I/O density	wet chemical

Annexe 1 : Rayonnement Synchrotron, source de rayons X et lithographie X

Rayonnement Synchrotron et source de rayons X

Nous allons introduire ici quelques notions et grandeurs utiles pour la lithographie profonde.

- Origine de la source de rayonnement :

La notion essentielle est que toute particule chargée soumise à une accélération quelconque émet de la lumière (plus exactement une onde électromagnétique). Ceci n'est pas spécifique au rayonnement synchrotron. Dans le cas d'une orbite circulaire (sous l'action d'un champ magnétique perpendiculaire à la vitesse uniforme de la particule), la théorie de l'émission due à l'accélération centripète pour des électrons relativistes a été faite vers les années 1950. C'est cette émission qui a été mise à profit dans les synchrotrons de première génération au cours des années 1960 (émission dans les aimants de courbure).

Alors que nous en sommes actuellement à la fin de la troisième génération qui propose des sources éminemment plus complexes comme SOLEIL à Saclay, la lithographie X utilise essentiellement le rayonnement issu des aimants de courbure (on les nomme aussi dipôles).

- Caractéristiques de l'émission dans les aimants de courbures:

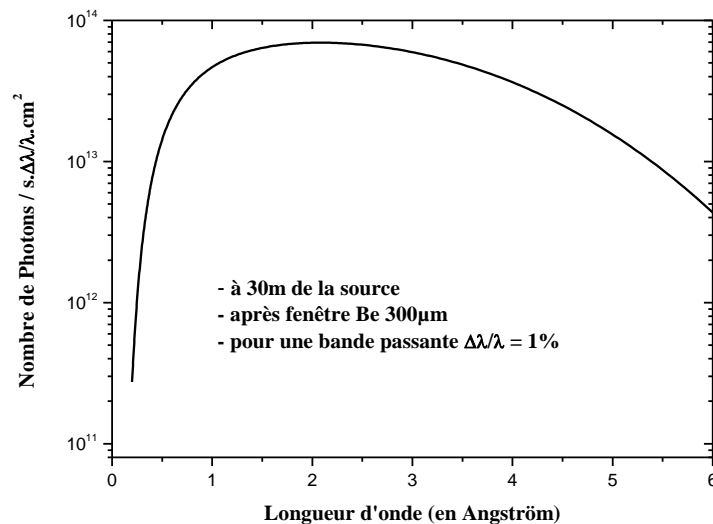


Figure 154: Répartition spectrale de « l'éclairement » à la station de lithographie à SOLEIL

- le rayonnement émis est blanc (**Figure 154**) et s'étend d'autant plus vers les courtes longueurs d'onde que le rayon de courbure magnétique R de la trajectoire est petit et que l'énergie des particules est grande. L'intensité du rayonnement émis est très grande et est proportionnelle au

nombre de particules qui circulent dans la machine (le courant). Cette propriété est mise à profit pour la lithographie X car elle permet de réduire les temps d'exposition des résines.

- le déplacement relativiste des particules sur leur trajectoire conduit à une focalisation du rayonnement émis suivant la tangente à l'orbite (**Figure 155**), la divergence de celui-ci en dehors du plan de l'orbite (ψ divergence verticale) étant d'autant plus faible que l'énergie de la particule est plus élevée et le rayonnement émis (photon) de plus courte longueur d'onde (elle est inférieure au mrad). Cette propriété de quasi parallélisme du faisceau est la clef de la lithographie X pour obtenir des tolérances dimensionnelles extrêmes et une verticalité parfaite des microstructures.
- l'ouverture horizontale dépend de l'arc AB de trajectoire que l'on prélève pour en extraire le rayonnement. On l'exprime comme une divergence horizontale (θ en mrad). Cela peut se traduire par une largeur de faisceau de plusieurs centimètres au niveau de la station de lithographie ($\sim D.\theta$). C'est à la fois un avantage qui permet d'exposer simultanément une grande largeur de résine mais qui peut être un inconvénient vis à vis du parallaxe que cette divergence introduit.

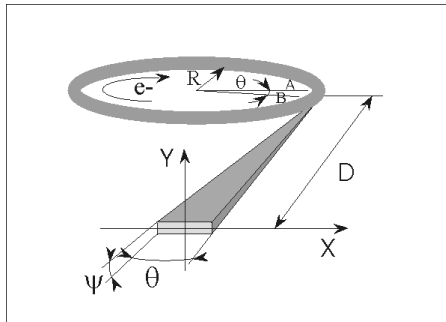


Figure 155: Représentation schématique de l'émission de lumière synchrotron depuis un aimant de courbure. e- électron circulant dans l'anneau de rayon de courbure magnétique R. D est la distance entre la source et le plan « d'observation », les divergences ψ et θ sont définies dans le texte.

- par ailleurs, le rayonnement émis est fortement polarisé et possède une structure temporelle. Ces propriétés très importantes pour de nombreuses expériences ne le sont pas pour la lithographie X.
- Le nombre de photons $N_s(\lambda)$ émis à une longueur d'onde donnée qui servira à calculer la dose déposée dans la résine s'exprime en nombre de photons par seconde, à une longueur d'onde donnée, par intervalle de bande passante, par Ampère (courant machine) et par unité d'ouverture horizontale et verticale (mrad^2). Son expression est donnée dans les « text book » du rayonnement synchrotron.
- Note : dû au principe même du rayonnement synchrotron et concernant celui extrait d'un des aimants de courbure de la machine vers une station de lithographie, le faisceau disponible à quelques dizaines de mètres de la source à une section rectangulaire très prononcée de l'ordre de plusieurs centimètres (horizontalement) sur quelques millimètres (verticalement). Ceci oblige à déplacer verticalement le masque et la résine devant cette grande fente étroite pour les exposer entièrement. C'est ce que réalise un équipement de lithographie X du type « scanner » qui permet d'exposer une surface de plusieurs dizaines de centimètres carrés.

Quelques paramètres de la source synchrotron SOLEIL :

Périmètre de l'anneau de stockage ~354 m

E = énergie des particules circulant dans l'anneau de stockage. E = 2.75 GeV

$\gamma = 1957 E$, paramètre relativiste (E/m_0c^2)

R = rayon magnétique de la trajectoire. R = 5.36 m

$\lambda_c =$ longueur d'onde critique ($\lambda_c = 4 \pi R / 3 \gamma^3$). $\lambda_c = 1.44 \cdot 10^{-10}$ m

La source de dimensions négligeables est considérée comme ponctuelle

I = 400 mA est le courant stocké dans l'anneau

Durée de vie du faisceau : remplissage continu, durée « infinie »

Et pour la source ANKA de Karlsruhe que nous avons aussi utilisée :

E = 2.5 GeV,

$\lambda_c = 1.89 \cdot 10^{-10}$ m

Source ponctuelle

I = 180 mA est le courant stocké dans l'anneau à l'injection

Durée de vie du faisceau : 10 h

La grandeur $1 / \gamma$ caractérise l'ordre de grandeur de l'ouverture verticale ψ du faisceau (en fait ψ dépend de la longueur d'onde). Elle est inversement proportionnelle à l'énergie des particules stockées. Dans l'exemple de SOLEIL elle vaut à peu près 0.2 mrad ce qui justifie que l'on dise qu'il s'agit d'un faisceau parallèle ou naturellement verticalement collimaté.

La longueur d'onde critique λ_c est celle qui partage la puissance spectrale émise en deux parties égales (0.42. λ_c est la longueur d'onde correspondant au maximum de puissance rayonnée).

Absorption des rayons X et dose absorbée

La lithographie X, telle qu'elle est envisagée ici, repose sur l'absorption des rayons-X par la matière et plus particulièrement sur les effets radiochimiques engendrés dans une résine.

Lorsqu'un faisceau de rayons-X parallèles et strictement monochromatique, d'intensité N_0 , traverse perpendiculairement la surface d'une lame à faces parallèles d'un matériau homogène et isotrope, d'épaisseur h (cm) et dont la surface est plus grande que la section du faisceau incident, l'intensité du faisceau émergent est donné par l'expression

$$N = N_0 \cdot \exp(-\mu \cdot h)$$

Le rapport $T = N / N_0$ est le facteur de transmission et $A = 1 - T$ le facteur d'atténuation. N_0 est exprimé en nombre de photons par seconde et par unité de surface (à une longueur d'onde donnée). N_0 est l'expression de $N_s(\lambda)$, avec les bonnes unités, dans le plan de la résine à la distance $D(m)$ de la source.

La relation précédente définit le coefficient d'absorption linéaire total μ (cm^{-1}) pour le faisceau primaire, relativement au matériau en question.

Pour les rayons-X, μ est très dépendant de la longueur d'onde du rayonnement et de la nature de l'absorbant. A une longueur d'onde donnée λ , la valeur de μ est une caractéristique du matériau absorbant et de son état physique. Par contre, la quantité μ/ρ où ρ (g/cm^3) est la densité du matériau ne dépend quasiment pas de l'état physique de celui-ci. La quantité (μ / ρ) est nommée le coefficient d'absorption massique (cm^2/g). Il est aussi vérifié, avec une bonne approximation, que cette quantité est additive par rapport aux coefficients d'absorption massique des divers éléments constitutifs de l'absorbant considéré.

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right) = \sum_i g_i \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_i$$

où g_i est la fraction de masse de l'élément i .

Les valeurs de (μ / ρ) sont tabulées [24] et permettent d'effectuer tout les calculs nécessaires à la lithographie X.

La grandeur $1 / \mu$ (cm) est souvent employée pour comparer différents matériaux à une longueur d'onde donnée. C'est la longueur d'atténuation. Elle correspond à un facteur d'atténuation $A \sim 63\%$ ($A = 1 - 1 / e$).

Dans la gamme de longueur d'onde utile pour le LIGA (environ de 0.1 à 0.6 nm), le phénomène régissant l'absorption des rayons-X par la matière est dominé par l'effet photoélectrique. Un photon X incident d'énergie $h \nu$ (J) disparaît complètement dans l'interaction qu'il a avec un atome de la cible. Cette énergie est essentiellement utilisée pour l'éjection d'un électron de cœur hors de l'atome transportant avec lui un excès d'énergie sous forme d'énergie cinétique. Le coefficient d'atténuation linéaire photoélectrique τ qui reflète cet effet varie de façon non linéaire et discontinue avec λ et on fait ici l'approximation que $\mu \sim \tau$ est valable pour le LIGA. Un exposé plus détaillé sur le coefficient linéaire d'absorption se trouve dans de nombreux ouvrages de physique [25], [26].

La quantité $dN/dx = \mu N$ représente le nombre de photons absorbé par seconde, à la profondeur x et par unité de volume du matériau de coefficient d'absorption μ .

Pour la lithographie, la grandeur importante est la dose déposée dans la résine $D(\lambda, x)$ exprimée en J/cm^3 .

En multipliant les deux membres de l'égalité précédente par l'énergie des photons (en Joules), on obtient la puissance absorbée par unité de volume considéré. En multipliant ensuite les deux membres par le temps T (s) d'exposition, on obtient la dose $D(\lambda, x)$ déposée dans le matériau, à une

longueur d'onde donnée et à la profondeur x . Comme c'est le cas pour le LIGA, il faut tenir compte de la nécessité de recourir à un faisceau plus ou moins polychromatique ; la dose totale déposée à la distance x sous la surface sera le résultat d'une intégration sur le domaine spectral déterminé par les conditions expérimentales de l'exposition.

$$D(x) = \int D(\lambda, x) d\lambda \quad [7]$$

Cette équation est l'outil de base pour la lithographie profonde par rayons X.

Elle doit être en plus aménagée pour tenir compte de la situation réelle, c'est à dire des éléments physiques qui sont placés en avant de la résine à irradier et qui influent sur la distribution spectrale du faisceau incident sur celle-ci : des optiques, des filtres, des fentes, la nature de la membrane du masque rayons X.

Annexe 2 : Méthodes d'assemblages

Micro-câblage (wire bonding)

Plus mature et très répandu au niveau industriel, le câblage filaire est une technologie qui consiste à utiliser un fil de nature métallique pour connecter des composants (**Figure 156**). Selon le type de composant, la nature du fil (Au, Al, Cu), ces fils peuvent atteindre un diamètre de quelques dizaines de micromètres et un pas d'interconnexions de quelques centaines de micromètres à 50 μ m.

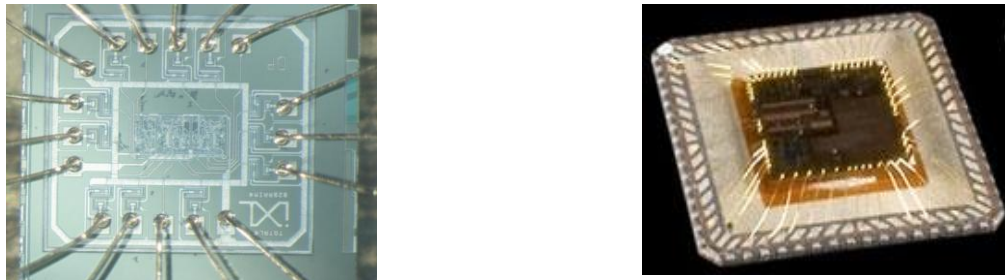


Figure 156 : Exemple d'un câblage filaire.

Il existe deux techniques pour ce type de connexions : la soudure à boule et la soudure par écrasement. Cette méthode de micro câblage intervient à l'étape de packaging pour connecter le détecteur à son environnement électronique.

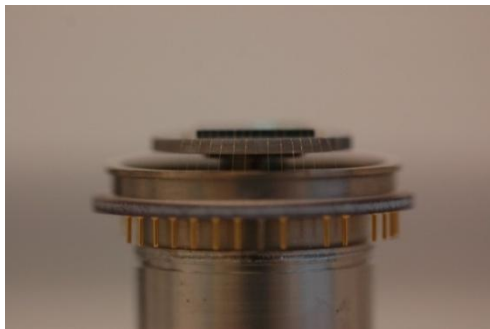


Figure 157 : Assemblage par micro-câblage d'un détecteur (InGaAs) sur céramique.

a. La soudure à boule ou ball bonding

La soudure à boule (**Figure 158**) est une technique d'assemblage qui consiste à passer un fil métallique la plupart du temps en or à travers un capillaire chauffé (100 à 200°C). Une boule est formée à partir de ce fil par la décharge d'un condensateur ou par une flamme d'hydrogène ; cette boule est

ensuite soudée sur le plot de sortie du circuit intégré. Le capillaire se déplace sur la plage suivante pour effectuer la deuxième soudure. Le fil est arraché par le capillaire.

Reconnue par sa rapidité 10 à 30 fils par seconde. Cependant la dimension des boules ne permet pas d'augmenter la densité d'interconnexion.

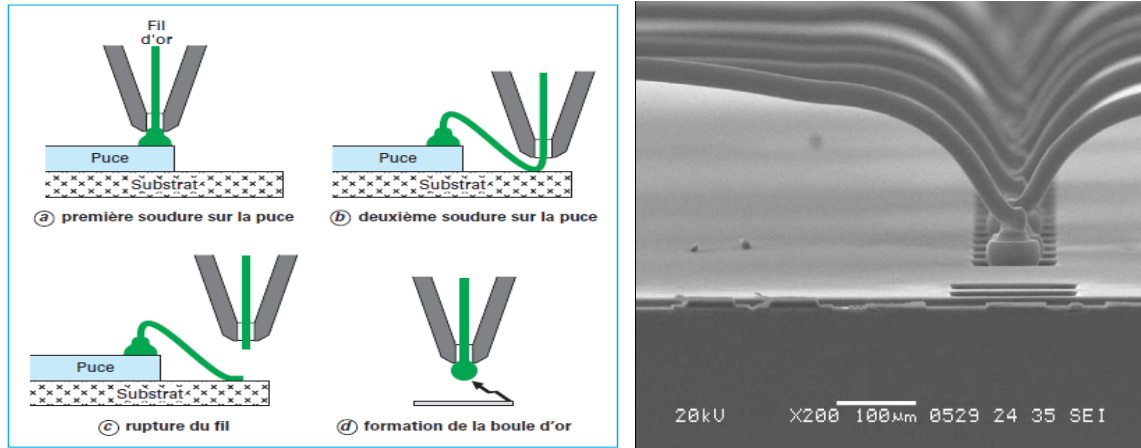


Figure 158: Procédé "ball bonding"

b. Soudure par écrasement ou wedge bonding

Le "wedge bonding" (Figure 159), est une deuxième filière du micro-câblage. Dans ce cas de figure le fil est guidé par un outil qui l'applique sur la zone à souder ; on réalise ainsi une liaison métallurgique entre le fil et le plot à connecter à froid par la combinaison pression et vibrations ultrasonores. La vitesse de câblage est de l'ordre de 1 à 5 fils par seconde. Ce type de soudure permet de descendre à des pas d'interconnexion d'environ 75 µm.

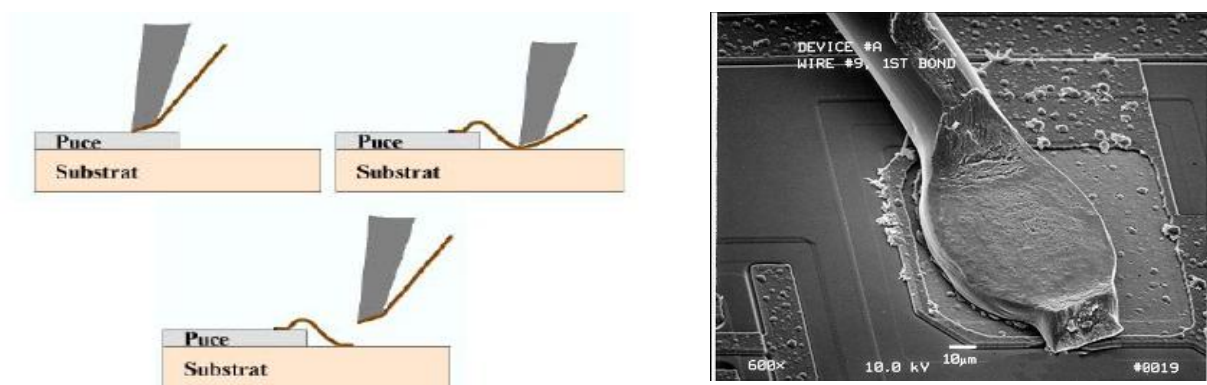


Figure 159: Procédé de "wedge bonding"

Adhésif conducteur ou Collage

C'est l'un des trois procédés d'assemblage flip-chip. L'adhésif conducteur, est une alternative de l'assemblage par brasure, souvent utilisée dans le packaging microélectronique pour des applications civiles (ordinateurs portables, montres, jouets...). Elle consiste à utiliser une colle ou résine chargée d'argent par exemple ; pour réaliser une connexion électrique, thermique et mécanique entre la puce et le substrat. Cette technique offre de nombreux avantages : elle améliore les performances thermomécaniques, elle nécessite moins d'étapes, et surtout une méthode sans flux. Elle permet également d'avoir une grande densité d'interconnexion. Cependant ces performances électriques sont très faibles : faible conductivité électrique, diminution de la conductivité à haute température ; la résine nécessite une étape de dégazage. Ces faibles performances empêchent donc d'utiliser cette méthode dans des domaines tels que l'aéronautique.

Il existe deux grandes familles d'adhésifs conducteurs.

a. Adhésifs isotropiques (ICA *Isotropic Conductive Adhesive*)

Ce type d'adhésif conduit dans toutes les directions (**Figure 160**).

b. Adhésifs anisotropiques (ACA *Anisotropic Conductive Adhesive*)

Comme son nom l'indique, ce type d'adhésif conduit électriquement dans un seul axe. La matrice adhésive est constituée de petites particules métalliques qui sont piégées entre les plots de la puce recouverts de bumps et les pistes du substrat (**Figure 160**).

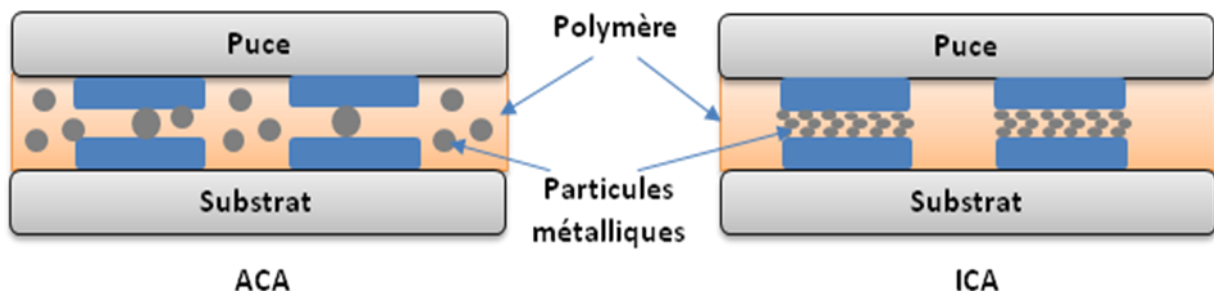


Figure 160 : Assemblage Flip-chip par adhésifs conducteurs. [5]

Comparaison des technologies d'interconnexion

Par rapport à la technique de micro-câblage, la connexion par plot métallique ou flip-chip est basée sur l'utilisation d'une jonction par plots métalliques de faibles dimensions qui permet de diminuer

les pertes électriques (faible inductance et faible bruit), une meilleure dissipation thermique avec un refroidissement double faces, une bonne tenue mécanique. Enfin elle favorise la miniaturisation avec l'augmentation de la compacité et de la densité d'interconnexion. Le tableau ci-dessus présente une comparaison au niveau des propriétés électriques pour chaque technique d'assemblage.

	<i>Résistance (mΩ)</i>	<i>Inductance (mH)</i>	<i>Capacité (pF)</i>
<i>Micro-câblage</i>	90	2.58	0.02
<i>Microbilles</i>	30	0.06	0.17

Tableau 22 : Comparaison entre la technologie microbille et micro câblage.

Cette technique réduit également la taille du boîtier tout en étant plus fiable et plus robuste que la technologie filaire. Sans oublier leur effet sur le coût des composants électroniques.

Annexe 3: Lithographie UV / Techniques de contrôle

a. Etapes Lithographies UV.

Cinq étapes peuvent être définies :

1. L'enduction correspond à la déposition d'une résine photosensible. L'épaisseur de cette couche est déterminée par la vitesse de rotation de la tournette sur laquelle est déposé le substrat. Le polyméthyl-methacrylate (PMMA), SPR, NLoF, sont les résines que nous avons retenues.
2. L'insolation est l'irradiation de la résine par un rayonnement UV ou rayon X.
3. La révélation correspond à la dissolution des chaînes polymères de plus faibles poids moléculaires. Le paramètre déterminant de cette étape est le temps d'immersion de l'échantillon dans le solvant adéquat. Un temps trop court ou trop long engendre respectivement la présence de résidus polymères au fond des motifs et un élargissement du motif.
4. La métallisation permet la réalisation d'un dépôt métallique par évaporation thermique ou croissance électrolytique.
5. Le lift-off correspond à la dissolution des chaînes polymères non insolées par un solvant spécifique. Le métal déposé par-dessus la résine est lui-même emporté par cette dissolution.

b. Techniques de contrôle

L'étape de contrôle consiste, à vérifier la réalisation de chaque étape avant de passer à la suivante. Pour la gravure profonde trois outils ont été utilisés : Ellipsométrie pour un contrôle d'uniformité de l'épaisseur de la silice ou du nitrure déposés par PECVD, Profilométrie (topologie), microscopie optique pour contrôler l'état de surface et un Microscopie à Balayage électronique MEB pour observer le profil et la qualité de gravure.

Profilomètre et microscope optique interférométrique

Ces deux méthodes d'analyses de surface sont couramment utilisées en salle blanche pour des mesures rapides de l'état de surface. L'élément principal du Profilomètre est une pointe qui vient sonder la topographie de la surface de l'échantillon. On peut ainsi facilement déduire l'épaisseur gravée d'une couche avec une bonne précision (1 nm).

Le microscope optique interférométrique est utilisé principalement comme un outil d'analyse. Cette technique optique d'analyse a l'avantage d'être non destructive et est utilisée pour mesurer l'uniformité d'épaisseur des couches de silice et de Nitrure après dépôt, dont les indices optiques sont connus.

Microscopie à Balayage électronique MEB

Un faisceau très fin d'électrons, monocinétique, balaie la surface d'un échantillon où se produisent des interactions détectées par un capteur qui contrôle la brillance d'un oscilloscope cathodique dont le balayage est synchronisé avec celui du faisceau d'électrons ; on peut ainsi comparer le MEB à un système de télévision en circuit fermé.

L'image MEB est une image reconstituée : une sonde, le faisceau d'électrons, balaye la surface de l'échantillon, un détecteur récupère de manière synchrone un signal induit par cette sonde et qui lui correspond pour en former une image, cartographie de l'intensité de ce signal. Le MEB est constitué d'une source d'électrons d'un jeu de lentilles "condenseur" focalise sur un diaphragme. Une deuxième lentille "objectif" refocalise ce faisceau sur l'échantillon en un spot très fin (<15 à 200 Å). Un jeu de bobines de déflexion permet de déplacer le faisceau et donc de balayer l'échantillon. Ceci forme la sonde.

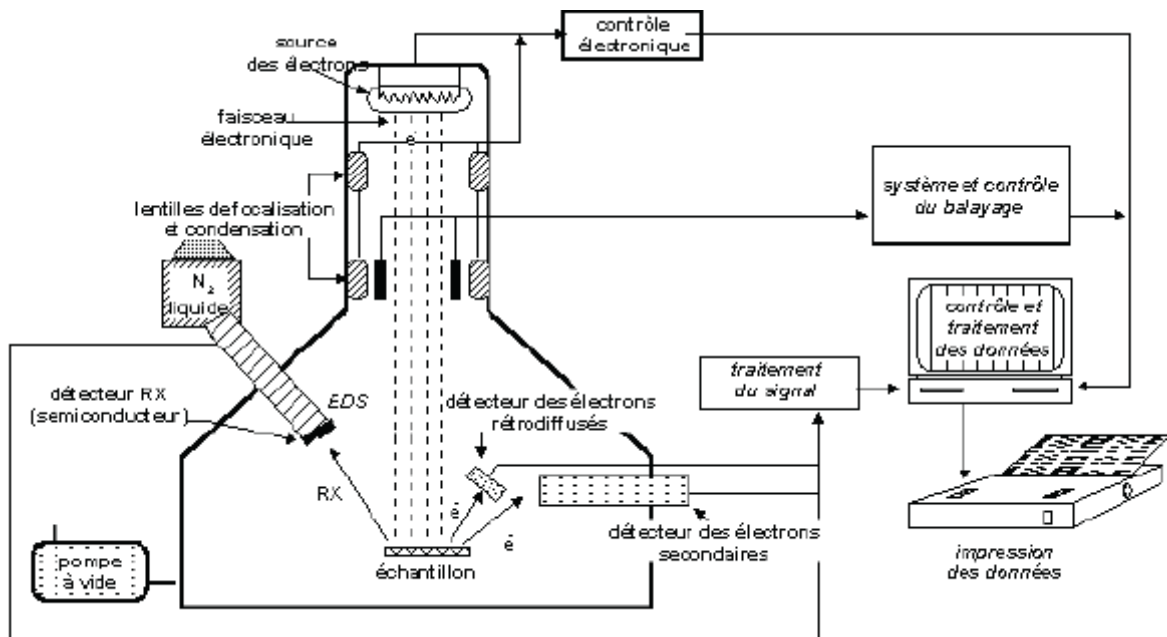


Figure 161 : Schéma d'un MEB

Interactions du faisceau électronique avec l'échantillon

Sous l'impact du faisceau d'électrons accélérés, des électrons rétrodiffusés et des électrons secondaires émis par l'échantillon (**Figure 161**) sont recueillis sélectivement par des détecteurs qui transmettent un signal à un écran cathodique dont le balayage est synchronisé avec le balayage de l'objet.

En pénétrant dans l'échantillon, le faisceau d'électrons diffuse peu et constitue un volume d'interaction (poire de diffusion) dont la forme dépend principalement de la tension d'accélération et du numéro atomique de l'échantillon. Dans ce volume, les électrons et les rayonnements électromagnétiques produits sont utilisés pour former des images ou pour effectuer des analyses physico-chimiques. Pour être détectés, les particules et les rayonnements doivent pouvoir atteindre la surface de l'échantillon. La profondeur maximale de détection, donc la résolution spatiale, dépend de l'énergie des rayonnements.

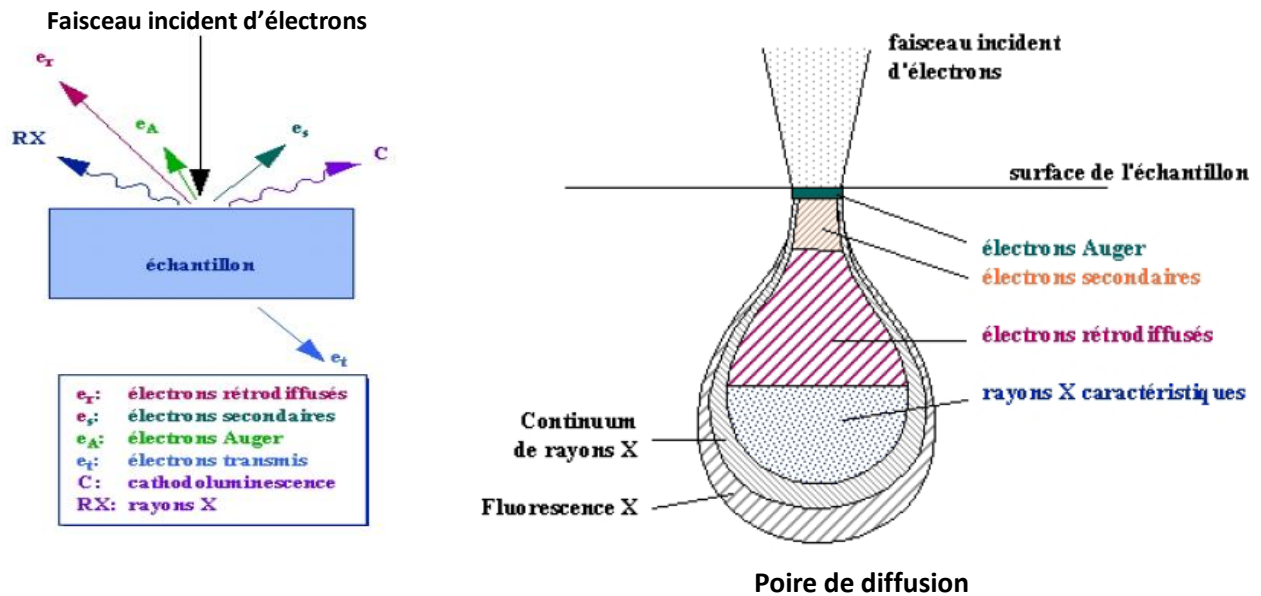


Figure 162 : Représentation schématique l'interaction entre le faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon.

Spectrométrie de masse des ions secondaires (SIMS)

La Spectrométrie de Masse des Ions Secondaires est une technique largement utilisée en microélectronique. L'échantillon à analyser est bombardé par faisceau d'ions de quelques keV, ce qui conduit à une pulvérisation des atomes superficiels sous la forme de diverses particules (électrons, photons, atomes, ions, molécules). Dans le cas de la SIMS, les ions secondaires sont canalisés par un jeu de lentilles et de prisme électrostatique et chaque ion est séparé du reste en fonction de sa masse par un champ magnétique. La **Figure 163** schématise le principe de l'analyse. Le signal d'ion secondaire est ensuite converti en concentration d'élément à l'aide d'étalons.

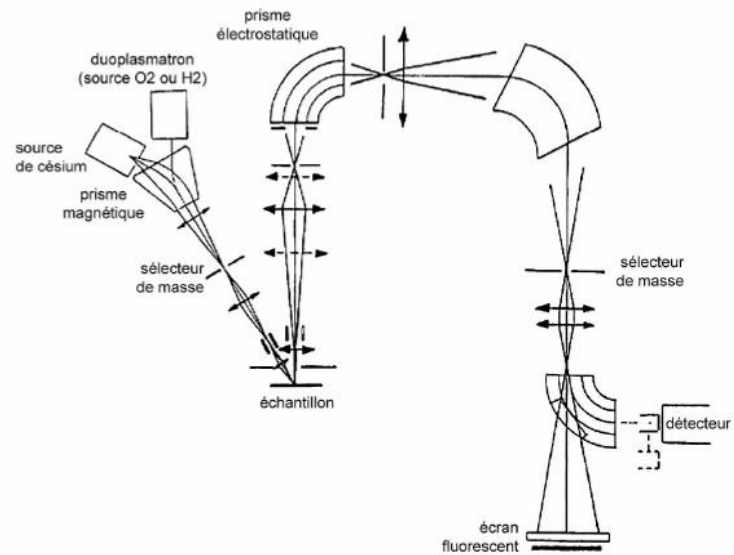


Figure 163 : Schéma de principe d'analyse par SIMS

La SIMS est une analyse essentiellement de surface de l'échantillon, la profondeur des ions secondaires (profondeur d'échappement) ne dépasse pas 3 couches atomiques. La profondeur de pénétration dépend de l'énergie, de l'angle d'incidence et de la masse des ions primaires vis-à-vis des atomes cibles.

La SIMS permet d'accéder à des grandeurs tels que :

- La nature de tous les atomes de l'échantillon, sans limitation de masse avec une résolution $R = M/\Delta M$ pouvant dépasser 10000.
- Le profil de concentration qui correspond à l'intensité de certains ions en fonction du temps d'érosion.

Annexe 4 : Propriétés mécaniques et comportement des matériaux

Module de Young (E) :

Le module de Young ou d'élasticité, caractérise la rigidité d'un matériau. Il traduit la relation de proportionnalité entre la contrainte (σ) (en Pa) et le déplacement relatif (ε) (en %) (loi de Hooke) lorsqu'un matériau subit une déformation totalement réversible.

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E}$$

σ : Contrainte (Pa)

ε : Déformation (%).

E : Module du Young (Pa).

Coefficient de Poisson (ν)

Lorsque l'on exerce une traction ou une compression, on constate que la largeur de la pièce varie également, à l'inverse de l'allongement. La variation relative de dimension est proportionnelle à l'allongement relatif ε , le coefficient de proportionnalité s'appelle le coefficient de poisson ou rapport de poisson. On le note ν (sans dimension).

Coefficient de dilatation thermique

Le Coefficient de Dilatation Thermique α (CTE) est défini comme l'augmentation relative de longueur par unité de température et s'exprime en ppm/°K. Dans le régime linéaire, on calcule la variation de longueur d'un matériau contraint à une variation de température par l'équation suivante :

$$\alpha = \frac{L_f - L_0}{L_0 (T_f - T_0)}$$

Contraintes thermomécaniques

Les contraintes thermomécaniques dans les assemblages de matériaux hétérogènes sont principalement dues à la différence de leur coefficient de dilatation thermique, ces contraintes entraînent des déformations (ε) au sein des composants et particulièrement aux différentes interfaces. Dans le cas d'un assemblage de deux composants ; la déformation s'exprime par l'équation : ^{[19] [20]}.

$$\varepsilon(T) = \int_{T_0}^T (\alpha_1(T) - \alpha_2(T)) dT$$

Où α_1 et α_2 sont respectivement les coefficients de dilatation thermique tangents du composant 1 et 2, T est la température et T_0 correspond à la température initiale à laquelle la structure est dans un état libre de contraintes, c'est-à-dire à la température d'assemblage.

Dans le cas où les coefficients de dilatation sont indépendants de la température, l'équation devient :

$$\varepsilon = \Delta\alpha * \Delta T$$

La contrainte thermomécanique dans la structure, est déduite des relations précédentes et de la loi de Hooke. Son expression, dans l'hypothèse des contraintes planes, et dans le cas où les coefficients de dilatation sont indépendants de la température, est évaluée par la relation :

$$\sigma = \frac{E_i}{1-\nu_i}(\alpha_1 - \alpha_2)(T - T_0)$$

Avec E_i et ν_i le module de Young et le coefficient de Poisson du composant 1 ou 2.

Dès lors, on comprend le rôle prédominant du coefficient de dilatation thermique et de la variation de température pour l'appréhension des contraintes thermomécaniques dans les assemblages microélectroniques de puissance qui sont soumis à de forte variation de température.

Les contraintes mécaniques provoquées par les sollicitations thermiques peuvent être des contraintes de traction-compression ($\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z$) ou de cisaillement ($\tau_{xy}, \tau_{xz}, \tau_{yx}, \tau_{yz}, \tau_{zx}, \tau_{zy}$), ces contraintes sont décrites par un tenseur en mécanique des milieux continus dont les composantes sont indiquées schématiquement à la **Figure 164**.

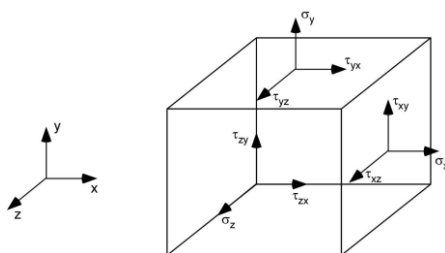


Figure 164 : Distribution des contraintes dans un élément de solide

Le tenseur des contraintes résultantes sur les trois axes x, y, z s'écrivent :

$$\sigma_{ij} = \begin{bmatrix} \sigma_x & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_y & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_z \end{bmatrix}$$

Figure 165 : Tenseur des contraintes résultantes

Contrainte de Von Mises

Pour estimer la valeur moyenne des contraintes que peut subir un matériau en un point, une grandeur a été définie appelée contrainte de Von Mises dont l'expression est donnée par l'équation ci-après. Cette grandeur est couramment utilisée dans les études numériques pour l'estimation de la résistance des matériaux dans les assemblages de puissance, la contrainte de Von Mises est exprimée par l'équation (σ_e) :

$$\sigma_e = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\sigma_x - \sigma_y)^2 + (\sigma_y - \sigma_z)^2 + (\sigma_z - \sigma_x)^2}$$

Essai de traction compression

L'essai de traction compression est le test mécanique le plus utilisé pour évaluer le comportement thermomécanique des matériaux. Il consiste à soumettre un matériau, généralement sous forme d'une éprouvette, à une force de traction ou compression et à mesurer l'allongement correspondant à cette force; la **Figure 166** définit la courbe typique de traction, pour un comportement ductile.

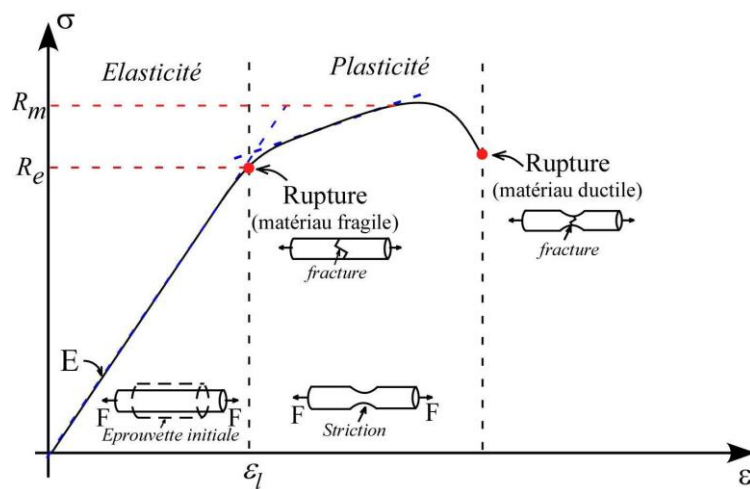


Figure 166 : Courbe de réponse d'un matériau ductile soumis à un essai de traction.

On distingue trois comportements :

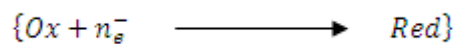
- Un comportement élastique linéaire réversible, l'arrêt de la sollicitation permet à l'éprouvette de retourner dans son état initial, et où les contraintes et les déformations sont reliées linéairement par la loi de Hooke :
- Lorsque la contrainte dépasse la limite élastique, deux cas de figures se produisent : soit on a une rupture juste après cette limite d'élasticité et dans ce cas on parle d'un matériau fragile, soit une déformation plastique irréversible dans le cas d'un matériau ductile. La rupture des matériaux en général est due à un comportement plastique hétérogène.
- Comportement visco-plastique, les matériaux subissent un écoulement de matière, fonction du temps, sous sollicitation constante, c'est le fluage. Ce comportement caractérise presque tous les matériaux et il devient significatif à partir d'une température de l'ordre de $0.5 T_m$, avec T_m ; la température de fusion.

Annexe 5: Rendement Faradique de déposition

Soit un dépôt électrochimique effectué à un potentiel permettant la réduction du métal souhaité. Si aucune autre contribution ne génère un courant à ce potentiel, l'analyse de la réponse $I = f(t)$ enregistrée au cours d'une déposition permet de calculer par intégration la charge réelle ($Q_{réelle}$) ayant servi au dépôt et d'en déduire la masse et l'épaisseur du dépôt :

$$Q_{réelle} = \int_0^t I dt$$

Si on considère la réaction de réduction suivante :



La formule de Faraday permet de déterminer la quantité de charge théorique ($Q_{calculée}$) nécessaire pour déposer une masse m de métal, en supposant un rendement Faradique de 100%

$$Q_{calculée} = \frac{n * F * m}{M} = \frac{n * F * \rho * S * e}{M}$$

Où

n : le nombre d'oxydation

F : la constante de Faraday (96485.338 C/mole d'électrons)

m : masse déposée (g)

M : masse molaire ($g \cdot mol^{-1}$)

ρ : masse volumique ($g \cdot cm^{-3}$)

V : volume déposé (cm^3)

S : surface de déposition (cm^2)

e : épaisseur du dépôt (cm).

On calcul le rendement R par :

$$R = 100 * \frac{Q_{calculée}}{Q_{réelle}}$$

La valeur ($Q_{calculée}$) peut être calculé par deux méthodes :

- Une mesure directe de la masse m du dépôt, au moyen d'une balance de précision $10^{-5}g$.
- Une mesure de l'épaisseur du dépôt (observation MEB).